



HAL
open science

Valorisation par compostage de résidus solides de digestion anaérobie des déchets organiques

C. Teglia

► **To cite this version:**

C. Teglia. Valorisation par compostage de résidus solides de digestion anaérobie des déchets organiques. Sciences de l'environnement. Doctorat mention Chimie, Ecole doctorale Sciences de la Matière, Université Rennes I, 2011. Français. NNT: . tel-02596895

HAL Id: tel-02596895

<https://hal.inrae.fr/tel-02596895v1>

Submitted on 15 May 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1

sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne

pour le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Mention : Chimie

Ecole doctorale Sciences de la Matière

présentée par

Cécile Teglia

préparée à l'unité de recherche GERE

Gestion environnementale et traitement biologique des déchets
Cemagref

**Valorisation par
compostage de
résidus solides de
digestion anaérobie
des déchets
organiques**

**Thèse soutenue à Rennes
le 15 décembre 2011**

devant le jury composé de :

Sabine HOUOT

Directeur de recherche, INRA, EGC Sols / *rapporteur*

Rémy GOURDON

Professeur, INSA Lyon / *rapporteur*

Ina Körner

Dr - Ing., Université Hambourg (DE) / *examineur*

Patricia Camacho

Dr - Ing., Suez-Environnement / *examineur*

Guillaume Bastide

Ing., ADEME, Angers / *examineur*

Jean-Luc Martel

Ing., Suez-Environnement / *examineur*

José Martinez

Directeur de recherche, Cemagref, Rennes / *directeur de thèse*

Anne Trémier

Dr - Ing., Cemagref, Rennes / *encadrante de thèse*

Remerciements

Ce travail de recherche a été co-financé par l'ADEME et Suez-Environnement et réalisé au sein du Cemagref de Rennes sous l'encadrement scientifique d'Anne Trémier.

Je tiens à remercier José Martinez, directeur de centre du Cemagref de Rennes, pour m'avoir accueillie au sein de l'unité GERE et avoir assuré avec enthousiasme et implication la direction universitaire de ce travail de thèse.

Tous mes remerciements vont à Madame Sabine Houot, directeur de recherche à l'INRA de Versailles-Grignon, et Monsieur Rémy Gourdon, professeur à l'INSA de Lyon, pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail de thèse. Je les remercie également pour leur participation au jury de la thèse de même que Madame Ina Körner, professeur à l'université d'Hambourg, Madame Patricia Camacho, ingénieur projet de Suez-Environnement et Monsieur Guillaume Bastide, ingénieur du Département Gestion Optimisée des Déchets à l'ADEME.

Je remercie particulièrement Monsieur Jean-Luc Martel, expert en traitement biologique des boues et déchets organiques de Suez-Environnement, pour m'avoir accordé sa confiance dans la réalisation de ce travail de thèse. Vos conseils avisés et votre implication m'ont permis de me frotter aux réalités industrielles du traitement des déchets et d'en appréhender les enjeux.

Je souhaite évidemment remercier tout particulièrement Anne Trémier qui m'a encadrée tout au long de cette thèse. Ta confiance, tes conseils et ton soutien m'ont permis de mener ce travail à bien. Même si tes critiques incisives (mais constructives !) n'ont pas toujours été faciles à entendre, elles m'ont poussé à toujours me dépasser et à faire mieux. Si aujourd'hui je suis si fière de ce travail, c'est en grande partie grâce à toi. Merci !

Merci à tous mes collègues du Cemagref de Rennes et en particulier à l'équipe Sowaste grâce à qui j'ai pu, plus ou moins facilement, transporter, mélanger, sécher, broyer, caractériser des kilos et des kilos de déchets... Merci à Annie, Céline, Lynda, Amaury, Jean-Claude, Eric, Jean-Philippe et une mention spéciale à Mylène pour le grand « coup de main » analytique des derniers mois de ma thèse !

Et parce que l'on sait aussi se détendre entre collègues, une pensée particulière aux joueurs du mercredi midi, aux coureurs et aux squasheurs des autres jours, aux casse-cous de l'accrobranche, aux motards et aux motardes (!), aux cuisiniers des

soirées culinaires et à tous mes collègues qui par leur sympathie ont rendu agréables ces presque 6 années depuis le stage en passant par le CDD et en finissant par la thèse !

Je tiens également à dédicacer ce travail à mes amis.

A la « meute » avec qui j'ai partagé de nombreux moments de détente, de jeux, de concerts, de vacances au bord de la piscine... Dédicace donc à Benji & Naïma, Flo & Daphné, GreG & Raph avec le premier petit bout de la bande Mathis, et à JB.

La bande à Barbie : Popo, Aurel, Zulie et Ninie. Nos retrouvailles hebdomadaires rythment mes semaines depuis bientôt deux ans. A l'heure où certains d'entre nous partent vers de nouveaux horizons, je sais que même si la distance augmente, les barres de rigoulade et l'amitié resteront. Et sans oublier : à Michel !

A Camille, depuis maintenant 10 ans que nous nous connaissons, la vie nous a fait passer par des hauts et par des bas... mais notre amitié s'en est toujours trouvée renforcée ! Merci d'être là aujourd'hui, cela signifie beaucoup pour moi.

A Mathilde, il n'a pas fallu longtemps pour que l'on se trouve et je détournerais facilement le proverbe pour dire que, pour nous, l'amitié n'attend point le nombre des années ! Merci de m'avoir supportée pendant ces deux années, et surtout pendant notre année et quelques mois de vie commune :-). Je m'en veux de t'abandonner pour cette dernière ligne droite mais je sais que tu y arriveras brillamment, et malgré la distance tu pourras toujours compter sur mon soutien.

A Naïma, ton amitié et ton soutien indéfectible m'ont toujours poussée vers l'avant. Nos discussions interminables, nos rires et parfois nos larmes (de joie !) ont à coup sûr marqué ces années depuis notre rencontre. Aux longues années qu'il nous reste encore à partager !

Merci à ma belle-famille, Caro, Serge, Alex et Clem, vous m'avez toujours ouvert grands les bras et les moments passés à Loc sont toujours synonymes de tout ce j'aime : de la musique, des jeux, du rire. Merci surtout pour ces dernières vacances qui m'ont permis de prendre un grand bol d'air marin avant la dernière ligne droite de la rédaction.

Ma (nombreuse) famille est dans mon cœur et ils le savent ;-). Mais je voulais profiter de ces quelques lignes pour leur adresser une dédicace toute particulière.

A mes 11 neveux et nièces, qui me comblent de bonheur et en particulier à mes 2 filleuls chéris Jean et Lilian.

A Cyrille, pour ces vacances portugaises en 2008 durant lesquelles nous avons, un peu, refait le monde, et qui m'auront sûrement permis d'attaquer plus sereinement ce travail de thèse.

A Marianne, pour toutes ces séances de cinéma, ces entraînements et ces courses effrénées que tu as toujours remportées haut la main !

A Claire, pour ce séjour paradisiaque sur l'île intense ! Mention spéciale à Zozo pour l'ascension du Piton de la Fournaise qui reste encore aujourd'hui un de mes souvenirs les plus forts.

A Pierre, pour ces innombrables dîners, pour tous les certificats que je t'ai extorqués, et pour ta compagnie lors de ces deux dernières courses durant lesquelles il fut de plus en plus difficile pour moi de suivre ta foulée...

A Elisabeth, pour tous mes séjours amiénois puis isérois qui m'ont ravis à chaque fois, pour ton soutien et ta confiance dans les moments où la vie vous fait douter de tout.

A mes chers parents, qui m'ont toujours soutenue et encouragée, et que j'espère aujourd'hui rendre fiers de leur petite dernière.

Enfin, je dédicace ce travail à Nicolas. Le renouveau de notre amour me rend plus heureuse chaque jour qui passe. Aux nombreuses années qui s'offrent à nous, à nos envies, à nos projets, à nous... Un et un font trois !



Communications liées à la thèse

Study of the feasibility of composting treatment for anaerobic digestion solid residues.

Orbit 2010, 7th International Conference, June 29 – July 3rd, 2010 – Heraklion, Crete, Greece

Valorisation of anaerobic digestion residues: assessment of their biodegradability.

WasteEng¹⁰, May 17-19, 2010 – Beijing, China

Publications liées à la these

Characterization of solid digestates: Part 2, assessment of the quality and suitability for composting of six digested products.

Waste and Biomass Valorization, Volume 2, Number 2, 2011, p.113-126

C. Teglia, A. Tremier, J-L. Martel

Characterization of solid digestates: Part 1, review of existing indicators to assess solid digestates agricultural use.

Waste and Biomass Valorization, Volume 2, Number 1, 2011, p.43-58

C. Teglia, A. Tremier, J-L. Martel



Table des matières

LISTE DES TABLEAUX.....	7
LISTE DES FIGURES.....	11
NOMENCLATURE ET GLOSSAIRE.....	13
PROBLEMATIQUE DE LA THESE	15
I. INTRODUCTION.....	17
II. LA DIGESTION ANAEROBIE COMME PROCEDURE DE TRAITEMENT DES DECHETS ORGANIQUES BIODEGRADABLES.....	18
<i>II.1. Principe général.....</i>	<i>18</i>
<i>II.2. Mise en œuvre de la méthanisation.....</i>	<i>18</i>
II.2.1. Température de fonctionnement.....	18
II.2.2. Teneur en matière sèche.....	19
II.2.3. Mode d'alimentation du digesteur.....	19
II.2.4. Méthanisation par étapes.....	20
<i>II.3. Gisements de déchets.....</i>	<i>20</i>
III. ETAT DES LIEUX DE LA FILIERE DE METHANISATION EN FRANCE.....	22
<i>III.1. Aspects réglementaires.....</i>	<i>22</i>
<i>III.2. Etat des lieux des installations de méthanisation.....</i>	<i>23</i>
IV. LA VALORISATION DU DIGESTAT.....	26
<i>IV.1. Caractéristiques.....</i>	<i>26</i>
<i>IV.2. Statut réglementaire et gestion du digestat.....</i>	<i>27</i>
V. DEFINITION DES OBJECTIFS DE LA THESE.....	29
PREMIERE PARTIE CARACTERISATION DES DIGESTATS ET PROPOSITION D'UNE TYPOLOGIE.....	31
CHAPITRE 1 INDICATEURS DE CARACTERISATION DES DIGESTATS SOLIDES.....	33
I. INTRODUCTION.....	35
II. CARACTERISATION D'UN USAGE AGRICOLE DIRECT.....	38
<i>II.1. Textes de référence.....</i>	<i>39</i>
II.1.1. Normes françaises.....	39
II.1.1.1. Amendement organique.....	40
II.1.1.2. Engrais.....	41
II.1.2. Réglementation européenne.....	41
II.1.3. Réglementation nord-américaine.....	44
<i>II.2. Indicateurs des propriétés amendantes.....</i>	<i>46</i>
II.2.1. Matière sèche, matière organique.....	46

II.2.2.	Teneurs en carbone et azote	47
II.2.3.	Fractionnement biochimique	49
II.2.4.	Fractions humiques	50
II.2.5.	Capacité d'échange cationique	51
II.3.	<i>Indicateurs des propriétés fertilisantes</i>	52
II.3.1.	C, N, P, K	52
II.3.2.	Autres minéraux	53
II.4.	<i>Indicateurs de l'innocuité du produit</i>	54
II.4.1.	Impuretés inorganiques	54
II.4.2.	Éléments potentiellement toxiques	55
II.4.3.	Contaminants organiques	57
II.4.4.	Stabilité/Maturité	57
II.4.4.1.	Indicateurs biologiques	57
II.4.4.2.	Indicateurs chimiques	58
II.4.5.	pH, salinité, conductivité	61
II.4.6.	Phyto-toxicité	62
II.4.7.	Pathogènes	62
III.	CARACTERISATION DE LA TRAITABILITE AEROBIE	64
III.1.	<i>Paramètres physiques</i>	64
III.2.	<i>Potentiel biodégradable</i>	64
III.3.	<i>Cinétiques de biodégradation</i>	66
IV.	CHOIX DES INDICATEURS DE CARACTERISATION	68
CHAPITRE 2 SELECTION ET CARACTERISATION DES SUBSTRATS ETUDIES..		71
.....		
I.	INTRODUCTION	73
II.	DECHETS ETUDIES	74
II.1.	<i>Sites de méthanisation</i>	74
II.2.	<i>Prélèvements</i>	76
III.	METHODES DE CARACTERISATION DES SUBSTRATS	79
III.1.	<i>Fractionnement aqueux</i>	79
III.2.	<i>Méthodes de caractérisation des échantillons non liquides</i>	80
III.3.	<i>Méthodes de caractérisation des échantillons liquides</i>	82
III.4.	<i>Evaluation de la biodégradabilité par respirométrie</i>	84
IV.	METHODE DE PREDICTION DU COMPORTEMENT EN COMPOSTAGE	88
IV.1.	<i>Besoins en aération</i>	88
IV.2.	<i>Augmentation de température</i>	89
IV.3.	<i>Evolution du potentiel résiduel de biodégradabilité</i>	90

CHAPITRE 3 RESULTATS DE CARACTERISATION DES DIGESTATS SOLIDES..	93
.....	
I. INTRODUCTION.....	95
II. CARACTERISATION ET VARIABILITE DES GISEMENTS	96
II.1. <i>Composition des substrats avant digestion</i>	96
II.1.1. Influence du fractionnement aqueux	96
II.1.2. Variabilité inter-gisements	98
II.2. <i>Composition des substrats après digestion</i>	100
II.2.1. Influence du fractionnement aqueux	100
II.2.2. Variabilité inter-gisements	102
II.3. <i>Comparaison de la réactivité biologique avant et après digestion</i>	103
III. UTILISATION AGRICOLE DIRECTE DES DIGESTATS	108
III.1. <i>Propriétés amendantes</i>	108
III.2. <i>Propriétés fertilisantes</i>	111
III.3. <i>Innocuité</i>	112
III.4. <i>Positionnement vis-à-vis des réglementations actuelles</i>	114
III.4.1. Normes françaises.....	114
III.4.2. Standards européens	116
IV. TRAITABILITE AEROBIE DES DIGESTATS	117
IV.1. <i>Biodégradabilité résiduelle</i>	117
IV.2. <i>Prédiction du comportement en compostage</i>	118
V. CONCLUSIONS	122
CHAPITRE 4 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS : TYPOLOGIE DES	
DIGESTATS	123
I. DEFINITION DE LA TYPOLOGIE	125
II. FICHES TYPOLOGIQUES DES DIGESTATS ETUDIES.....	128
II.1. <i>WWTS₁(1)</i>	128
II.2. <i>WWTS₂</i>	129
II.3. <i>FPW</i>	130
II.4. <i>AW(1)</i>	131
II.5. <i>SS-OFMSW₁</i>	132
II.6. <i>SS-OFMSW₂(1)</i>	133
II.7. <i>MS-OFMSW₁(1)</i>	134
II.8. <i>MS-OFMSW₂</i>	135

DEUXIEME PARTIE ETUDE ET OPTIMISATION DU POST-TRAITEMENT PAR COMPOSTAGE DES DIGESTATS	137
CHAPITRE 1 ENJEUX DU POST-TRAITEMENT PAR COMPOSTAGE DES DIGESTATS.....	139
I. INTRODUCTION.....	141
II. EVALUATION ENVIRONNEMENTALE DES FILIERES DE TRAITEMENT BIOLOGIQUE DE DECHETS ORGANIQUES	142
II.1. <i>Méthodologie d'évaluation environnementale</i>	<i>142</i>
II.2. <i>Comparaison des filières de traitement biologique de déchets organiques</i>	<i>143</i>
II.2.1. Evaluation environnementale des filières de méthanisation et de compostage	143
II.2.2. Evaluation environnementale du post-compostage de digestats de méthanisation	147
III. OBJECTIFS DE LA DEUXIEME PARTIE.....	149
CHAPITRE 2 COMPORTEMENT EN COMPOSTAGE DE DECHETS ORGANIQUES AVANT ET APRES DIGESTION ANAEROBIE	151
I. INTRODUCTION.....	153
II. SUBSTRATS ETUDIES.....	154
II.1. <i>Caractérisation des déchets.....</i>	<i>154</i>
II.2. <i>Caractérisation du structurant</i>	<i>156</i>
III. SIMULATION DU COMPOSTAGE EN CONDITIONS STANDARDISEES	158
III.1. <i>Conditions de mélanges</i>	<i>158</i>
III.2. <i>Chargement des réacteurs</i>	<i>158</i>
III.3. <i>Pilotes de compostage.....</i>	<i>158</i>
III.4. <i>Conditions d'aération</i>	<i>160</i>
III.5. <i>Bilan massique</i>	<i>160</i>
III.6. <i>Bilan thermique.....</i>	<i>161</i>
IV. COMPORTEMENT EN COMPOSTAGE	164
IV.1. <i>Cinétique de consommation en oxygène</i>	<i>164</i>
IV.1.1. Déchets frais	164
IV.1.2. Digestats	167
IV.1.3. Comparaison déchets frais/digérés	168
IV.2. <i>Bilan massique</i>	<i>170</i>
IV.2.1. Déchets frais	170
IV.2.2. Digestats	172
IV.2.3. Comparaison déchets frais/digérés	175
IV.3. <i>Production et transferts de chaleur</i>	<i>176</i>
IV.3.1. Elévation de température	176
IV.3.2. Bilan thermique	179
IV.4. <i>Qualité du produit en sortie de pilote de compostage</i>	<i>182</i>

V. IMPACT ENVIRONNEMENTAL DU TRAITEMENT	186
V.1. <i>Gaz à effet de serre et traitement biologique des déchets</i>	186
V.2. <i>Emissions carbonées</i>	188
V.2.1. Dioxyde de carbone	188
V.2.2. Méthane	189
V.3. <i>Emissions azotées</i>	190
V.3.1. Ammoniac	190
V.3.2. Protoxyde d'azote	192
V.3.2.1. Processus de formation	192
V.3.2.2. Dynamique d'émission	193
V.3.2.3. Emissions de N ₂ O lors du compostage de déchets frais et digérés	194
VI. CONCLUSIONS	200
CHAPITRE 3 RECHERCHE DE VOIES D'OPTIMISATION PAR L'AERATION DU COMPOSTAGE DE DIGESTAT	203
I. INTRODUCTION	205
II. SUBSTRATS ETUDIES	207
II.1. <i>Caractérisation du digestat</i>	207
II.2. <i>Caractérisation des co-substrats</i>	208
II.2.1. Déchets verts	208
II.2.2. Palettes	209
III. PLAN D'EXPERIENCES ET TRAITEMENT STATISTIQUE	211
III.1. <i>Définition des variables</i>	211
III.1.1. Réponse	211
III.1.2. Facteurs	211
III.2. <i>Domaine d'étude</i>	212
III.3. <i>Définition du plan d'expériences</i>	212
III.4. <i>Réalisation du plan d'expériences</i>	214
III.5. <i>Modèle</i>	214
III.5.1. Notion de modélisation mathématique	214
III.5.2. Modèle de l'expérimentateur	215
III.5.3. Calcul des coefficients du modèle	215
III.6. <i>Analyse statistique des coefficients du modèle</i>	215
IV. MISE EN ŒUVRE DES ESSAIS DE COMPOSTAGE	217
IV.1. <i>Modification des pilotes de compostage</i>	217
IV.2. <i>Conditions d'aération</i>	219
IV.2.1. Sens de l'aération	219
IV.2.2. Débit d'aération	219
IV.2.3. Séquençage de l'aération	221
IV.3. <i>Conditions de mélange et chargement des réacteurs</i>	221
IV.4. <i>Caractérisation des mélanges</i>	222
IV.4.1. Avant compostage	222
IV.4.2. Après compostage	223

V. COMPORTEMENT EN COMPOSTAGE	224
V.1. <i>Cinétique de consommation en oxygène</i>	224
V.2. <i>Bilan matière</i>	230
V.3. <i>Elévation de température</i>	234
V.4. <i>Stabilisation de la matière organique</i>	237
V.5. <i>Impact environnemental</i>	239
VI. OPTIMISATION DU COMPOSTAGE DE DIGESTAT.....	243
VI.1. <i>Influence de la gestion de l'aération sur la biodégradation</i>	244
VI.2. <i>Influence de l'aération sur la qualité du produit en sortie de pilote</i>	246
VI.3. <i>Influence de l'aération sur l'impact environnemental du traitement</i>	247
VI.4. <i>Synthèse des résultats</i>	248
VII. CONCLUSIONS	250
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	251
ANNEXE 1 RESULTATS BRUTS DE LA CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES GISEMENTS AVANT ET APRES DIGESTION ANAEROBIE	259
ANNEXE 2 COURBES RESPIROMETRIQUES DES GISEMENTS AVANT ET APRES DIGESTION ANAEROBIE	263
ANNEXE 3 CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DE HUIT RESIDUS SOLIDES DE DIGESTION ANAEROBIE DE DECHETS ORGANIQUES	279
BIBLIOGRAPHIE	283

Liste des tableaux

Tableau 1 : état des lieux de la filière méthanisation en France [11].....	23
Tableau 2 : spécifications des normes NFU 44-051 et NFU 44-095 [16, 17].....	40
Tableau 3 : critères de qualité pour les digestats issus de biodéchets RAL GZ 245 [36]	42
Tableau 4 : exigences de la directive 2010 sur la qualité du digestat [37].....	43
Tableau 5 : spécifications du PAS 110 sur la qualité des digestats [38].....	43
Tableau 6 : définition de la maturité des composts selon le CCQC [39].....	44
Tableau 7 : directives sur la qualité des composts CCME [40].....	45
Tableau 8 : teneur en MS et MO de différents digestats.....	46
Tableau 9 : composition en carbone et azote de différents digestats.....	48
Tableau 10 : réglementations nationales concernant les teneurs maximales en impuretés dans les sous-produits organiques [65].....	55
Tableau 11 : valeurs seuils pour les éléments potentiellement toxiques.....	56
Tableau 12 : seuils de stabilité biologique.....	58
Tableau 13 : teneurs maximales en pathogènes.....	63
Tableau 14 : caractéristiques chimiques initiales de différents déchets avant compostage.....	66
Tableau 15 : mesures respirométriques de différents déchets organiques solides [105]	67
Tableau 16 : indicateurs choisis pour la caractérisation des digestats solides.....	69
Tableau 17 : caractéristiques des différents sites étudiés.....	75
Tableau 18 : nature des prélèvements effectués.....	77
Tableau 19 : conditions de mélanges appliquées lors des essais respirométriques.....	87
Tableau 20 : caractéristiques physico-chimiques des substrats avant digestion.....	97
Tableau 21 : caractéristiques physico-chimiques des digestats.....	101
Tableau 22 : paramètres respirométriques des déchets étudiés avant et après digestion.....	105
Tableau 23 : évaluation de l'usage agricole directe des digestats.....	109
Tableau 24 : évaluation de la traitabilité aérobie des digestats.....	117
Tableau 25 : modèle de fiche typologique.....	125
Tableau 26 : fiche typologique du digestat WWTS ₁ (1).....	128
Tableau 27 : fiche typologique du digestat WWTS ₂	129
Tableau 28 : fiche typologique du digestat FPW.....	130
Tableau 29 : fiche typologique du digestat AW(1).....	131
Tableau 30 : fiche typologique du digestat SS-OFMSW ₁	132

Tableau 31 : fiche typologique du digestat SS-OFMSW ₂ (1)	133
Tableau 32 : fiche typologique du digestat MS-OFMSW ₁ (1).....	134
Tableau 33 : fiche typologique du digestat MS-OFMSW ₂	135
Tableau 34 : évaluations environnementales de traitements biologiques de déchet	145
Tableau 35 : nature des prélèvements effectués pour l'étude du comportement en compostage de déchets organiques avant et après digestion anaérobie	155
Tableau 36 : caractéristiques physico-chimiques des déchets avant compostage en pilotes.....	155
Tableau 37 : caractéristiques physico-chimiques des palettes de 10-20mm	156
Tableau 38 : liste des termes du bilan thermique	163
Tableau 39 : consommation en oxygène des essais de compostage en conditions standardisées	165
Tableau 40 : consommation en oxygène de divers déchets organiques.....	169
Tableau 41 : bilan massique entrée-sortie pour AW(2).....	170
Tableau 42 : bilan massique entrée-sortie pour SS-OFMSW ₂ (2).....	171
Tableau 43 : bilan massique entrée-sortie pour MS-OFMSW ₁ (2)	171
Tableau 44 : bilan massique entrée-sortie pour WWTS ₁ (2)	172
Tableau 45 : bilan massique entrée-sortie pour AW(3).....	173
Tableau 46 : bilan massique entrée-sortie pour SS-OFMSW ₂ (3).....	173
Tableau 47 : bilan massique entrée-sortie pour MS-OFMSW ₁ (3)	173
Tableau 48 : températures maximales atteintes lors des essais de compostage en conditions standardisées.....	178
Tableau 49 : bilan thermique des essais de compostage en conditions standardisées	179
Tableau 50 : évolution du facteur enthalpique au cours des essais de compostage en conditions standardisées.....	180
Tableau 51 : évolution de la qualité au cours du compostage en conditions standardisées	183
Tableau 52 : corrélation entre teneurs en oxygène et en dioxyde de carbone.....	188
Tableau 53 : émissions gazeuses carbonées lors du compostage en conditions standardisées	188
Tableau 54 : émissions d'ammoniac lors des essais en compostage en conditions standardisées	190
Tableau 55 : voies de formation du N ₂ O	192
Tableau 56 : émissions de protoxyde d'azote lors des essais de compostage en conditions standardisées.....	197
Tableau 57 : facteurs d'émission du protoxyde d'azote lors du compostage.....	198
Tableau 58 : caractérisation du digestat MS-OFMSW ₁ (4).....	207

Tableau 59 : caractérisation des déchets verts.....	208
Tableau 60 : caractérisation des palettes de granulométrie supérieure à 10mm	209
Tableau 61 : bornes des facteurs du plan d'expériences.....	212
Tableau 62 : plan d'expériences factoriel complet 2 ³	213
Tableau 63 : ordre de réalisation du plan d'expériences	214
Tableau 64 : asservissement du débit d'aération à la température matière.....	221
Tableau 65 : conditions d'aération appliquées lors du plan d'expériences	221
Tableau 66 : caractérisation initiale des mélanges.....	222
Tableau 67 : caractérisation finale des mélanges	223
Tableau 68 : consommation en oxygène des essais du plan d'expériences	227
Tableau 69 : bilan massique de l'essai 1	230
Tableau 70 : bilan massique de l'essai 2	231
Tableau 71 : bilan massique de l'essai 3	231
Tableau 72 : bilan massique de l'essai 4	231
Tableau 73 : bilan massique de l'essai 5	231
Tableau 74 : bilan massique de l'essai 6	232
Tableau 75 : bilan massique de l'essai 7	232
Tableau 76 : bilan massique de l'essai 8	232
Tableau 77 : stabilisation de la matière organique au cours des essais du plan d'expériences	237
Tableau 78 : émissions de gaz à effet de serre au cours des essais du plan d'expériences	239
Tableau 79 : notations utilisées dans le traitement statistique du plan d'expériences	243
Tableau 80 : significativité des facteurs sur la consommation totale en oxygène.....	244
Tableau 81 : significativité des facteurs sur la perte de masse brute	244
Tableau 82 : significativité des facteurs sur la température maximale atteinte	245
Tableau 83 : significativité des coefficients sur la teneur en carbone soluble.....	246
Tableau 84 : significativité des facteurs sur la production en protoxyde d'azote.....	247
Tableau 85 : synthèse du traitement statistique du plan d'expériences.....	248

Liste des figures

Figure 1 : principe général de la méthanisation.....	18
Figure 2 : devenir de la matière organique au cours de la digestion anaérobie et de la maturation aérobie.....	26
Figure 3 : devenir de la fraction azotée lors de la digestion anaérobie suivie d'une séparation de phases.....	27
Figure 4 : protocole de fractionnement aqueux	79
Figure 5 : schéma d'une cellule respirométrique.....	85
Figure 6 : exemple de courbe respirométrique	86
Figure 7 : spéciation de l'azote des substrats avant digestion	99
Figure 8 : proportion d'azote ammoniacal avant et après digestion	103
Figure 9 : corrélation entre kO_2 et C_{sol} pour les digestats caractérisés.....	105
Figure 10 : corrélation entre les indices de germination et les teneurs en carbone et azote de la phase soluble pour les digestats	114
Figure 11 : évolution temporelle du PRB des digestats	121
Figure 12 : problématique du chapitre 5	153
Figure 13 : palettes broyées et criblées fraction 10-20mm	156
Figure 14 : mesure de l'activité respirométrique de différentes fractions granulométriques de palettes neuves broyées.....	157
Figure 15 : schéma d'un pilote 300L en conditions standardisées	159
Figure 16 : schéma des échanges thermiques mis en jeu lors du compostage en conditions standardisées.....	161
Figure 17 : évolution de la consommation en oxygène des déchets frais	165
Figure 18 : évolution de la consommation en oxygène des digestats.....	165
Figure 19 : évolution des températures matière et gaz pour le pilote MS-OFMSW ₁ (2)	177
Figure 20 : évolution de température matière des déchets frais.....	177
Figure 21 : évolution de température matière des digestats	177
Figure 22 : indices de germination du cresson.....	183
Figure 23 : indices de germination du ray-grass.....	183
Figure 24 : émissions de gaz à effet de serre par secteur d'activité humaine (source : http://fr.wikipedia.org/wiki/Gaz_%C3%A0_effet_de_serre consulté le 10/08/2011)	187
Figure 25 : corrélation entre la production de protoxyde d'azote et la consommation en oxygène lors du compostage en conditions standardisées du déchet frais AW(2).....	194

Figure 26 : corrélation entre la production de protoxyde d'azote et la température matière lors du compostage en conditions standardisées du déchet frais AW(2)	195
Figure 27 : production de protoxyde d'azote lors du compostage en conditions standardisées des digestats.....	196
Figure 28 : corrélation entre production de N ₂ O et NH ₄ ⁺ initial.....	198
Figure 29 : déchets verts utilisés pour le co-compostage du digestat MS-OFMSW ₁ (4)	208
Figure 30 : mesure de l'activité respirométrique des déchets verts	209
Figure 31 : palettes neuves broyées et criblées de granulométrie supérieure à 10mm	209
Figure 32 : domaine d'étude	212
Figure 33 : casier industriel de compostage fonctionnant en aération positive forcée	217
Figure 34 : schéma d'un pilote de 300L fonctionnant en soufflage.....	218
Figure 35 : schéma d'un pilote de 300L fonctionnant en aspiration	218
Figure 36 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 1	225
Figure 37 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 2	225
Figure 38 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 3	225
Figure 39 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 4	225
Figure 40 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 5	226
Figure 41 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 6	226
Figure 42 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 7	226
Figure 43 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 8	226
Figure 44 : évolution des températures matière des essais 1 ; 2 ; 3	235
Figure 45 : évolution des températures matière des essais 4 ; 5 ; 6	235
Figure 46 : évolution des températures matière des essais 7 ; 8	235
Figure 47 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 1	241
Figure 48 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 2	241
Figure 49 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 3	241
Figure 50 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 4	241
Figure 51 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 5	242
Figure 52 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 6	242
Figure 53 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 7	242
Figure 54 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 8	242

Nomenclature et glossaire

α	niveau de significativité du coefficient du modèle
AGV	acides gras volatils
ANOVA	analyse de variance
AOB	ammonia oxidizing bacteria
ASM	Activated Sludge Model
AT ₄	activité respirométrique à 4 jours
AW	agricultural wastes
BMP	Biochemical Methane Potential
BRS	bio-réacteur stabilisateur
CCME	Canadian Council of Ministers of the Environment
CCQC	California Compost Quality Council
CEN	Comité Européen de Normalisation
CFC	composés fluoro-carbonés
COT	Carbone Organique Total
COV	composés organiques volatils
CV	coefficient de variation
DBO ₅	Demande Biologique en Oxygène à 5 jours
DRI	Dynamic Respiratory Index
ΔT_{\max}	élévation de température maximale
ΔT_{moy}	élévation de température moyenne
DV	déchets verts
eBF	easily Biodegradable Fraction
E.H	équivalent habitant
EPA	Environmental Protection Agency
ESB	encéphalopathie spongiforme bovine
ETM	éléments trace métalliques
FE	facteur d'émission
FPW	food processing wastes
GES	gaz à effet de serre
IAA	industries agro-alimentaires
ICPE	Installations Classées pour la Protection de l'Environnement
IPCC	Intergovernmental Panel on Climate Change
ISO	International Standard Organization

k_{O_2}	penne de la cinétique de consommation en oxygène
M_{air}	masse molaire de l'air sec
MB	matière brute
méthacompost	résidu de méthanisation ayant subi un compostage
MJ	mégajoules
MO_{biod}	matière organique biodégradable
MS-OFMSW	mechanically sorted organic fraction of municipal solid wastes
n.d	non détecté
n.m	non mesuré
NOB	nitrite oxidizing bacteria
OMR	ordures ménagères résiduelles
OUR	Oxygen Uptake Rate
PAS	Public Available Specification
PCDD	polychlorodibenzo-dioxines
ppb	partie par billion
PRB	potentiel résiduel biodégradable
PRG	potentiel de réchauffement global
Q_{min}	besoin minimum en aération
Q_{tot}	besoin global en aération
ρ_{air}	masse volumique de l'air sec
RAL	association allemande pour la qualité
r_{O_2}	cinétique de consommation en oxygène
$\sigma(a_i)$	écart-type du coefficient du modèle
σ_i	erreur absolue sur le paramètre i
SS-OFMSW	source sorted organic fraction of municipal solid wastes
STEP	station d'épuration
$t_{critique}$	valeur critique de la statistique de Student
TDS	temps de séjour
t_{obs}	statistique de Student du coefficient du modèle
TSH	temps de séjour hydraulique
t_{stab}	temps de stabilisation
WWTS	waste water treatment sludge

Problématique de la thèse

I. Introduction

La gestion des déchets constitue une des priorités de la politique environnementale européenne. Plusieurs directives ont été adoptées par le Parlement et le Conseil européens depuis le début des années 1970 afin de définir le cadre réglementaire en matière de gestion des déchets. En 1975, la première directive cadre 75/442/EEC incite à la réduction à la source de la production de déchets et à une limitation du recours au stockage comme mode de gestion [1]. Ensuite, la directive 1999/31/EC vise à réduire les quantités de déchets fermentescibles reçues par les installations de stockage et définit des objectifs de réduction à différentes échéances : en 2016, la quantité de déchets municipaux biodégradables mis en décharge devra être égale à 35% en poids de la totalité des déchets municipaux biodégradables produits en 1995 [2]. Enfin, la directive 2008/98/CE hiérarchise les modes de gestion des déchets [3]. Elle met l'accent sur la prévention, puis fixe comme priorité le réemploi et le recyclage (dont le compostage et la méthanisation), la valorisation énergétique et enfin l'élimination. Cette directive incite donc à privilégier les modes de traitement qui permettent une augmentation du taux de valorisation matière et/ou énergétique.

En France, la circulaire ministérielle du 28 juin 2001 relative à la gestion des déchets organiques rappelle les enjeux de la valorisation biologique et l'exigence de qualité irréprochable et d'innocuité des fertilisants organiques produits. Elle recommande notamment l'intégration de la valorisation biologique dans un système durable de gestion des déchets, ainsi que l'information et la concertation autour d'une filière assurant une qualité des produits et une fiabilité des débouchés. Plus récemment, la loi n°2009-967 du 3 août 2009 de programmation relative à la mise en œuvre du Grenelle de l'environnement [4] suit les lignes directrices de la directive européenne 2008/98/CE et fixe un certain nombre d'objectifs pour la gestion des déchets. L'article 46 de la loi fixe comme objectif l'amélioration de la gestion des déchets organiques en favorisant la méthanisation et le compostage de la fraction fermentescible des déchets ménagers.

Dans ce contexte réglementaire favorable au recyclage matière et énergétique, la valorisation biologique des déchets par méthanisation (ou digestion anaérobie) semble promise à un bel avenir. La digestion anaérobie permet en effet de produire une énergie renouvelable via la valorisation du biogaz formé lors de la digestion de la matière organique. De plus, la méthanisation présente plusieurs atouts techniques. Ce procédé est connu pour être flexible face à la nature du flux de déchets à traiter et il offre en outre la possibilité de réduire les nuisances liées aux odeurs puisque le procédé s'opère en réacteurs fermés. Enfin, la méthanisation permet de recycler la matière organique contenue dans les déchets fermentescibles en produisant un résidu de digestion qui peut être valorisé par retour au sol.

II. La digestion anaérobie comme procédé de traitement des déchets organiques biodégradables

II.1. Principe général

La digestion anaérobie ou méthanisation est un processus biologique de dégradation de la matière organique par une flore microbienne, effectuée en l'absence d'oxygène. La dégradation de la matière organique conduit à la formation de biogaz, mélange gazeux constitué principalement de méthane et de dioxyde de carbone, et d'un résidu appelé digestat (Figure 1).

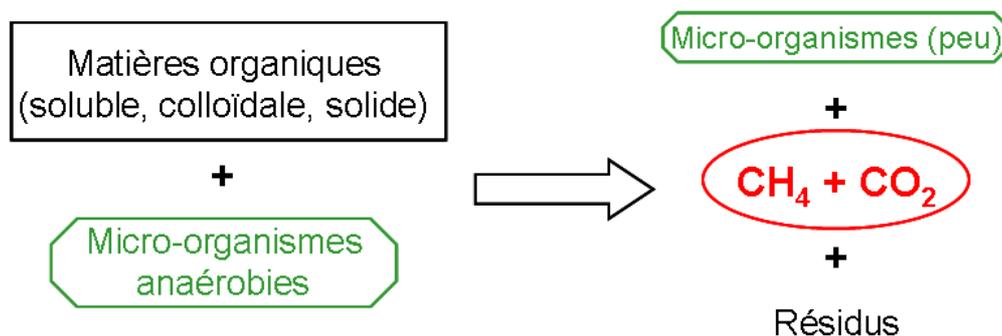


Figure 1 : principe général de la méthanisation

C'est une transformation naturelle présente dans tous les milieux où l'on trouve de la matière organique en absence d'oxygène. Il existe plusieurs écosystèmes naturels où se déroule le phénomène de digestion anaérobie tels que les sols et les sédiments submergés ainsi que le tube digestif de nombreux mammifères. Le méthane présent dans l'atmosphère est ainsi pour 70 à 80% d'origine biologique. Les sols inondés sont la principale source naturelle de méthane, responsables de 30% de l'émission totale. Les 70% restant sont d'origine anthropique, en majorité émis par l'agriculture et principalement l'élevage de ruminants domestiques et la culture de riz [5].

II.2. Mise en œuvre de la méthanisation

Plusieurs types de technologies mettent en œuvre le procédé de digestion anaérobie pour traiter les déchets organiques biodégradables. Ces technologies sont définies par les paramètres opératoires appliqués lors de la digestion.

II.2.1. Température de fonctionnement

La température est un paramètre important puisqu'elle influence les vitesses de réactions chimiques et biochimiques se déroulant dans le digesteur. On distingue trois grandes voies de traitement par digestion anaérobie suivant la température de fonctionnement. La digestion psychrophile (température opératoire entre 10 et 25°C) permet de réaliser des économies conséquentes d'énergie mais ne peut être appliquée

partout, notamment dans les zones géographiques froides. Elle constitue par contre une perspective intéressante de traitement d'effluents en zone tempérée. La digestion mésophile (pour une température comprise entre 30 et 40°C) est prédominante en application industrielle car elle assure une bonne stabilité du procédé. Enfin, la digestion thermophile (entre 50 et 65°C) permet d'améliorer la vitesse d'hydrolyse de la matière organique. Le procédé thermophile est de plus en plus utilisé dans l'industrie car il présente en outre une capacité d'hygiénisation du substrat plus importante que le procédé mésophile. Cependant, il lui est parfois reproché un manque de stabilité en raison des risques de production rapide d'hydrogène et d'acides gras volatils lors des premières étapes de la chaîne enzymatique de méthanisation pouvant entraîner une inhibition de la méthanogène.

II.2.2. Teneur en matière sèche

Les procédés de méthanisation se distinguent par la teneur en matière sèche à l'intérieur du digesteur. La digestion anaérobie en voie humide est définie par une teneur en matière sèche dans le digesteur proche de 10-15%. Les effluents liquides, tels que les boues d'épuration, sont traités par voie humide. Les déchets solides peuvent également faire l'objet d'une digestion en voie humide après un ajout d'eau. Les déchets ainsi « dilués » sont mélangés et éventuellement traités mécaniquement ou thermiquement dans un réacteur précédant le digesteur qui est généralement une cuve agitée. La gestion mécanique (pompage, mélange, ...) des déchets en voie humide se révèle plus aisée que la gestion des déchets en voie sèche. Cependant les déchets dilués ne sont pas toujours homogènes et des problèmes de décantation au sein du réacteur peuvent survenir. La séparation des contaminants, qui sont souvent liés à la fraction grossière des déchets, n'est pas toujours efficace. La dilution peut mener à de fortes consommations en eau et peut entraîner la nécessité d'un post-traitement du résidu : déshydratation de la fraction digérée solide et traitement de l'effluent liquide [6]. Le procédé de méthanisation en voie sèche permet à l'inverse de traiter des déchets sans un ajout d'eau important. Le seul prétraitement nécessaire est le criblage, généralement effectué à une maille de 40 mm, afin d'ôter la fraction grossière des déchets. La digestion anaérobie en voie sèche est caractérisée par une teneur en matière sèche supérieure à 15% environ dans le digesteur. Cette teneur en matière sèche confère au flux de déchets une consistance pâteuse qui peut entraîner des difficultés de gestion mécanique et donc des investissements plus importants en équipement.

II.2.3. Mode d'alimentation du digesteur

Les procédés de digestion se distinguent également par le mode d'alimentation en substrat du digesteur. Le fonctionnement en continu est le procédé le plus souvent rencontré à l'échelle industrielle. Le réacteur est alimenté en permanence à un débit défini qui assure un temps de séjour minimal des déchets dans le digesteur, en parallèle le même débit est appliqué à l'extraction de résidus du digesteur. Le

fonctionnement batch, ou discontinu, s'effectue par alimentations et vidanges successives : le réacteur est initialement rempli, la méthanisation se déroule et après le temps de séjour défini le réacteur est totalement vidangé. Enfin, le mode discontinu séquentiel est un mode de fonctionnement empruntant aux deux technologies précédentes : des cycles de remplissage, réaction puis vidange étant alternées. L'intérêt de ce mode de fonctionnement est de conserver une partie de la biomasse développée pour l'étape suivante.

II.2.4. Méthanisation par étapes

Enfin, la digestion anaérobie peut être opérée en une ou deux étapes. Les différentes réactions du processus de digestion anaérobie requérant des conditions opératoires optimales différentes (notamment en termes d'acidité), il a été supposé que la séparation de ces étapes aboutirait à une plus grande efficacité de la digestion. Dans le digesteur à une étape, toutes les transformations enzymatiques se font dans le même réacteur. Le principe de la méthanisation en deux étapes est de réaliser les deux premières phases du processus réactionnel (hydrolyse et acidogénèse) dans un premier réacteur où la matière organique est transformée en monomères, acides gras volatils, H_2 et CO_2 . Le flux de déchets rejoint ensuite un deuxième réacteur dans lequel ont lieu les deux dernières étapes de la digestion (acétogénèse et méthanogénèse). Si des études en laboratoire ont montré que la digestion anaérobie en deux phases permettait d'augmenter le rendement en biogaz ainsi que la charge volumique appliquée en entrée de process [7], les systèmes monophasiques restent prédominants à l'échelle industrielle, en raison de coûts d'investissement et de maintenance inférieurs et d'une efficacité comparable aux réacteurs biphasiques en conditions industrielles.

II.3. Gisements de déchets

La méthanisation peut s'appliquer à la plupart des déchets organiques, qu'ils soient d'origine municipale, industrielle ou agricole, et qu'ils soient solides ou liquides.

Le traitement par méthanisation des boues issues du traitement des eaux usées, industrielles ou urbaines, est une technique utilisée depuis plus d'un siècle. L'application de la méthanisation au traitement de ces effluents permet non seulement de produire de l'énergie mais également d'en économiser, via la suppression des dépenses énergétiques liées au traitement aérobie de ces effluents notamment par la technologie traditionnelle des boues activées. Les boues de STEP, mais aussi les effluents d'origine industrielle (IAA dont viticole, papetière, chimique) représentent donc une part importante des déchets traités par digestion anaérobie. La digestion anaérobie est particulièrement bien adaptée au traitement des effluents d'IAA qui sont composés en grande partie de molécules d'origine biologique et donc facilement biodégradables.

Les déchets d'origine agricole sont également traités fréquemment par digestion anaérobie. Contrairement aux déchets ménagers ou industriels, les déchets agricoles peuvent être facilement destinés à d'autres voies d'élimination comme un épandage sur champ. Le choix de la méthanisation de ceux-ci est basé principalement sur la production d'énergie qui doit amener une rentabilité économique. Les différentes politiques nationales énergétiques influencent grandement le développement de la méthanisation en milieu agricole. Les différents gisements agricoles sont au nombre de trois : les déjections animales (lisiers, fumiers ou fientes), les résidus de cultures, essentiellement céréalières, et dans certains pays les cultures énergétiques produites et récoltées uniquement dans le but d'alimenter les méthaniseurs. Il faut souligner que la digestion anaérobie de déchets agricoles seuls est rarement suffisante pour rentabiliser une installation. La co-digestion est une des solutions utilisées pour palier ce manque de quantité et/ou de qualité, en termes de potentiel méthanogène, des déchets agricoles d'origine animale.

Enfin, les déchets d'origine municipale (constitués entre autres des déchets des ménages et des déchets verts publics) peuvent être traités par méthanisation. Mais si la méthanisation des boues de STEP est mise en œuvre depuis déjà plus d'un siècle et constitue une technologie reconnue et acceptée, il n'en est pas de même pour les déchets ménagers solides. Il a fallu attendre les années 1980 pour voir l'établissement des premiers pilotes industriels capables de traiter des déchets ménagers. Depuis le début des années 1990, la digestion anaérobie apparaît comme un procédé de traitement de déchets urbains prometteur. Fin 2010, on recensait ainsi plus de 200 sites de digestion anaérobie de déchets municipaux solides à travers 17 pays européens [8].

III. Etat des lieux de la filière de méthanisation en France

III.1. Aspects réglementaires

Le contexte réglementaire des sites de méthanisation est défini par différents textes relatifs à la capacité de traitement et à la nature des déchets traités, aux modes de valorisation du biogaz, et enfin à la valorisation du résidu organique.

Les installations de méthanisation sont soumises à la réglementation des Installations Classées pour la Protection de l'Environnement. Depuis octobre 2009, la rubrique ICPE n°2781 spécifique à la méthanisation a été créée. Sont concernées par cette rubrique 2781, les installations de méthanisation de déchets non dangereux ou matière végétale brute, à l'exclusion des installations de méthanisation d'eaux usées ou de boues d'épuration urbaines lorsqu'elles sont méthanisées sur leur site de production. Prévoyant à l'origine un régime de déclaration et d'autorisation définis par l'arrêté de prescription du 10 novembre 2009, la rubrique n°2781 inclut depuis l'arrêté du 12 août 2010 un régime intermédiaire simplifié dit d'enregistrement. Ces régimes sont définis par les seuils de déchets traités suivants :

- en dessous de 30 t/j, l'installation est soumise à déclaration,
- de 30 à 50 t/j, l'installation est soumise à enregistrement,
- au-delà de 50 t/j, l'installation est soumise à autorisation.

La nature des déchets traités définit la rubrique sous laquelle est classé le site de méthanisation : 2781-1 pour les déchets végétaux et effluents d'élevage (y compris effluents d'industries agro-alimentaires), 2781-2 pour les autres déchets non dangereux.

Les différents modes de valorisation du biogaz (électricité, carburant, ou injection dans le réseau) sont encadrés par différents textes réglementaires. La combustion du biogaz produit sur les installations de méthanisation est réglementée par la circulaire du 10 décembre 2003. Selon cette circulaire la combustion du biogaz entre dans le champ de la réglementation ICPE au titre de la rubrique 2910. La valorisation en électricité est réglementée en fonction de la puissance produite, les installations en dessous de 0.1 MW n'étant pas soumises à la réglementation. L'utilisation du biogaz carburant dépend pour sa part de la rubrique ICPE 1413 relative au gaz naturel ou biogaz, sous pression, utilisé dans des installations de remplissage de réservoirs alimentant des moteurs de véhicules ou engins de transports [9]. Depuis 1994, des bus lillois expérimentent le biogaz carburant produit par l'unité de méthanisation des ordures ménagères de la ville. Enfin, si l'injection de biogaz dans le réseau de gaz naturel est autorisée par une directive européenne depuis 2003, la réglementation relative à ce mode de valorisation est toujours attendue en France. L'avis favorable de l'Anses rendu en 2008 sur l'absence de risque sanitaire spécifique lié à l'injection

dans le réseau de certains types de biogaz épurés et la reconnaissance du biogaz comme énergie renouvelable lors du Grenelle 1 a accéléré la mise en place d'un cadre réglementaire. Le décret autorisant l'injection de biogaz dans le réseau attendu pour juillet 2011, repoussé à septembre puis octobre 2011 devrait paraître dans les prochains jours. Un arrêté fixant les tarifs de rachat selon le débit d'injection livré devrait également encourager ce mode de valorisation.

Enfin, la gestion des sous-produits organiques issus d'un traitement par méthanisation peut se faire selon deux voies. La première est celle d'une logique produit qui conduit à la normalisation ou à l'homologation de matières fertilisantes. A l'heure actuelle, le digestat n'est pas encadré par une norme. En principe il doit faire l'objet d'une homologation et répondre aux conditions fixées par l'arrêté du 21 décembre 1998 modifié relatif à l'homologation des matières fertilisantes et supports de culture. Dans la pratique il peut être composté pour répondre aux normes NFU 44-051 ou NFU 44-095 relatives aux amendements organiques. Si les sous-produits de méthanisation ne sont ni homologués ni normalisés, ils conservent leur statut de déchet et sont par conséquent soumis à un plan d'épandage. Le producteur est dans ce cas responsable du déchet et de son incidence sur le milieu jusqu'à sa destination finale. C'est souvent le cas des effluents liquides des installations de méthanisation qui sont en général épandus sur champs, ou à défaut envoyés vers une STEP après autorisation de déversement dans le réseau public de collecte en conformité avec l'article L1331-10 du code de la santé [10].

III.2. Etat des lieux des installations de méthanisation

La méthanisation connaît en ce moment en France un essor important. Le Club Biogaz a publié en septembre 2011 un état des lieux de la filière méthanisation en France sur les quatre grands secteurs d'application de ce procédé : le secteur industriel, agricole, les stations d'épuration et les ordures ménagères [11].

Le Tableau 1 récapitule le nombre et les capacités de traitement des installations de méthanisation en opération ou en construction au début de l'année 2011. Cet état des lieux recense 197 installations de méthanisation en opération et 45 sites en construction majoritairement dans le secteur agricole.

Secteur	Nombre d'installations		Capacité de traitement	
	en opération	en construction	en opération	en construction
Industriel	80	4	149.400 t _{MS} /an	1.228/ t _{MS} /an
Agricole	48	35	103.500 t _{MS} /an	109.400 t _{MS} /an
STEP	60	4	368.000 t _{MS} /an	33.120 t _{MS} /an
Ordures ménagères	9	2	200.000 t _{MB} /an	53.700 t _{MB} /an

Tableau 1 : état des lieux de la filière méthanisation en France [11]

A partir de la fin des années 1970, la méthanisation est appliquée dans le secteur industriel essentiellement pour ses performances d'abattement de la pollution carbonée. Les effluents industriels traités étant en très grande majorité liquides (avec

une teneur en matière sèche inférieure à 5%), ils peuvent après digestion être rejetés dans le réseau public voire dans le milieu naturel dans le respect des normes environnementales. En 2011, 72% des méthaniseurs sont installés sur des industries agro-alimentaires, 19% traitent des effluents d'industries chimiques et pharmaceutiques et 9% des effluents issus de papeterie. Depuis 2001, on note une faible évolution du nombre de méthaniseurs industriels. Néanmoins, le potentiel d'amélioration de la filière de digestion industrielle n'est pas négligeable notamment via une valorisation accrue du biogaz sur les sites existants pour produire de l'énergie renouvelable.

L'utilisation du procédé de méthanisation appliqué au traitement des déchets agricoles remonte en France à plusieurs décennies, avec l'apparition dans les années 1940 de digesteurs de fumiers appelés « Ducellier et Isman » [5]. La première crise pétrolière dans les années 1970, entraînant une forte hausse du coût de l'énergie, contribua au développement important de la méthanisation dans ce secteur. Aujourd'hui il ne subsiste aucune de ces installations de méthanisation. A partir de 2003, une nouvelle vague d'installations de méthanisation agricole est observée en raison d'un contexte énergétique, environnemental et réglementaire, favorable à l'implantation de ce procédé de traitement. La méthanisation agricole montre depuis une dizaine d'années un développement exponentiel avec l'installation d'unités de capacité de traitement de plus en plus importante majoritairement en installations centralisées. On peut également s'attendre à une nouvelle impulsion de la méthanisation agricole grâce à la possibilité d'injection du biogaz produit dans le réseau de gaz naturel. Après méthanisation, les digestats agricoles subissent généralement une séparation de phase. La phase solide peut être déshydratée ou compostée avant d'être épandue sur les exploitations agricoles. La phase liquide peut être épandue ou mélangée aux déchets entrants avant digestion. Il faut noter que la valorisation des digestats peut être un facteur limitant pour des projets ne pouvant épandre localement les résidus de méthanisation (zones d'excédents structurels notamment).

Dans le traitement des boues urbaines, la digestion anaérobie, utilisée dès la fin des années 1940, permet non seulement la dépollution des effluents mais également l'économie de l'énergie habituellement utilisée pour leur traitement aérobie. Suite aux chocs pétroliers, le développement de la méthanisation des boues de STEP a été très important entre 1975 et 1985. On observe depuis 2001 peu d'évolution dans ce secteur puisque la digestion anaérobie est déjà utilisée dans plus d'un tiers des STEP. Les perspectives d'évolution de la filière sont donc faibles en terme de nouvel équipement. Toutefois, des projets de co-digestion avec des bio-déchets par exemple voient le jour. Sur les STEP recensées, le digestat subit soit une séparation de phase, un traitement chimique (en général un chaulage), un compostage ou un épandage direct sur terres agricoles.

Enfin, la méthanisation tend à se développer dans le secteur du traitement des ordures ménagères. La France fut ainsi pionnière dans ce secteur avec la mise en service en 1988 de l'usine de méthanisation des ordures ménagères d'Amiens métropole. Dans les années 1990, une crise de confiance de l'opinion publique à l'encontre des filières de recyclage agronomique des ordures ménagères suite à la contamination de composts par des inertes ou à la crise de l'ESB, a freiné le développement de la méthanisation comme procédé de traitement des déchets urbains. D'autre part au niveau technologique ou économique, des facteurs de frein subsistent. Il existe encore peu de références fiables de méthanisation des ordures ménagères en France et après le démarrage difficile de l'usine d'Amiens, les années 1990 n'ont vu l'installation d'aucun site de méthanisation d'ordures ménagères. La collecte sélective des bio-déchets, proposée comme une des solutions pour améliorer le fonctionnement des usines ainsi que la qualité des produits sortants, représente un coût supplémentaire à intégrer à la filière de traitement des déchets. D'autre part, des problèmes de dimensionnement des usines peuvent se poser. Etant généralement admis que la taille critique pour le bon fonctionnement d'un site de digestion d'ordures ménagères est de 20.000t/an, l'implantation de la digestion anaérobie sur bio-déchets serait donc limitée aux agglomérations de plus de 200.000 habitants (une trentaine en France). La variation annuelle du flux de déchets entrants, le déséquilibre du rapport bio-déchets/déchets verts dans les sites de co-digestion ou encore des prévisions de collecte trop optimistes sont certaines des raisons identifiées liées aux difficultés d'exploitation des sites de méthanisation. L'usine du Robert à la Martinique traite ainsi annuellement 4.000t de déchets pour une capacité de traitement de 20.000t [12]. Malgré ces facteurs de frein, la construction d'usine de méthanisation d'ordures ménagères est en augmentation depuis 2005 [11]. Après méthanisation, les digestats sont compostés pour produire un amendement organique commercialisé à des agriculteurs ou cédés gratuitement à la population. Les huit installations en service en 2010 ont ainsi produit 134.000t de compost cette année la.

IV. La valorisation du digestat

IV.1. Caractéristiques

La méthanisation conduit à la production d'un résidu non digéré ou digestat, constitué de la fraction peu ou difficilement biodégradable du déchet entrant et l'ensemble des matières minérales [13]. Au cours de la digestion, 80 à 95% de la matière organique biodégradable est potentiellement convertible en biogaz. Il s'agit principalement de substrats solubles accessibles aux micro-organismes tels que des protéines, de la cellulose, hémicellulose, de l'amidon et des acides gras [14]. Les composés ramifiés et complexes tels que la lignine ne sont en revanche pas dégradés lors de la digestion anaérobie, le potentiel d'humification n'est ainsi pas altéré par la méthanisation. La digestion anaérobie est par ailleurs un procédé conservatif pour les éléments n'entrant pas dans la composition du biogaz. La teneur totale azotée est en particulier conservée au cours de la méthanisation. La minéralisation de l'azote ayant lieu lors de la digestion conduit à la transformation d'une part importante de l'azote organique en azote minéral, principalement sous forme ammonium NH_4^+ .

La méthanisation est une étape de profonde modification de la matière organique et ne peut par conséquent être considérée comme un simple prétraitement. Elle s'apparente à la phase active du processus de compostage durant laquelle le carbone le plus accessible est dégradé en CO_2 avec dégagement de chaleur, tandis que lors de la digestion anaérobie il est transformé en CO_2 et CH_4 . A la fin de ces processus, aérobie ou anaérobie, on obtient un produit résiduel nécessitant une phase de maturation pour aboutir à un produit stabilisé. En effet, la phase d'humification de la matière organique nécessite des conditions particulières de température et d'aération qui ne sont pas remplies lors de la méthanisation. Un post-traitement aérobie peut donc s'avérer utile pour assurer la valorisation du digestat. Les évolutions de la matière organique et de la fraction azotée au cours de la digestion anaérobie et d'un éventuel post-traitement sont représentées sur la Figure 2 et la Figure 3.

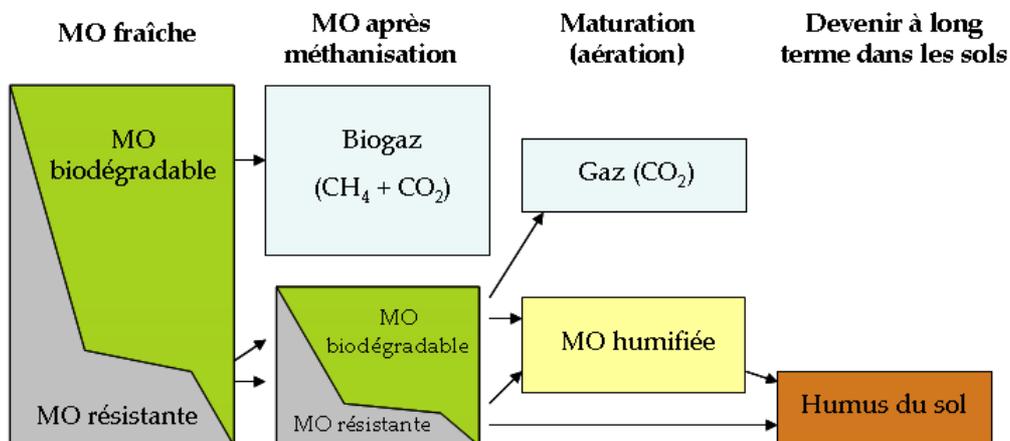


Figure 2 : devenir de la matière organique au cours de la digestion anaérobie et de la maturation aérobie

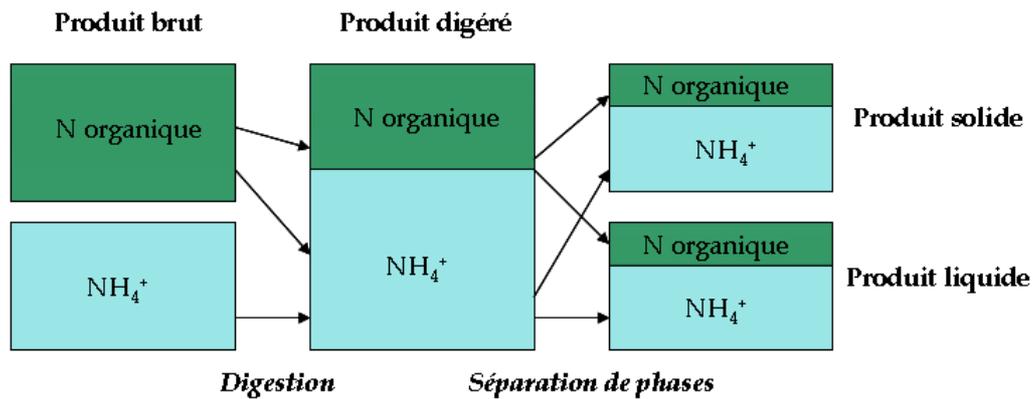


Figure 3 : devenir de la fraction azotée lors de la digestion anaérobie suivie d'une séparation de phases

On trouve assez peu de données dans la littérature concernant la caractérisation des propriétés physico-chimiques et biologiques des digestats. Les données disponibles montrent que les digestats présentent des caractéristiques particulières qui ne sont pas comparables à celles d'amendements organiques tels que les composts. Une étude de l'Office fédéral de l'environnement suisse publiée en 2007 compare des digestats issus de bio-déchets triés à la source et collectés sélectivement à des composts utilisés en agriculture [15]. Les teneurs en acides humiques des digestats s'avèrent inférieures à celles des composts. Or la teneur en acides humiques est une caractéristique importante de la maturité d'un amendement puisque cette forme stabilisée de la matière organique joue un rôle important dans l'amélioration des caractéristiques physiques des sols. Des mesures de respiration microbienne ainsi que la détermination de différentes activités enzymatiques montrent également que les digestats présentent un degré de stabilité moins important que les composts. Enfin suite à des tests de croissance réalisés sur différentes plantes, les digestats apparaissent généralement plus phyto-toxiques que les composts.

IV.2. Statut réglementaire et gestion du digestat

Comme discuté précédemment sur les aspects réglementaires concernant la digestion anaérobie, la valorisation par retour au sol du digestat issu de méthanisation de déchets organiques est encadrée par la réglementation française suivant deux options distinctes : une transformation du déchet en matière fertilisante permettant d'aboutir à un produit, ou une conservation du statut de déchet. La transformation du digestat en un produit assurant la valorisation normalisée de la matière organique par retour au sol est possible à l'heure actuelle uniquement en effectuant un post-traitement par compostage caractérisé des résidus de méthanisation selon les normes NFU 44-051 et NFU 44-095 relatives aux amendements organiques [16, 17]. Le digestat étant un substrat aux caractéristiques particulières, comme discuté précédemment, son post-traitement par compostage doit être réalisé avec une attention particulière à plusieurs égards.

La fraction carbonée rapidement accessible de la matière organique ayant été dégradée lors de la digestion anaérobie, le potentiel biodégradable des digestats est plus faible que celui des déchets frais. La montée en température observée lors du compostage de digestats seuls est donc inférieure à celle de la phase thermophile du compostage de déchets frais et on assiste plutôt à des phénomènes d'humification se déroulant à des températures comprises entre 35 et 40°C [18]. Si on souhaite réaliser un compostage caractérisé des résidus de digestion, il peut être nécessaire d'ajouter lors du post-traitement un substrat carboné pour augmenter le potentiel biodégradable.

Lors de la méthanisation, la teneur en azote total n'est pas modifiée mais la minéralisation de l'azote conduit à une transformation de l'azote organique en azote ammoniacal. Une attention particulière doit être portée à l'aération du résidu de digestion riche en azote ammoniacal, en majorité sous forme dissoute quand le digestat présente une faible teneur en matière sèche. Une mauvaise gestion aérobie du digestat, telle que l'application d'un débit d'aération trop important lors du compostage, peut en effet entraîner une volatilisation importante d'azote ammoniacal sous forme d'ammoniac gazeux [15].

Les données disponibles actuellement sur les effets d'un post-traitement par compostage sont rares et s'intéressent essentiellement à la qualité agronomique du résidu traité [19-23] plutôt qu'à la gestion du compostage de digestats de méthanisation. Ainsi, si la littérature admet généralement l'intérêt de ce post-traitement [13, 20, 24], il n'est pas fait état de réflexion particulière quant au procédé de compostage à appliquer à ces substrats.

V. Définition des objectifs de la thèse

Dès le début des années 1990, les politiques environnementales européenne et française ont incité à la réduction à la source de la production des déchets et à une limitation du recours au stockage comme mode de gestion. Ces politiques ont conduit à favoriser le tri et les filières de valorisation biologique de la matière organique : compostage et méthanisation. De plus dans un contexte environnemental où la pression s'accroît en termes de besoins énergétiques et de lutte contre le changement climatique, la méthanisation devrait connaître un fort développement. La méthanisation permet en effet de traiter une grande diversité de déchets organiques biodégradables en associant la production nette d'une énergie renouvelable au recyclage matière via la valorisation agronomique du digestat. Cependant, l'essor de cette technologie ne doit pas occulter les freins à son développement qui nécessite la maîtrise de tous les aspects de cette filière et en particulier la gestion des sous-produits de traitement que sont les digestats.

La diversité des gisements de déchets traités et des technologies de digestion utilisées font que les résidus de digestion sont des sous-produits organiques aujourd'hui encore mal connus. Les rares données disponibles montrent que les digestats présentent des caractéristiques qui ne sont pas compatibles avec une valorisation agronomique en raison d'une biodégradation anaérobie limitée lors de la digestion dans le cas des lipides [22] ou des fractions ligno-cellulosiques [25], et d'une teneur en azote importante pouvant entraîner une phyto-toxicité potentielle [26]. En France, les résidus de digestion anaérobie doivent faire l'objet d'un compostage caractérisé afin de pouvoir être normalisés comme amendement organique. La caractérisation de la biodégradabilité aérobie des déchets traités en méthanisation est donc importante pour quantifier le potentiel de matière dégradable au cours du compostage, sa cinétique de dégradation et définir les besoins en post-traitement.

Le premier objectif de la thèse est d'acquérir des données de caractérisation sur différents résidus de méthanisation de déchets organiques afin d'étudier leurs propriétés au regard de leur valorisation agronomique directe et de leur traitabilité aérobie potentielle. La recherche d'indicateurs pertinents de caractérisation des digestats, la détermination de ces paramètres physico-chimiques, biochimiques et biologiques permettront d'aboutir à une classification des digestats en fonction de leur qualité agronomique et de leur potentiel à subir un post-traitement aérobie par compostage.

Le compostage des digestats est reconnu comme un post-traitement permettant de stabiliser la matière organique du résidu, d'en réduire l'éventuelle phyto-toxicité [21] et d'améliorer le potentiel humique du produit [22]. Cependant les données relatives

à ce post-traitement des résidus de méthanisation restent peu nombreuses. Or la connaissance de la biodégradabilité de ces digestats est un élément incontournable pour un choix optimisé du procédé de compostage à appliquer par la suite. En particulier il est important d'identifier les apports éventuels à faire à ce résidu (structurant, nutriments, etc.) notamment par co-compostage et de définir la stratégie de gestion du procédé de compostage la plus intéressante pour obtenir rapidement un produit organique valorisable en tant qu'amendement tout en limitant au maximum les impacts environnementaux négatifs.

Le deuxième objectif de la thèse est d'étudier, puis d'optimiser le post-traitement par compostage de résidus de digestion anaérobie de déchets organiques. La simulation du procédé de compostage à l'échelle laboratoire permettra d'étudier l'impact du traitement par méthanisation sur le compostage des substrats particuliers que sont les digestats. La modification des conditions de gestion du procédé de compostage permettra ensuite d'étudier différentes voies d'amélioration du post-traitement des digestats afin d'aboutir à la proposition d'un protocole optimisé de compostage de résidus de méthanisation pouvant être appliqué en conditions industrielles.

La caractérisation des résidus de méthanisation et la recherche de la meilleure stratégie de compostage à leur appliquer devront ainsi contribuer à l'établissement d'une filière biologique de valorisation énergétique et agronomique complète des déchets organiques non dangereux.

PREMIERE PARTIE
Caractérisation des digestats et proposition d'une typologie

Chapitre 1

Indicateurs de caractérisation des digestats solides

I. Introduction

La réglementation européenne a instauré depuis 1999 des objectifs de réduction de mise en décharge des déchets organiques biodégradables [2] et a fixé en 2008 des objectifs de recyclage de la matière organique encourageant particulièrement le traitement des déchets par digestion anaérobie [3]. Ce traitement biologique permet en effet d'allier la production d'une énergie renouvelable (biogaz) au recyclage de la matière organique des déchets en un sous-produit (digestat) potentiellement valorisable en agriculture. Selon la nature des déchets traités et la technologie de digestion utilisée, ce digestat brut peut se présenter sous forme liquide ou pâteuse. La digestion anaérobie peut également être suivie d'une séparation de phase permettant de valoriser une fraction liquide et une fraction pâteuse ou solide.

On appelle digestat pâteux tout résidu de méthanisation issu d'un processus de digestion de déchets solides en voie sèche (définie par une teneur en matières sèches dans le digesteur supérieure à 15%) ainsi qu'un résidu de méthanisation issu d'un processus de digestion de déchets solides en voie humide ou d'un processus de digestion de déchets liquides, et ayant subi un post-traitement mécanique visant à le déshydrater (centrifugation, pressage, séchage).

On appelle digestat solide un digestat pâteux ayant subi au minimum un pressage et un ressuyage pendant quelques jours sur site, et plus généralement un digestat pâteux ayant subi un post-traitement tel que le compostage ou le séchage thermique.

La fraction liquide peut quant à elle subir un post-traitement biologique visant à abattre sa charge résiduelle carbonée et azotée. Un stripping de l'ammoniac contenu dans cette fraction liquide peut aussi intervenir afin de séparer et d'utiliser spécifiquement les différents nutriments.

L'appauvrissement en nutriments et en matière organique des terres agricoles conduit à l'utilisation de matières fertilisantes, amendements organiques solides ou engrais liquides, afin de restaurer la qualité des sols et d'améliorer leur fertilité. Le transfert des nutriments (comme les nitrates par exemple) dans les eaux de surface ou les nappes phréatiques lors de l'utilisation non contrôlée d'engrais liquides sur les terres agricoles peut mener à des phénomènes d'eutrophisation des ressources en eau. Ces risques de pollution ainsi que la diminution des surfaces agricoles disponibles pour l'épandage d'engrais peuvent mener les sites de méthanisation à privilégier l'obtention d'un digestat solide. Outre sa valeur agronomique plus importante à la tonne, un digestat solide est plus aisé à stocker, à manipuler et à transporter.

Le récent essor de la méthanisation comme procédé de traitement de déchets ne doit pourtant pas occulter les problématiques environnementales liées à la gestion et à la qualité du digestat produit. La filière de méthanisation, bien qu'encouragée par la législation, est parfois fragilisée par une gestion inadaptée des déchets traités pouvant entraîner des dysfonctionnements du procédé et/ou la production de digestats aux propriétés non compatibles avec un usage agricole. Or, si ce sous-produit organique ne remplit pas les conditions nécessaires à sa valorisation agronomique, le procédé de traitement biologique perd de son potentiel et de sa pertinence. Le développement d'une filière globale, adaptée et durable de traitement des déchets dépend donc en partie de la connaissance de la nature du déchet organique traité mais aussi des caractéristiques des résidus de traitement. La caractérisation des digestats solides en vue d'un usage agronomique réglementé par des normes d'utilisation constitue donc un enjeu important dans l'écoulement et la valorisation du sous-produit de traitement par digestion anaérobie, condition sine qua non pour une pérennisation de cette filière.

Si les boues de STEP digérées ont été largement étudiées, les digestats provenant du traitement d'autres déchets organiques tels que les déchets municipaux ou les bio-déchets ne sont pas encore bien connus. Pourtant ces digestats peuvent présenter des caractéristiques particulières diminuant leur potentiel de valorisation. Les digestats sont des sous-produits d'une première étape de traitement biologique et ne sont généralement pas complètement stabilisés. Ils contiennent des molécules formées lors de la digestion anaérobie (AGV, composés azotés et soufrés) et potentiellement toxiques pour les végétaux. Ils peuvent également présenter une biodégradabilité résiduelle non négligeable et contenir des composés complexes tels que les molécules ligno-cellulosiques qui ne sont pas dégradées lors de la digestion. Les digestats sont concentrés en azote puisque l'azote total initial du déchet est conservé durant la digestion anaérobie. La spéciation de l'azote des digestats peut donc être particulièrement intéressante au regard de contraintes d'utilisation et de valorisation des digestats. Durant la méthanisation une grande partie de l'azote est convertie en azote ammoniacal [27] ce qui peut induire la volatilisation d'ammoniac lors du stockage ou de l'utilisation des digestats, ainsi qu'une éventuelle phyto-toxicité des digestats. Les digestats peuvent aussi être odorants, trop humides ou trop concentrés en AGV pour être utilisables en l'état au sol [26].

Peu de données sont aujourd'hui disponibles sur la caractérisation de différents types de digestats solides [15, 28, 29] et concernent essentiellement l'évaluation de leur stabilité [30, 31]. Ces données ne sont habituellement pas utilisées pour statuer sur un usage agricole potentiel des digestats. Comme pour les composts, qui sont généralement apparentés à des amendements organiques commerciaux dont l'usage est réglementé par des normes intégrant des spécifications techniques et une typologie précise, des critères d'usage doivent également être définis pour les

digestats. Le premier objectif de ce chapitre est donc de répertorier et critiquer les indicateurs utilisés pour définir la qualité des produits organiques ayant un pouvoir fertilisant afin d'identifier les critères pertinents qui caractériseront la possibilité d'un usage agricole direct des digestats. Les indicateurs commentés ci-après sont issus soit des textes réglementaires relatifs aux matières fertilisantes, soit répertoriés dans la littérature, car permettant d'évaluer la valorisation agronomique d'un sous-produit organique.

Certains digestats, présentant les caractéristiques particulières décrites ci-dessus, doivent subir un post-traitement adéquat avant de pouvoir répondre favorablement aux critères d'innocuité et d'efficacité exigés pour une matière fertilisante [19, 20]. Le compostage peut constituer un post-traitement adéquat pour les digestats puisqu'il permet de stabiliser la matière organique résiduelle, réduisant ainsi la phyto-toxicité potentielle [21] et améliorant les propriétés humiques des digestats [22]. Les données disponibles aujourd'hui sur les effets d'un post-traitement aérobie sont rares [20, 23]. Le deuxième objectif de ce chapitre est donc d'identifier, parmi les indicateurs de caractérisation des sous-produits organiques répertoriés dans la littérature, ceux qui seront pertinents pour évaluer la traitabilité des digestats solides par compostage afin d'aboutir à un produit organique valorisable en agriculture.

II. Caractérisation d'un usage agricole direct

L'application au sol de déchets organiques traités biologiquement est un moyen de recycler la fraction organique contenue dans les déchets biodégradables. Pour prétendre à une valorisation agricole du sous-produit de traitement, en l'occurrence le digestat, la digestion anaérobie doit conduire à un produit aux caractéristiques compatibles avec un usage agricole ou agronomique direct. Le niveau de qualité requis pour un tel produit doit respecter au moins deux des conditions suivantes dont la première :

1. l'innocuité : l'usage sûr de sous-produits organiques au sol dépend de plusieurs facteurs influençant un impact potentiel sur l'environnement général (sols, ressources en eau, air...) et de possibles effets sur la santé animale ou humaine (contaminations pour les utilisateurs de l'amendement/engrais, problèmes d'odeurs...). L'application de sous-produits organiques sur des terres agricoles peut induire par exemple une pollution des nappes phréatiques ou l'émission d'ammoniac et de gaz à effet de serre. Cet impact environnemental ne sera pas discuté ici, bien qu'il puisse être lié à certains des paramètres présentés, car il est principalement influencé par la dose appliquée au sol et la période d'épandage.
2. les propriétés amendantes : un amendement organique permet d'améliorer la qualité de sols agricoles appauvris [32] en augmentant les teneurs en matière organique des sols et en améliorant les propriétés des sols liées à leur teneur en matière organique en particulier les propriétés physiques telles que la rétention en eau, la perméabilité, l'aération ou la structure. Un amendement organique doit ainsi fournir un environnement plus propice à la croissance des racines et ainsi au développement de la plante.
3. les propriétés fertilisantes : un fertilisant, ou engrais, est appliqué au sol pour favoriser la croissance de la plante grâce à l'apport de macronutriments (azote, phosphore et potassium principalement) et d'autres micronutriments. L'objectif principal d'un engrais est d'apporter des éléments nutritifs aux plantes afin d'améliorer leur croissance et ainsi le rendement de culture.

II.1. Textes de référence

II.1.1. Normes françaises

Les textes réglementaires s'appliquant à la méthanisation sont de deux ordres : la nouvelle réglementation ICPE définissant depuis 2009 une rubrique pour les unités de méthanisation, et les textes relatifs aux produits sortants (digestats, biogaz). On s'intéressera ici plus particulièrement aux textes relatifs aux produits sortants. La valorisation de la matière organique en France s'opère selon deux logiques.

La première est celle d'une logique « produit » qui conduit à la normalisation ou à l'homologation des matières fertilisantes. On entend par matières fertilisantes les engrais et les amendements et d'une manière générale tous les produits dont l'emploi est destiné à assurer ou à améliorer la nutrition des végétaux, ainsi que les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols. L'homologation concerne en France 5% des matières fertilisantes qui doivent respecter des critères particuliers d'efficacité, de stabilité et d'innocuité strictement définis dans les articles L255-1 à L255-11 de la loi n°79-595 du 13 juillet 1979 du code rural [33]. Dans 95% des cas, une procédure de normalisation est engagée. Les produits conformes à une norme rendue d'application obligatoire sont en effet dispensés d'homologation. La norme NFU 44-051 couvre principalement les produits fabriqués à partir de déchets végétaux et animaux et les composts urbains fabriqués à partir d'ordures ménagères [16]. La norme NFU 44-095 couvre les composts fabriqués à partir de matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux dont principalement les boues résiduaires [17]. La norme NFU 42-001 donne les dénominations et spécifications des engrais [34].

La seconde logique de valorisation des matières organiques est la logique « déchet » qui s'applique aux matières fertilisantes et aux supports de culture lorsqu'ils n'ont pas fait l'objet d'une homologation, ou d'une autorisation provisoire de vente ou d'importation, ou d'une autorisation de distribution pour expérimentation ou encore lorsqu'ils ne sont pas conformes à la normalisation relative aux amendements organiques ou engrais [33]. Dans cette logique, l'utilisation du sous-produit de traitement est soumis à un plan d'épandage, le producteur étant responsable du sous-produit et de son incidence sur le milieu jusqu'à sa destination finale.

En France, le digestat épandu en l'état conserve le statut de déchet. Il est soumis à un plan d'épandage défini en fonction des matières premières (effluents d'élevage, boues de STEP). Un traitement ultérieur par compostage est nécessaire pour répondre aux critères définis dans les normes d'utilisation des amendements organiques [16, 17]. Le digestat composté, s'il est conforme à une norme amendement ou engrais, devient alors un produit organique commercialisable et utilisable librement aux doses préconisées par le responsable de sa mise sur le marché.

L'objectif de la caractérisation des résidus solides de digestion anaérobie de déchets organiques est d'acquérir les données nécessaires à la connaissance de leurs propriétés afin de juger de leur valorisation en tant que produit dont l'usage est normalisé. Les digestats caractérisés seront donc comparés aux normes relatives aux matières fertilisantes dont l'usage est réglementé par des spécifications sur les matières entrantes, le traitement et le produit final.

II.1.1.1. Amendement organique

Les normes NFU 44-051 et NFU 44-095 réglementent la mise sur le marché d'amendements organiques avec ou sans engrais en définissant la conformité de spécifications de traitement et de caractéristiques chimiques avec des limites de qualité (Tableau 2)

Norme	NFU 44-051	NFU 44-095
Spécifications produit		
Amendements organiques sans engrais	N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O < 3%MB N + P ₂ O ₅ + K ₂ O < 7%MB NO ₂ ⁻ + NH ₃ + urée < 33%NT C/N >8 MS ≥ 30%MB MO >15 à 25%MB suivant type	N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O < 3%MB N + P ₂ O ₅ + K ₂ O < 7%MB MS ≥ 50%MB MO ≥ 20%MB
Amendements organiques avec engrais	N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O < 3%MB N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O > 1%MB N + P ₂ O ₅ + K ₂ O < 7%MB MS ≥ 30%MB MO >15 à 25%MB suivant type	MO/N _{orga} < 40 MO ≥ 30%MS
Critères d'innocuité		
Eléments traces métalliques	valeurs limites et flux maximaux en AS, Cd, Cr, Hg, Ni, Pb, Se	valeurs limites et flux maximaux en As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn
Agents pathogènes	valeurs limites en éléments pathogènes (œufs d'helminthe viables et <i>Salmonella</i>)	valeurs limites en éléments pathogènes (œufs d'helminthe viables, <i>Listeria monocytogenes</i> et <i>Salmonella</i>)
Inertes et impuretés	valeurs limites en films, plastiques, verres, métaux	
Composés traces organiques	valeurs limites et flux limites pour 3 HAP	valeurs limites et flux limites pour 3 HAP et 7 PCB
Indicateurs de traitement		
Agents indicateurs de traitement	proportion de valeurs indicatives de traitement en E. coli et entérocoques	valeurs limites en E. coli, <i>Clostridium perfringens</i> et entérocoques

Tableau 2 : spécifications des normes NFU 44-051 et NFU 44-095 [16, 17]

La norme NFU 44-051 définit la méthanisation comme étant un pré-traitement anaérobie qui doit obligatoirement être suivi d'un compostage caractérisé avec ajout de matières végétales en vue de l'obtention d'un amendement organique. Le

traitement par compostage est caractérisé par une augmentation initiale, nécessaire et transitoire de la température de l'ensemble des produits organiques qui permet son hygiénisation, par une perte de masse et de volume, par une homogénéisation du produit, par la transformation de matières premières organiques selon des processus naturels dans les sols et par un degré de maturité en relation avec l'usage du produit [16].

Dans la norme NFU 44-095, la méthanisation est considérée comme une transformation anaérobie pouvant être appliquée aux matières premières rentrant dans le mélange et conduisant à l'obtention d'un biogaz et de matière organique digérée appelée digestat. De la même façon que dans la NFU 44-051, l'amendement organique doit être obtenu soit par transformation aérobie soit par transformation anaérobie suivie d'une transformation aérobie [17].

II.1.1.2. Engrais

La norme NFU 42-001 donne les spécifications fixées pour les engrais organiques azotés d'origine animale et/ou végétale et les engrais organiques NPK, NP, NK entièrement d'origine animale et/ou végétale [34]. Les engrais organiques azotés doivent contenir au minimum 3% d'azote organique d'origine animale et/ou végétale ainsi qu'une teneur minimale en azote organique comprise entre 3 et 12% suivant le type d'engrais. La somme des formes nitrique, ammoniacal et uréique de l'azote doit également être inférieure à 1%. Les engrais organiques NPK, NP, NK entièrement d'origine animale et/ou végétale doivent contenir au moins un des éléments majeurs sous leur forme totale à une teneur supérieure à 3%, la somme des trois éléments majeurs devant être supérieure à 7%. Ces engrais doivent également contenir au minimum 1% d'azote organique d'origine animale et/ou végétale et ne peuvent pas contenir d'azote de synthèse organique. Certains types d'engrais NPK font l'objet de teneurs minimales supérieures aux seuils cités précédemment en fonction de leur dénomination.

II.1.2. Réglementation européenne

Différents textes européens font référence aux propriétés des amendements afin de standardiser et de contrôler leur qualité dans l'objectif de promouvoir l'image de ces produits sur le marché commercial. Les textes du CEN (Comité Européen de Normalisation) sur les spécifications des amendements du sol et supports de culture recensent la liste des produits pouvant être considérés comme amendements [35]. La principale spécification concerne la teneur minimale en matière organique requise et comprise entre 20 et 90% de matière sèche suivant les produits. Pour des déchets digérés, la MO minimale est de 20% de la MS. Le CEN mentionne d'autres paramètres qui doivent être spécifiés suivant la nature de l'amendement comme le pH, la conductivité électrique ou encore la granulométrie. Des déclarations facultatives sur la teneur en MS ou la densité volumique peuvent également être faites. En ce qui concerne les déchets digérés, trois critères font l'objet de

spécifications (ou déclarations obligatoires) : les constituants essentiels (supérieurs à 10% en volume), la teneur en MO et le pH. Il faut noter que ce rapport du CEN est uniquement informatif et ne constitue en aucun cas une norme européenne, chaque pays possédant sa propre législation.

Un système d'assurance qualité pour les composts et digestats est défini et contrôlé en Allemagne par le label RAL [36]. La norme RAL GZ 251 sur la qualité des composts existe depuis le début des années 90. Des critères minimum de qualité pour les produits digérés sont définis dans la norme RAL GZ 245 et incluent des aspects liés à l'hygiénisation, à la teneur maximale en impuretés, au niveau de biodégradation ou encore à la teneur en MO (Tableau 3).

Critères de qualité	Spécifications
Hygiénisation	- montée en température à 70°C pendant au moins 1 heure ou contrôle entrée/sortie - surveillance des températures pendant le process - valeur maximale de 2 graines germées d'adventices par litre - non détection des <i>Salmonella</i>
Impuretés	<0.5%MS en verre, plastiques, métaux>2mm
Stabilité	Acides organiques totaux ≤ 4000 mg/L
Odeurs	pas d'odeurs gênantes
Matière organique	> 30%MS
Métaux lourds	valeurs limites correspondant à la législation sur les déchets et fertilisants

Tableau 3 : critères de qualité pour les digestats issus de biodéchets RAL GZ 245 [36]

La législation allemande sur les fertilisants spécifie une teneur minimale en nutriments de 0,5, 0,3 et 0,5% de masse sèche en azote, phosphore et K₂O respectivement [35].

La directive Suisse 2010 de la branche sur la qualité du compost et du digestat vise à ce que seuls soient mis sur le marché des produits d'une qualité irréprochable [37]. A cet effet, les paramètres considérés sont les corps étrangers, les polluants et l'hygiène. Le Tableau 4 récapitule les exigences définissant la qualité des digestats issus du traitement des déchets biodégradables. La directive donne également des recommandations d'utilisation des digestats solides quant à leur quantité à épandre et la technique d'épandage à privilégier.

Teneur en métaux lourds	Valeurs limites (g/tMS)
Pb	120
Cd	1
Cu	100
Ni	30
Hg	1
Zn	400
Polluants organiques	Valeurs indicatives
HAP*	4 g/tMS
Dioxines (PCDD) et furanes (PCDF)	20ng/kgMS
Corps étrangers	Teneurs maximales
métal, verre, matières synthétiques >2mm	<0.5% MS
matières synthétiques <2mm	<0.1% MS
Hygiène	
24h ou plus à 53°C en digestion thermophile ou hygiénisation avant ou après digestion (pasteurisation, traitement à la vapeur, ...)	
* naphthalène, acénaphthylène, acénaphthène, fluorène, phénentrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, indéno(1,2,3-c,d)pyrène, dibenzo(a,h)anthracène, benzo(g,h,i)pérylène	

Tableau 4 : exigences de la directive 2010 sur la qualité du digestat [37]

Le British Public Available Specification 110 publié en 2010 est une charte de qualité des digestats qui pourrait mener à une future norme britannique [38]. Le PAS 110 donne des recommandations de qualité sur la nature des déchets entrants, le procédé de digestion, le stockage ainsi que sur les déchets digérés. Le Tableau 5 répertorie les paramètres proposés et leurs valeurs limites pour assurer la qualité des digestats. D'autres paramètres peuvent également faire l'objet de déclarations comme le pH, l'azote, phosphore et potassium totaux, la teneur en azote ammoniacal ou les teneurs en MS et MO.

Pathogènes	
E. coli	< 1000 CFU/gMB
Salmonella spp	absence dans 15gMB
Eléments potentiellement toxiques	
Cd, Cr, Cu, Pb, Hg, Ni, Zn	valeurs maximales limites
Stabilité	
AGV	< 0.43 gDCO/gMO
BMP	< 0.25 L/gMO
Impuretés	
Verres totaux, métaux, plastiques > 2mm	< 0.5 %MS
Pierres > 5mm	< 8 %MS

Tableau 5 : spécifications du PAS 110 sur la qualité des digestats [38]

En Espagne, il n'existe pas de législation spécifique sur les amendements du sol mais certains sous-produits organiques sont soumis à des mesures de contrôle comme les amendements humiques ou non humiques, les composts et la tourbe. Ces

réglementations définissent le nom des produits, des teneurs minimales ou encore des exigences de qualité. La législation espagnole définit par exemple des teneurs maximales en métaux lourds dans les boues épandues sur terres agricoles [35].

Une ordonnance autrichienne sur la qualité et les ventes de composts issus de différents déchets définit des critères minimum de qualité : teneurs maximales autorisées en métaux lourds, nature et origine des déchets entrants, règles de spécifications [35].

II.1.3. Réglementation nord-américaine

Le California Compost Quality Council définit la maturité d'un compost par le respect de plusieurs critères [39]. Le compost considéré doit présenter un rapport C/N inférieur ou égal à 25 avant toute autre considération de stabilité biologique ou de maturité. Deux catégories d'indicateurs sont ensuite définies afin de classer les composts en un produit très mature, mature ou immature. Le Tableau 6 donne les critères et valeurs seuils proposées pour la classification des composts.

Indicateur	Unité	Très mature	Mature	Immature
<i>Groupe A (stabilité)</i>				
OUR	gO ₂ /gMF/h	<0.4	0.4-1.3	>1.3
SOUR	gO ₂ /gMO/h	<0.5	0.51.5	>1.5
Dewar	(°C)	<10	10-20	>20
Solvita	valeur de l'indice	7-8	5-6	<5
<i>Groupe B (maturité)</i>				
NH ₄ /NO ₃	-	<0.5	0.5-3	>3
NH ₃	mg/gMS	<0.1	0.1-0.5	>0.5
AGV	mg/gMS	<0.2	0.2-1	>1
IG	% du contrôle	>90	80-90	<80
Test de croissance	% du contrôle	>90	80-90	<80

Tableau 6 : définition de la maturité des composts selon le CCQC [39]

Les mesures de l'activité respirométrique telles que la mesure de cinétique de consommation en oxygène (Oxygen Uptake Rate) ou l'auto-échauffement par la méthode Dewar permettent de définir les niveaux de stabilité biologique des composts (groupe A). D'autres paramètres physico-chimiques doivent ensuite être déterminés afin de compléter la description du produit et d'estimer la maturité qui dépend d'une part de la stabilité, mais aussi d'autres propriétés chimiques du compost (groupe B). Le rapport NH₄/NO₃ est utilisé comme indicateur de maturité du compost car il reflète l'évolution de la biodégradation au cours du compostage. Au début du compostage on ne trouve que très peu de nitrates dans le produit. Après la phase de fermentation active thermophile, les micro-organismes mésophiles commencent à convertir l'azote organique en nitrites puis nitrates. Avec la maturation, la teneur en nitrates augmente et cette forme azotée finit par devenir prédominante par rapport à l'azote ammoniacal. Ce rapport, utilisé pour estimer la maturité des composts, n'est pas pertinent pour l'évaluation de la maturité des

digestats. En effet, après digestion anaérobie on ne trouve pas d'azote sous forme oxydée dans les sous-produits de traitement et on ne peut alors pas calculer un rapport NH_4/NO_3 .

Le Canadian Council of Ministers of the Environment (CCME) a également défini des directives sur les composts afin d'aider à protéger la santé publique et l'environnement mais aussi d'assurer un marché pour les producteurs de compost [40]. En raison de la diversité des techniques de compostage mises en œuvre au Canada, les directives pour la qualité du compost s'appliquent majoritairement à la qualité du produit et moins aux spécifications sur le traitement. Deux classes de composts sont définies suivant leurs restrictions d'utilisation et leurs critères de qualité (Tableau 7).

	Catégorie A	Catégorie B : usage restreint
Eléments traces	valeurs limites et flux maximaux en As, Co, Cr, Cu, Mo, Ni, Se, Zn, Cd, Hg, Pb	
Impuretés		
Eléments coupants	aucun élément de plus 3mm dans 500mL	≤ 3 éléments de moins 12.5mm dans 500mL
Autres impuretés	<1 élément de plus 25mm dans 500mL	<2 éléments de plus de 25mm dans 500mL
Maturité/stabilité		
Consommation en O ₂	≤ 400 mgO ₂ /kgMO/h	
ou Production en CO ₂	< 4 mgC-CO ₂ /gMO/h	
ou Elévation de température	< 8°C	
Pathogènes		
Indication de traitement	température > 55°C pendant 3 à 15 jours suivant le procédé de compostage	
Agents pathogènes	- coliformes fécaux < 1000 MPN/gMS - pas de détection de <i>Salmonella</i> sp.	

Tableau 7 : directives sur la qualité des composts CCME [40]

II.2. Indicateurs des propriétés amendantes

Un amendement organique est défini comme un produit ajouté au sol avec comme objectif principal d'entretenir, voire d'augmenter les teneurs en matière organique des sols qui conditionnent les propriétés physiques, tout en pouvant en améliorer les propriétés chimiques ou l'activité biologique.

II.2.1. Matière sèche, matière organique

La teneur en matière sèche est un critère important pour un amendement organique. Une humidité trop importante peut induire des problèmes d'odeurs, des coûts élevés de transport et d'exportation du produit ainsi que des difficultés à stocker l'amendement. La teneur en MS des digestats est fortement influencée par le processus de digestion employé et/ou par un post-traitement potentiel du résidu après digestion. Elle est donc très différente suivant les sites de traitement. La majorité des données répertoriées dans la littérature concernent des digestats liquides. Dans le Tableau 8, la plupart des digestats sont issus de processus de méthanisation en voie liquide et présentent donc des MS comprises entre 2 et 6% de masse brute. Les fumiers de bovins étudiés par Gomez *et al.* [31] sont digérés en voie sèche et montrent une teneur en MS supérieure à 12%.

Nature des déchets entrants	MS (%MB)	MO (%MS)	Référence
effluents de laiterie + biodéchets	3 - 4	69 - 76	[28]
fraction organique de MSW + lisier de porcs	3 - 5	68 - 71	[29]
lisier de porcs/bovins + lactosérum + ensilage de maïs + résidus de riz	3 - 4	70	
lisier de porcs + déchets d'abattoir + ensilage de maïs	5 - 6	67 - 74	
boues primaires	3.5	55	[30]
fraction organique de MSW	2.4	55	
boues primaires + fraction organique de MSW	2.1	58	
boues d'industries pharmaceutiques	2.3	70	[31]
fumier de bovins	12.3	86	
boues primaires + fraction organique de MSW	2.4	70	
déchets de cuisine + déchets verts	-	39 - 43	[23]
cultures énergétiques + lisier de bovins + déchets agro-industriels + fraction organique de MSW	5.9	75	[41]

Tableau 8 : teneur en MS et MO de différents digestats

L'apport de matière organique au sol est l'une des principales caractéristiques d'un amendement organique. La teneur en MO est donc un indicateur essentiel pour définir un amendement organique selon le comité européen de normalisation [35].

Différentes teneurs minimales spécifiées dans les réglementations européennes ou internationales ont été présentées dans le paragraphe II.1.

La MO des digestats répertoriés varie largement puisqu'elle est comprise entre 39 et 86% de matière sèche selon la nature du déchet entrant et le processus de digestion. Les digestats issus de déchets de cuisine ou d'ordures ménagères résiduelles présentent une teneur en MO plus faible (entre 40 et 55%) que les digestats issus de substrats agricoles (70 à 85%). Tous les digestats répertoriés remplissent le critère de qualité des digestats du RAL GZ 245 avec une MO supérieure à 30%MS.

La teneur en MO seule ne peut suffire à caractériser les propriétés amendantes d'un sous-produit organique. En effet, la quantité effective de matière organique biodégradable assimilable au sol peut être surestimée par la méthode de mesure même de la MO puisque celle-ci ne permet pas de différencier la matière organique biodégradable de celle non biodégradable. Les plastiques sont par exemple perdus lors de la combustion à très haute température et ainsi quantifiés dans la teneur totale en MO. Par ailleurs, les cinétiques de biodégradation dans le sol des différentes fractions composant la MO biodégradable ne sont pas évaluées par la mesure de la MO totale. La quantité efficace de MO contribuant réellement à augmenter les stocks de MO dans les sols peut être surestimée par les teneurs en MO totale des digestats puisqu'une partie de cette MO peut se dégrader rapidement après apport au sol. A contrario, la lignine est quantifiée par la mesure de MO totale malgré son caractère très lentement biodégradable et donc lentement assimilable au sol.

II.2.2. Teneurs en carbone et azote

La teneur en matière organique est une caractéristique importante d'un amendement organique, mais sa composition est également très importante pour qualifier l'effet de la matière organique sur les propriétés physico-chimiques du sol. Le carbone et l'azote sont les deux éléments les plus importants de la matière organique d'un amendement. Plus que la teneur totale de ces deux éléments, c'est le rapport entre leurs formes minérales et organiques qui influence l'utilisation agricole d'un sous-produit organique. La valeur du rapport va aider par exemple à définir la propension du produit à libérer des quantités importantes d'azote minéral utilisable par les plantes, et à réglementer ainsi dans les zones sensibles le calendrier d'épandage du produit concerné. Le traitement biologique appliqué aux déchets organiques influence l'équilibre entre formes minérales et organiques. Le carbone et l'azote contenu dans les déchets traités par voie aérobie sont présents principalement sous leurs formes organiques permettant une amélioration des propriétés biologiques du sol. A contrario, la minéralisation de l'azote lors de la digestion anaérobie déplace l'équilibre entre formes organiques et minérales en faveur de l'azote ammoniacal qui une fois nitrifié dans le sol pourra être absorbé par les racines des plantes cultivées. Kirchmann *et al.* ont ainsi montré que si l'objectif premier est de restaurer la qualité du sol, l'utilisation de déchets traités par voie aérobie, qui sont donc plus riches en

matière organique carbonée et azotée, est préférable à des déchets traités par voie anaérobie [42, 43].

Le Tableau 9 présente la composition en carbone et azote de différents digestats. La teneur en carbone organique total des digestats est d'environ 400g/kgMS alors que la teneur en azote est plus variable suivant la nature du digestat et comprise entre 50 et plus de 150 g/kgMS. Dans les digestats, la majorité de l'azote est quantifiée sous forme minérale puisque l'azote ammoniacal N-NH₄⁺ représente toujours plus de 50% du NTK. La forte teneur en azote ammoniacal des digestats peut constituer un frein à leur utilisation en raison d'une phyto-toxicité potentielle du produit ou encore d'une possible pollution azotée lors de l'utilisation au champ.

Nature des déchets entrants	COT (g/kgMS)	NTK (g/kgMS)	N _{orga} (g/kgMS)	N-NH ₄ ⁺ (g/kgMS)	Référence
effluents de laiterie + biodéchets	-	50 - 60	19 - 27	52 - 62	[28]
cultures énergétiques + lisier de bovins + déchets agro-industriels + fraction organique de MSW	404	65	32	51	[41]
fraction organique de MSW + lisier de porcs	378 - 397	135 - 151	48 - 53	63 - 68	[29]
lisier de porcs/bovins + lactosérum + ensilage de maïs + résidus de riz	367 - 383	83 - 103	38 - 41	54 - 61	
lisier de porcs + déchets d'abattoir + ensilage de maïs	387 - 421	85 - 92	31 - 34	61 - 67	

Tableau 9 : composition en carbone et azote de différents digestats

La mesure des cinétiques de minéralisation du carbone et de l'azote dans le sol permet d'évaluer la disponibilité ou le stockage de la matière organique et des nutriments dans le sol. L'amélioration des propriétés du sol (structure physique, activité microbienne, fertilité) dépend en partie du stockage du carbone apporté lors de l'application de matière organique au sol. Les tests de minéralisation par incubation constituent de bons indicateurs des cinétiques de décomposition de la matière organique et par conséquent du carbone stocké dans le sol mais ils peuvent durer plusieurs mois. Le pourcentage de carbone organique minéralisé durant trois jours d'incubation a récemment été utilisé pour définir un nouvel indicateur du carbone organique potentiellement résiduel dans un sol [44]. Cet indicateur défini en fonction des fractions solubles, cellulose et lignine de la matière organique, permet d'estimer la proportion de matière organique exogène qui contribue au stockage du carbone dans le sol. Cependant, les auteurs ne précisent pas de valeur seuil indiquant un bénéfice agronomique minimal permettant de définir le caractère amendant du produit. Aucune donnée sur les cinétiques de minéralisation du carbone et de l'azote au sol lors de l'emploi de digestats n'a pu être répertoriée dans la littérature.

II.2.3. Fractionnement biochimique

Outre la quantité et la composition élémentaire de la matière organique, un amendement se caractérise par la nature biochimique de la matière organique apportée au sol. Le fractionnement biochimique de la matière organique suivant le protocole défini par Van Soest détermine une fraction soluble (contenant essentiellement protéines et sucres), et des fractions constituées de cellulose (CELL), hémicellulose (HEMI) et lignine (LIGN). Il doit cependant être noté que cette méthode de fractionnement appliqué aux déchets organiques n'est pas représentative de composés purs, mais qu'elle quantifie plutôt des catégories de composés solubles dans des conditions similaires. Ces fractions biochimiques sont pourtant utilisées pour définir un indice de stabilité biologique (ISB) ainsi que la quantité résiduelle de matière organique (Tr) des amendements organique selon la norme AFNOR XP U44-162 [45]. Il n'existe néanmoins pour ces indices pas de valeur de référence qui définirait la qualité du produit.

Le fractionnement biochimique est couramment utilisé pour estimer la biodégradabilité des déchets organiques [46-49]. Cela conduit à l'utilisation de différents indices de maturité définis par les rapports entre les fractions cellulosiques et hémicellulosiques et la fraction lignine. Les fractions de cellulose et d'hémicellulose sont facilement biodégradables alors que la lignine est plus difficilement dégradée. La perte de cellulose et d'hémicellulose étant plus rapide que la perte en lignine, les indices de maturité diminuent donc au cours de la biodégradation de la matière organique. Le rapport (CELL+HEMI)/LIGN est défini comme un indicateur du degré d'humification de la matière organique puisque la transformation de la cellulose, de l'hémicellulose ou de la lignine par les micro-organismes mène à la synthèse de substances humiques. On peut relever dans la littérature des rapports (CELL+HEMI)/LIGN compris entre 3 et 4 pour des déchets frais et des valeurs inférieures après traitement [50]. Komilis *et al.* utilisent le ratio CELL/LIGN pour distinguer les déchets matures des déchets frais et notent également une diminution de ce ratio de 2.3 à 0.5 à la fin du procédé de compostage [51]. De la même façon, Tambone *et al.* observent une diminution du ratio CELL/LIGN de 1 à 0.5 au cours de la digestion anaérobie [41].

Ces indices de maturité diminuent donc au cours de la biodégradation qu'elle soit aérobie ou anaérobie. Cependant il est difficile de trouver une relation linéaire entre ces ratios biochimiques et la biodégradation de la matière organique. Ces indicateurs apparaissent donc comme incertains pour évaluer le taux de biodégradation et donc la maturité du produit, l'évolution des fractions biochimiques au cours de la biodégradation pouvant être très variable d'un substrat à l'autre.

II.2.4. Fractions humiques

Les substances humiques sont les composés les plus stables constituant la matière organique, essentiels pour l'amélioration globale de la fertilité et de la santé du sol [52, 53]. La quantification des substances humiques est donc considérée comme un indicateur important de la maturité des produits organiques, garantissant leur utilisation sûre et leur efficacité au sol. Les acides fulviques (AF) puis les acides humiques (AH) sont produits durant la biosynthèse des substances humiques. Les acides humiques contribuent au pouvoir tampon du sol et à sa capacité d'échange cationique. Ils influencent par conséquent le comportement des métaux lourds dans le sol via la formation de complexes de différentes solubilité et mobilité [54]. Le rapport AH/AF, souvent utilisé pour caractériser les processus d'humification, est parfois proposé comme indicateur de maturité [55]. On note une augmentation de ce ratio au cours de la biodégradation, principalement due à une augmentation importante de la teneur en acides humiques, et une valeur de 1.9 a été proposée comme valeur seuil pour définir la maturité des composts [56].

L'analyse des différents acides humiques est également utilisée pour caractériser le degré de décomposition de la matière organique. La détermination de la composition élémentaire permet de définir le ratio entre les teneurs en hydrogène et en carbone. Ce ratio H/C est parfois utilisé pour estimer la maturité. Campitelli *et al.* ont ainsi observé que des amendements organiques présentant un faible ratio H/C étaient plus matures car ils contenaient des acides humiques aux structures aromatiques plus condensées [53]. Les auteurs exploitent également le ratio d'absorbance à 465 et 665 nm qui est couramment utilisé en sciences de la terre pour estimer un degré d'humification, la diminution de ce ratio d'absorbance indiquant la mise en œuvre des processus d'humification.

Il faut garder à l'esprit que les techniques d'extraction des substances humiques sont non spécifiques et peuvent mener à la co-extraction de composés non humiques ce qui peut déprécier l'usage de ces indices comme indicateurs de maturité [57]. De plus, aucun degré minimal d'humification n'est à ce jour préconisé pour l'usage d'un amendement organique au sol.

Aucune donnée relative à la détermination de fractions humiques dans les digestats n'a pu être trouvée dans la littérature. Reinhold (cité dans [58]) apporte par contre des informations sur la quantité de carbone initialement contenue dans des composts et digestats et pouvant contribuer à la formation d'humus dans le sol. Environ 50% du carbone contenu dans un compost mature contribue ainsi à la formation d'humus. Pour un compost frais et un digestat solide ce pourcentage diminue à environ 40 et 35% respectivement, tandis que d'autres types de déchets comme les déchets verts ou le lisier de porcs montrent des pourcentages compris entre 10 et 20%. Le potentiel

d'utilisation du carbone initial pour la formation d'humus inférieur pour les digestats montre leur degré de maturité, corrélé à un réarrangement moindre de la matière organique, moins important comparé à des composts frais ou après maturation.

II.2.5. Capacité d'échange cationique

La CEC est habituellement déterminée pour caractériser la qualité du sol. Elle peut également être mesurée sur les produits organiques servant de support de culture, et par extension, utilisée pour caractériser les amendements organiques. La CEC détermine la capacité d'un substrat à absorber des cations spécifiques (Ca, Mg, K, Na...). Elle est parfois utilisée comme indicateur de maturité des déchets organiques puisqu'elle augmente au cours du traitement biologique aérobie en raison de la réorganisation de la matière organique et des processus d'humification mis en jeu. Cette augmentation est apparentée à la synthèse des substances humiques lors de la maturation et plusieurs auteurs proposent de définir un seuil de maturité correspondant à une CEC de 60 meq/100g [59]. L'augmentation de la CEC est pour certains auteurs synonyme de la qualité agronomique du sol : fertilité plus importante et rétention accrue des contaminants évitant ainsi la pollution des ressources aquatiques par exemple [60]. D'autres auteurs préfèrent utiliser le rapport entre CEC et teneur en carbone pour caractériser les composts. Ainsi, un ratio CEC/C de 2 mmol/g est le seuil minimal requis pour la commercialisation d'un compost au Brésil [61].

Cependant, les valeurs initiales de CEC des sous-produits organiques avant traitement peuvent parfois être supérieures à ces valeurs seuils. L'évolution de la CEC constitue donc un bon indicateur des processus de biodégradation et d'humification de la matière organique, mais la définition d'une valeur seuil pour définir la qualité finale d'un amendement apparaît difficile.

II.3. Indicateurs des propriétés fertilisantes

Le potentiel fertilisant d'un produit organique ne peut être estimé uniquement par la quantité totale des trois nutriments majeurs (azote, phosphore, potassium). La disponibilité et les cinétiques d'assimilation des nutriments aux plantes doivent également être évaluées. Les doses de fertilisants à apporter au sol sont ainsi calculées en fonction des besoins en nutriments des plantes mais également de l'assimilation potentielle de ces éléments fertilisants. Des tests de croissance mesurant la disponibilité des nutriments sont essentiels pour caractériser l'effet fertilisant d'un engrais.

II.3.1. C, N, P, K

Avant usage d'un engrais il est nécessaire d'évaluer le potentiel apport de nutriments inorganiques à partir de leurs formes organiques. Le rapport C/N est un indicateur important de l'équilibre total des nutriments carbone et azote mais ne donne pas d'éléments sur les processus de minéralisation de l'azote. Des déchets organiques présentant un rapport C/N similaire pourront, en effet, minéraliser des quantités différentes d'azote en raison de propriétés chimiques différentes [54]. La minéralisation du carbone et de l'azote minéral soluble (sous sa forme ammonium) permet d'estimer le potentiel de nutriments disponibles pour la croissance des plantes. Le ratio entre azote minéralisé et azote total donne ainsi une indication de l'azote disponible pour les plantes. Le traitement biologique de déchets organiques influence leur usage agricole potentiel et des déchets digérés seront préférentiellement utilisés comme engrais car la proportion d'azote disponible dans les digestats est plus importante que dans les composts. La proportion d'azote disponible est ainsi de 20, 10 et 15% lors des trois premières années d'épandage pour une boue digérée alors qu'elle est de 10, 5 et 2.5% pour le même déchet stabilisé en aérobie [62]. Cependant, les huit digestats caractérisés par Tambone *et al.* ne sont pas assez riches en éléments fertilisants pour rentrer dans la norme engrais NFU 42-001 puisqu'ils présentent en moyenne des teneurs totales en N, K₂O et P₂O₅ de 0.5, 0.2 et 0.3%MB respectivement [29].

Les composés solubles étant plus rapidement assimilables, les concentrations en azote, phosphore et potassium soluble dans un sous-produit organique apportent des éléments sur la biodisponibilité de ces éléments pour les plantes et donc sur leur potentiel effet immédiat sur la croissance des plantes. L'usage d'un fertilisant doit ainsi être adapté aux besoins des plantes car un apport excessif de nutriments peut par exemple mener à une pollution de la qualité des eaux par lixiviation des nitrates dans le cas d'engrais azotés.

II.3.2. Autres minéraux

L'effet fertilisant d'un produit organique est évalué par la quantification de différents minéraux qui seront potentiellement apportés au sol [53]. La quantité totale de minéraux influence la croissance des plantes, mais la disponibilité de ceux-ci aux racines des plantes doit également être prise en compte. L'assimilation des minéraux est influencée principalement par le pH du milieu : un fertilisant organique présentant un pH proche de la neutralité peut par exemple réduire l'alcalinité des sols basiques et améliorer ainsi l'assimilation du calcium et du magnésium par les plantes [62]. Les données disponibles sur les digestats montrent que leur pH varie entre neutralité et basicité avec des valeurs comprises entre 6.7 et 8.5 [20, 23, 28, 30, 31].

II.4. Indicateurs de l'innocuité du produit

L'innocuité d'un produit organique utilisé en agriculture est définie par les impacts sur les utilisateurs potentiels du produit (ainsi que la population générale exposée), sur l'environnement (flore, faune et plus généralement tout écosystème incluant les compartiments sol et eau) et sur les plantes cultivées dans le sol amendé ou fertilisé. L'innocuité des résidus organiques est une notion complexe à définir car elle dépend d'une combinaison de différents facteurs. Par exemple, Walter *et al.* attribuent la nature potentiellement phyto-toxique de déchets organiques à l'action combinée d'une salinité importante, d'un excès d'azote ammoniacal ou d'acides gras et de la présence de métaux lourds [63]. L'innocuité des digestats a été très peu évaluée pour le moment et les seules données disponibles dans la littérature concernent les contaminants organiques et autres éléments toxiques [15].

II.4.1. Impuretés inorganiques

L'absence de contaminants inertes, tels que des plastiques ou du verre, est non seulement un critère de qualité au regard de la sûreté de l'usage du produit (qui ne doit pas être dangereux à manipuler), mais aussi au regard de sa qualité visuelle d'amendement du sol. Kapanen et Itävaara rapportent ainsi qu'un compost doit contenir moins de 0.5% d'impuretés (plastiques et verre) au regard de la réglementation en Finlande sur les amendements organiques [64]. Le Tableau 10 résume les différentes réglementations nationales européennes concernant la présence d'impuretés dans les composts, digestats ou fertilisants [65]. Les paramètres mesurés ainsi que les méthodes de mesure diffèrent d'une réglementation à l'autre.

Pays	Impuretés	Teneurs maximales (%MS)
Autriche (projet d'ordonnance compost – 10/98)	Total Plastiques Métaux	0.5-2 0.02-1 0.2
Belgique (Flandres)	Total Cailloux > 5mm	0.5 2
Finlande (réglementation fertilisant)	Total	0.5
France (NF U44-051)	Plastiques > 5mm Verre + métaux > 2mm	0.3-0.8 2
Allemagne (ordonnance biodéchets)	Verre, plastiques, métaux Cailloux > 5mm	0.5 5
Allemagne (RAL GZ251)	Verre, plastiques, métaux Cailloux > 5mm	0.5 5
Allemagne (RAL GZ245)	Verre, plastiques, métaux	0.5
Italie (réglementation fertilisant 748/84)	Plastiques Autres inertes	0.05-0.45 0.9
Pays-Bas (BRL K256/02)	Verre, métaux, plastiques Verre > 16mm Cailloux > 5mm	0.5 0 3
Pays-Bas (BOOM)	Total Verre Cailloux > 5mm	0.2 0-0.2 2
Norvège	Impuretés	0.5
Espagne (arrêté ministériel)	Plastiques et autres inertes < 10mm	0

Tableau 10 : réglementations nationales concernant les teneurs maximales en impuretés dans les sous-produits organiques [65]

II.4.2. Eléments potentiellement toxiques

Les risques liés aux éléments potentiellement toxiques sont habituellement associés à leur toxicité à forte concentration ou aux carences engendrées pour la croissance des plantes à faible concentration. La teneur en métaux lourds doit être contrôlée puisque l'application répétée au sol d'un amendement organique peut mener à une accumulation des métaux dans le sol. Plus que la concentration totale en métaux lourds, c'est leur solubilité et donc leur disponibilité pour les plantes qui doit être quantifiée [54]. En effet les éléments potentiellement toxiques s'avèrent toxiques une fois absorbés par les plantes, animaux ou micro-organismes. L'absorption étant facilitée quand un élément est solubilisé, la spéciation chimique des métaux lourds apporte des indications importantes sur la mobilité, la biodisponibilité et les cinétiques de lixiviation potentielle de l'élément métallique une fois l'amendement appliqué au sol [63]. Cependant, les mesures de biodisponibilité pouvant être très longues et coûteuses [66] les réglementations sont habituellement établies sur des concentrations totales en métaux lourds.

Le Tableau 11 présente des valeurs seuils proposées pour la teneur en métaux lourds de produits organiques destinés à un usage agricole. Les concentrations seuils données dans différents pays d'Europe [16, 36, 38] et au Canada [40] sont comparables alors que les teneurs maximales autorisées par l'US EPA sont plus élevées [66]. Diacono et Montemurro rapportent que la détermination de la teneur en cadmium est particulièrement importante : celui-ci est en effet relativement soluble dans les sols, donc facilement assimilable par les plantes et potentiellement toxique pour l'homme [54]. Certaines données disponibles sur des digestats issus de biodéchets montrent que leurs teneurs en Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb et Zn sont inférieures aux seuils de normalisation [15].

Réglementation	PAS [38]	RAL GZ251 [36]	NF U44-051 [16]	CCME [40]	US EPA (cité dans [66])
Elément	concentration en mg/kgMS				
As	-	-	18	13	41
Cd	1.5	1.5	3	3	39
Cr	100	100	120	210	-
Cu	200	100	300	400	1500
Hg	1	1	2	0.8	17
Ni	50	50	60	62	420
Pb	200	150	180	150	300
Se	-	-	12	2	100
Zn	400	400	600	700	2800
Co	-	-	-	34	-
Mo	-	-	-	5	-

Tableau 11 : valeurs seuils pour les éléments potentiellement toxiques

D'autres composés potentiellement toxiques peuvent être retrouvés dans les déchets organiques. Ces composés sont habituellement quantifiés sur un extrait aqueux du produit solide. Ainsi, des composés solubles dérivés du phénol peuvent avoir à forte concentration des effets négatifs sur l'environnement. Les polyphénols induisent par exemple une immobilisation de l'azote dans le sol et peuvent inhiber la germination [57]. Walter *et al.* rapportent aussi l'oxyde d'éthylène, les acides aliphatiques à courte chaîne, les composés phénoliques ou l'azote ammoniacal comme étant des agents potentiellement phyto-toxiques [63]. En particulier, la teneur en ammonium peut permettre d'évaluer un effet phyto-toxique potentiel du sous-produit organique. Une teneur minimale en ammoniac est également recherchée pour éviter toute émission azotée lors du stockage ou de l'utilisation du produit. Un seuil de phyto-toxicité potentielle de 0.4mgN-NH₄/gMS a été proposé par différents auteurs [57, 67]. De la même façon, la teneur en phosphore extractible peut être intéressante à quantifier, la lixiviation du phosphore dans les eaux menant à une croissance des algues et autres plantes aquatiques qui accélèrent le phénomène d'eutrophisation [66]. L'accumulation de phosphore total dans des sols continuellement fertilisés peut également augmenter le risque de transfert du sol aux surfaces aquatiques [32].

II.4.3. Contaminants organiques

Certains contaminants organiques, comme les pesticides, doivent être quantifiés avant un usage agricole. Les polluants organiques persistants sont particulièrement dangereux car fortement substitués en chlore et connus pour être persistants dans l'environnement [66]. Les normes françaises sur amendement organique et plus récemment le British Public Available Specification caractérisant la qualité des digestats, donnent des valeurs seuils à ne pas dépasser pour assurer l'innocuité de ces produits organiques [16, 17, 38]. Les normes NFU 44-051 et NFU 44-095 définissent des limites maximales de 4, 2.5 et 1.5mg/kgMS pour les hydrocarbures aromatiques polycycliques suivants : fluoranthène, benzo(b)fluoranthène et benzo(a)fluoranthène respectivement. La norme NFU 44-095 concernant les composts contenant des matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux spécifie également une limite maximale de 0.8mg/kgMS pour la somme de sept polychlorobiphényles.

II.4.4. Stabilité/Maturité

La maturité est une caractéristique importante des sous-produits organiques destinés à une application au sol. Un bon niveau de maturité évite des problèmes liés à une fermentation lors du stockage (émissions d'odeurs) et limite la décomposition de matière organique non stabilisée dans le sol pouvant mener à une immobilisation de l'azote par exemple. La bonne maturité du produit est donc un critère influençant son innocuité. Elle peut être estimée à la fois par des paramètres biologiques et chimiques.

II.4.4.1. Indicateurs biologiques

Les paramètres biologiques sont des indicateurs pertinents pour estimer la biodégradabilité puisqu'ils mesurent le taux de respiration des micro-organismes durant la biodégradation de la matière organique. Le Tableau 12 récapitule un certain nombre d'indicateurs biologiques ainsi que les limites établies pour chacun afin de définir un seuil de stabilité [68-74]. Différentes méthodes respirométriques existent pour mesurer la stabilité biologique d'un produit organique que ce soit en conditions aérobies ou anaérobies. Durant le processus de biodégradation aérobie, les micro-organismes oxydent la matière organique biodégradable en présence d'oxygène en produisant des métabolites dont le dioxyde de carbone. Par conséquent, l'évolution de la consommation en oxygène et/ou de la production en dioxyde de carbone permet d'estimer la stabilisation aérobie d'un produit. Ces mesures respirométriques peuvent être effectuées en phase liquide ou solide, en conditions statiques ou dynamiques. Parmi les données disponibles, Drennan et Distefano estiment la stabilisation biologique aérobie de différents digestats par la mesure du taux de consommation en oxygène ou OUR. Des digestats issus de déchets de cuisine et de déchets verts présentent ainsi un OUR compris entre 0.7 et 0.9mgO₂/gMO/h [23]. Ces digestats sont donc considérés comme stabilisés au regard

du critère donné par Komilis *et al.* et Barrena Gomez *et al.* [71, 73]. Cependant, il faut noter que le bénéfice agronomique potentiel ne peut être estimé seulement par une mesure de la stabilité biologique puisque de nombreux autres facteurs influencent la qualité d'un produit organique, comme discuté dans ce chapitre.

Indice respiratoire	Limite de stabilité biologique	Référence
AT ₄	5 mgO ₂ /gMS	[68, 69]
AT ₄	10 mgO ₂ /gMS	[70]
DRI	1000 mgO ₂ /kgMO/h	[70, 72]
OUR	1 mgO ₂ /gMO/h	[71, 73]
Potentiel d'auto-échauffement	0-10°C ⇔ compost très stable, mature 10-20°C ⇔ compost modérément stable en maturation 20-30°C ⇔ compost en fermentation active 30-40°C ⇔ compost frais au début de fermentation 40-50°C ⇔ déchets non traités	[74]
GB ₂₁	20 NI/kgMS	[70]
BMP ₂₁	10 NI/kgMS	[70]
BI	10 d ⁻¹ /kgMS	[68]

Tableau 12 : seuils de stabilité biologique

L'activité microbienne lors de la biodégradation conduit également à un dégagement de chaleur. Le potentiel d'auto-échauffement mesure la chaleur produite lors de la biodégradation en réacteur fermé et sous conditions contrôlées de température et d'humidité d'une certaine quantité d'un produit organique. Le Tableau 12 donne la classification proposée par Brinton *et al.* pour déterminer la stabilité de résidus organiques selon leur capacité d'auto-échauffement [74].

En conditions anaérobies, la dégradation de la matière organique carbonée conduit à la production de biogaz essentiellement constitué de méthane et de dioxyde de carbone. La mesure de la production du biogaz dans une enceinte fermée et en conditions contrôlées de température permet d'estimer la biodégradabilité d'un substrat organique en conditions anaérobies. Le test de biodégradabilité anaérobie le plus connu est le BMP (Biochemical Methane Potential) pour lequel Ponsa *et al.* rapportent une valeur limite de stabilité à 21 jours [70]. Un autre indice de caractérisation de la biodégradabilité anaérobie a récemment été proposé : le Black Index fournit une indication de la stabilité biologique d'un déchet en se basant sur l'observation visuelle du changement de couleur d'une bande de papier contenant de l'acétate de plomb dans un réacteur fermé contenant le sous-produit organique [68]. Les auteurs estiment que cet indice peut constituer un test préliminaire rapide et économique de la stabilité du déchet.

II.4.4.2. Indicateurs chimiques

La teneur en matière organique est souvent utilisée comme critère de stabilité d'un déchet organique puisque sa diminution illustre la biodégradation [68]. La quantification de la MO est importante car un produit contenant de la matière organique non stabilisée peut continuer à évoluer une fois utilisé au sol menant à une

possible immobilisation de l'azote dans le sol, des émissions d'odeurs ou encore une re-contamination par des pathogènes [75]. De plus, un excès de matière organique biodégradable dans le sol peut conduire à une déficience de nutriments pour les plantes et à une diminution de la teneur en oxygène au voisinage des racines, celui-ci étant consommé pour dégrader la matière organique résiduelle [64].

La matière organique résiduelle peut également être estimée par la demande chimique en oxygène. La DCO mesure l'oxydation de la matière organique en conditions fortement oxydantes. Ce paramètre est parfois utilisé comme critère de stabilité et un seuil maximum de $700\text{mgO}_2/\text{gMS}$ a été proposé pour assurer la stabilité de composts issus de déchets municipaux [76]. Cependant, comme pour la détermination de la MO par combustion, la DCO peut surestimer la réactivité biologique d'un substrat organique puisqu'elle quantifie l'oxydation totale (biologique et chimique) de la matière organique. Pour pallier cela, Cossu et Raga ont proposé un indicateur de stabilité intégrant à la DCO la demande biologique en oxygène à 5 jours qui est défini par le rapport DBO_5/DCO mais tout en soulignant que celui-ci ne permet pas d'obtenir des informations sur le degré de stabilisation [68].

La biodégradation de la matière organique dépend de l'activité des micro-organismes dans le sol. Le carbone organique est utilisé comme source d'énergie par les micro-organismes hétérotrophes du sol, conduisant à la minéralisation du carbone organique en CO_2 . Le carbone est également assimilé par les micro-organismes qui l'utilisent comme source de carbone. L'azote organique est aussi minéralisé par les micro-organismes du sol qui en réorganisent une partie au sein de leurs structures cellulaires et libèrent dans le milieu l'azote minéral excédentaire par rapport à leurs besoins. La quantité d'azote nécessaire aux micro-organismes pour leur croissance est 20 fois moins importante que la quantité de carbone [54]. Quand un produit organique est apporté au sol, l'équilibre entre les teneurs en C et N va conditionner le devenir de l'azote dans le sol. Si le rapport C/N est bas, l'azote présent dans la MO sera excédentaire par rapport aux besoins des microorganismes et il y aura libération d'azote sous forme minérale dans le sol, utilisable par les plantes mais aussi risquant de se lixivier avec les flux d'eau dans le sol. A l'inverse si le rapport C/N est élevé, la dégradation du produit apporté s'accompagnera d'une réorganisation de l'azote minéral présent dans les sols au moment de l'apport sous forme organique. L'azote n'est pas disponible pour les plantes lors de ces périodes et des problèmes de faim d'azote risquent d'être observés. La nature du carbone organique est aussi déterminante et va moduler l'équilibre nécessaire entre les teneurs en carbone et azote. Si le carbone organique est facilement dégradé, le besoin en azote sera supérieur pour assurer les besoins des microorganismes du sol. A l'inverse si le carbone est plus récalcitrant, la croissance microbienne potentielle sera plus faible et les besoins en azote moindres.

Le critère C/N est utilisé pour réglementer les périodes d'apports de l'azote sur les sols et le seuil de 8 est utilisé pour distinguer les apports risquant d'organiser de l'azote ($C/N > 8$) de ceux qui en libèrent ($C/N < 8$). Ces seuils ont été établis pour les effluents d'élevage pour lesquels les C/N bas sont souvent associés à des effluents très réactifs et très peu stabilisés. Dans le cas des déchets traités par compostage, le rapport C/N est utilisé pour évaluer la stabilité atteinte par un compost au cours du procédé. En effet ce rapport C/N diminue au cours du compostage. Un rapport C/N bas est donc synonyme d'une MO stabilisée qui va se dégrader lentement dans le sol en libérant progressivement son azote. L'apport au sol d'un produit avec C/N faible n'est alors pas synonyme de libération importante d'azote minéral. Cependant, un compost avec un C/N élevé risque toujours d'entraîner une réorganisation de l'azote après apport. Comme la MO s'est stabilisée au cours du compostage, le seuil de C/N au-delà duquel les risques de réorganisation de l'azote peuvent être observés est en général plus élevé que pour les effluents d'élevage ou les boues d'épuration. Les valeurs seuils proposées varient entre 10 et 20 suivant les auteurs et les déchets considérés [19, 49, 67, 77]. Pour des composts issus de déchets municipaux solides, Bernal *et al.* définissent un seuil de stabilité à 12 et précisent que des composts présentant un C/N supérieur à 15 pourraient altérer l'équilibre microbien du sol [56]. Pour des déchets agricoles, Kirchmann *et al.* estiment que des produits avec un C/N supérieur à 18 pourraient mener à une immobilisation de l'azote du sol [42]. Néanmoins, l'utilisation du rapport C/N comme critère de stabilité ne fait pas consensus en raison de sa forte variabilité selon la nature du déchet considéré. Les propriétés particulières du sol peuvent également influencer l'effet d'un amendement organique et un amendement bénéfique pour un sol particulier pourra être préjudiciable à un autre sol.

Plusieurs auteurs proposent alors de déterminer un indicateur de stabilité basé sur les teneurs en carbone et azote solubles mesurées sur extraits aqueux de déchets. Un déchet organique peut en effet être décrit comme un milieu tri-phasique constitué de solide, de liquide et d'air. Les micro-organismes se développant préférentiellement dans le biofilm aqueux entourant les particules solides, la quantification des composés organiques solubles est supposée estimer plus précisément la réactivité biologique d'un déchet. En Allemagne, le carbone organique total dissous est considéré comme le critère de stabilité le plus important à respecter pour limiter la production de biogaz et de lixiviat lors de l'enfouissement de déchets organiques et doit être inférieur à 250mg/L [69]. Le carbone organique dissous a également été suggéré comme indicateur de stabilité des composts avec une teneur maximale comprise entre 0.5 et 17mg/gMS selon les auteurs [56, 57, 78]. Concernant le rapport C/N soluble, des seuils de stabilité compris entre 0.55 et 5-6 ont été proposés [56].

Le rapport C/N des digestats est très variable suivant la nature du déchet entrant. Des digestats issus d'un mélange de cultures énergétiques avec du fumier de bovins, des déchets agro-industriels et des déchets municipaux solides présentent un C/N d'une valeur de 7 [41], tandis que des digestats issus de déchets de cuisine et de déchets verts montrent un rapport C/N de presque 25 [20]. Malgré cette variabilité, les données disponibles montrent que le C/N des digestats est habituellement inférieur à 20. Tambone *et al.* observent que le rapport C/N de 8 digestats est compris entre 7 et 14 et est plus faible que ceux de trois composts caractérisés [29]. Ce rapport C/N plus faible pour les digestats est essentiellement dû au procédé de digestion qui dégrade le carbone organique mais conserve l'azote total. Par conséquent, on ne peut affirmer qu'une faible valeur de C/N assure la stabilité d'un digestat.

II.4.5. pH, salinité, conductivité

Certaines caractéristiques chimiques peuvent être préjudiciables à l'environnement. Le pH doit être déterminé car il agit notamment sur le comportement des métaux dans le sol parmi d'autres processus biologiques et peut donc influencer l'innocuité du produit [64]. Un pH faible favorise la solubilité des métaux lourds et peut donc être la cause d'effets phyto-toxiques lors de la croissance des plantes. Un pH faible peut être causé par la production d'acides organiques au début de la phase de fermentation active et indiquer par conséquent l'immaturation d'un compost [66]. Lasaridi *et al.* rapportent que dans la plupart des réglementations nationales, un compost doit présenter un pH entre 6 et 8.5 pour assurer une compatibilité biologique [75]. Les données disponibles sur les digestats montrent que ceux-ci sont a priori compatibles avec un usage agricole normé puisqu'ils présentent des valeurs de pH comprises entre 6.7 à 8.5 pour des mélanges de déchets de cuisine et de jardin [20, 23] et 7.5 pour des déchets agricoles mélangés à des déchets urbains [28, 30, 31].

La croissance végétale est également affectée négativement par un excès de sels dans les sols [66]. La conductivité électrique mesurant la teneur en sels dissous dans les extraits aqueux de substrats organiques permet d'estimer la concentration en sels. Des produits présentant une conductivité élevée peuvent inhiber la germination et détériorer ainsi l'activité biologique des sols. La conductivité est un paramètre important pour les supports de culture qui sont utilisés en grande quantité puisqu'ils sont substitués au sol. Pour une utilisation en tant qu'amendement ou engrais, la faible dose de produit apportée à l'hectare induit une forte dilution dans le sol et en général l'absence d'effet phyto-toxique. L'absence de corrélation entre la conductivité électrique et l'instabilité biologique ou des effets phyto-toxiques avérés limite l'utilisation de la conductivité électrique comme indicateur de phyto-toxicité [66, 79].

II.4.6. Phyto-toxicité

L'impact d'un produit organique sur l'environnement est difficile à évaluer uniquement par la quantification de composés chimiques potentiellement toxiques. Des tests biologiques sont donc nécessaires pour estimer l'écotoxicité d'un produit organique avant son utilisation au sol [64]. Ces tests d'écotoxicité mesurent par exemple l'inhibition de croissance de différents organismes vivants tels que certaines bactéries ou algues qui sont des indicateurs biologiques relativement sensibles. Des tests de phyto-toxicité permettent par ailleurs de mesurer la toxicité immédiate du produit agissant sur la germination ou la toxicité latente influençant la croissance des racines.

Les tests de toxicité immédiate consistent à déterminer une inhibition potentielle sur la germination de différentes graines dans l'extrait aqueux du produit organique. Les tests de germination mesurent à la fois le pourcentage de germination par rapport à un témoin, et l'élongation racinaire afin de calculer un indice de germination. Le seuil de non phyto-toxicité de cet indice de germination varie entre 50 et 80% selon les auteurs considérés et la nature des déchets étudiés. Les composts municipaux sont par exemple considérés comme sûrs au regard de la phyto-toxicité quand leur IG est supérieur à 60%, alors que pour un mélange de déchets de cuisine et de jardin la limite a été proposée à 70% [20, 52, 70]. Cependant, une étude récente a montré que la valeur de l'IG était fortement dépendante de la plante utilisée pour le test de germination [71]. Les auteurs démontrent ainsi qu'un compost peut être phyto-toxique pour une plante et bénéfique pour une autre. Il apparaît donc délicat d'établir un seuil de non phyto-toxicité commun pour évaluer la maturité d'un amendement.

La toxicité latente peut être évaluée par des tests de croissance. Ceux-ci sont habituellement effectués sur des mélanges de composts avec du sol, ou parfois sur du compost seul, et consistent à étudier le développement de plantes ou de champignons dans ce milieu organique. Il n'existe pas de valeur seuil définissant la maturité des composts pour ces tests de croissance [80].

II.4.7. Pathogènes

Le risque sanitaire pour l'homme ou l'animal doit être mesuré avant l'usage d'un produit organique au sol. Les coliformes fécaux sont souvent utilisés comme indicateurs de la qualité sanitaire générale du sol et des eaux puisque ceux-ci se retrouvent fréquemment et sont facilement détectables [81]. Les impacts potentiels sur la santé humaine peuvent ainsi être évalués par la quantification de bactéries coliformes. *Escherichia coli* est rapportée comme étant la bactérie la plus représentative du groupe des coliformes fécaux (Le Minor (1984) cité dans [81]) mais les streptocoques fécaux sont communément considérés comme étant les meilleurs

indicateurs d'une pollution fécale. *Staphylococcus aureus* est l'une des principales causes d'infections alimentaires collectives et peut également induire des infections cutanées pour les usagers de composts. Parmi les pathogènes, *Salmonella* qui est la plus étudiée et la plus fréquemment détectée, a été proposée comme indicateur du comportement des pathogènes dans les boues et composts [82]. Les œufs d'helminthes sont aussi couramment quantifiés car ils présentent une résistance élevée aux conditions environnementales. L'hygiénisation d'un déchet après son traitement peut ainsi être assurée par la mesure de l'élimination de différentes bactéries ou pathogènes [83-85].

La quantification des indicateurs microbiologiques ainsi que leurs teneurs maximales dans différentes réglementations sont indiqués dans le Tableau 13.

Réglementation	NF U44-051 [16]		NF U44-095 [17]		CCME [40]	PAS [38]
	a	b	a	b		
Ceufs d'helminthe	abs. / 1.5g*		abs. / 1g*	abs. / 25g*	-	-
<i>Lysteria monocytogenes</i>	-	-			-	-
<i>Salmonella</i>	abs. / 1.5g*	abs. / 25g*			abs.	abs. / 25g*
Coliformes fécaux	-	-	-	-	<1000MPN	-
<i>E. coli</i>	-	-	-	-	-	<1000CFU

a toutes cultures sauf maraichères ; *b* cultures maraichères ; *abs.* absence du pathogène ; * exprimé par g de matière brute ; *MPN* most probable number par g de MS ; *CFU* colony forming unit par g de matière brute

Tableau 13 : teneurs maximales en pathogènes

Pour Lasaridi *et al.*, un compost hygiénisé est défini par les teneurs maximales suivantes : 5×10^2 CFU/gMS en coliformes fécaux, 5×10^3 CFU/gMS en streptocoques fécaux et absence de *Salmonella* dans 100g de matière brute [75]. Selon ces critères, les digestats étudiés par Paavola et Rintala peuvent être considérés comme hygiénisés puisqu'ils présentent des teneurs en coliformes fécaux comprises entre 0 et $3 \log_{10}$ CFU/gMS. En ce qui concerne la qualité des digestats, la réglementation allemande exige la non détection des *Salmonella* ainsi que l'assurance de l'efficacité de l'hygiénisation durant la digestion par une élévation de température du déchet entrant à 70°C pendant 1 heure minimum ou par un contrôle entrant/sortant [36].

III. Caractérisation de la traitabilité aérobie

Comme discuté précédemment, les propriétés des digestats sont encore mal connues. Une toxicité potentielle et des questions d'hygiénisation pourraient mener à la nécessité de post-traiter ces digestats. Le compostage apparaît être une option adéquate pour améliorer la qualité des digestats. Toutefois, la traitabilité aérobie d'un substrat organique dépend de plusieurs facteurs. Le déchet considéré doit non seulement présenter un potentiel biodégradable suffisant mais aussi des caractéristiques physiques compatibles avec un traitement aérobie. La biodégradabilité du substrat peut ainsi être définie par deux concepts complémentaires : la capacité du déchet à être dégradé et les cinétiques de biodégradation.

III.1. Paramètres physiques

Les paramètres physiques influencent de manière très importante la capacité d'un déchet à subir une biodégradation ainsi que les cinétiques de la réaction. La taille des particules influence en particulier la vitesse de biodégradation du déchet : une faible granulométrie mène ainsi à une augmentation de la vitesse d'hydrolyse de la fraction lentement biodégradable grâce à une surface de contact entre substrat organique et micro-organismes plus importante [86, 87]. L'activité de biodégradation aérobie est fortement dépendante du maintien de conditions favorables à la croissance des micro-organismes aérobies. La porosité du substrat considéré détermine la quantité d'oxygène disponible pour la flore microbienne et influence ainsi sa croissance et donc indirectement les cinétiques de biodégradation de la matière organique par les micro-organismes [88]. En lien avec la porosité, la perméabilité définit la capacité de l'air à circuler à l'intérieur du substrat et donc la capacité d'aération du déchet [89]. La porosité et la perméabilité à l'air sont donc deux facteurs déterminants dans le maintien de conditions optimales à la biodégradation aérobie. Les gammes proposées de porosité optimale lors d'un traitement aérobie par compostage varient suivant les auteurs entre 30 et 65% [90-94].

III.2. Potentiel biodégradable

Plusieurs indicateurs commentés précédemment et utilisés pour évaluer la stabilité peuvent également décrire le potentiel biodégradable : stabilité et potentiel biodégradable sont en effet complémentaires et illustrent les deux facettes de la biodégradabilité. Si un produit organique présente un potentiel biodégradable faible alors il est stabilisé biologiquement, à l'inverse si le potentiel biodégradable est élevé alors le produit n'est pas stable biologiquement. Les mesures respirométriques peuvent quantifier un potentiel résiduel biodégradable indicatif de la faisabilité d'un traitement par compostage. Outre une quantité de matière organique biodégradable suffisante, les conditions physico-chimiques du substrat organique doivent être

favorables à la biodégradation. Comme discuté précédemment, les processus biologiques de biodégradation dépendent essentiellement de l'utilisation du carbone et de l'azote par les micro-organismes. Le carbone et l'azote constituent en effet une source d'énergie nécessaire à la croissance et à la diversification des micro-organismes [48, 95]. Si la quantité d'azote est limitante, la croissance des populations microbiennes stagne et la biodégradation est retardée. A contrario, si l'azote est présent en excès par rapport aux besoins microbiens, il peut être volatilisé sous forme d'ammoniac par exemple. Ainsi, le rapport C/N permet de caractériser le potentiel nutritif d'un déchet organique au regard du développement microbien. Igoni *et al.* suggèrent qu'un rapport C/N égal à 30 permet d'optimiser la biodégradation anaérobie puisque lors de la digestion les bactéries consomment le carbone à une vitesse 30 à 35 fois plus élevée qu'elles ne convertissent l'azote organique en azote minéral [86]. Un rapport C/N de 30 est également mentionné comme le plus favorable pour un compostage rapide [51, 80]. Néanmoins, des ratios plus faibles que cet optimum ont déjà été rapportés pour différents déchets frais pouvant être compostés [96]. Par ailleurs, les indicateurs basés sur les quantités totales de carbone et d'azote ne permettent pas d'évaluer leurs fractions réellement disponibles pour les micro-organismes. Des substrats aux rapports C/N comparables peuvent ainsi présenter des niveaux de biodégradabilité très différents.

D'autres paramètres chimiques ou biochimiques sont utilisés pour estimer le potentiel biodégradable des déchets. Le pH initial du déchet, déterminé sur extraits aqueux pour les déchets solides, doit ainsi être compris entre 6 et 8 pour assurer le bon déroulement du compostage [57]. La teneur en MO et la DCO peuvent être utilisées pour estimer la charge organique d'un déchet. Cependant, ces paramètres risquent de surestimer la biodégradabilité effective puisqu'ils quantifient aussi les composés organiques non biodégradables [97]. Les fractions biochimiques issues du fractionnement de la matière organique selon Van Soest sont aussi utilisées pour l'évaluation de la biodégradabilité. Ainsi, la lignine et la cellulose sont habituellement utilisées pour estimer un potentiel biodégradable anaérobie [48, 49] et Buffière *et al.* ont montré que la somme des fractions lignine et cellulose était bien corrélée à la biodégradabilité anaérobie de déchets de cuisine [47]. Chandler utilise également la teneur en lignine pour calculer une fraction biodégradable de différents déchets organiques en conditions anaérobies (Chandler (1980) cité dans [46]). Plusieurs auteurs estiment que la fraction biodégradable du déchet est identique en conditions aérobies et anaérobies [98, 99]. Ainsi, une corrélation linéaire entre la teneur en lignine et la biodégradabilité aérobie a également été démontrée [100].

Le Tableau 14 présente les caractéristiques physico-chimiques initiales de différents déchets frais en vue d'un compostage [80, 96, 101]. Ces caractéristiques sont différentes suivant la nature du déchet montrant que les conditions initiales compatibles avec un traitement par compostage sont relativement variées.

Nature du déchet	C/N	pH	MO (%MS)	Référence
boues urbaines	6-11	-	-	[80]
déchets agricoles	15-25	-	-	
déchets verts	11-41	-	-	
MSW (ordures ménagères)	20-30	-	-	
boues + paille	-	5.9	-	
déchets urbains	-	5.0	-	
boues d'industrie papetière	-	7.3	-	
biodéchets	17-42	-	47-74	[101]
MSW (ordures ménagères)	25-65	-	68-73	
déchets verts	23	-	54	
déchets ménagers	27	8.5	76	[96]
refus de centrifugation de lisier de porc	12	-	72	
déchets de cuisine	13	-	91	
boues d'abattoir de porc	8-12	7-9	82	
algues vertes	8	8	53	

Tableau 14 : caractéristiques chimiques initiales de différents déchets avant compostage

III.3. Cinétiques de biodégradation

Les mesures respirométriques permettent également d'évaluer les cinétiques de biodégradation aérobie de la matière organique. La consommation d'oxygène et/ou la production de dioxyde de carbone peuvent être utilisées pour suivre l'activité respirométrique mais le suivi de la consommation en oxygène est généralement préféré. En effet, le développement de micro-zones anoxies peut mener à une production de CO₂ non liée à l'activité respirométrique ce qui peut fausser la mesure [102]. Plusieurs indices respirométriques sont définis suivant les conditions expérimentales de leur détermination (AT₄ ou DRI par exemple, voir Tableau 12). Ces indices sont mesurés sur de faibles quantités d'échantillon préalablement séché et broyé, ne tenant ainsi pas compte de la structure physique des déchets organiques solides. Par conséquent, Tremier *et al.* ont développé un système spécifique de mesure respirométrique constitué d'un réacteur hermétiquement fermé, contenant une dizaine de litres de déchets organiques solides et placé en conditions contrôlées de température et d'humidité [103]. Cet outil respirométrique permet de mesurer le potentiel biodégradable maximal de déchets solides sans modification de leur structure physique.

Le Tableau 15 donne quelques exemples de consommation totale en oxygène et de cinétique de consommation en oxygène (OUR) mesurées dans ces cellules respirométriques sur différents déchets organiques. Les différentes quantités d'oxygène consommé permettent de classer les déchets suivant leur potentiel

biodégradable. Ainsi, des déchets tels que les MSW, les refus de centrifugation de lisier de porcs ou encore le marc de raisin apparaissent fortement biodégradables tandis que des déchets verts ou des boues urbaines ayant déjà fait l'objet d'un traitement biologique présentent un potentiel biodégradable moins important. Le suivi de la consommation en oxygène lors de la mesure respirométrique permet également de définir un fractionnement de la matière organique suivant sa cinétique de biodégradation [103, 104].

Nature des déchets	Consommation totale en oxygène (gO ₂ /kgMS)	OUR maximal (mgO ₂ /h/kgMS)
déchets verts	218	1.7
boues urbaines	91-172	0.8-3.2
boues d'abattoirs	481	2.8
marc de raisin	442	2.6
MSW (ordures ménagères)	326-727	2.9-3.5
refus de lisier de porcs	400	5

Tableau 15 : mesures respirométriques de différents déchets organiques solides [105]

L'enregistrement des OUR et la modélisation de ces cinétiques de biodégradation a ainsi permis de distinguer la fraction facilement biodégradable, d'une fraction plus lentement biodégradable et enfin de la fraction inerte de la matière organique biodégradable [106]. Les mesures respirométriques permettent donc de caractériser qualitativement et quantitativement les différentes fractions de matière organique biodégradable suivant leur cinétique de biodégradation.

IV. Choix des indicateurs de caractérisation

Identifier des indicateurs pertinents pour caractériser les digestats est crucial pour assurer leur valorisation complète et donc des débouchés pérennes pour ce sous-produit de traitement. La caractérisation des digestats doit permettre en premier lieu d'évaluer leur usage agricole direct en tant que produit répondant aux spécifications des matières fertilisantes. La caractérisation des digestats doit également permettre de disposer des informations nécessaires à l'optimisation de leur post-traitement afin d'aboutir à un produit valorisable en agriculture.

L'usage agricole normé d'un sous produit organique dépend de son innocuité envers l'environnement général (sols, cultures, humains...) et de sa contribution effective à l'amélioration des propriétés du sol ou au rendement de cultures. La qualité d'un amendement organique dépend en premier lieu d'une quantité minimale de matière organique pouvant être apportée au sol. La composition (nature et structure) de cette matière organique est évaluée par différents indicateurs (teneurs en carbone et azote, fractionnement biochimique, substances humiques...). L'effet fertilisant est lui principalement influencé par la biodisponibilité des nutriments essentiels (N, P, K). L'innocuité peut être estimée par des paramètres chimiques (métaux lourds, contaminants organiques, impuretés...) mais il est difficile d'estimer l'effet favorable d'un amendement ou d'un fertilisant en se basant uniquement sur sa composition chimique. La stabilité biologique, pouvant être estimée par des mesures respirométriques, doit être atteinte avant un usage agricole afin d'éviter la biodégradation de matière organique résiduelle au sol qui peut induire des effets négatifs (odeurs, déficience de nutriments pour les plantes...). Des tests de phytotoxicité ou la détermination des pathogènes doivent également être réalisés avant toute application au sol. Au final, la contribution effective d'un produit organique au sol dépend de nombreux facteurs parfois interdépendants tels que la teneur en différents nutriments, la contribution de chacun de ces éléments au sol, ainsi que la période d'application et la nature du sol amendé. L'estimation de certains impacts (libération de nutriments, accumulation de métaux lourds) demande du temps car leurs effets ne peuvent se manifester qu'après des applications répétées [54]. Par conséquent, des essais aux champs et sur le long terme, malgré leur caractère coûteux et la charge expérimentale qu'ils représentent, sont indispensables pour estimer l'effet d'un produit organique au sol. Ils constituent en effet le meilleur indicateur d'une utilisation durable et sûre de la matière organique au sol et permettent de déterminer les conditions optimales d'application tout en minimisant les impacts environnementaux.

La traitabilité aérobie de déchets organiques solides se caractérise par des indicateurs biologiques, chimiques mais également physiques. Plusieurs indicateurs discutés dans l'objectif d'évaluer l'usage agricole direct des digestats peuvent également

servir à décrire leur biodégradabilité potentielle pour un post-traitement biologique. Ainsi, les mesures respirométriques, le rapport C/N ou la DCO illustrent le potentiel résiduel biodégradable de la matière organique et sa capacité à être dégradée par les micro-organismes. Des paramètres physiques doivent être déterminés pour compléter cette caractérisation car l'environnement physique des déchets influence également la biodégradation. Granulométrie, porosité et perméabilité adéquates doivent ainsi permettre d'assurer des conditions favorables à la biodégradation par compostage.

Une série d'indicateurs a été choisie pour caractériser différents gisements de digestats au cours de cette thèse. Le Tableau 16 récapitule les paramètres physico-chimiques, biochimiques et biologiques choisis pour établir la caractérisation des digestats solides en vue leur utilisation agricole directe et/ou de leur post-traitement aérobie potentiel.

Objectif de caractérisation	Paramètres	Indicateurs de ...
Utilisation agricole directe du digestat en tant que produit fertilisant	MS, MO	Propriétés d'amendement
	Fractionnement biochimique	
	Fractions humiques	
	CEC	
	N total, NTK, NH ₄ ⁺	Propriétés d'engrais
	P total	
	minéraux (CaO, MgO, K ₂ O, Na ₂ O, Mn)	
	Respirométrie solide	Innocuité/stabilité
	C/N, C _{sol} , NH ₄ ⁺ , AGV	
	Indices de germination	
Agents pathogènes		
Traitabilité aérobie du digestat	C/N, DCO	Biodégradabilité résiduelle
	Respirométrie solide	
	Respirométrie solide	Prédiction du comportement en compostage

Tableau 16 : indicateurs choisis pour la caractérisation des digestats solides

Chapitre 2

Sélection et caractérisation des substrats étudiés

I. Introduction

La méthanisation est un procédé de traitement biologique connu pour être flexible face à la nature du flux de déchets à traiter. La flexibilité de cette technologie et la recherche d'un rendement énergétique optimal via la production de biogaz mène à l'utilisation d'un large éventail de déchets organiques et de mélanges de différents flux pour alimenter les digesteurs.

Afin d'étudier un panel de digestats qui soit représentatif des installations de méthanisation rencontrées sur le territoire français [11], huit sites de digestion anaérobie ont été sélectionnés. Sur ces sites sont traités des déchets de différentes origines suivant des procédés de digestion différents. Quatre gisements de déchets ont été choisis : des boues de STEP, des effluents agro-alimentaires ou agricoles, des biodéchets issus de collecte sélective et enfin des ordures ménagères résiduelles. Au sein de chacun des gisements, deux sites de méthanisation ont été sélectionnés suivant leurs caractéristiques de digestion. Parmi les sites étudiés, certains fonctionnent selon un procédé continu en voie liquide ou solide, ou encore en procédé batch en voie sèche.

Ce chapitre présente en premier lieu les sites où ont été effectués les prélèvements de déchets caractérisés au cours de la thèse. La méthodologie de caractérisation des échantillons de déchets est ensuite détaillée. Enfin, une méthode de prédiction du comportement en compostage de déchets organiques biodégradables est proposée afin de compléter la caractérisation analytique des déchets étudiés.

II. Déchets étudiés

II.1. Sites de méthanisation

Le Tableau 17 présente les informations relatives aux sites de méthanisation étudiés. La nature des déchets traités sur chaque site sera détaillée dans le paragraphe suivant. Huit gisements de déchets de différentes origines ont été étudiés :

- des boues de STEP ou WWTS pour Waste Water Treatment Sludge,
- des effluents agro-alimentaires ou FPW pour Food Processing Waste,
- des déchets agricoles solides ou AW pour Agricultural Waste,
- des biodéchets issus d'une collecte sélective ou SS-OFMSW pour Source Sorted Organic Fraction of Municipal Solid Waste,
- des ordures ménagères résiduelles MS-OFMSW pour Mechanically Sorted Organic Fraction of Municipal Solid Waste.

Les deux STEP sur lesquelles ont été effectués les prélèvements sont de taille comparable. Elles font partie des unités de taille moyenne (entre 100.000 et 500.000 E.H) qui constituent 26% des installations du parc de digestion anaérobie de boues en France [107]. Le process de digestion mis en œuvre sur ces deux STEP est une digestion en voie liquide (teneur en MS au sein du digesteur inférieure à 15% de masse brute) et dans des conditions mésophiles. Le biogaz produit sur site est réutilisé pour maintenir les digesteurs à une température de fonctionnement située autour de 37°C. Sur la STEP WWTS₁ l'agitation des boues dans le digesteur est assurée par la réinjection de biogaz. Le temps de séjour hydraulique est fixé à 3 semaines sur la STEP WWTS₁ tandis qu'il est plus variable, entre 3 et 4 semaines, sur la STEP WWTS₂. Sur le site WWTS₁ la solution retenue pour la gestion des digestats est l'épandage agricole. Les digestats du site WWTS₂ sont traités en externe par compostage puis mis sur le marché.

Les digestats d'origine agricole ou agro-alimentaire proviennent de sites très différents dans la nature des déchets traités mais aussi dans leur fonctionnement. Le site FPW traite essentiellement des effluents d'industrie agro-alimentaire par digestion en voie liquide. Les déchets à traiter sont tout d'abord réceptionnés dans des cuves en vue de leur homogénéisation. Les déchets passent ensuite sur un échangeur de chaleur externe afin d'être chauffés à 37°C avant introduction dans le digesteur de 1.700m³. Celui-ci est un réacteur infiniment mélangé par un système de pales verticale fonctionnant à un temps de séjour hydraulique de 4 semaines. Une cuve de post-digestion couverte permet de stocker le biogaz avant son utilisation. Le digestat fait l'objet d'un épandage direct ou subit une centrifugation. Après la centrifugation, le strippage de la fraction liquide permet de la valoriser en tant qu'engrais azoté tandis que la fraction solide est compostée.

Gisement	Nature des déchets traités	Capacité de traitement	Process de digestion	Gestion du digestat
WWTS ₁	Boues de STEP	190.000 E.H	- digestion mésophile voie liquide - 2 digesteurs de 3.000m ³ - TSH de 3 semaines - agitation par injection de biogaz	Centrifugation, stockage en silo puis épandage agricole
WWTS ₂		140.000 E.H	- digestion mésophile voie liquide - 1 digesteur de 1.500m ³ + 1 digesteur 400m ³ (2 lignes) - TSH de 3 à 4 semaines	Compostage puis commercialisation (sous-traitance)
FPW	Effluents d'IAA	20 à 25.000 tonnes/an	- digestion mésophile voie liquide - 1 digesteur de 1.700m ³ - TSH de 4 semaines	Épandage de l'effluent liquide ou centrifugation + compostage
AW	Déchets agricoles	1.500 tonnes/an	- digestion voie sèche et batch - 4 digesteurs de 130m ³ - TDS de 4 semaines	Épandage sur champs (cultures céréalières)
SS-OFMSW ₁	Bio-déchets	50.000 tonnes/an	- digestion thermophile voie sèche (32% MS) - 1 digesteur de 3.150m ³ - TDS de 3 semaines	Pressage, post-compostage et commercialisation en tant qu'amendement
SS-OFMSW ₂		33.000 tonnes/an	- digestion thermophile voie sèche - 1 digesteur de 1.400m ³ - TDS de 3 semaines	Déshydratation, post-compostage et commercialisation (objectif NF U-44 051)
MS-OFMSW ₁	OMR	57.000 tonnes/an	- digestion thermophile voie sèche - 3 digesteurs de 1.400m ³ - TDS de 3 semaines	Post-compostage et commercialisation (objectif NF U-44 051)
MS-OFMSW ₂		113.000 tonnes/an	- digestion thermophile voie sèche - 4 digesteurs de 1.400m ³ - TDS de 3 semaines	Déshydratation, stabilisation aérobie et enfouissement

Tableau 17 : caractéristiques des différents sites étudiés

Le site AW traite majoritairement des déchets agricoles provenant de l'installation agricole sur laquelle sont implantés les digesteurs. Quatre digesteurs de 130m³, recouverts d'une bâche polymère sous laquelle le biogaz produit s'accumule, fonctionnent en méthanisation voie sèche et en batch. Les déchets sont chargés dans le réacteur qui est ensuite recouvert de la bâche polymère et digérés pendant un temps de séjour d'environ 4 semaines. Les réacteurs ne sont pas contrôlés en température. Les lixiviats produits au cours de la digestion sont stockés dans une cuve externe chauffée par valorisation du biogaz produit puis réinjectés dans le massif en digestion. Les digestats sont pour une petite partie recyclés dans le process, le reste étant utilisé directement sur champ.

Les gisements SS-OFMSW sont constitués de biodéchets issus d'une collecte sélective. Le process de digestion mis en œuvre sur ces deux sites est une digestion thermophile en voie sèche avec un temps de séjour de 3 semaines. Sur le site SS-OFMSW₁, une partie des digestats produit est recirculée pour être mélangée à des biodéchets frais et réinjectée dans le digesteur vertical. L'autre partie des digestats est additionnée de flocculant, pressée puis compostée en andain avec aération forcée pendant 10 jours. Le compost produit est normalisé selon les normes flamandes VLACO. Sur le site SS-OFMSW₂, l'usine de méthanisation ayant été mise en service en décembre 2008, la filière de valorisation des digestats de biodéchets est encore en amélioration. Après la digestion dans un réacteur horizontal de 1.400m³, le post-compostage des digestats devrait permettre de normaliser le compost obtenu suivant la norme NFU 44-051 [16].

Les gisements MS-OFMSW sont constitués d'OMR prélevées sur le même site de traitement. Ces OMR sont traitées par digestion thermophile en voie sèche et séjournent 3 semaines dans des digesteurs horizontaux de 1.400m³. La destination finale du traitement des OMR est différente suivant la filière. La filière de traitement MS-OFMSW₁ allie la valorisation énergétique via la méthanisation et matière via le post-traitement par compostage des résidus de digestion. L'objectif final de la filière étant de valoriser le digestat composté en tant qu'amendement organique pour les sols. La filière de traitement MS-OFMSW₂ est une filière de valorisation énergétique qui a pour objectif de maximiser la production de biogaz. Les digestats produits subissent un post-traitement aérobie afin d'assurer leur stabilisation avant enfouissement. Comme pour le gisement SS-OFMSW₂, la filière de traitement et de valorisation des digestats MS-OFMSW est encore en développement.

II.2. Prélèvements

Le Tableau 18 précise la nature des prélèvements caractérisés dans la première partie de cette thèse. La composition des déchets entrants est précisée en pourcentage volumique.

Dénomination	Date du prélèvement	Nature des déchets entrants	Nature du prélèvement			
			Déchets frais		Digestats	
			liquide	solide	liquide	solide/pâteux
WWTS ₁ (1)	14/04/2009	- boues primaires 33% - boues biologiques 65% - boues industrielles 2%	X		X	X
WWTS ₂	09/11/2009	- boues primaires 60% - boues biologiques 40%	X		X	X
FPW	18/03/2009	- graisses 17% - fumiers lapins + diester + boues urbaines 75% - boues d'abattoir de canards 8%	X		X	X
AW (1)	08/04/2009	- fumiers bovins 70% - lisiers lapins 7% - tontes 3% - fruits et légumes 17% - digestat recyclé 3%		X		
		- fumiers bovins 56% - lisiers volailles 25% - fruits et légumes 9% - lisiers lapins 6% - digestat recyclé 4%				X
SS-OFMSW ₁	28/08/2009	- déchets de cuisine 15% - déchets de jardin 75% - déchets papier 10%		X		X
SS-OFMSW ₂ (1)	29/09/2009	biodéchets en mélange avec DV et OMR pré-tubées et criblées à 20mm (ratio vol. 3/1/1)		X		X
MS-OFMSW ₁ (1)	29/09/2009	OMR pré-tubées et criblées à 20mm		X		X
MS-OFMSW ₂	29/09/2009	OMR pré-tubées et criblées à 40mm en mélange avec DV et OMR 0-20mm		X		X

Tableau 18 : nature des prélèvements effectués

La STEP WWTS₁ traite un mélange de boues primaires et biologiques ainsi qu'une faible proportion de boues industrielles provenant d'industries agro-alimentaires de transformation de produits carnés. Contrairement aux effluents traités sur le site WWTS₁, la STEP WWTS₂ traite en majorité des boues primaires en mélange avec des boues biologiques. Les prélèvements ont été effectués sur les mêmes points de la filière de traitement : entrée et sortie digesteur ainsi qu'après centrifugation.

Le site FPW traite essentiellement des boues urbaines additionnées de graisses issues d'industries agro-alimentaires. Comme pour les STEP, la digestion est un processus liquide et les prélèvements ont donc été effectués en entrée et en sortie de digesteur ainsi qu'après l'étape de centrifugation. Sur le site AW les prélèvements de déchets frais et digérés ont été effectués sur deux réacteurs différents, l'un en chargement avant digestion et l'autre après digestion. Le Tableau 18 donne la composition des mélanges de déchets réalisés avant le chargement du digesteur. Ceux-ci sont essentiellement constitués de fumiers de bovins de l'exploitation agricole, de lisiers de volailles ou de lapins et de fruits et légumes endommagés issus de supermarchés.

Le site SS-OFMSW₁ traite un mélange constitué principalement de déchets de cuisine et de déchets verts collectés majoritairement en bacs en porte à porte. Les déchets frais ont été prélevés sur un tapis convoyeur les amenant au mélangeur avant digestion. Les digestats ont été prélevés après pressage dans le casier de compostage en début d'andain. Le gisement SS-OFMSW₂ est constitué de biodéchets issus d'une collecte sélective réalisée sur l'agglomération montpelliéraine mélangées à des déchets verts et à des OMR criblées sur site à 20mm. Chaque constituant du mélange a été prélevé dans la zone tampon réceptionnant les déchets et mélangé manuellement suivant un ratio volumique de 3/1/1. Après digestion, le digestat pressé a été prélevé dans la zone d'affinage.

Le gisement MS-OFMSW₁ est constitué d'OMR ayant subi un pré-traitement en tubes rotatifs BRS (bio-réacteurs) qui permet de préparer la matière organique des OMR en favorisant notamment la séparation des refus (plastiques). Le temps de séjour des déchets en BRS est d'environ 3 jours. En sortie de BRS les OMR sont criblées à 20mm. Le prélèvement de déchets frais a été réalisé dans la zone tampon où sont stockés les différents flux traités sur l'usine avant d'alimenter les digesteurs. Le digestat MS-OFMSW₁ a été prélevé en sortie de digesteur sans pressage. Le gisement MS-OFMSW₂ est constitué d'un mélange d'OMR pré-tubées et criblées à 40mm en sortie de BRS avec des déchets verts et des OMR criblées à 0-20mm. Le prélèvement de déchets frais a été effectué sur le tapis convoyeur amenant le mélange vers les digesteurs. Après pressage du digestat, le prélèvement a été effectué dans la zone d'affinage.

III. Méthodes de caractérisation des substrats

III.1. Fractionnement aqueux

Un déchet organique solide peut être décrit comme un milieu triphasique : solide, liquide et gaz. Les micro-organismes vivent dans le film aqueux entourant les particules de la matière organique [108]. Par conséquent, l'activité microbiologique est principalement localisée dans la phase aqueuse. Outre les micro-organismes eux-mêmes, cette phase aqueuse contient la matière organique facilement biodégradable car directement assimilable par les micro-organismes. Un certain nombre d'auteurs proposent donc de caractériser la matière organique soluble du déchet. Les méthodes d'extraction varient en fonction du ratio de l'extraction aqueuse, de la durée ou de la température à laquelle elle est pratiquée. Après extraction et centrifugation, on obtient une fraction soluble et une fraction non soluble à l'eau. Le protocole de fractionnement utilisé est schématisé sur la Figure 4.

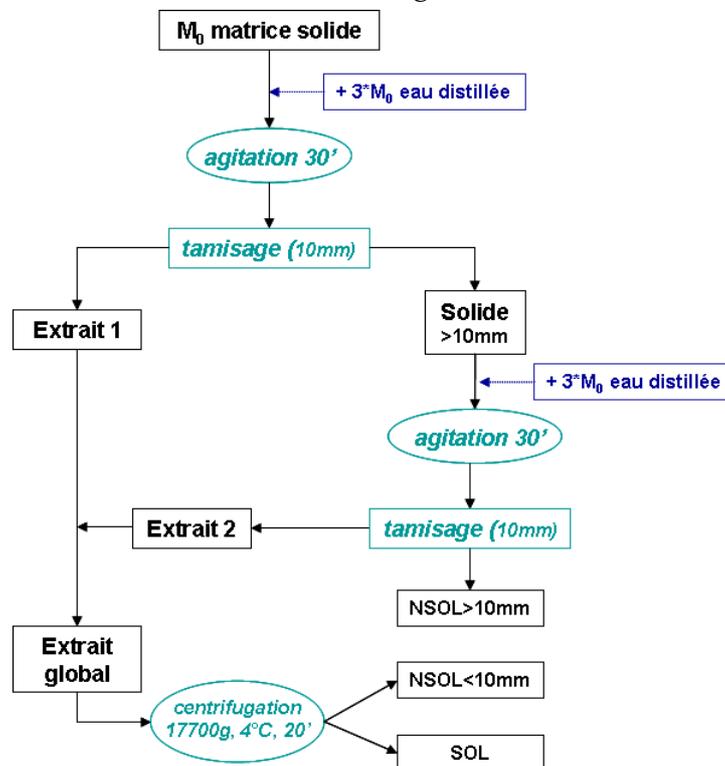


Figure 4 : protocole de fractionnement aqueux

Une masse M_0 d'échantillon solide est pesée puis additionnée de 3 fois sa masse d'eau distillée. Après une agitation sur roue tournante pendant 30 minutes, l'échantillon est tamisé sur un tamis de maille carrée de 10mm. L'extrait aqueux 1 est mis de côté tandis que la fraction supérieure à 10mm est additionnée de 3 fois la masse initiale de l'échantillon en eau distillée puis à nouveau placée sur la roue tournante durant 30 minutes. Après cette deuxième agitation l'échantillon est à nouveau tamisé à 10mm en maille carrée. Le refus de tamisage constitue la fraction NSOL>10mm qui est séchée à 80°C puis broyée avant analyse. Les deux extraits aqueux 1 et 2 sont rassemblés puis centrifugés à 17700g à 4°C pendant 20 minutes.

Après centrifugation la fraction soluble SOL est conditionnée puis éventuellement congelée à -18°C avant analyse. Le culot de centrifugation constituant la fraction NSOL<10mm est récupéré et également congelé éventuellement avant caractérisation au laboratoire.

III.2. Méthodes de caractérisation des échantillons non liquides

Sont définis comme échantillons non liquides les échantillons globaux qui sont analysés après séchage à 80°C puis broyage jusqu'à obtention d'une poudre homogène de granulométrie inférieure à 1mm, les fractions non solubles à l'eau issues du fractionnement aqueux analysées sous leur forme humide pour la fraction NSOL<10mm et les fractions NSOL>10mm analysées après séchage à 80°C puis broyage jusqu'à obtention d'une poudre inférieure à 1mm.

Matières sèches (MS)

La MS est déterminée par séchage de l'échantillon à l'étuve à 80°C jusqu'à ce que la perte de masse en 24 heures soit inférieure à 0.5%. La teneur en matières sèches s'exprime selon l'expression suivante :

$$MS (\%) = (m_f/m_0)*100$$

où m_0 est la masse humide initiale de l'échantillon et m_f la masse sèche finale.

Matière organique (MO)

La fraction organique de l'échantillon est déterminée après calcination à 550°C pendant 4 heures. La teneur en matière organique s'exprime selon l'expression suivante :

$$MO (\%MS) = (ms_0 - ms_f)/ms_0 * 100$$

où ms_0 est la masse sèche initiale de l'échantillon et ms_f la masse résiduelle après calcination [109].

Demande chimique en oxygène (DCO)

Environ 80mg de poudre (200mg d'échantillon pour la fraction humide NSOL<10mm) sont oxydés en présence de dichromate de potassium, à chaud et en milieu acide (banc de chauffe Behrotest TRS 200). L'oxydant en excès est ensuite dosé en retour (appareil Methrom Dosino et Titrande). Ce protocole est adapté de la mesure normalisée pour les eaux [110]. La DCO est exprimée en mgO₂/gMS.

Carbone total (CT)

Le CT est déterminé par analyse élémentaire à l'aide d'un analyseur Thermo Flash 2000. Les composés carbonés sont oxydés en CO₂ par combustion flash à 1800°C en présence de catalyseur. Le gaz vecteur (He) passe ensuite sur une colonne de cuivre réduit puis sur une colonne d'anhydride pour piéger les molécules d'eau. Le CT est ensuite séparé des autres éléments sur une colonne chromatographique et détecté par un catharomètre. Le CT est exprimé en mgC/gMS.

Azote total (NT)

Le NT est déterminé par analyse élémentaire à l'aide de l'analyseur Thermo Flash 2000 suivant le même principe que le CT. Les composés azotés sont oxydés en nitrites et nitrates par combustion flash à 1800°C. Le passage du gaz vecteur dans la colonne de cuivre réduit permet de transformer ces oxydes d'azote en diazote qui sont ensuite séparés des autres éléments sur une colonne chromatographique et détecté par un catharomètre. Le NT est exprimé en mgN/gMS.

Azote total Kjeldhal (NTK)

De la même façon que pour les échantillons liquides, le NTK est dosé après minéralisation, à chaud et en milieu acide, de l'échantillon suivant le protocole adapté de la norme NF EN 13342 [111]. Le NTK est exprimé en mgN/gMS.

Capacité d'échange cationique (CEC)

La CEC est la quantité de cations échangeables que peut adsorber une matrice. La CEC est mesurée par spectrophotométrie sur extrait à l'acétate d'ammonium de la poudre d'échantillon sec et broyé, selon un protocole adapté de la norme NF X31-130 concernant la qualité des sols [112]. La CEC est exprimée en meq/100g.

Phosphore total (PT)

Le phosphore total est mesuré après minéralisation en milieu acide, à chaud et sous pression, des cendres résiduelles obtenues par calcination de l'échantillon à 550°C. Le PT est ensuite dosé par spectrophotométrie. Le phosphore total est exprimé en mgP/gMS.

Minéraux

Les formes oxydées du calcium, magnésium, potassium, sodium et manganèse sont dosées par absorption atomique de flamme d'un extrait à l'acétate d'ammonium de la poudre d'échantillon sec et broyé, selon un protocole adapté de la norme NF X31-108 concernant la qualité des sols [113]. Les teneurs en CaO, MgO, K₂O et Na₂O sont exprimées en mg/gMS. La teneur en Mn est exprimée en mg/kgMS.

Pathogènes

Certains échantillons ont fait l'objet d'une recherche de pathogènes. Sont recherchés et dénombrés selon des méthodes normalisées : Escherichia coli [114], Clostridium Perfringens [115], Listeria monocytogenes [116], Salmonelles [117] et streptocoques fécaux (méthode interne au Laboratoire Départemental d'Analyse 35).

Fractions biochimiques

Un fractionnement biochimique de la matière organique est réalisé suivant un protocole adapté de la méthode développée par Van Soest [118] et basé sur des extractions successives à chaud et en milieu détergent neutre ou acide. Quatre fractions biochimiques sont déterminées : les composés organiques solubles extraits dans une solution détergente NDF et contenant les glucides, acides aminés et une partie des lipides (SOLU) ; les composés extraits dans une solution détergente acide ADF et assimilés à l'hémicellulose (HEMI) ; les composés extraits dans une solution

acide détergente ADL et assimilés à la cellulose (CELL) et la fraction inerte de la matière organique assimilée à la lignine (LIGN). Un extracteur Fiwe VELP Scientifica est utilisé pour ce fractionnement biochimique par hydrolyses successives.

Fractions humiques

Les substances humiques sont tout d'abord séparées de la matière globale par extraction alcaline d'environ 5g de poudre sèche et broyée dans 100mL de solution NaOH à 0.1M. Le résidu solide est assimilé à l'humine et dénommé Hu-l (pour « humin-like »). L'extrait liquide est ensuite acidifié jusqu'à un pH de 1 environ par une solution HCl à 2M. Certains composés, assimilés aux acides humiques et dénommés AH-l, précipitent alors et sont séparés par centrifugation. La fraction soluble assimilée aux acides fulviques et substances non humiques est dénommée AF-l.

III.3. Méthodes de caractérisation des échantillons liquides

Les échantillons dits liquides sont ceux issus du fractionnement aqueux (fraction soluble) ainsi que les prélèvements de boues de STEP (WWTS₁ (1) et (2), WWTS₂) et d'effluents agro-alimentaires (FPW) avant digestion.

Matières sèches (MS)

Entre 100 et 200 grammes d'échantillon sont séchés à 110°C pendant 48 heures. La teneur en matières sèches s'exprime selon l'expression suivante :

$$MS (\%) = (m_f/m_0) \cdot 100$$

où m_0 est la masse humide initiale de l'échantillon et m_f la masse sèche finale [119, 120].

Matière organique (MO)

Après séchage à 110°C pendant 48 heures pour la détermination de la teneur en MS, l'échantillon est placé à 550°C pendant 4 heures. La teneur en matière organique s'exprime selon l'expression suivante :

$$MO (\%MS) = (ms_0 - ms_f) / ms_0 \cdot 100$$

où ms_0 est la masse sèche initiale de l'échantillon et ms_f la masse résiduelle après calcination [109].

Demande chimique en oxygène (DCO)

La demande chimique en oxygène est la concentration d'oxygène équivalente à la quantité d'oxydant nécessaire pour oxyder la majeure partie de la matière organique et des sels minéraux oxydables. Cette mesure est réalisée par oxydation de l'échantillon au dichromate de potassium, à chaud et en milieu acide, puis dosage en retour de l'oxydant en excès (appareil Methrom Dosino et Titrand, banc de chauffe Behrotest TRS 200). Le protocole utilisé est adapté de la méthode normalisée de mesure de la DCO dans les eaux [110]. La teneur en DCO est exprimée en mgO₂/L ou en mgO₂/gMS d'échantillon sur lequel est effectué le fractionnement aqueux en ce qui concerne les fractions solubles.

Carbone total (CT)

La teneur en CT est déterminée à l'aide d'un analyseur Formacs (SKALAR) effectuant une combustion catalytique à très haute température suivie d'une détection infra-rouge du CO₂ dégagé. Cette méthode se réfère à la norme NF EN 1484 [110]. Le CT est exprimé en mgC/L ou en mgC/gMS d'échantillon sur lequel est effectué le fractionnement aqueux en ce qui concerne les fractions solubles.

Carbone inorganique (CI)

La teneur en CI est déterminée à l'aide de l'analyseur Formacs (SKALAR) : l'échantillon est acidifié par de l'acide phosphorique puis le CO₂ dégagé est quantifié par détection infra-rouge. Le CI est exprimé en mgC/L ou en mgC/gMS d'échantillon sur lequel est effectué le fractionnement aqueux en ce qui concerne les fractions solubles.

Carbone organique total (COT)

La teneur en COT est déduite de la détermination du CT et du CI, et exprimée selon l'expression suivante :

$$\text{COT (mgC/L ou mgC/gMS)} = \text{CT} - \text{CI}$$

Azote total (NT)

La détermination du NT est effectuée à l'aide d'un analyseur Formacs (SKALAR) couplé à un détecteur spécifique ND10, par combustion et chimiluminescence. Les atomes d'azote sont excités par combustion catalytique à très haute température puis ozonation. Le retour des atomes excités à leur état fondamental restitue une partie de l'énergie sous forme d'émission de lumière quantifiée par le détecteur spécifique. Le NT est exprimé en mgN/L ou en mgN/gMS d'échantillon sur lequel est effectué le fractionnement aqueux en ce qui concerne les fractions solubles.

Azote total Kjeldhal (NTK)

La détermination du NTK repose sur la minéralisation, à chaud et en milieu acide, de l'azote organique en azote ammoniacal (banc de chauffe Kjeldhaltherm TZ). L'azote ammoniacal formé est ensuite distillé après ajout de soude et dosé par titrimétrie (appareil Gerhardt Vapodest 50). Le protocole utilisé est adapté de la norme NF EN 13342 [111]. Le NTK est exprimé en mgN/L ou en mgN/gMS d'échantillon sur lequel est effectué le fractionnement aqueux en ce qui concerne les fractions solubles.

Azote ammoniacal (NH₄⁺)

L'azote ammoniacal est déterminé par distillation de l'échantillon après ajout de soude et dosé par titrimétrie (appareil Büchi 324, titrateur Methrom). L'azote ammoniacal est exprimé en mgN/L ou en mgN/gMS d'échantillon sur lequel est effectué le fractionnement aqueux en ce qui concerne les fractions solubles.

Nitrites (NO₂⁻) et nitrates (NO₃⁻)

Les teneurs en nitrites et nitrates sont mesurées par chromatographie liquide (chromatographe Dionex DX 120). Les NO₂⁻ et NO₃⁻ sont exprimés en mgN/L ou en

mgN/gMS d'échantillon sur lequel est effectué le fractionnement aqueux en ce qui concerne les fractions solubles.

Acides gras volatils (AGV)

Les AGV sont mesurés par chromatographie liquide (chromatographe Dionex Ultimate 3000, DEDL). L'acétate, le propionate, l'isobutyrate, le butyrate, l'isovalérate et le valérate peuvent être détectés et quantifiés. Une seule injection est réalisée pour chaque AGV. Les AGV sont exprimés en mg/L.

Indice de germination (IG)

L'indice de germination est déterminé pour deux espèces : le ray-grass et le cresson alénois. 20 graines de chaque plante sont placées dans des boîtes de Pétri sur un papier filtre imbibé d'extrait aqueux. Après 72 heures d'incubation à 27°C dans l'obscurité, le pourcentage de germination et l'élongation racinaire sont mesurés et utilisés pour calculer l'indice de germination défini par Komilis *et al* [71]. Quatre réplicats sont réalisés pour chaque échantillon et chaque plante et comparés à des témoins réalisés avec de l'eau distillée. Le seuil de non phyto-toxicité est défini dans la thèse à 70%.

III.4. Evaluation de la biodégradabilité par respirométrie

La mesure de l'activité respiratoire des micro-organismes permet d'évaluer la biodégradabilité aérobie d'un substrat organique. La quantité de matière organique dégradée par la biomasse en conditions aérobies est en effet proportionnelle à la quantité d'oxygène consommé et à la production de dioxyde de carbone. Néanmoins, la mesure de l'oxygène consommé reflète de façon plus précise l'activité microbienne aérobies car des micro-zones anoxiques dans la matrice de déchets peuvent conduire à une production de dioxyde de carbone qui mènerait à surestimer l'activité respiratoire [102]. L'activité respiratoire est mesurée par respirométrie solide grâce à un système développé par Trémier *et al.* [103]. Les essais respirométriques ont été menés entre juin 2009 et février 2010. Le système de suivi respirométrique est constitué d'une enceinte en verre de 10 litres ou en inox de 6 litres hermétiquement fermée. A l'intérieur des cellules le mélange repose sur une grille placée à quelques centimètres du fond de la cellule. L'aération se fait par le bas de la cellule, par de l'air comprimé saturé en humidité et à un débit maintenu constant de 70L/h environ. La mesure respirométrique est effectuée à une humidité de mélange constante (égale à l'humidité initiale du mélange) et à température constante fixée à 40°C (température optimale pour le développement des micro-organismes) et maintenue grâce à des bains thermostatés dans lesquels sont immergées les cellules. La Figure 5 présente l'outil respirométrique.

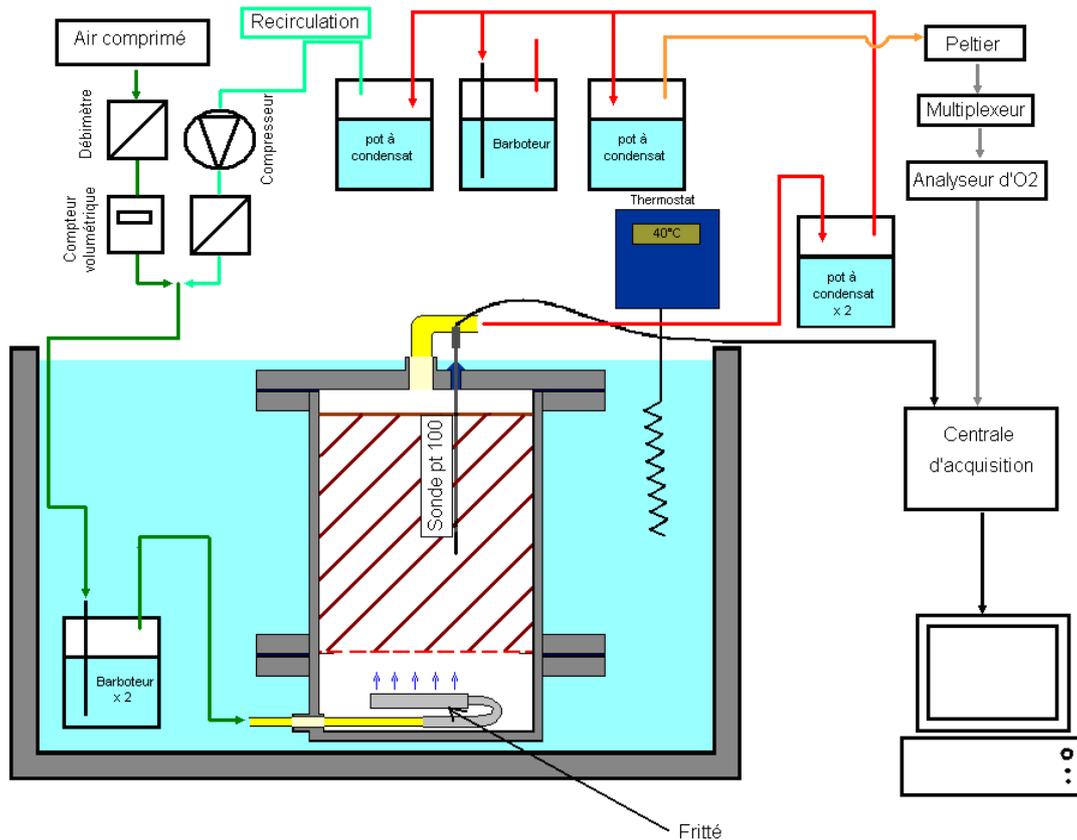


Figure 5 : schéma d'une cellule respirométrique

La teneur en oxygène dans le gaz entrant et sortant de la cellule est enregistrée afin d'établir des courbes cinétiques de consommation en oxygène (r_{O_2} en $mmolO_2/h/kgMS$). Un retournement, consistant en un arrêt de la mesure, une homogénéisation du mélange de déchets et une relance de la mesure, est effectué en cours d'expérimentation. Le retournement, et l'arrêt de l'expérimentation, sont fixés quand la consommation en oxygène se stabilise entre 10 et 20 $mmolO_2/h/kgMS$.

Les courbes respirométriques sont une image de la cinétique de biodégradation aérobie de la matière organique. Cette cinétique de consommation en oxygène peut être modélisée sur la base de modèles ASM développés dans le cadre de l'étude du traitement biologique des eaux usées [106]. Ce modèle exprime la croissance et le déclin des micro-organismes, la consommation du substrat organique et la consommation en oxygène liées à cette croissance. Le modèle utilisé prend en compte une population globale de micro-organismes dont l'activité est localisée dans la phase aqueuse du substrat solide et dont la croissance est basée sur une cinétique de Monod. La matière organique du mélange est modélisée selon plusieurs fractions : une population microbologique, une fraction rapidement biodégradable car directement assimilable par les micro-organismes, une fraction lentement biodégradable car nécessitant une hydrolyse préalable à sa consommation et une fraction non biodégradable ou inerte.

L'interprétation de la courbe respirométrique (Figure 6) repose sur les hypothèses suivantes :

- Au cours de la première période (de l'instant auquel la mesure est lancée à t_1 , instant auquel la cinétique de consommation en oxygène est maximale) le phénomène majeur est la croissance des micro-organismes grâce à la dégradation de la matière biodégradable directement accessible. Cette croissance entraîne une croissance du taux de respiration rO_2 . A la fin de cette période, la fraction biodégradable directement accessible est quasiment épuisée.
- Au cours de la seconde période (de t_1 à t_2 , instant auquel la cinétique de consommation en oxygène devient constante) le phénomène majeur est l'hydrolyse de la fraction lentement biodégradable et sa consommation. Ceci entraîne un déclin des micro-organismes et le taux de consommation en oxygène rO_2 décroît. A la fin de cette période, la fraction lentement biodégradable est entièrement consommée.
- Au-delà de t_2 , toute la matière organique biodégradable, à l'échelle de temps du procédé, est consommée et la respiration observée est liée à la respiration endogène de la biomasse.

Courbe respirométrique des digestats AW(1)

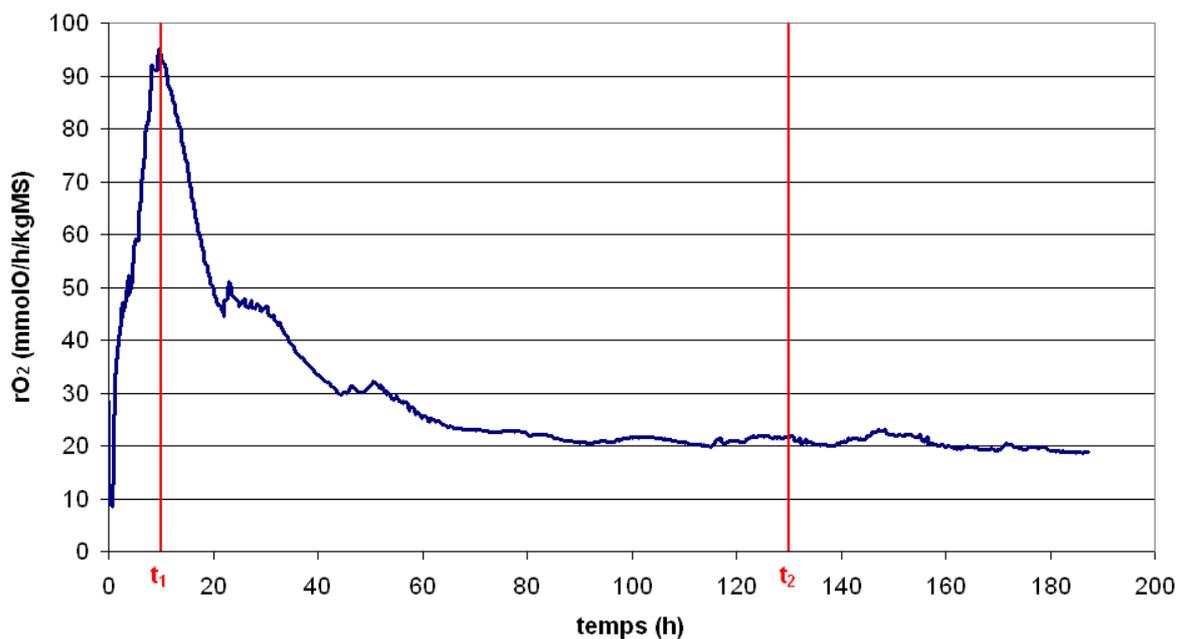


Figure 6 : exemple de courbe respirométrique

Sur la base de ces hypothèses, une interprétation simplifiée de la biodégradabilité peut être obtenue en considérant les éléments factuels de la courbe de consommation en oxygène. Le cumul d'oxygène consommé est proportionnel à la quantité de matière qui a été biodégradée. La mesure respirométrique étant mise en œuvre en conditions optimisées et contrôlées de biodégradation, la consommation totale en

oxygène notée O_2 total estimée par l'aire sous la courbe entre le démarrage et la fin de l'expérimentation constitue une estimation du potentiel biodégradable accessible maximal du substrat. La pente de la phase de croissance estimée entre le démarrage de l'expérimentation et l'instant t_1 est notée kO_2 et permet de comparer l'évolution de la cinétique de consommation en oxygène pour différents substrats. Enfin, l'aire sous la courbe jusqu'à l'instant t_1 notée eBF (pour easily Biodegradable Fraction) permet d'évaluer la quantité de matière rapidement biodégradable.

Lors des mesures de biodégradabilité par respirométrie, un structurant est ajouté aux déchets afin d'assurer des conditions physiques de porosité et perméabilité propices à la biodégradation aérobie. Dans le cas des déchets non digérés, le substrat est mélangé avec un structurant plastique inerte constitué d'anneaux de Raschig. Dans le cas des digestats, deux types de structurants inertes sont utilisés : des anneaux de Raschig et des billes d'argile. Le ratio de mélange est adapté visuellement afin d'assurer une porosité suffisante pour une aération non limitante. Seul le gisement AW a pu faire l'objet de mesures respirométriques sans ajout de structurant grâce, entre autres, à la présence importante de fumiers permettant de conserver une structure physique adéquate. Selon les essais, l'humidité est ajustée avant le début de la mesure. Le Tableau 19 récapitule les conditions de mélange des essais respirométriques réalisés.

Prélèvement	Structurant	Ratio volumique déchets/structurant	Humidité du déchet avant mélange (%)
<i>Déchets frais</i>			
AW (1)	-	-	72.4
SS-OFMSW ₁	anneaux de Raschig	1.5/1	63.9
SS-OFMSW ₂ (1)			61.5
MS-OFMSW ₁ (1)			54.7
MS-OFMSW ₂			50.0
<i>Déchets digérés</i>			
WWTS ₁ (1)	anneaux de Raschig/billes d'argile	1/1/2	79.1
WWTS ₂			83.7
FPW			79.7
AW (1)	-	-	76.0
SS-OFMSW ₁	anneaux de Raschig/billes d'argile	1/1/2	65.0
SS-OFMSW ₂ (1)		2/1/1	65.0
MS-OFMSW ₁ (1)		1/1/2	79.8
MS-OFMSW ₂			65.0

Tableau 19 : conditions de mélanges appliquées lors des essais respirométriques

Chaque essai respirométrique décrit ci-dessus est réalisé en duplicat afin de s'assurer de la représentativité de la mesure. La moyenne point à point des deux courbes respirométriques permet de tracer la cinétique moyenne de consommation en oxygène de l'échantillon. C'est sur cette courbe moyenne que sont calculés les termes de O_2 total, kO_2 et eBF.

IV. Méthode de prédiction du comportement en compostage

La mesure de la biodégradabilité des déchets par respirométrie avant et/ou après traitement biologique peut être interprétée comme un indicateur de stabilisation biologique de la matière organique et donc comme un indicateur de « compostabilité ». La quantification de la biodégradabilité par respirométrie permet ainsi d'estimer la réactivité biologique que pourrait avoir un déchet lors de son compostage. La méthode de prédiction présentée permet de déterminer les besoins en aération, l'augmentation de température et l'évolution de la biodégradabilité résiduelle et d'aider ainsi à la définition des conditions de process à appliquer lors du compostage .

IV.1. Besoins en aération

La quantité totale d'oxygène consommé lors de la mesure respirométrique est en lien direct avec la quantité de matière organique biodégradable présente dans la matrice étudiée. La mesure de O₂ total permet ainsi de calculer le volume minimal d'air à injecter au déchet lors de son traitement par compostage. Le besoin global en aération pour assurer la stabilisation de la matière organique, appelé Q_{tot}, est calculé selon l'expression suivante :

$$Q_{\text{tot}} (\text{m}^3 \text{ air sec /kgMS déchets}) = [(\text{O}_2 \text{ total} / \% \text{O}_2) * M_{\text{air}}] / \rho_{\text{air}}$$

Avec O₂ total, la quantité totale d'oxygène consommé mesurée en respirométrie, exprimée en molO₂/kgMS de déchets

%O₂, le pourcentage d'oxygène dans l'air, soit 21% en moyenne

M_{air}, la masse molaire de l'air sec, soit 29 g/mol

ρ_{air}, la masse volumique de l'air sec, soit 1293 g/m³.

La mesure du taux de consommation en oxygène maximal au moment du pic d'activité permet également d'estimer le débit minimal d'air à fournir pour assurer des conditions d'aération non limitantes au moment du pic de biodégradation. Cette valeur, appelée Q_{min}, permet d'estimer le débit d'air à fournir relativement rapidement après le démarrage du traitement par compostage afin de ne pas ralentir les cinétiques de biodégradation. Ce débit peut ensuite être réduit, la demande en oxygène étant ensuite décroissante après le pic de rO₂ maximal (Figure 6). Le débit minimal d'aération est calculé selon l'expression suivante :

$$Q_{\text{min}} (\text{m}^3 \text{ air sec/h/kgMS déchets}) = [(r\text{O}_2 \text{ max} / \% \text{O}_2) * M_{\text{air}}] / \rho_{\text{air}}$$

Avec rO₂ max, valeur maximale de la consommation en oxygène mesurée en respirométrie, exprimée en molO₂/h/kgMS de déchets

%O₂, le pourcentage d'oxygène dans l'air, soit 21% en moyenne

M_{air}, la masse molaire de l'air sec, soit 29 g/mol

ρ_{air}, la masse volumique de l'air sec, soit 1293 g/m³.

Il est important de noter que ces estimations de débit à appliquer tiennent uniquement compte des besoins en aération liés à la biodégradation. Les besoins en aération liés à l'évaporation de l'eau dans le massif de compostage et/ou à l'évacuation de la chaleur produite lors du procédé de compostage ne sont pas pris en compte dans le calcul de Q_{tot} et Q_{min} . De plus, ces estimations sont basées sur des résultats acquis en conditions optimales et contrôlées lors de la mesure respirométrique. Or, les mécanismes de biodégradation impliqués à l'échelle industrielle sont différents au regard de plusieurs facteurs comme le contrôle de l'humidité et de la température ou encore la diffusion de l'air à travers la matrice solide. Les besoins en aération estimés ici représentent donc des besoins minimum en aération obtenus dans des conditions idéales de biodégradation, et sont donc seulement indicatifs des besoins réels qui seront plus importants sur plate-forme de compostage.

IV.2. Augmentation de température

L'élévation de température au cours du compostage de la matière organique est corrélée à la quantité de matière organique biodégradable. Il est intéressant de déterminer la montée en température de la matière lors du compostage car celle-ci donne des informations sur une hygiénisation potentielle du déchet au cours du traitement biologique. Le paramètre ΔT_{max} est défini par De Guardia *et al.* comme étant la montée maximale en température atteinte lors d'un compostage sous aération forcée en pilote de 300L [96]. Les auteurs ont étudié le comportement en compostage à l'échelle laboratoire de différents déchets organiques au regard de leur biodégradabilité, de leur élévation de température et de leurs cinétiques de biodégradation. Le système de compostage utilisé sera décrit dans la deuxième partie de la thèse. Les essais décrits durent de 27 à 50 jours avec un ou plusieurs retournements suivant la nature du déchet. Ces travaux ont permis d'établir une corrélation entre la quantité de matière organique biodégradable contenue dans le pilote et l'élévation maximale de température lors de l'essai de compostage ΔT_{max} . Les auteurs rapportent également une corrélation entre l'élévation de température moyenne, notée ΔT_{moy} , et la quantité de matière organique biodégradable contenue dans le pilote. L'élévation de température (maximale ou moyenne) correspond à la température (maximale ou moyenne) atteinte par la matrice en compostage à laquelle est soustraite la température de l'air utilisé pour assurer l'aération du pilote. Les corrélations déterminées sont les suivantes :

$$\Delta T_{\text{max}} (\text{°C}) = 1.5672 * \text{MO}_{\text{biod}} + 13.682$$

$$\Delta T_{\text{moy}} (\text{°C}) = 1.3307 * \text{MO}_{\text{biod}} - 0.851$$

avec MO_{biod} , la quantité de matière organique biodégradable contenue dans le pilote, exprimée en kgO_2 .

Le paramètre MO_{biode} est déterminé en multipliant la masse sèche de déchets introduite initialement dans le pilote par la consommation cumulée en oxygène mesurée par respirométrie (O_2 total). L'augmentation de température est influencée par la quantité relativement faible de déchets introduite dans un pilote de compostage de quelques centaines de litres dans lequel la capacité d'auto-échauffement de la matière est par conséquent plus faible qu'en casier industriel de compostage. Les mécanismes d'écoulement de l'air et par conséquent d'échanges thermiques sont également différents en pilotes et en casier industriel. Il faut donc noter que les élévations de température prédites sont très probablement inférieures à celles qui seraient observées sur les mêmes substrats en conditions industrielles.

IV.3. Evolution du potentiel résiduel de biodégradabilité

La mesure des masses sèches initiales et finales d'une matrice étudiée en respirométrie permet de calculer la perte massique totale engendrée par les processus de biodégradation. Cette perte étant directement proportionnelle à la consommation en oxygène, la connaissance de la consommation instantanée en oxygène au cours de la mesure respirométrique permet d'estimer l'évolution temporelle de la masse de matière sèche présente dans la cellule. En se basant sur les courbes de consommation en oxygène mesurées en respirométrie ainsi que sur l'évolution instantanée de la masse sèche dans la cellule, on peut calculer à chaque instant un potentiel résiduel de biodégradabilité :

$$PRB(t) = [O_2 \text{ total}(0,t_f) - O_2 \text{ total}(0,t)] / MS(t)$$

avec $O_2 \text{ total}(0,t_f)$, la quantité d'oxygène consommé entre l'instant initial et l'instant final de la mesure respirométrique, exprimée en molO_2

$O_2 \text{ total}(0,t)$, la quantité d'oxygène consommé entre l'instant initial et l'instant t , exprimée en molO_2

$MS(t)$, la quantité de masse sèche présente à l'instant t dans la cellule, exprimée en kgMS .

Le potentiel résiduel de biodégradabilité PRB à l'instant t est exprimé en $\text{molO}_2/\text{kgMS}$ de déchets et permet d'évaluer à chaque instant le niveau de stabilisation biologique de la matrice étudiée. L'évolution du PRB avec le temps permet ainsi d'estimer le temps nécessaire à une stabilisation complète de la matière organique contenue dans le déchet. A la fin du test respirométrique la quantité de matière organique biodégradable devient très faible et l'évolution temporelle du PRB est négligeable.

Une valeur de PRB égale à $1 \text{ molO}_2/\text{kgMS}$ a été proposée comme seuil de stabilisation biologique, sans considération de la qualité agronomique du produit [105]. L'évolution du PRB au cours de la biodégradation conduit à définir le temps d'atteinte de cette valeur seuil comme étant le temps minimum nécessaire à la

stabilisation biologique (t_{stab}). Comme discuté précédemment, le paramètre t_{stab} est obtenu dans des conditions optimales et contrôlées lors de la mesure respirométrique et constitue donc une estimation minimale du temps nécessaire à la stabilisation biologique d'un déchet. Cette estimation n'est probablement pas représentative des temps de biodégradation observés à l'échelle industrielle. Néanmoins, ce paramètre permet de comparer des substrats organiques entre eux du point de vue de leur cinétique de stabilisation biologique.

Chapitre 3

Résultats de caractérisation des digestats solides

I. Introduction

L'étude bibliographique effectuée dans le chapitre 1 a permis de choisir les indicateurs physico-chimiques, biochimiques et biologiques permettant de caractériser les résidus solides de digestion anaérobie de déchets organiques. Ces indicateurs ont été classés suivant deux objectifs : i. la caractérisation d'un usage agricole direct et ii. la traitabilité aérobie de ces résidus.

Ce chapitre présente les résultats de caractérisation des huit résidus solides de digestion anaérobie étudiés dans la première partie de cette thèse. La caractérisation des prélèvements effectués en amont et en aval du digesteur est tout d'abord présentée et permet d'estimer l'effet de la digestion anaérobie sur la réactivité biologique de la matière organique des substrats. La détermination des indicateurs de caractérisation permet ensuite de statuer sur une utilisation potentielle directe des digestats au champ ainsi que sur leur potentiel post-traitement aérobie par compostage afin de leur assurer des caractéristiques compatibles avec un usage agricole.

II. Caractérisation et variabilité des gisements

II.1. Composition des substrats avant digestion

Le Tableau 20 présente les caractéristiques chimiques des différents prélèvements de déchets frais. Le choix a été fait d'exprimer les paramètres physico-chimiques en mg/gMO afin de pouvoir comparer des déchets qui présentent des teneurs en MO différentes (entre 52 et 83% de MS). Les résultats bruts de la caractérisation des substrats avant digestion sont donnés en Annexe 1 (page 259).

II.1.1. Influence du fractionnement aqueux

La caractérisation effectuée permet de comparer la détermination des paramètres chimiques sur l'échantillon brut séché et broyé (BRUT) ou après fractionnement aqueux (NSOL+SOL). Les déchets frais WWTS₁(1), WWTS₂ et FPW étant des substrats liquides, la caractérisation BRUT correspond aux analyses effectuées sur le déchet avant digestion en phase liquide.

La fraction soluble issue du fractionnement aqueux des échantillons solides est obtenue après séparation du culot de centrifugation et contient relativement peu de particules en suspension. La mesure de la MO est donc effectuée uniquement sur les échantillons non liquides (BRUT et NSOL).

En règle générale, la somme NSOL+SOL est supérieure à la mesure sur échantillon BRUT. Ceci s'explique par la volatilisation de composés organiques lors du séchage à 80°C préalable au broyage de l'échantillon BRUT. Si on considère que la détermination NSOL+SOL permet de quantifier tous les composés sans perte au séchage par rapport à la détermination sur BRUT, les défauts de bilan entre caractérisation BRUT et (NSOL+SOL) sont en moyenne sur tous les prélèvements de déchets frais de 29, 19, 36 et 39% pour les paramètres DCO, CT, NT et NTK respectivement. Une plus grande proportion de composés azotés serait donc perdue par séchage comparativement à des composés carbonés probablement moins volatils.

Déchets frais			WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW(1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂
Date de prélèvement			14/04/09	09/11/09	18/03/09	08/04/09	28/08/09	29/09/09	29/09/09	29/09/09
MS	%MB	BRUT	2.8	6.2	5.8	27.6	36.1	38.5	45.3	54.1
MO	%MB	BRUT	2.0	4.6	4.8	19.9	21.9	31.1	31.3	28.2
MO	%MS	BRUT	72.6	74.1	82.5	72.1	60.7	80.7	69.2	52.1
		NSOL	-	-	-	76.6	66.3	86.5	77.0	70.5
DCO	mgO ₂ /gMO	BRUT	1559	1501	2456	1412	1504	1470	1357	1415
		NSOL+SOL	-	-	-	2074	2011	1877	1860	2234
CT	mgC/gMO	BRUT	734	405	594	510	549	554	546	558
		NSOL+SOL	-	-	-	750	722	598	578	751
NT	mgN/gMO	BRUT	111	37	113	33	33	32	19	27
		NSOL+SOL	-	-	-	56	57	35	27	63
NTK	mgN/gMO	BRUT	58	54	93	30	30	28	16	24
		NSOL+SOL	-	-	-	48	51	23	25	40
NH ₄ ⁺	mgN/gMO	SOL	2.7	2.1	28.6	2.1	3.8	2.2	4.7	2.9

Tableau 20 : caractéristiques physico-chimiques des substrats avant digestion

II.1.2. Variabilité inter-gisements

Les teneurs en MS des déchets frais sont différentes suivant les sites et les process de digestion mis en œuvre. Ici, les sites WWTS et FPW fonctionnant en voie liquide, les déchets frais montrent des teneurs en MS comprises entre 3 et 6%. La MS du gisement WWTS₁ peut paraître faible au regard des caractéristiques des boues de STEP habituellement envoyées en méthanisation en France et dont la teneur est plutôt de l'ordre de 5% [5, 107]. Cependant, celle-ci est comparable aux analyses hebdomadaires réalisées sur site ce qui permet d'écartier une erreur d'analyse ou une erreur de représentativité de l'échantillon prélevé. Les MS des prélèvements effectués sur les sites fonctionnant en voie sèche sont logiquement plus élevées et comprises entre 28 et 54%.

Les différences de process de digestion conduisent à des MS très différentes selon le gisement. La MO exprimée en pourcentage de matière brute est donc très variable avec des différences de près de 70% selon le prélèvement considéré. Les teneurs en MO exprimées en pourcentage de MS sont par contre comparables sur tous les gisements avec une valeur moyenne de 71% et un coefficient de variation de 14%. La valeur moyenne de la DCO est de 1947mgO₂/gMO avec un coefficient de variation de 17%. Les teneurs en CT sont également comparables sur les gisements étudiés et présentent un coefficient de variation de moins de 20%. Les teneurs en azote sont par contre très différentes suivant les gisements avec un coefficient de variation de 50% en moyenne pour le NT et NTK et de 150% pour la teneur en azote ammoniacal. La teneur en azote total est particulièrement importante pour les prélèvements WWTS₁(1) et FPW. La Figure 7 présente la répartition des différentes formes azotées quantifiées dans les gisements de déchets caractérisés. Seuls les prélèvements WWTS₁(1), FPW et AW(1) contiennent des nitrites : 1.5, 2.4 et 0.5mg/gMO respectivement. Ces faibles concentrations n'ont pas été reportées sur la Figure 7.

L'azote total et l'azote total Kjeldhal sont théoriquement reliés par l'équation suivante :

$$NT = NTK + NO_2^- + NO_3^-$$

Les teneurs en nitrites et nitrates étant non détectables dans les déchets étudiés (ou très faibles relativement à la teneur en NT pour les déchets frais WWTS₁(1), FPW et AW), l'égalité de la teneur en azote total et azote total Kjeldhal devrait être respectée.

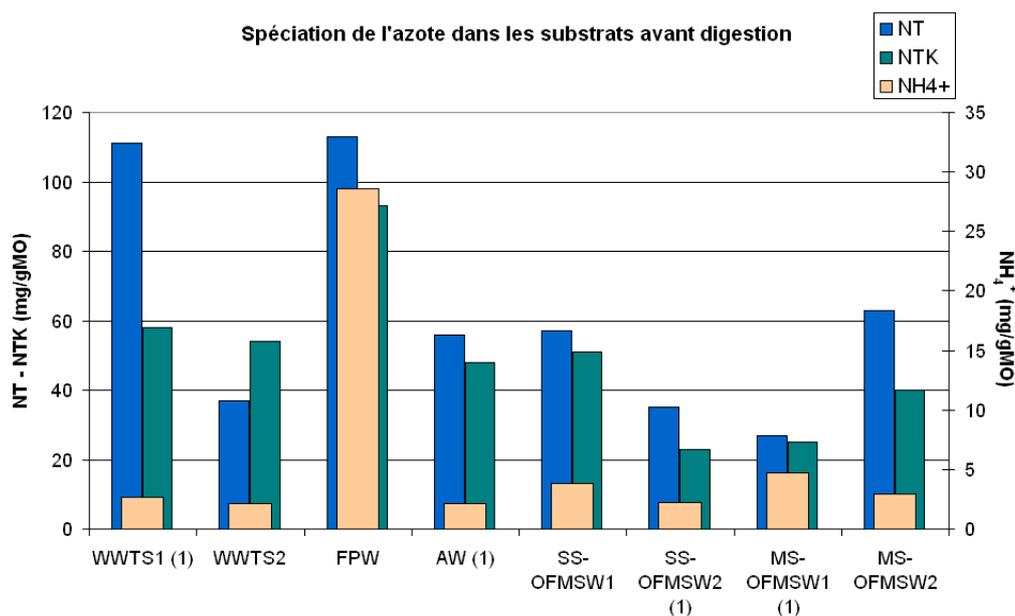


Figure 7 : spéciation de l'azote des substrats avant digestion

Or, on note près de 50% de différence entre la teneur en NT et en NTK sur WWTS₁(1). Cette différence importante pourrait être due à un problème analytique sur l'échantillon WWTS₁(1) dont la teneur en NT paraît surestimée. Par ailleurs, la difficulté d'établir un bilan sur les formes azotées d'un même échantillon est également observée pour le gisement WWTS₂ sur lequel la quantité de NTK mesurée est supérieure au NT. La teneur en NT du déchet frais WWTS₂ apparaît sous-estimée. En effet, elle est inférieure de plus de 30% à la concentration en NT après digestion alors que la teneur en NT est conservée lors de la digestion anaérobie. Ces incertitudes pourraient être dues à des problèmes de mesure ou de sous-échantillonnage des prélèvements.

Sur les autres gisements, le défaut de recouvrement entre NT et NTK est plus limité et compris entre 3 et 37% selon les prélèvements. La teneur en azote ammoniacal représente entre 2 et 25% de l'azote total suivant les gisements. Les déchets frais MS-OFMSW₁(1) et FPW montrent les teneurs en azote ammoniacal les plus importantes à hauteur de 17 et 25% du NT initial respectivement.

II.2. Composition des substrats après digestion

Le Tableau 21 présente les caractéristiques physico-chimiques principales de différents prélèvements de digestats effectués. Les résultats bruts de la caractérisation des substrats après digestion sont donnés en Annexe 1 (page 259).

II.2.1. Influence du fractionnement aqueux

La mesure des paramètres physico-chimiques après fractionnement aqueux (NSOL+SOL) est, comme pour les déchets non digérés, supérieure à la mesure effectuée sur l'échantillon BRUT séché et broyé en raison de la perte de composés volatils lors du séchage à 80°C. Seules les teneurs en MO après fractionnement des digestats SS-OFMSW₂ et MS-OFMSW₁(1) sont légèrement inférieures à la MO de l'échantillon BRUT. Comme pour les déchets non digérés, le défaut de bilan entre caractérisation BRUT et (NSOL+SOL) est modéré pour les paramètres DCO et CT (25 et 18% respectivement). Le défaut de bilan est par contre plus important sur les teneurs en NT et NTK et égal à près de 50%. Cette observation confirme la perte plus importante de composés azotés lors du séchage en comparaison à des composés carbonés ramifiés plus lourds et donc probablement moins volatils.

Il faut noter que les digestat SS-OFMSW₁ et MS-OFMSW₁ montrent un défaut de bilan plus important sur la mesure de la DCO (de l'ordre de 50%). Sur SS-OFMSW₁, le défaut de bilan sur la DCO est corrélé à un défaut de bilan important (56%) sur le carbone total. Une quantité plus importante de composés carbonés volatils dans le digestat SS-OFMSW₁ pourrait expliquer ces défauts de bilan. Pour le digestat MS-OFMSW₁, le défaut de bilan en carbone est par contre comparable à celui des autres digestats (15%), ce qui ne permet pas d'expliquer le défaut de bilan en DCO. Le défaut de bilan sur l'azote est de 50% en moyenne sur les huit digestats, confirmant la perte importante de composés azotés volatils lors du séchage de l'échantillon BRUT.

Digestats			WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW(1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂
Date de prélèvement			14/04/09	09/11/09	18/03/09	08/04/09	28/08/09	29/09/09	29/09/09	29/09/09
MS	%MB	BRUT	22.8	18.9	20.3	24.0	42.5	45.7	20.2	42.4
MO	%MB	BRUT	12.9	11.3	15.3	16.5	16.4	33.9	11.3	13.7
MO	%MS	BRUT	56.7	59.9	75.4	68.8	38.6	74.1	55.8	32.4
		NSOL	57.5	n.m	76.1	n.m	n.m	65.3	55.1	39.2
DCO	mgO ₂ /gMO	BRUT	1510	1606	1597	1423	1536	1443	1308	1231
		NSOL+SOL	1642	1885	1913	1786	3119	1865	2707	1498
CT	mgC/gMO	BRUT	548	539	522	516	554	539	584	578
		NSOL+SOL	577	617	492	609	1270	645	690	788
NT	mgN/gMO	BRUT	64	87	36	31	36	22	34	28
		NSOL+SOL	84	111	54	72	103	55	78	68
NTK	mgN/gMO	BRUT	60	82	33	29	33	19	30	26
		NSOL+SOL	77	104	53	71	77	46	76	56
NH ₄ ⁺	mgN/gMO	SOL	13.6	n.d	11.4	8.6	10.3	5.1	27.5	16.5

Tableau 21 : caractéristiques physico-chimiques des digestats

II.2.2. Variabilité inter-gisements

Les teneurs en MS des digestats sont différentes selon la nature du déchet traité et le procédé de digestion appliqué. Les digestats WWTS₁(1), WWTS₂, FPW, AW(1) et MS-OFMSW₁(1) présentent des teneurs en MS comparables et de 21% en moyenne. Les digestats issus de process en voie sèche et ayant subi un pressage (SS-OFMSW₁, SS-OFMSW₂(1) et MS-OFMSW₂) montrent logiquement des teneurs en MS plus importantes de l'ordre de 40%. Les teneurs en matière organique des digestats, exprimées en pourcentage de matière brute, sont comparables, si on excepte la teneur en MO plus importante du digestat SS-OFMSW₂(1), puisqu'elles présentent un CV inférieur à 15%. Exprimée en pourcentage de masse sèche, la teneur en MO est plus importante pour les digestats d'effluents agricoles et agro-alimentaires probablement en raison d'une biodégradabilité résiduelle plus importante.

Les teneurs en DCO, CT, NT et NTK montrent des coefficients de variation semblables pour tous les prélèvements de digestats effectués de l'ordre de 30%. La variabilité reste par contre supérieure à 50% sur l'azote ammoniacal. La teneur importante en NH₄⁺ du digestat MS-OFMSW₁(1) est due à la recirculation d'une partie du digestat en tête de digesteur menant à un enrichissement progressif des digestats en azote ammoniacal. On observe logiquement des teneurs en nitrites faibles ou nulles dans les déchets digérés : seuls les digestats WWTS₁(1), FPW et AW(1) contiennent des nitrites à des concentrations de 2.9, 1.5 et 0.2mg/gMO respectivement. En effet la digestion étant un procédé anaérobie, l'effluent de sortie ne contient en théorie pas de composés oxygénés. L'égalité entre les teneurs en NT et NTK devrait donc être respectée. Le défaut de bilan entre azote total et Kjeldhal est en moyenne moins important pour les digestats (entre 0 et 25%) que pour les déchets non digérés (jusqu'à 50%). Lors de la digestion anaérobie la quantité totale d'azote n'est pas modifiée mais la minéralisation de l'azote organique mène à un enrichissement du digestat en azote ammoniacal. On observe cet enrichissement au cours de la digestion anaérobie sur tous les digestats prélevés excepté WWTS₂ et FPW (Figure 8).

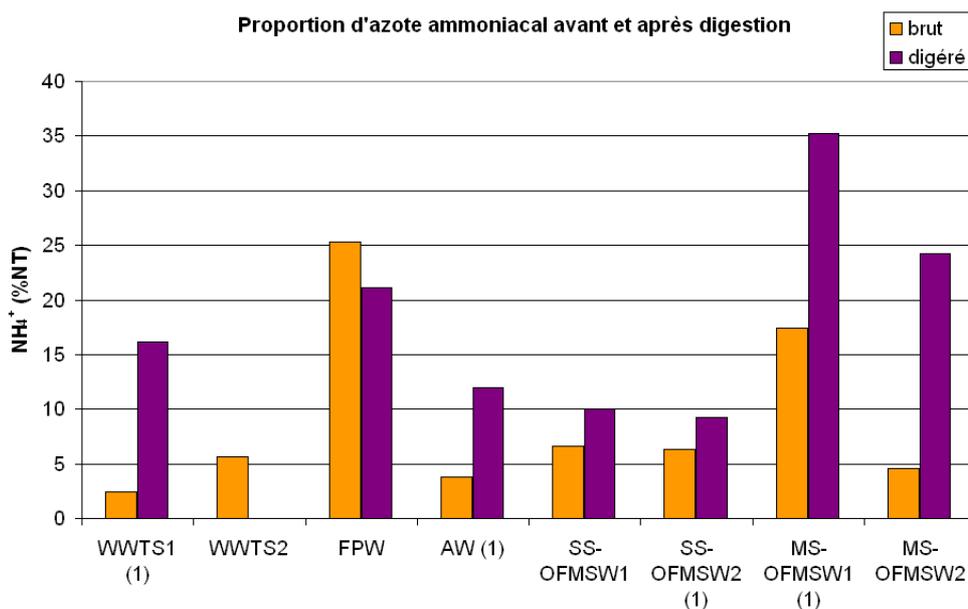


Figure 8 : proportion d'azote ammoniacal avant et après digestion

L'absence de NH_4^+ dans le digestat WWTS_2 est étonnante : cela supposerait en effet que l'azote converti en NH_4^+ lors de la digestion des boues ait été totalement solubilisé et évacué dans le centrat après l'étape de centrifugation des digestats liquides. La teneur en NH_4^+ plus faible après digestion pour le gisement FPW est également étonnante. On ne peut tout d'abord pas écarter l'éventualité d'un problème ponctuel sur la filière de traitement. Mais il faut surtout rappeler que la caractérisation physico-chimique du gisement FPW est effectuée sur un unique point de prélèvement en entrée et en sortie de digesteur dont les échantillons sont prélevés le même jour. Les échantillons caractérisés comme étant l'entrée et la sortie du processus de digestion ne tiennent donc pas compte du temps de séjour. Or la variabilité de l'effluent en entrée de digesteur sur le site FPW est très importante. Ainsi, la composition des déchets frais échantillonnés lors du prélèvement n'est probablement pas représentative des déchets digérés prélevés.

II.3. Comparaison de la réactivité biologique avant et après digestion

Les mesures respirométriques effectuées sur les substrats avant et après digestion permettent d'apporter des informations quant à l'évolution de la réactivité biologique après un traitement par méthanisation. Le Tableau 22 présente les paramètres déterminés lors des mesures respirométriques des substrats avant et après digestion. Les courbes respirométriques des différents substrats avant et après digestion sont données en Annexe 2 (page 263). Les déchets non digérés des gisements WWTS et FPW étant liquides, ils n'ont pu être analysés par la méthode respirométrique utilisée qui est applicable uniquement aux substrats solides.

Bien que de natures assez diverses, les déchets agricoles, les biodéchets et les OMR non digérés présentent des quantités de matière organique biodégradable comparables. Le potentiel biodégradable maximal estimé par la consommation totale en oxygène lors de la mesure respirométrique est ainsi de 23 molO₂/kgMO initiale en moyenne, tandis que la fraction de matière organique biodégradable du déchet exprimée par le rapport O₂/DCO est de 33% en moyenne. Les digestats présentent logiquement une réactivité biologique moins importante avec une fraction de matière organique biodégradable de 10% en moyenne. Le digestat WWTS₂ présente une réactivité biologique supérieure à tous les autres digestats avec un potentiel biodégradable maximal de plus de 10 molO₂/kgMO. Cette réactivité est étonnamment importante pour un résidu de digestion de boues de STEP. Pourtant si on considère les caractéristiques physico-chimiques de WWTS₂, ce digestat montre des valeurs cohérentes et comparables au gisement WWTS₁. Seules les données respirométriques (O₂ total, O₂/DCO, kO₂) apparaissent anormales et surestimées. On peut donc supposer qu'il y a eu un problème expérimental lors de la mesure respirométrique. Une contamination de l'échantillon par une autre flore microbienne lors de la préparation de la cellule respirométrique pourrait expliquer ces résultats surprenants. Un second prélèvement n'ayant pas pu être effectué sur site, il n'est pas possible de confirmer ces hypothèses.

Malgré un potentiel biodégradable maximal comparable, la réactivité biologique des déchets avant digestion est différente suivant le gisement. La proportion de substrat facilement biodégradable contenu dans la matière organique biodégradable exprimée par le rapport eBF/O₂ présente ainsi des valeurs allant de 3 à 30% environ avant digestion. Le déchet agricole AW(1) avant digestion présente la plus faible proportion de matière organique facilement biodégradable. Ce déchet est constitué d'un mélange de fumiers, majoritairement de la paille qui est un substrat plutôt lentement biodégradable, et de fruits et légumes qui présentent une granulométrie grossière et hétérogène. La consommation de la matière organique biodégradable contenue dans les fruits et légumes par les micro-organismes nécessite donc sans doute une étape d'hydrolyse. Cette matière organique ne constitue donc probablement pas un pool de matière organique rapidement biodégradable. Les fractions facilement biodégradables des déchets avant digestion varient suivant le gisement avec un maximum de plus de 30% pour les biodéchets SS-OFMSW₁ avant digestion. La faible corrélation du paramètre biologique eBF/O₂ avec la fraction SOLU quantifiée lors du fractionnement biochimique montre qu'il est difficile d'exploiter en termes de réactivité biologique les fractions biochimiques quantifiées.

Paramètre	Prélèvement	WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW (1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂
O ₂ total (molO ₂ /kgMO)	(a)	-	-	-	22.7	20.7	20.8	23.7	24.6
	(b)	5.5	11.0	6.4	8.0	5.2	3.0	5.1	5.7
O ₂ /DCO (%)	(a)	-	-	-	35.0	30.7	33.4	37.6	26.9
	(b)	10.6	18.7	10.6	14.2	5.3	5.8	6.1	10.1
eBF/O ₂ (%)	(a)	-	-	-	3.1	33.3	17.5	9.1	15.1
	(b)	6.2	4.5	3.8	6.3	2.7	4.6	1.9	3.6
kO ₂	(a)	-	-	-	13.5	1.7	1.1	2.1	0.8
	(b)	2.5	7.5	2.6	8.1	7.0	18.2	5.7	7.8

(a) : avant digestion ; (b) : après digestion

Tableau 22 : paramètres respirométriques des déchets étudiés avant et après digestion

Corrélation entre kO₂ et C_{sol} pour des déchets digérés

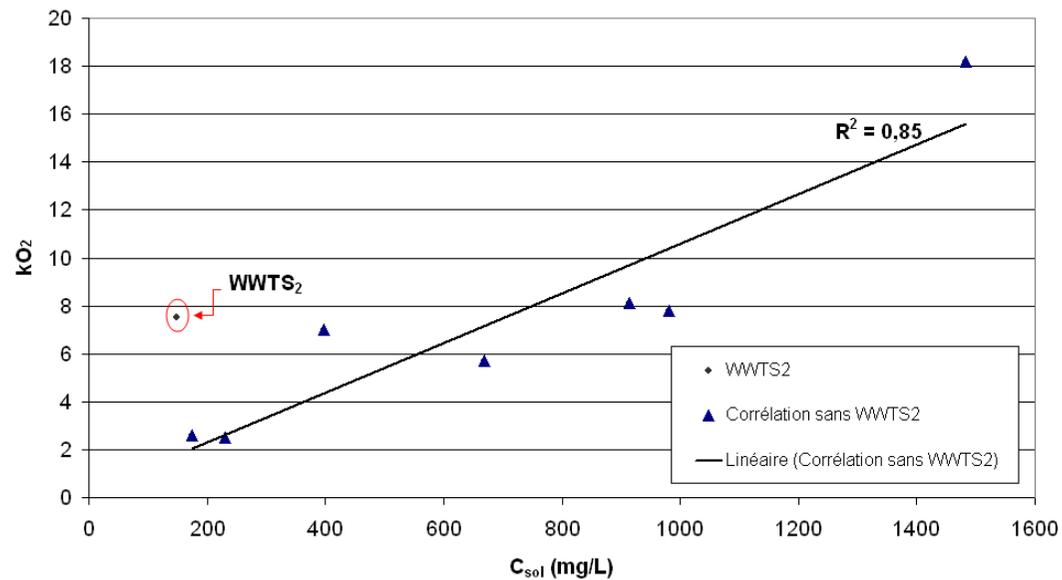


Figure 9 : corrélation entre kO₂ et C_{sol} pour les digestats caractérisés

La digestion anaérobie a le même effet sur la réactivité biologique quelque soit le gisement considéré. La digestion d'une partie de la matière organique biodégradable présente initialement dans le substrat mène à l'abattement de plus de 75% du potentiel maximal de biodégradation (O_2 total) et entre 60 et 80% de la fraction de matière organique biodégradable (O_2/DCO). La proportion de facilement biodégradable dans les digestats est très faible et comprise entre 2 et 6% environ. L'abattement de la fraction eBF entre déchets non digérés et digérés montre que durant la méthanisation plus de 90% de la matière facilement biodégradable est digérée. En effet la matière organique facilement biodégradable étant majoritairement contenue dans la phase soluble du substrat, les composés solubles sont les premiers à subir l'hydrolyse puis la chaîne de réactions enzymatiques constituant la méthanisation.

Le paramètre kO_2 donne des indications sur la vitesse d'évolution de la consommation en oxygène. Le substrat AW(1) avant digestion présente une cinétique de consommation en oxygène très rapide par rapport aux substrats SS-OFMSW et MS-OFMSW avant digestion. On observe pour ces derniers un temps de latence avant le démarrage de la biodégradation tandis que la consommation en oxygène est immédiate pour les déchets AW(1) avant digestion. Le temps d'atteinte de la consommation maximale en oxygène est ainsi très court pour AW(1) non digérés (environ 5 heures) tandis que la cinétique maximale de consommation en oxygène est atteinte entre 80 et 100 heures environ pour les déchets non digérés d'origine urbaine. Ce temps de latence au démarrage de la biodégradation pourrait être dû au temps nécessaire à la colonisation et à l'acclimatation au milieu par la flore bactérienne. A contrario, les micro-organismes sont vraisemblablement déjà présents et fonctionnels dans AW(1) avant digestion puisqu'une consommation en oxygène est immédiatement mesurée au démarrage du test respirométrique.

La digestion mène globalement à une augmentation de la cinétique initiale de consommation en oxygène kO_2 . Ceci pourrait être dû au fait que la matière organique résiduelle après digestion résulte d'une hydrolyse préalable dans le digesteur et est donc directement accessible aux micro-organismes. La présence d'une flore microbienne déjà adaptée au substrat car ayant dégradé la matière organique en anaérobie, pourrait également être responsable de cette cinétique de biodégradation rapide au démarrage du test respirométrique. Une corrélation entre la pente de la courbe de consommation en oxygène kO_2 et la teneur en carbone soluble C_{sol} a été recherchée pour les digestats afin de relier la cinétique immédiate de biodégradation aérobie à un paramètre de caractérisation chimique (Figure 9). Le digestat WWTS₂ n'a pas été pris en compte dans la corrélation étant données les incertitudes expérimentales sur son activité respirométrique. Le fait de retirer le digestat WWTS₂ de la corrélation a permis d'augmenter le coefficient de régression linéaire de 70 à plus de 85%.

Cette corrélation montre que le C_{sol} est un bon indicateur du potentiel de redémarrage de la biodégradation dans le cas des digestats. Ces résultats sont très importants puisqu'ils constituent une tentative réussie de corrélation entre des paramètres chimiques et biologiques pour estimer la stabilité de produits organiques. Néanmoins cette corrélation devra être étudiée sur d'autres substrats organiques issus de différentes sources. La même corrélation entre C_{sol} et kO_2 a été examinée pour les substrats avant digestion. Aucune corrélation n'a pu être trouvée car malgré des teneurs en C_{sol} comparables, la réactivité biologique des déchets frais est très différente suivant le gisement. Ce résultat confirme que les composés biodégradables ne sont pas de même nature avant et après digestion.

La caractérisation des gisements a montré que la détermination des paramètres physico-chimiques après un fractionnement aqueux permet de ne pas sous-estimer les teneurs en DCO, CT et NT en évitant la perte de composés volatils lors du séchage préalable au broyage. La variabilité des gisements est importante avant digestion, notamment sur la teneur en NT des déchets frais. Cependant, leur potentiel biodégradable maximal mesuré par respirométrie est comparable sur tous les gisements. Après digestion, la réactivité biologique totale diminue de 75%. La cinétique initiale de consommation en oxygène est par contre importante plus importante pour les déchets digérés, grâce à une flore microbienne déjà adaptée ou à la présence de matière organique hydrolysée lors de la digestion anaérobie.

III. Utilisation agricole directe des digestats

La qualité de la matière organique est un facteur déterminant dans l'usage potentiel des résidus de digestion anaérobie au sol. Les propriétés amendantes, fertilisantes et l'innocuité des digestats étudiés ont été évaluées à partir de la composition des digestats présentée dans le Tableau 23. La caractérisation physico-chimique complète des huit digestats est donnée en Annexe 3 (page 279).

III.1. Propriétés amendantes

Les digestats WWTS₁, WWTS₂, FPW, AW(1) et MS-OFMSW₁(1) présentent des teneurs en MS de l'ordre de 20% et sont donc a priori trop pâteux et humides pour être utilisés directement. Une humidité importante génère en effet des coûts de transport supplémentaires et/ou des difficultés de stockage, de manipulation et de distribution du produit. Un épandage local de ces digestats pourrait par contre être envisagé. Les digestats SS-OFMSW₁, SS-OFMSW₂(1) et MS-OFMSW₂ ayant subi un pressage après digestion présentent des teneurs en MS plus importantes de l'ordre de 40%.

Les amendements organiques doivent apporter une fraction significative de matière organique non synthétique aux sols sur lesquels ils sont utilisés. Seul le digestat SS-OFMSW₂ présente une teneur en MO supérieure à 20% de matière brute, seuil généralement utilisé pour certifier des composts [75]. Les teneurs faibles en MO, exprimée en pourcentage de matière brute, sont corrélées à l'humidité importante des digestats. Quand la MO des digestats étudiés est exprimée en pourcentage de MS, elle est comparable aux teneurs relevées dans la littérature sur des digestats de différente nature [121]. Les digestats SS-OFMSW₁ et MS-OFMSW₂ présentent les teneurs en MO les plus faibles avec moins de 40% de la MS. Les digestats de boues WWTS₁ et WWTS₂ présentent des teneurs en MO modérées de 57 et 60% comparables aux boues primaires caractérisées par Gomez *et al.* [30]. Les digestats issus de gisements agro-alimentaires et agricoles, FPW et AW(1), montrent les teneurs en MO les plus importantes du panel de digestats entre 70 et 75% de la MS.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW (1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂
MS	%MB	20.9	18.9	20.3	24.0	42.5	45.7	20.2	42.4
MO	%MS	56.7	59.9	75.4	68.8	38.6	74.1	55.8	32.4
	%MB	11.9	11.3	15.3	16.5	16.4	33.9	11.3	13.7
CELL/LIGN	-	0.22	0.32	0.94	1.71	0.86	1.46	0.61	0.75
CEC	meq/100g	30.6	53.4	22.9	22.6	22.6	20.3	20.5	16.6
NTK	g/kgMS	45	62	41	49	30	31	42	21
AH- <i>l</i> /AF- <i>l</i>	-	0.3	0.4	1.2	0.6	0.5	1.1	0.3	0.1
NH ₄ ⁺	%NTK	17	-	21	12	13	12	37	25
NT	%MB	1.1	1.3	0.8	1.2	1.7	1.7	0.9	1.1
NT	%MS	4.8	6.7	4.1	5.0	4.0	3.7	4.3	2.5
K ₂ O	%MB	0.2	0.0	0.1	1.1	0.3	0.5	0.3	0.3
K ₂ O	%MS	0.1	0.2	0.3	4.6	0.6	1.0	1.5	0.6
P _{tot}	%MB	0.6	0.7	0.3	0.2	0.1	0.4	0.2	0.1
P _{tot}	%MS	2.8	3.5	1.4	0.8	0.2	0.9	0.4	0.1
OUR _{max}	mgO ₂ /h/kgMO	1964	3216	1129	6187	2819	3774	1772	3398
O ₂ ^{4jours}	mgO ₂ /gMS	34	86	42	113	45	72	39	38
C/N	-	6.9	5.6	9.1	8.4	12.3	11.5	8.8	12.1
C _{sol}	mg/L	231	149	174	915	398	1482	669	981
NH ₄ ⁺	mg/gMS	7.7	n.d	8.6	5.9	4.0	3.8	15.4	5.3
IG _{ray-grass}	%	47	60	78	5	102	2	34	33
IG _{cresson}	%	77	99	61	0	95	12	42	33
OM/N _{orga}	-	15.4	9.6	23.6	16.0	14.9	27.8	20.7	21.0

Tableau 23 : évaluation de l'usage agricole directe des digestats

Le fractionnement biochimique de la matière organique donne des informations sur la structure de la matière organique apportée au sol. Les composés quantifiés dans la fraction dite soluble constituent a priori une fraction facilement biodégradable de la matière organique. Ces composés solubilisés qui ne nécessitent pas d'hydrolyse devraient en effet pouvoir être consommés directement par les micro-organismes lors de la biodégradation. Au vu des résultats de quantification donnés en Annexe 1, les digestats WWTS₁ et WWTS₂ devraient présenter des fractions facilement biodégradables plus importantes que les autres digestats étudiés. Le fractionnement biochimique est cependant peu comparable pour les digestats de même nature (boues de STEP, agricole/agro-alimentaire, biodéchets et OMR) puisque les écarts entre ces digestats deux à deux peuvent atteindre 30%. Il est difficile d'interpréter les résultats du fractionnement biochimique qui sont basés sur une seule mesure par échantillon et qui de plus sont déterminés via un protocole ne permettant pas la quantification de composés purs mais seulement de groupes de composés solubles dans les mêmes conditions.

Le ratio CELL/LIGN est utilisé dans la littérature pour distinguer les déchets traités des déchets frais. Komilis et Ham estiment ainsi qu'un produit organique peut être considéré comme mature quand le ratio CELL/LIGN est inférieur à 0.5, valeur observée à la fin du compostage de déchets organiques biodégradables [51]. Les digestats de boues de STEP présentent des valeurs de CELL/LIGN inférieures à la valeur seuil et peuvent donc être considérés comme matures selon ce critère. Les digestats issus de déchets d'origine urbaine et agro-alimentaire présentent des ratios supérieurs au seuil de 0.5 et devraient donc être considérés comme non stabilisés. Cependant, il est fait état d'une faible corrélation entre les fractions biochimiques et la biodégradabilité (mesurée par potentiel méthanogène) de différents déchets organiques ce qui amoindrit l'intérêt de les utiliser comme indicateur de stabilisation de la matière organique et donc de qualité des résidus organiques [47]. Pour les digestats étudiés, la corrélation entre le ratio CELL/LIGN et le degré de stabilisation biologique estimé par la consommation d'oxygène à 4 jours ($R^2 = 0.35$, corrélation non illustrée) tend à confirmer que le ratio CELL/LIGN ne permet pas d'estimer la stabilité biologique d'un produit organique.

La CEC est la quantité de cations échangeables qu'un substrat peut adsorber par unité de masse. Elle peut s'apparenter à un potentiel « libérable » de cations. Une faible valeur de CEC indique un faible pouvoir d'absorption du substrat et donc une plus forte lixiviation potentielle des cations une fois le substrat incorporé au sol. La CEC est également utilisée comme indicateur de maturité et une valeur de 60meq/100g a été proposée pour définir un état biologique caractérisé par l'humification de la matière organique [59]. Tous les digestats étudiés montrent des valeurs de CEC comparables excepté le digestat WWTS₂. La valeur plus importante pour WWTS₂ pourrait indiquer un degré de stabilisation plus important puisque la

CEC augmente pendant la biodégradation [122]. Tous les digestats caractérisés présentent néanmoins des valeurs de CEC inférieures au seuil proposé pour définir la maturité et sont donc non matures selon ce critère.

Enfin, le fractionnement humique est également utilisé pour caractériser le degré de décomposition de la matière organique et donc potentiellement la maturité d'un amendement ou compost. Tous les digestats caractérisés présentent un rapport AH-*l*/AF-*l* inférieur au seuil minimal de 1.9 proposé pour définir la maturité, confirmant les observations faites sur la CEC. Néanmoins le protocole de fractionnement biochimique utilisé ne permettant pas de quantifier exactement les acides humiques et fulviques mais seulement les composés solubles dans les mêmes conditions, l'utilisation de ce rapport reste discutable.

III.2. Propriétés fertilisantes

L'équilibre entre formes organiques et minérales du carbone et de l'azote est un critère essentiel pour statuer sur l'utilisation agricole normée d'un produit organique [121]. Des produits riches en carbone minéralisable et en azote minéral solubilisé seront plutôt utilisés comme engrais que comme amendements organiques. Les digestats d'origine urbaine sont assez peu concentrés en azote. Cette faible teneur peut s'expliquer par le pressage effectué après digestion qui concentre le NTK dans la phase liquide. Les digestats étudiés présentent des teneurs en NTK comprises entre 20 et 60g/kgMS, inférieures aux références de la littérature [28, 29, 41]. Les digestats étudiés ici apparaissent aussi moins concentrés en NH_4^+ puisque l'azote ammoniacal représente seulement 17% en moyenne du NTK. L'azote ammoniacal est même en dessous du seuil de détection pour WWTS₂. La prédominance des formes organiques pour ces digestats pourrait diminuer leur potentiel de valorisation en tant qu'engrais.

Ces faibles teneurs en azote total sont inférieures au seuil minimum d'azote qui est de 3% de la MB pour normaliser un produit en tant qu'engrais selon la législation française [34]. Les deux autres nutriments principaux que sont le phosphore et le potassium, présentent également des valeurs inférieures aux spécifications françaises pour un engrais. En Allemagne, les engrais doivent présenter des teneurs minimales en N, P et K de 0.5%MS, 0.3%MS et 0.5%MS respectivement [35]. La totalité des digestats étudiés respectent ces spécifications sur la teneur en azote, mais seuls les digestats AW(1) et SS-OFMSW₂(1) sont assez concentrés en phosphore et potassium pour être normalisés comme produit organique fertilisant en Allemagne.

La teneur en divers minéraux peut également influencer l'usage agronomique du digestat : un substrat riche en minéraux ayant potentiellement un effet fertilisant important. Les digestats caractérisés dans cette étude montrent des teneurs en

éléments fertilisants échangeables très diverses suivant les gisements (Annexe 1) probablement en relation avec la nature initiale diverse des déchets traités. On note une teneur en potassium particulièrement élevée pour le digestat AW probablement en raison de la présence de déchets de tontes dans le gisement. Les digestats issus de méthanisation en voie sèche sont globalement plus riches en minéraux que les digestats issus de process en voie liquide.

III.3. Innocuité

Les tests biologiques sont les indicateurs de biodégradabilité, et donc de stabilité, les plus pertinents puisqu'ils mesurent la respiration des micro-organismes lors de la consommation de la matière organique. Des seuils de stabilité ont été proposés pour différents indices respiratoires aérobies [121]. Tous les digestats caractérisés présentent un OUR_{max} supérieur au seuil de $1000 \text{ mgO}_2/\text{h}/\text{kgMO}$ proposé comme seuil maximal de stabilité pour le DRI [70, 72]. Afin de comparer les mesures respirométriques effectuées dans cette étude à la valeur limite établie pour l'indice respiratoire AT_4 , la consommation en oxygène cumulée sur les 4 premiers jours du test respirométrique a été calculée. Tous les digestats montrent toujours un $O_2^{4\text{jours}}$ plus de 6 fois supérieur au seuil limite d' AT_4 défini dans la littérature à $5\text{mgO}_2/\text{gMS}$ [68, 69] confirmant que ces digestats ne sont pas stabilisés biologiquement.

Au regard du seul critère de C/N les digestats étudiés peuvent être considérés comme stables puisqu'ils présentent des C/N inférieurs au seuil maximal de stabilité de 20. Néanmoins, l'activité respirométrique non négligeable des digestats a montré que ces résidus ne sont pas stabilisés d'un point de vue biologique. Le C/N est donc un indicateur insuffisant pour juger précisément de la stabilité d'un produit organique. Les digestats WWTS montrent les valeurs de C/N les plus faibles du panel de digestats en raison de leur teneur importante en azote. Cette forte concentration en azote pourrait s'avérer nocive lors de l'usage au sol puisque l'apport de composés azotés en trop grande quantité peut mener à des problèmes de phyto-toxicité [64]. Une teneur importante en azote peut aussi amener à la volatilisation de composés azotés lors de l'utilisation au sol avec des émissions d'ammoniac par exemple. Ainsi, les digestats WWTS₁ et WWTS₂ devront probablement faire l'objet d'un post-traitement permettant la réorganisation ou l'élimination de l'azote avant un usage au sol.

La teneur en carbone soluble C_{sol} , indicateur d'un potentiel de démarrage de la biodégradation, présente une grande variabilité suivant le digestat considéré. Les digestats WWTS₁, WWTS₂ et FPW issus de process en voie liquide montrent des C_{sol} approximativement 5 fois moindres que ceux des digestats AW(1), SS-OFMSW et MS-OFMSW. La digestion en phase liquide est un procédé homogène grâce à une bonne agrégation du consortium microbien sur le substrat à dégrader. La digestion en voie sèche pourrait par contre mener à une biodégradation moins homogène voire

incomplète dans certaines zones du digesteur en raison d'une taille de particules plus importante [123]. Les digestats issus de process en voie sèche pourraient donc contenir une quantité plus importante de composés solubilisés lors de la digestion mais n'ayant pas été totalement dégradés. Les teneurs en C_{sol} plus faibles pour les digestats WWTS₁ et WWTS₂ tendent à confirmer le degré plus avancé de biodégradation pour ces substrats comme observé pour la CEC. Le digestat FPW présente également un C_{sol} faible en relation avec sa moindre réactivité biologique (O_2^{4jours} modéré). Les autres digestats montrent des teneurs en carbone soluble supérieures au seuil limite de stabilité de 250mg/L relevé dans la littérature [69].

Une teneur élevée en ions ammonium peut induire de potentiels effets phytotoxiques lors de l'utilisation du sous-produit organique. De plus, une concentration limitée en NH_4^+ permet de minimiser les émissions potentielles d'ammoniac. La teneur en NH_4^+ de WWTS₂ est en dessous du seuil de détection, probablement en raison d'un problème d'échantillonnage du digestat. Comme discuté dans le chapitre 2, la caractérisation des gisements est basée sur un unique prélèvement. Dans le cas de WWTS₂ la représentativité du gisement n'est probablement pas assurée et l'analyse de NH_4^+ pas fiable. Les autres digestats présentent des teneurs en ammonium comprises entre 4 et 15mg/gMS environ. Les teneurs en NH_4^+ des digestats étudiés sont plus de 10 fois supérieures au seuil proposé de phyto-toxicité potentielle à 0.4mg/gMS [67]. De la même façon, les digestats étudiés ici sont tous considérés comme immatures suivant les critères du CCQC [39]. Selon les doses et la période d'épandage ainsi que selon la nature des plantes considérées, ces produits riches en ammonium pourraient donc induire des risques de phyto-toxicité lors d'une utilisation agricole.

Les graines de cresson apparaissent globalement moins sensibles aux composés phyto-toxiques que le ray-grass. Seul le digestat SS-OFMSW₁ est non phyto-toxique pour les deux plantes testées. Les digestats WWTS₁, WWTS₂ et FPW sont moins phyto-toxiques que les digestats AW(1), SS-OFMSW₂(1), MS-OFMSW₁(1) et MS-OFMSW₂. Les extraits aqueux des digestats issus de process en voie sèche étant majoritairement plus concentrés en composés organiques (teneurs en C_{sol} en Annexe 1) cela pourrait expliquer leur plus grande phyto-toxicité. L'IG apparaît corrélé à la teneur en carbone et azote total de la fraction aqueuse des digestats avec un coefficient de régression linéaire entre IG et ($C_{sol} + N_{sol}$) de 70% environ (Figure 10). Lors de la digestion en voie liquide l'effet de dilution dans le digesteur pourrait expliquer la charge moins importante des extraits aqueux et donc probablement une phyto-toxicité moins importante. D'autre part, la centrifugation subie par les effluents en sortie de digestion liquide permet aussi probablement d'éliminer une partie des composés potentiellement phyto-toxiques solubilisés dans le centrat. Néanmoins la seule distinction entre digestion solide et liquide n'explique pas toutes les différences entre les IG. La nature du déchet traité ainsi que la conduite du

process en voie sèche influence également la phyto-toxicité potentielle puisque l'extrait aqueux du digestat SS-OFMSW₁ issu d'un process de digestion solide présente la charge organique soluble la moins importante et les IG maximum. Ainsi sur le critère de germination, seul le digestat SS-OFMSW₁ pourrait être considéré comme très mature suivant les recommandations du CCQC [39].

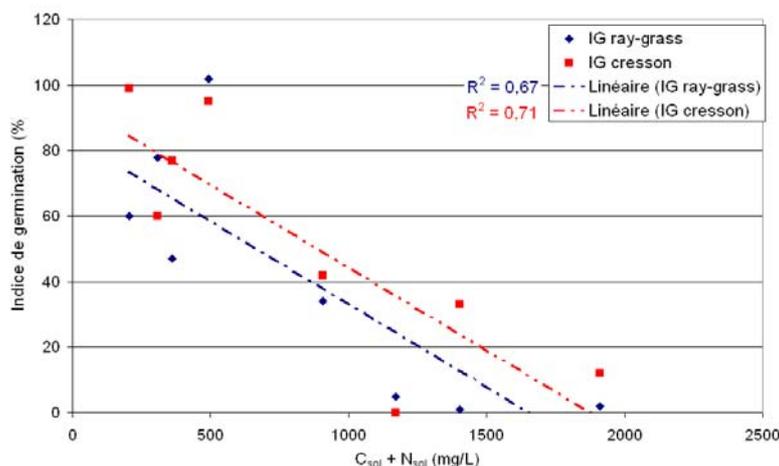


Figure 10 : corrélation entre les indices de germination et les teneurs en carbone et azote de la phase soluble pour les digestats

Les IG déterminés ont été comparés aux autres indices de qualité agronomique évaluant la phyto-toxicité (teneur en NH_4^+) ou la maturité (C/N, rapport CELL/LIGN). Aucune corrélation n'a pu être trouvée entre les valeurs d'IG et les autres indices utilisés. Ceci illustre la difficulté de corrélérer la qualité agronomique d'un produit à des paramètres chimiques ou biochimiques. Certains digestats apparaissent ainsi non phyto-toxiques pour les graines testées alors qu'ils montrent des teneurs en NH_4^+ bien supérieures au seuil de phyto-toxicité proposé dans la littérature. Par conséquent, seuls des essais aux champs permettraient de garantir l'utilisation sans risque pour les plantes et cultures de ces digestats en tant qu'amendement organique. Outre l'absence de phyto-toxicité, des essais aux champs offriraient également la possibilité de mesurer l'effet réellement bénéfique (amendement, fertilisant) de ces substrats organiques sur le rendement de croissance des cultures.

III.4. Positionnement vis-à-vis des réglementations actuelles

III.4.1. Normes françaises

Les digestats issus de process en voie liquide et le digestat AW(1) présentent des teneurs en MS insuffisantes pour être normalisés selon la NFU 44-051. Seul le digestat SS-OFMSW₂(1) montre une teneur en MO suffisante pour remplir les critères de la norme amendement organique [16]. Un post-traitement augmentant la siccité de ces digestats (centrifugation, séchage, pressage) devrait permettre de remplir ces conditions et de normaliser ces sous-produits. Le ratio $\text{MO}/\text{N}_{\text{orga}}$ constitue également

un critère de normalisation pour les matières fertilisantes issues du traitement des eaux avec un seuil maximum de 40 [17]. Ce ratio est indicatif de la fraction azotée de la matière organique et une valeur élevée implique a priori une part organique azotée faible et donc un effet agronomique en tant qu'amendement limité. Les digestats WWTS respectent ce critère et semblent donc contenir une fraction d'azote organique suffisante pour être considérés comme amendements. La mesure du NTK, des nitrates et nitrites a permis de déterminer que les teneurs en azote organique des digestats étaient 3 fois plus élevées que leurs teneurs en azote minéral confirmant l'apport d'azote organique lors de l'utilisation de ces digestats.

Les concentrations en NT, P_{tot} et K_2O sont également des paramètres rentrant en compte dans la normalisation des amendements organiques. Les digestats étudiés remplissent les conditions de normalisation amendement organique puisque ces teneurs sont inférieures aux seuils maximum (voir Tableau 2). Par conséquent, ces teneurs sont également inférieures aux seuils minimum requis pour normaliser un engrais suivant la réglementation française [34].

Certains agents pathogènes ont été recherchés dans les échantillons WWTS₁(1), WWTS₂, FPW et AW (résultats donnés en Annexe 1). Le digestat WWTS₂ présente des teneurs en agents pathogènes bien supérieures à celles des autres digestats. Ces données peuvent être comparées aux valeurs limites données de la NF U44-095 pour les digestats WWTS₁ et WWTS₂, et à celles de la NF U44-051 pour les digestats FPW et AW(1). Au regard des agents pathogènes recherchés, le digestat WWTS₁(1) satisfait à certains critères de la NFU 44-095 pour un usage sur toutes cultures (y compris maraîchères) excepté pour la teneur en *Cl. perfringens* qui dépasse la valeur limite de 10²/gMB. Le digestat WWTS₂ ne remplit les critères microbiologiques que sur la teneur en *E. coli* inférieure au seuil de 10⁴/gMB pour les cultures (sauf maraîchères) et sur la teneur en streptocoques fécaux inférieurs au seuil de 10⁵/gMB. La recherche de Salmonelle dans ce digestat a également montré la présence de Salmonella Lexington dans 25g d'échantillon. Les seules valeurs limites en agents pathogènes dans la NFU 44-051 concernent les œufs d'helminthes viables et les Salmonelles qui doivent être absentes dans 1 ou 25g suivant l'usage envisagé (voir Tableau 13). Les digestats FPW et AW(1) montrent une absence de Salmonelle dans 25g et satisfont donc à ce critère pour un usage sur toutes cultures y compris maraîchères.

Suivant la normalisation française actuelle, et si on admet la méthanisation comme traitement biologique des déchets au même titre que le compostage caractérisé, les digestats étudiés ici ne pourraient donc pas être normalisés et commercialisés, que ce soit en tant qu'amendement organique en raison d'une humidité trop importante et de faibles teneurs en MO, ou en tant qu'engrais dû à une faible teneur en éléments fertilisants. Un post-traitement adapté tel qu'un séchage, pressage, voire un compostage, pourrait permettre de respecter certains critères des normes. Pour les

digestats WWTS₁ et WWTS₂ la présence d'agents pathogènes à des seuils supérieurs aux valeurs limites montre également la nécessité d'une hygiénisation plus poussée de ces digestats.

III.4.2. Standards européens

Selon les standards allemands sur la qualité minimale des biodéchets digérés (RAL GZ245), les digestats doivent remplir différents critères basés sur des considérations d'hygiénisation, de teneurs en métaux lourds ainsi qu'en MO [36]. Tous les digestats étudiés présentent une teneur en MO supérieure au seuil de 30% de MS spécifié dans le RAL GZ245. Sous réserve du respect des autres critères d'hygiénisation et d'innocuité, l'usage agricole des digestats étudiés pourrait être validé.

Des spécifications concernant les digestats issus de déchets biodégradables collectés à la source ont récemment été publiées par le Waste & Resources Action Program britannique [38]. Le document PAS 110 établit des seuils minimum de qualité pour ces digestats qui pourraient être utilisés en tant que fertilisant ou amendement (voir Tableau 5). La teneur en AGV est utilisée dans ce texte comme critère de stabilité. Parmi les digestats étudiés, seuls AW(1), SS-OFMSW₂(1) et MS-OFMSW₂ montrent des teneurs détectables en AGV. L'acétate est le composé prédominant et a été détecté en concentration maximale d'environ 6 mgDCO/gMO, bien inférieure au seuil spécifié par le PAS 110. Les valeurs limites en agents pathogènes sont définies à 10³ CFU/gMB pour *E. coli* et une absence de Salmonelle dans 25gMB. Sur les quatre digestats caractérisés en ce qui concerne les pathogènes, seul WWTS₂ ne remplit pas les critères définis par le PAS 110. Basé sur ces seules caractéristiques, les digestats étudiés (excepté WWTS₂) pourraient être certifiés, à condition de répondre aux autres exigences sanitaires du PAS 110.

IV. Traitabilité aérobie des digestats

Le second objectif de cette caractérisation est d'évaluer la traitabilité aérobie des digestats. Pour ce faire, la biodégradabilité résiduelle a d'abord été estimée par des paramètres chimiques qui illustrent le potentiel biodégradable, et par des paramètres biologiques qui évaluent les cinétiques de biodégradation. Les résultats respirométriques ont ensuite été utilisés pour tenter de prédire le comportement en compostage des digestats étudiés. Leur montée en température potentielle lors du compostage, les besoins en aération ainsi que le temps minimum de stabilisation en pilote de compostage ont ainsi été calculés. Ces premières estimations donnent des informations préliminaires sur le comportement en compostage de ces digestats et devront être complétées par des essais de compostage en laboratoire, puis en grandeur réelle, afin d'assurer une gestion optimisée du post-traitement de ces résidus de digestion. Le Tableau 24 récapitule les paramètres commentés dans ce paragraphe.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW (1)	SS- OFMSW ₁	SS- OFMS W ₂ (1)	MS- OFMS W ₁ (1)	MS- OFMS W ₂
C/N	-	6.9	5.6	9.1	8.4	12.3	11.5	8.8	12.1
O ₂ /DCO	%	10.6	18.7	10.6	14.2	5.3	5.8	6.1	10.1
kO ₂	-	2.5	7.5	2.6	8.1	7.0	18.2	5.7	7.8
C _{sol}	mg/L	231	149	174	915	398	1482	669	981
ΔT _{max}	°C	16.3	18.7	17.6	16.5	18.2	16.1	15.9	17.5
Q _{tot}	m ³ /tMS	331	705	513	587	214	246	310	192
Q _{min}	m ³ /tMS	3.7	6.4	2.8	10.1	3.6	9.3	3.3	3.7
t _{stab}	j	13	18	19	7	10	3	10	8

Tableau 24 : évaluation de la traitabilité aérobie des digestats

IV.1. Biodégradabilité résiduelle

Les digestats étudiés montrent des C/N inférieurs à la valeur de 30 définie comme optimum biologique pour la dégradation de la matière organique par les micro-organismes aérobies. En particulier, les digestats WWTS₁, WWTS₂, FPW, AW(1) et MS-OFMSW₁(1) montrent des valeurs de C/N inférieures à 10 en raison d'une teneur importante en azote. Malgré cette valeur de C/N inférieure à l'optimum biologique de 30, les digestats pourraient être compostables en l'état [79]. De Guardia *et al.* ont par exemple montré le compostage en pilote de 300L de refus de centrifugation de lisier de porc présentant un C/N de 12 et menant à une élévation de la température matière en cours de compostage autour de 68°C [96]. L'ajout de co-substrat carboné permettrait cependant d'améliorer les conditions de biodégradation tout en apportant de la matière organique biodégradable supplémentaire.

Le ratio O₂/DCO permet d'estimer la fraction de matière organique biodégradable contenue dans un substrat. Avant digestion celle-ci est de 76% pour des déchets

municipaux solides, 50% environ pour des déchets agro-alimentaires ou agricoles et entre 30 et 15% pour des boues de STEP (données internes Cemagref). Les travaux de Berthe ont également montré que durant la phase active du compostage le rapport O_2/DCO de boues de STEP diminuait de 15 à 7% [124]. Les digestats contiennent entre 5 et 19% de matière organique biodégradable. Bien qu'ils aient déjà subi une première étape de biodégradation lors de la digestion anaérobie, ils présentent donc encore une réactivité biologique non négligeable. Les digestats WWTS, FPW, AW(1) et MS-OFMSW₂ présentent des rapports O_2/DCO comparables à des déchets organiques non digérés modérément biodégradables. Ils devraient donc subir un compostage caractérisé afin de dégrader toute leur matière biodégradable résiduelle. Les digestats SS-OFMSW₁(1), SS-OFMSW₂ et MS-OFMSW₁(1) présentent des fractions de MO biodégradable plus faibles et comparables à des déchets organiques ayant subi une phase active de compostage. Le post-traitement de ces résidus de digestion pourra donc probablement consister en une simple maturation aérobie permettant de stabiliser et humifier la matière organique résiduelle.

IV.2. Prédiction du comportement en compostage

Pour le calcul des paramètres de compostage présentés dans le Tableau 24, l'hypothèse a été faite que les digestats étudiés pouvaient être compostés dans des pilotes de compostage en mélange avec un structurant. Les estimations ont été faites pour des mélanges théoriques de digestats avec du broyat de palettes sur la base d'un ratio volumique de 1 :3 pour les digestats WWTS et FPW et de 1 :1 pour les autres digestats. Une précédente étude montrant que la consommation en oxygène de palettes broyées et humidifiées mesurée en cellule respirométrique est nulle, les palettes sont considérées comme un agent structurant neutre. Les estimations d'élévation de température matière ΔT_{max} ont été calculées suivant la corrélation établie par de Guardia *et al.* [96].

De Guardia *et al.* enregistrent des élévations de températures comprises entre 10 et 50°C pour différents déchets frais. Les digestats montrent une élévation de température maximale (ΔT_{max}) de 17°C environ. Celle-ci est plus élevée que celle expérimentalement observée pour des algues vertes en compostage, et comparable à celles de déchets de cuisine. L'élévation de température prédite est cependant limitée. Elle pourrait influencer le compostage du digestat et l'hygiénisation et/ou le séchage atteints lors d'un compostage caractérisé défini par une montée en température et un auto-échauffement de la matière en compostage conséquents.

L'assurance d'atteindre des températures suffisantes en compostage est primordiale pour les digestats qui sont contaminés par des pathogènes puisque l'élévation de température lors du compostage doit permettre l'élimination des pathogènes et donc l'hygiénisation des digestats. Comme il a été discuté précédemment, la plupart des digestats étudiés nécessitent également un séchage avant d'envisager un usage

agricole normé. Le dégagement de chaleur produit lors de la biodégradation aérobie pourra permettre d'évaporer l'eau en excès dans les digestats et par la même occasion éviter un autre post-traitement destiné à les sécher. L'ajout de co-substrat biodégradable aux digestats devrait permettre de fournir un potentiel de MO biodégradable suffisant pour assurer un compostage caractérisé. Le temps de séjour en digestion pourrait également être réduit afin d'augmenter la fraction organique biodégradable contenue dans les digestats.

Il faut noter que le paramètre ΔT_{\max} a été estimé par une corrélation reliant la consommation totale en oxygène estimée par mesure respirométrique (en conditions optimales de température et d'humidité) et l'élévation de température matière observée en pilote de compostage de laboratoire de 300L. Ces estimations seront vérifiées dans la deuxième partie de cette thèse lors d'essai de compostage en pilotes des digestats. Le paramètre ΔT_{\max} est influencé par la quantité relativement faible de déchets introduite dans un pilote de 300L dans lequel la capacité d'auto-échauffement est certainement plus faible qu'en casier industriel de compostage. Par conséquent, les ΔT_{\max} obtenus en pilotes de compostage seront certainement inférieurs à ceux observés sur les mêmes substrats en conditions industrielles. Seuls des essais de compostage de digestats en casier industriel permettront de confirmer les estimations faites sur l'élévation de température.

Druilhe *et al.* ont déterminé les besoins en aération de différents déchets organiques tels que déchets verts, boues de STEP, marcs de raisins ou encore déchets municipaux [105]. Les besoins totaux en aération de ces déchets sont compris entre 700 et 2500 m³/tMS selon la nature du déchet alors que le taux d'aération minimum pour assurer des conditions de biodégradation aérobie non limitantes est compris entre 6 et 20 m³/h/tMS. Les besoins totaux en aération des digestats caractérisés sont compris entre presque 200 et 700 m³/tMS. WWTS₂, FPW et AW(1) qui montraient une biodégradabilité résiduelle plus importante montrent logiquement des besoins en aération plus importants. Le calcul des taux d'aération minimum montre que les digestats nécessitent entre 3 et 10 m³/h/tMS approximativement. Ces valeurs confirment que, malgré la digestion, les résidus présentent a priori une compostabilité comparable à certains déchets organiques frais modérément biodégradables. Ces estimations tendent à montrer que les digestats nécessitent un post-traitement aérobie avec aération forcée pour assurer la biodégradation optimale de leur matière organique biodégradable résiduelle. Comme pour les ΔT_{\max} estimés, il faut noter que ces valeurs sont probablement sous-estimées. L'aération devant également participer à l'évaporation de l'eau et/ou aux transferts de chaleur lors du compostage, les besoins réels seront certainement plus importants que ces estimations théoriques basées uniquement sur la consommation d'oxygène nécessaire à la biodégradation de la matière organique.

Afin d'évaluer la durée minimale de compostage des digestats, le potentiel résiduel biodégradable (PRB) a été calculé et son évolution commentée (Figure 11). La diminution du PRB illustre la stabilisation de la matière organique au cours de la mesure respirométrique. Les PRB initiaux sont différents suivant la nature du digestat. WWTS₂ présente le PRB initial le plus élevé en accord avec une fraction résiduelle biodégradable plus importante. Deux groupes principaux peuvent être définis suivant leur cinétique de dégradation de la MO : WWTS₂, AW(1) et SS-OFMSW₂(1) montrent une évolution du PRB parallèle au cours du temps avec une cinétique de décroissance (pente de la courbe) plus importante que les autres digestats.

Les digestats présentent également des temps de stabilisation différents. WWTS₂ et FPW nécessiteraient en théorie presque 20 jours de compostage avant d'atteindre le niveau de stabilisation tandis que les autres digestats seraient stabilisés plus rapidement en moins de 10 jours. Ces temps de stabilisation prédits ont été comparés à ceux de déchets organiques frais. Les digestats étudiés montrent des t_{stab} similaires à ceux de boues urbaines mais inférieurs à ceux de déchets verts ou de déchets municipaux dont le temps de stabilisation est estimé à environ 30 jours [105]. La prédiction du t_{stab} tend à montrer que si un post-traitement par compostage des digestats s'avère parfois nécessaire, celui-ci sera logiquement plus court qu'un compostage de déchets frais. Cependant si on ajoute un co-substrat carboné au digestat afin d'augmenter son potentiel biodégradable et d'assurer son compostage caractérisé, le temps de stabilisation sera également augmenté.

Encore une fois les valeurs de t_{stab} commentées ici sont seulement des estimations et les digestats nécessiteront des temps de stabilisation probablement différents à l'échelle industrielle en fonction des conditions de compostage telles que la température ou l'aération.

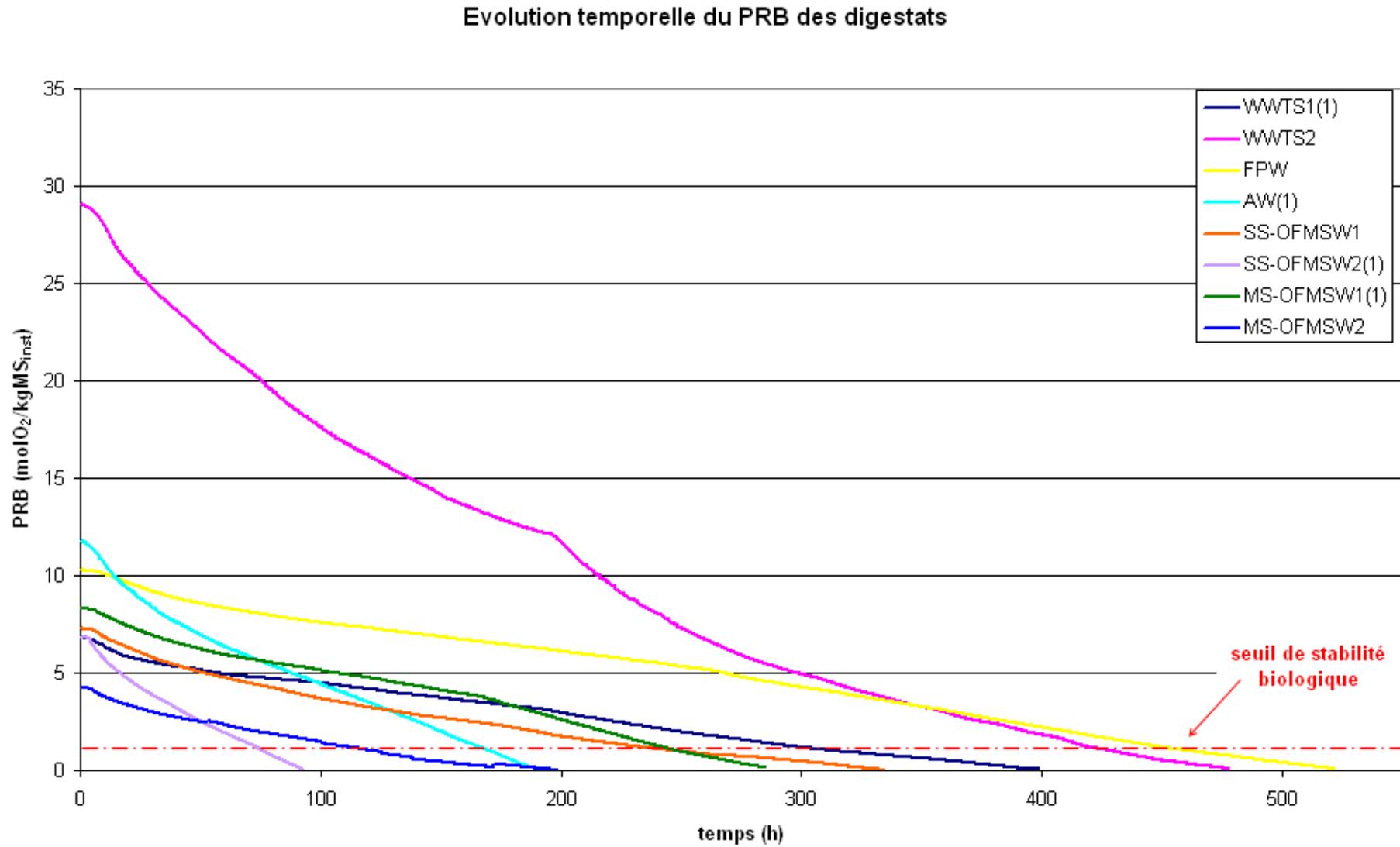


Figure 11 : évolution temporelle du PRB des digestats

V. Conclusions

La caractérisation des digestats a montré que la composition de la matière organique contenue dans ces substrats ne permettait pas la normalisation de leur usage agricole direct en tant qu'amendement organique ou en tant qu'engrais. En particulier, les digestats sont trop humides pour être manipulables et transportables facilement et ne peuvent être comparés à des composts matures. De plus, certains digestats étudiés apparaissent phyto-toxiques et un risque de contamination par des pathogènes est présent. Les digestats doivent donc au minimum faire l'objet d'un post-traitement qui permette d'augmenter leur siccité : séchage, centrifugation ou encore pressage plus poussé.

Il a été démontré que même après une étape de digestion, les résidus de méthanisation présentent une part biodégradable comprise entre 5 et 20% de la matière organique totale. La prédiction de certains paramètres opératoires du compostage a montré que le compostage des digestats pourrait mener à une élévation de température modérée et que les besoins minima en aération pourraient être comparables à ceux de certains déchets organiques frais modérément biodégradables. L'estimation du temps minimal requis pour la stabilisation biologique des digestats a également montré que le post-traitement par compostage de ces digestats serait plus court que le compostage de déchets frais. Ces estimations nécessitent d'être vérifiées en premier lieu par des essais de compostage en pilotes de laboratoire, puis par des essais en grandeur réelle afin d'assurer une optimisation du post-traitement des digestats par compostage à l'échelle industrielle.

Les indicateurs déterminés ont permis d'apporter des données sur la caractérisation des digestats qui restent, pour l'instant, rares dans la littérature. La liste des indicateurs mesurés n'est pas exhaustive. La teneur en métaux lourds ou la présence de contaminants organiques seraient par exemple intéressantes à déterminer afin de comparer l'innocuité des digestats aux critères requis dans les normes sur les matières fertilisantes. Certaines propriétés physiques telles que la porosité et la perméabilité permettraient également d'apporter des informations supplémentaires sur la possibilité d'un traitement aérobic (avec ou sans agent structurant notamment). Une préparation des digestats telle qu'une restructuration physique et éventuellement un ajout de co-substrat biodégradable pourrait en effet s'avérer nécessaire pour assurer le compostage caractérisé des digestats.

La caractérisation des digestats présentée constitue un premier pas dans la connaissance des résidus de méthanisation, et devra être appliquée à un nombre plus important de digestats divers afin de consolider les observations faites.

Chapitre 4
Synthèse des résultats obtenus : typologie des digestats

I. Définition de la typologie

Différents résidus solides de méthanisation ont été caractérisés par des mesures physico-chimiques, biochimiques et biologiques, afin de statuer sur leur possible utilisation agricole directe et d'évaluer leur traitabilité aérobie par compostage. Pour assurer la valorisation matière des résidus de méthanisation avec un statut de produit, ceux-ci doivent respecter des critères réglementant l'usage des matières fertilisantes. Ces critères sont définis dans des normes françaises ou des standards européens et internationaux, afin de normaliser la mise sur le marché de produits fertilisants utilisables sans danger sur les terres agricoles.

La typologie présentée dans ce chapitre classe les huit digestats étudiés dans la première partie de cette thèse selon deux axes : la possibilité de leur retour au sol direct en tant que matière fertilisante (amendement organique ou engrais) et leur capacité à être traité par compostage. Les caractéristiques physico-chimiques, biochimiques et biologiques sont ainsi utilisées pour établir le profil typologique de chacun des digestats étudiés, comme présenté dans le Tableau 25.

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)		≥ 30%	≥ 50%	-
MO (%MB)		≥ 15 à 25%	≥ 20%	-
MO (%MS)		-	≥ 30%	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)		< 3%	< 3%	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)		< 7%	< 7%	> 3%
N _{orga} (%MB)		-	-	> 3%
C/N		> 8	-	-
MO/N _{orga}		-	< 40	-
Salmonella		abs/1 ou 25g	abs/1 ou 25g	-
Listeria monocytogenes		-	abs/1 ou 25g	-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)		-	< 10 ³ à 10 ⁴	-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)		-	< 10 ² à 10 ³	-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)		-	< 10 ⁵	-
Conclusions	respect ou non des critères normatifs			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N		20 - 30	10 - 20	< 10
O ₂ /DCO (%)		> 50%	15 - 50%	< 15%
ΔT _{max} (°C)		> 20	10 - 20	< 10
Q _{tot} (m ³ /kgMS)		> 2	1 - 2	< 1
t _{stab} (j)		> 28	14 - 28	< 14
Conclusions	post-traitement suivant le potentiel biodégradable			

Tableau 25 : modèle de fiche typologique

Cette fiche typologique répertorie les paramètres mesurés sur les huit digestats dans le chapitre 3. La liste des paramètres n'est donc pas exhaustive.

La conformité des caractéristiques aux normes françaises concernant les matières fertilisantes [16, 17, 34] permet en premier lieu de statuer sur la normalisation de l'usage agricole direct des digestats. Les paramètres déterminés permettent de positionner les digestats respectivement à certains critères normatifs sur les matières fertilisantes. Les valeurs de référence des normes NFU 44-051, NFU 44-095 et NFU 42-001 qui pourraient intéresser une future normalisation des digestats sont donc utilisées.

Ensuite, d'autres paramètres physico-chimiques sont utilisés pour caractériser la traitabilité aérobie des digestats. La caractérisation de la biodégradabilité des substrats permet de définir trois groupes définis par des valeurs seuils suivant leur potentiel fortement, modérément ou faiblement biodégradable.

- Les différentes gammes du rapport C/N sont définies en fonction des seuils de maturité définis dans la littérature. En effet, un substrat étant considéré comme stable si son rapport C/N est compris entre 10 et 20, cette gamme est attribuée aux substrats modérément biodégradables. Au-delà de ce seuil de stabilité, les substrats présentent un C/N qui se rapproche de la valeur de 30 (optimum de dégradation biologique) et sont donc considérés comme fortement biodégradables. En dessous de 10, les substrats sont considérés comme faiblement biodégradables.
- Les classes de fractions biodégradables, exprimées par le rapport O_2/DCO , sont définies suivant des données internes collectées sur des substrats de différentes natures décrits précédemment (page 117).
- Les valeurs utilisées pour classer les substrats selon leur potentiel d'échauffement sont celles définies par Brinton [74].
- Le besoin total en aération est une image de la biodégradabilité totale du substrat. Les différentes gammes présentées ici sont établies suivant les classes de biodégradabilité de différents substrats étudiés par Druilhe *et al.* [105].
- Le temps de stabilisation est comparé au temps de traitement habituellement appliqué en conditions industrielles lors du compostage de déchets organiques. Celui-ci étant en règle générale de 4 semaines, les substrats nécessitant un temps de stabilisation supérieur à 4 semaines sont considérés comme fortement biodégradables. En dessous d'un temps de stabilisation inférieur à 2 semaines, les substrats sont considérés comme faiblement biodégradables.

Les substrats fortement biodégradables sont donc définis comme des déchets non traités dont le traitement aérobie mènerait à un compostage caractérisé permettant de stabiliser leur matière organique et de remplir les conditions de normalisation des matières fertilisantes. Les substrats modérément biodégradables sont définis comme

des déchets non traités au potentiel biodégradable inférieur ou ayant subi une première étape de dégradation biologique, et nécessitant un post-traitement par compostage, éventuellement additionnés d'un co-substrat biodégradable afin d'atteindre un compostage caractérisé. Les substrats faiblement biodégradables sont définis comme des déchets déjà traités biologiquement et qui nécessiteraient seulement une phase de maturation afin de satisfaire aux critères normatifs.

II. Fiches typologiques des digestats étudiés

II.1. WWTS₁(1)

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	20.9	✗	✗	-
MO (%MB)	11.9	✗	✗	-
MO (%MS)	56.7	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	1.1 - 0.6 - 0.2	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	1.9	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	0.8	-	-	✗
C/N	6.9	✗	-	-
MO/N _{orga}	15.4	-	✓	-
Salmonella	abs/25g	✓	✓	-
Listeria monocytogenes	abs/25g	-	✓	-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	< 40	-	✓	-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	19x10 ³	-	✗	-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	< 10 ²	-	✓	-
<i>Conclusions</i>	Un séchage du digestat devrait permettre de remplir les critères de la NFU 44-095.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	6.9			✓
O ₂ /DCO (%)	10.6			✓
ΔT _{max} (°C)	16.3		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.3			✓
t _{stab} (j)	13			✓
<i>Conclusions</i>	Un post-traitement par maturation serait suffisant pour stabiliser la matière organique résiduelle.			

Tableau 26 : fiche typologique du digestat WWTS₁(1)

Le non respect du critère *Cl. Perfringens* est basé sur un seul prélèvement effectué sur le site WWTS₁. Un problème ponctuel sur la filière, ou encore la contamination de l'échantillon lors du prélèvement pourraient expliquer la teneur en pathogènes supérieure à la norme. Une nouvelle recherche de pathogènes devrait être effectuée afin de confirmer cette valeur.

Le séchage du digestat est indispensable pour assurer le respect des spécifications de la norme NFU 44-095. Une maturation du digestat pourrait remplir cet objectif de séchage et par la même occasion améliorer les propriétés agronomiques du digestat en permettant la mise en place des processus d'humification.

II.2. WWTS₂

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	18.9	✗	✗	-
MO (%MB)	11.3	✗	✗	-
MO (%MS)	59.9	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	1.3 - 0.7 - 0.0	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	2.0	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	1.2	-	-	✗
C/N	5.6	✗	-	-
MO/N _{orga}	9.6	-	✓	-
Salmonella	prés/25g	✗	✗	-
Listeria monocytogenes	prés/25g	-	✗	-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	4.4x10 ³	-	✓	-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	10 ⁶	-	✗	-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	2.2x10 ³	-	✓	-
<i>Conclusions</i>	Un séchage est nécessaire avant normalisation. L'hygiénisation du digestat doit par ailleurs être vérifiée.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	5.6			✓
O ₂ /DCO (%)	18.7		✓	
ΔT _{max} (°C)	18.7		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.7			✓
t _{stab} (j)	18		✓	
<i>Conclusions</i>	L'ajout d'un co-substrat biodégradable pourrait mener à un compostage caractérisé permettant de sécher et hygiéniser le digestat.			

Tableau 27 : fiche typologique du digestat WWTS₂

La présence de pathogènes dans le digestat WWTS₂ doit être vérifiée sur de nouveaux prélèvements effectués sur site. Le digestat WWTS₂ montre un potentiel biodégradable plus important que le digestat WWTS₁, et pourrait donc subir un compostage caractérisé avec l'ajout de co-substrat. Ce compostage caractérisé pourrait ainsi permettre l'hygiénisation du digestat si sa contamination était confirmée.

II.3. FPW

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	20.3	✗	✗	-
MO (%MB)	15.3	✗	✗	-
MO (%MS)	75.4	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	0.8 - 0.3 - 0.1	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	1.2	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	0.6	-	-	✗
C/N	9.1	✓	-	-
MO/N _{orga}	23.6	-	✓	-
Salmonella	abs/25g	✓	✓	-
Listeria monocytogenes	n.m	-	-	-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	40	-	✓	-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	< 10 ²	-	✓	-
<i>Conclusions</i>	Un séchage du digestat permettrait de le normaliser suivant la NFU 44-051.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	9.1			✓
O ₂ /DCO (%)	10.6			✓
ΔT _{max} (°C)	17.6		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.5			✓
t _{stab} (j)	19		✓	
<i>Conclusions</i>	Le digestat montre un faible potentiel biodégradable. Néanmoins la cinétique de stabilisation de la matière organique résiduelle est importante.			

Tableau 28 : fiche typologique du digestat FPW

Etant donné le faible potentiel biodégradable du digestat FPW, le compostage caractérisé du digestat seul apparaît difficile à mettre en œuvre. Un post-traitement par séchage pourrait suffire à remplir les critères de normalisation de la NFU 44-051. Outre le séchage de la matière, un post-traitement par maturation aérobie permettrait également d'améliorer les propriétés humiques du digestat.

II.4. AW(1)

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	24.0	✗	✗	-
MO (%MB)	16.5	✗	✗	-
MO (%MS)	68.8	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	1.2 - 0.2 - 1.1	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	2.5	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	1.0	-	-	✗
C/N	8.4	✓	-	-
MO/N _{orga}	16.0	-	✓	-
Salmonella	abs/25g	✓	✓	-
Listeria monocytogenes	n.m	-	-	-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	< 40	-	✓	-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	< 4x10 ²	-	✓	-
<i>Conclusions</i>	Un séchage du digestat permettrait de le normaliser suivant la NFU 44-051.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	8.4			✓
O ₂ /DCO (%)	14.2			✓
ΔT _{max} (°C)	16.5		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.6			✓
t _{stab} (j)	7			✓
<i>Conclusions</i>	Une simple étape de maturation suffirait à stabiliser la matière organique résiduelle du digestat.			

Tableau 29 : fiche typologique du digestat AW(1)

Le digestat AW(1) remplit les critères de normalisation sur amendement organique excepté pour la teneur en matière sèche. Un post-traitement permettant de diminuer l'humidité devrait donc suffire à normaliser le digestat suivant la norme NFU 44-051. Le potentiel biodégradable du digestat étant faible, le compostage caractérisé de AW(1) ne s'avère pas envisageable. Une maturation aérobie devrait cependant permettre à la fois de sécher le digestat et d'humifier l'amendement ainsi obtenu.

II.5. SS-OFMSW₁

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	42.5	✓	✗	-
MO (%MB)	16.4	✗	✗	-
MO (%MS)	38.6	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	1.7 - 0.1 - 0.3	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	2.1	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	1.1	-	-	✗
C/N	12.3	✓	-	-
MO/N _{orga}	14.9	-	✓	-
Salmonella	n.m			-
Listeria monocytogenes	n.m	-		-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	n.m	-		-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	n.m	-		-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	n.m	-		-
<i>Conclusions</i>	Un séchage plus poussé devrait permettre de remplir les critères de normalisation amendement organique sous réserve de l'hygiénisation du digestat.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	12.3		✓	
O ₂ /DCO (%)	5.3			✓
ΔT _{max} (°C)	18.2		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.2			✓
t _{stab} (j)	10			✓
<i>Conclusions</i>	Le faible potentiel biodégradable indique que la matière organique est stabilisée.			

Tableau 30 : fiche typologique du digestat SS-OFMSW₁

Seule la teneur en MO exprimée en % de masse brute ne remplit pas le critère de normalisation de la NFU 44-051. Après un séchage plus poussé, ce digestat devrait donc remplir ces critères de normalisation, sous réserve de vérifier le respect des valeurs limites en agents pathogènes. En raison de son faible potentiel biodégradable une simple étape de maturation aérobie peut être envisagée comme post-traitement afin d'améliorer les propriétés humiques du digestat SS-OFMSW₁.

II.6. SS-OFMSW₂(1)

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	45.7	✓	✗	-
MO (%MB)	33.9	✓	✓	-
MO (%MS)	74.1	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	1.7 - 0.4 - 0.5	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	2.6	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	1.2	-	-	✗
C/N	11.5	✓	-	-
MO/N _{orga}	27.8	-	✓	-
Salmonella	n.m	-	-	-
Listeria monocytogenes	n.m	-	-	-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
<i>Conclusions</i>	Sous réserve du respect des valeurs limites en agents pathogènes, le digestat respecte les critères de la NFU 44-051.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	11.5		✓	
O ₂ /DCO (%)	5.8			✓
ΔT _{max} (°C)	16.1		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.2			✓
t _{stab} (j)	3			✓
<i>Conclusions</i>	Une simple maturation peut être envisagée pour ce digestat.			

Tableau 31 : fiche typologique du digestat SS-OFMSW₂(1)

Le digestat SS-OFMSW₂(1) respecte les valeurs limites fixées par la NFU 44-051 sur les paramètres physico-chimiques. Si le digestat respecte également les valeurs limites en pathogènes, alors il sera comparable à un amendement organique normalisé. La biodégradabilité résiduelle du digestat est faible. Un compostage caractérisé du digestat seul n'est ainsi pas envisageable. Une maturation aérobie pourrait par contre permettre l'humification de la matière organique contenue dans le digestat.

II.7. MS-OFMSW₁(1)

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	20.2	✗	✗	-
MO (%MB)	11.3	✗	✗	-
MO (%MS)	55.8	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	0.9 - 0.2 - 0.3	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	1.4	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	0.5	-	-	✗
C/N	8.8	✓	-	-
MO/N _{orga}	20.7	-	✓	-
Salmonella	n.m	-	-	-
Listeria monocytogenes	n.m	-	-	-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	n.m	-	-	-
<i>Conclusions</i>	Le séchage du digestat devrait permettre de le normaliser en tant qu'amendement organique.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	8.8			✓
O ₂ /DCO (%)	6.1			✓
ΔT _{max} (°C)	15.9		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.3			✓
t _{stab} (j)	10			✓
<i>Conclusions</i>	La maturation du digestat sera suffisante pour assurer sa stabilisation.			

Tableau 32 : fiche typologique du digestat MS-OFMSW₁(1)

Après un séchage plus poussé et sous réserve de l'hygiénisation après méthanisation, le digestat MS-OFMSW₁(1) est comparable à un amendement organique normalisé. Le faible potentiel biodégradable du digestat ne permettrait pas de mener à un compostage caractérisé. En l'état, la maturation du digestat pourrait suffire à compléter sa stabilisation et surtout à améliorer ses propriétés humiques.

II.8. MS-OFMSW₂

CONFORMITE AUX NORMES				
Critère	Valeur	NFU 44-051	NFU 44-095	NFU 42-001
MS(%MB)	42.4	✓	✗	-
MO (%MB)	13.7	✗	✗	-
MO (%MS)	32.4	-	✓	-
N ou P ₂ O ₅ ou K ₂ O (%MB)	1.1 - 0.1 - 0.3	✓	✓	-
N + P ₂ O ₅ + K ₂ O (%MB)	1.5	✓	✓	✗
N _{orga} (%MB)	0.7	-	-	✗
C/N	12.1	✓	-	-
MO/N _{orga}	21.0	-	✓	-
Salmonella	n.m			-
Listeria monocytogenes	n.m	-		-
<i>E. coli</i> (UFC/gMB)	n.m	-		-
<i>Cl. Perfringens</i> (UFC/gMB)	n.m	-		-
Streptocoques fécaux (UFC/gMB)	n.m	-		-
<i>Conclusions</i>	Le digestat nécessite un séchage plus poussé afin de satisfaire aux critères normatifs sur amendements organiques.			
TRAITABILITE AEROBIE				
Critère	Valeur	Fortement biodégradable	Modérément biodégradable	Faiblement biodégradable
C/N	12.1		✓	
O ₂ /DCO (%)	10.1			✓
ΔT _{max} (°C)	17.5		✓	
Q _{tot} (m ³ /kgMS)	0.2			✓
t _{stab} (j)	8			✓
<i>Conclusions</i>	Une maturation aérobie peut constituer un post-traitement suffisant.			

Tableau 33 : fiche typologique du digestat MS-OFMSW₂

Comme le digestat SS-OFMSW₁, le digestat MS-OFMSW₂ remplit les critères de normalisation des amendements organiques excepté pour sa teneur en matière organique exprimée par % de masse sèche. Les teneurs en agents pathogènes devront être déterminées afin de s'assurer de l'hygiénisation du digestat. Le digestat MS-OFMSW₂ présente un faible potentiel biodégradable. Une simple stabilisation aérobie peut être envisagée comme post-traitement afin de sécher le digestat et d'atteindre le seuil normatif de matière organique.

DEUXIEME PARTIE
Etude et optimisation du post-traitement par compostage des
digestats

Chapitre 1

Enjeux du post-traitement par compostage des digestats

I. Introduction

La typologie établie dans la première partie de cette thèse sur des digestats solides issus de gisements de différentes origines a permis d'évaluer leur qualité au regard de plusieurs aspects : la contribution agronomique effective, la stabilité biologique ou encore la phyto-toxicité. Cette typologie a montré que les caractéristiques des digestats étudiés n'étaient pas comparables à celles des matières fertilisantes normalisées selon la réglementation française. De plus, à l'heure actuelle les digestats doivent obligatoirement subir un compostage caractérisé afin d'être pris en compte dans les normes réglementant l'usage et la commercialisation des produits fertilisants en France (amendement organique, engrais).

Afin de garantir des caractéristiques conformes aux spécifications des normes, les enjeux du post-traitement des digestats sont donc de : i. sécher les digestats trop humides pour être utilisés au sol en l'état, ii. hygiéniser ceux pouvant présenter des teneurs en pathogènes supérieurs aux seuils normatifs et iii. assurer la stabilisation et l'humification de la matière organique résiduelle afin de garantir une valeur ajoutée au produit lors de son usage au sol. Ces objectifs de traitement doivent être remplis tout en minimisant l'impact environnemental potentiel du post-traitement des digestats, notamment en termes d'émissions gazeuses telles que le méthane ou les émissions azotées (ammoniac et protoxyde d'azote).

Le compostage peut constituer un post-traitement adéquat puisqu'il permet de stabiliser la matière organique résiduelle des digestats en réduisant leur éventuelle phyto-toxicité et en améliorant leurs propriétés humiques [21, 22]. Cependant, s'il est généralement admis la nécessité d'un post-traitement par compostage des résidus solides de digestion anaérobie, il n'est pas fait état de réflexions spécifiques quant au procédé de compostage à appliquer à ces substrats spécifiques. Les données disponibles sur le compostage de digestats restent aujourd'hui rares. En particulier, il est constaté un manque de données sur les émissions gazeuses lors du compostage de digestats, notamment pour bien valider les analyses de cycle de vie [125]. Ce chapitre présente des éléments bibliographiques relatifs à l'évaluation environnementale des traitements biologiques de déchets organiques par méthanisation et compostage. Cette synthèse doit permettre de répertorier les données manquantes ou incomplètes nécessaires à l'évaluation environnementale d'une filière de traitement globale de déchets organiques par méthanisation puis compostage.

II. Evaluation environnementale des filières de traitement biologique de déchets organiques

Le traitement des déchets a souvent été pensé comme devant être la solution la plus économique pour se débarrasser des déchets [126]. Cette conception a bien souvent mené à l'incinération ou à l'enfouissement généralisé des déchets produits sans prendre en compte l'impact potentiel de ces traitements sur l'environnement. Depuis plusieurs années, les contraintes réglementaires mises en œuvre pour diminuer l'impact environnemental du traitement des déchets obligent à choisir une voie de traitement qui soit non seulement compétitive économiquement mais également respectueuse de l'environnement. La notion de durabilité économique et environnementale apparaît ainsi et est caractérisée par la mise en place d'outils d'aide à la décision permettant d'évaluer et de comparer les impacts environnementaux et/ou économiques de différents scénarii de gestion des déchets.

II.1. Méthodologie d'évaluation environnementale

L'objectif de l'évaluation de différents scénarii de traitement de déchets est de les comparer quant à leurs impacts environnementaux potentiels. Parmi les méthodes d'évaluation environnementale, l'analyse du cycle de vie est une méthode standardisée internationalement reconnue qui permet de recenser les flux et les émissions liées au cycle de vie d'un produit ou d'un service. Elle est généralement considérée comme l'outil d'analyse environnementale le plus efficace pour quantifier objectivement les impacts environnementaux liés aux différents scénarii de traitement de déchets solides. L'aspect économique est également un élément clé de décision des municipalités quant au choix du traitement de déchets et une évaluation économique devrait donc être effectuée aussi systématiquement qu'une évaluation environnementale [127].

Une analyse de cycle de vie comporte quatre phases :

- i. la définition des objectifs de l'étude et du système évalué.
- ii. l'inventaire des données liées aux consommations de ressources naturelles et d'énergie ainsi que des émissions dans l'environnement (air, eau, sol) des procédés étudiés.
- iii. l'agrégation des flux de matières et d'énergie prélevés et rejetés dans l'environnement et l'évaluation des impacts potentiels sur l'environnement. L'étape de classification permet de définir les catégories d'impact étudiées et de classer les émissions issues de l'inventaire en fonction des catégories d'impact sélectionnées. Puis l'étape de caractérisation quantifie l'impact en multipliant les flux mis en jeu par leurs facteurs de caractérisation respectifs.
- iv. l'interprétation des différents systèmes évalués mène enfin aux conclusions et recommandations éventuelles. Elle permet en effet

d'identifier les étapes du cycle de vie sur lesquelles il est nécessaire d'intervenir pour diminuer l'impact environnemental du système étudié.

Une telle analyse permet ainsi de quantifier les effets sur l'environnement du traitement des déchets depuis l'extraction des ressources naturelles jusqu'à son exutoire final, d'identifier d'éventuels transferts de pollution d'un milieu naturel à un autre et de comparer le bilan environnemental de différentes situations.

II.2. Comparaison des filières de traitement biologique de déchets organiques

Il existe maintenant de nombreuses références d'évaluations environnementales appliquées à la gestion des déchets. L'objectif de ces évaluations est en règle générale de comparer différents scénarii de traitement entre eux afin de les discriminer selon leurs effets sur l'environnement. L'évaluation environnementale est généralement en accord avec la hiérarchie de traitements de déchets donnée par la directive européenne 2008/98/EC [3]. Finvedenn *et al.* ainsi que Tan et Khoo estiment que le recyclage et le traitement biologique des déchets municipaux solides présentent des performances environnementales supérieures à l'incinération, et que l'enfouissement présente le bilan environnemental le plus défavorable [128, 129]. Reich, qui compare trois méthodes de pondération des impacts sur le traitement de déchets organiques, confirme que l'enfouissement est le scénario le plus défavorable pour la gestion des déchets et rapporte que la digestion anaérobie est supérieure au compostage du point de vue de son évaluation environnementale [127]. Peu de données existent sur la seule comparaison des traitements biologiques que sont la méthanisation et le compostage. Les évaluations environnementales comparent généralement ces options de traitement à un scénario de base (incinération ou enfouissement).

II.2.1. Evaluation environnementale des filières de méthanisation et de compostage

Le Tableau 34 présente une synthèse bibliographique de différentes analyses environnementales focalisée sur les résultats relatifs aux traitements biologiques de déchets organiques biodégradables par méthanisation et compostage. Les hypothèses de traitement relatives aux procédés biologiques de méthanisation et compostage sont reportées dans le Tableau 34. L'évaluation des indicateurs d'impact inclut la définition de catégories d'impact, la classification des données collectées dans chaque catégorie et le calcul de leurs effets. Le choix des catégories d'impact considérées est subjectif. Néanmoins, la plupart des évaluations environnementales inclut le potentiel global de réchauffement climatique, avec l'émission de gaz à effet de serre, l'acidification et l'eutrophisation des milieux et l'utilisation des ressources naturelles. D'autres impacts sont parfois définis dans les évaluations environnementales. La formation de polluants photo-chimiques peut ainsi être évaluée car les agents photo-oxydants tels que les oxydes d'azote ou les COVs réagissent dans la troposphère sous l'action du rayonnement solaire et contribuent à la pollution par l'ozone. La toxicité humaine ou l'écotoxicité sont moins souvent évaluées [130].

Les catégories d'impact définies ici sont l'utilisation des ressources, le potentiel de réchauffement global quantifié par l'émission de gaz à effet de serre (CO₂, CH₄, N₂O ou encore CFCs), le potentiel d'acidification et d'eutrophisation, la production de polluants photo-chimiques, la quantification de métaux lourds et enfin le coût économique du traitement de déchets. Sur toutes ces catégories d'impact, on caractérise d'un côté les impacts qui sont générés par toutes les opérations et installations nécessaires au traitement des déchets comme défini dans les limites du système. De l'autre, on évalue les impacts évités : le recyclage matière permet par exemple d'éviter la production d'engrais chimique, et la valorisation énergétique permet d'économiser de l'énergie fossile. Le bilan est ainsi favorable quand les impacts évités sont supérieurs aux impacts générés et défavorable à l'inverse. Chaque catégorie d'impact est ensuite pondérée afin de pouvoir les comparer et déterminer si l'effet sur le changement climatique est plus important que le potentiel d'eutrophisation. L'agrégation de toutes les catégories d'impact étudiés permet également une estimation de l'impact global unique du scénario évalué mais l'International Standard Organization déconseille l'utilisation de cette méthode dont la légitimité scientifique est contestable (cité dans [130]).

Les évaluations environnementales présentées ont pour objectif de définir la meilleure option de traitement en comparant différents scénarii de traitement de déchets. Les résultats de l'évaluation environnementale sont résumés comme suit :

- le symbole 😊 caractérise le scénario de traitement de déchets présentant un impact sur la catégorie considérée moins important comparativement à l'autre scénario de traitement de déchets étudié,

- le symbole 😞 caractérise le scénario de traitement de déchets présentant un impact sur la catégorie considérée plus fort comparativement à l'autre scénario de traitement de déchets étudié.

Hypothèses de traitement		Catégorie d'impact	Quantification des effets		Référence
méthanisation	compostage		méthanisation	compostage	
voie sèche mésophile + stockage digestats en lagunes couvertes puis épandage ; valorisation du biogaz en carburant	andain aération forcée, biofiltre	utilisation des ressources	😊	😞	[126]
		potentiel de réchauffement climatique	😊	😞	
		acidification	😊	😞	
		eutrophisation	😞	😊	
		polluants photochimiques	😞	😊	
voie sèche thermophile + post-traitement aérobie (casier/andain)	casier + biofiltre ou andain + couverture textile perméable	utilisation des ressources, potentiel de réchauffement climatique, eutrophisation, acidification, coût économique	😊	😞	[131]
collecte sélective ; enfouissement des digestats ; valorisation électrique du biogaz	andain (avec une consommation énergétique de 21kWh/tonne)	utilisation des ressources, potentiel de réchauffement climatique, acidification	😊	😞	[132]
		métaux lourds	😞	😊	
valorisation électrique du biogaz	industriel (casier/andain) ou domestique	utilisation des ressources, potentiel de réchauffement climatique	😞	😊	[58]
post-compostage du digestat ; différents modes de valorisation du biogaz (carburant, électricité, chaleur)	casier aération forcée	utilisation des ressources, potentiel de réchauffement climatique, acidification	😊	😞	[125]
		eutrophisation	😞	😊	
-	-	utilisation des ressources	😊	😞	[133]
		potentiel de réchauffement climatique	😞	😊	

Tableau 34 : évaluations environnementales de traitements biologiques de déchets

La majorité des références relevées dans la littérature évalue que le traitement de déchets organiques biodégradables par digestion anaérobie présente un impact environnemental moins important que le traitement par compostage. Ces conclusions sont en grande partie basées sur des impacts évités plus importants dans le cas de la méthanisation grâce à l'économie de ressources (valorisation énergétique du biogaz) et à la production de matières fertilisantes évitée (valorisation matière du digestat). Sonesson *et al.* estiment ainsi que les digestats peuvent se substituer à une quantité plus importante d'engrais azoté qu'un compost, en raison de la disponibilité plus importante de l'azote dans les résidus de méthanisation [126]. Eriksson *et al.* rapportent qu'au regard de la consommation en ressources énergétiques, au potentiel d'acidification et à l'eutrophisation, le compostage est un scénario de traitement moins favorable que la digestion anaérobie et l'incinération [134]. Les auteurs estiment par contre que la contribution du compostage au potentiel de réchauffement climatique serait du même ordre de grandeur que celui de l'incinération de déchets organiques. La méthanisation est souvent présentée comme un procédé qui non seulement consomme très peu d'énergie mais qui, de plus, permet d'en produire. En effet la production d'une énergie renouvelable sous la forme du biogaz permet par exemple après valorisation électrique de réduire la consommation d'électricité sur le site de méthanisation. Le coût économique d'un traitement par méthanisation est donc souvent plus faible que celui d'un traitement par compostage. Dans le cas du compostage, la consommation énergétique (liée par exemple à l'alimentation en oxygène des casiers) ne peut être compensée par une valorisation de la chaleur produite lors du procédé.

L'impact environnemental de la méthanisation n'est cependant pas toujours inférieur à celui du compostage. Sonesson *et al.* estiment que l'impact de la méthanisation est plus important que celui du compostage sur les catégories d'eutrophisation en raison d'émissions d'ammoniac plus importantes lors de l'utilisation au sol de digestats comparativement à des composts, et sur la production de polluants photo-chimiques dont le méthane fait partie [126]. Cependant les auteurs soulignent que l'impact du compostage sur le potentiel d'eutrophisation ou l'acidification est faible grâce au système de traitement des gaz pris en compte. Sans traitement des gaz, les émissions potentielles d'ammoniac et de protoxyde d'azote pourraient en effet impacter significativement ces catégories d'impact. De la même façon pour la contribution à l'eutrophisation, le compostage est considéré comme préférable à la méthanisation en raison de rejets importants d'eaux usées chargées en azote et en phosphore dans le procédé de digestion anaérobie [125]. Haight rapporte également un impact environnemental sur la pollution aux polychlorodibenzo-dioxines (PCDD) moins important pour le compostage [132]. El Hanandeh et Zein estiment pour leur part que l'impact environnemental lié à l'effet de serre est plus favorable dans le cas du compostage [133].

Dans ces études, l'hypothèse est faite que le digestat produit peut être utilisé en tant que matière fertilisante tel qu'un compost. L'utilisation agronomique du digestat permet ainsi de comptabiliser des impacts environnementaux évités liés à l'économie d'engrais ou d'amendements de synthèse. Cette hypothèse généralisée peut cependant être discutée. Les résultats présentés dans la première partie de cette thèse ont en effet montré que certains digestats ne présentent pas les caractéristiques requises pour un compost et par conséquent ne peuvent se substituer à une utilisation d'amendement commercial. Les impacts évités liés à l'utilisation agricole des digestats pourraient donc être quelque peu surestimés dans le cas d'une méthanisation sans post-traitement visant à améliorer la qualité du digestat. Par ailleurs, les digestats sont des produits riches en azote minéralisé. On peut donc craindre des émissions non négligeables d'ammoniac ou de protoxyde d'azote lors de l'utilisation directe, ou du post-traitement de ces résidus de méthanisation. Les émissions de protoxyde d'azote notamment, puissant gaz à effet de serre, sont relativement peu prises en compte dans les évaluations environnementales répertoriées. Les conclusions quant à l'impact environnemental lié au réchauffement climatique pourraient pourtant en être affectées.

II.2.2. Evaluation environnementale du post-compostage de digestats de méthanisation

Il existe très peu de références dans la littérature traitant du post-traitement aérobie par compostage de résidus de méthanisation. Certains auteurs s'intéressent à la comparaison de l'efficacité de la biodégradation aérobie et anaérobie [26, 69], tandis que d'autres cherchent à évaluer la stabilité et la qualité agronomique des sous-produits de digestion anaérobie post-traités par compostage [19, 20]. En l'absence de données d'émissions spécifiques au compostage de digestats, les évaluations environnementales réalisées sur les filières de méthanisation incluant un post-traitement aérobie des digestats prennent en compte des émissions identiques lors de la production et de la valorisation du compost issu de digestats ou de déchets frais [125]. Il y a donc un enjeu à caractériser les émissions gazeuses lors du post-compostage de digestats pour s'assurer de la fiabilité de ces hypothèses et donc du bilan environnemental global de la filière.

L'acquisition de données expérimentales est ainsi cruciale pour améliorer les évaluations environnementales qui sont aujourd'hui majoritairement basées sur des facteurs d'émissions théoriques extraits de base de données et non sur des valeurs mesurées expérimentalement lors du traitement de déchets sur site [130]. En particulier les émissions gazeuses de CO₂, CH₄, N₂O et NH₃ quantifiées peuvent servir à évaluer l'acidification ou l'eutrophisation des milieux ainsi que le potentiel de réchauffement global. Les données récoltées dans cette thèse lors d'essais en pilotes fourniront ainsi une première avancée dans la quantification des impacts environnementaux. L'acquisition de données mesurées sur site en grandeur réelle

restant une solution plus onéreuse en moyen et en temps, mais également plus fiable pour évaluer les procédés de traitement de déchets à l'échelle industrielle.

III. Objectifs de la deuxième partie

Des hypothèses ont été faites dans la première partie de la thèse sur le comportement particulier des digestats en compostage : réactivité biologique moindre comparativement à des déchets frais, échauffement lors du traitement limité ou encore temps de stabilisation plus court que pour des déchets non digérés. De plus, le constat d'un manque de données concernant le compostage de digestats a été établi, en particulier pour alimenter les évaluations environnementales de filières de traitement biologique de déchets. Les enjeux du compostage de digestats ont été définis et sont d'assurer l'efficacité du traitement et la qualité du produit final (hygiénisation, stabilisation de la matière organique, production d'un amendement) tout en minimisant l'impact environnemental de la filière de traitement biologique des déchets.

Dans ce contexte, l'étude du compostage de différents digestats apparaît pertinente afin de vérifier les hypothèses faites précédemment et d'apporter des données sur le post-traitement des digestats. Par ailleurs, si un post-traitement par compostage s'avère aujourd'hui nécessaire pour envisager une utilisation normalisée de ces sous-produits organiques, on peut s'interroger sur l'impact de l'étape de méthanisation sur le traitement par compostage. Le chapitre 2 a donc pour objectif d'étudier en pilotes de laboratoire le compostage de différents déchets frais et de leurs homologues digérés afin, d'une part, de confirmer les hypothèses développées précédemment, et d'autre part, d'identifier les éventuelles différences de comportement dues à une étape préalable de digestion. Les observations faites sur le compostage en conditions standardisées de déchets frais et digérés permettront ainsi d'identifier les intérêts et/ou inconvénients d'un post-traitement aérobie des résidus de méthanisation par rapport à un compostage direct des déchets organiques.

Par ailleurs, puisque le compostage de digestats est indispensable en l'état actuel de la réglementation française, il apparaît que la réflexion quant à la meilleure stratégie de compostage à leur appliquer est un préalable à l'établissement d'une filière biologique de valorisation énergétique et agronomique complète. Le chapitre 3 a donc pour objectif de rechercher des voies d'optimisation du compostage de digestats afin de garantir une qualité du sous-produit de traitement comparable à un amendement organique tout en minimisant l'impact environnemental du traitement. Les différentes stratégies de compostage testées devront permettre de proposer un protocole, optimisé en laboratoire, de gestion du procédé de compostage de digestats qui pourra ensuite être appliqué au post-traitement industriel des résidus de méthanisation.

Chapitre 2
Comportement en compostage de déchets organiques avant et
après digestion anaérobie

I. Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'une part de vérifier les hypothèses faites précédemment et ainsi d'apporter des données relatives au compostage de digestats mais également de comparer deux filières de traitement : i. la digestion anaérobie de déchets organiques suivie d'un post-compostage et ii. le compostage direct des mêmes déchets organiques frais (Figure 12). Si le post-traitement par compostage s'avère nécessaire afin d'assurer l'usage agricole normalisé des digestats, on peut s'interroger sur l'intérêt de l'étape de méthanisation (en dehors de l'aspect énergétique) par rapport au compostage direct des déchets organiques biodégradables frais. La méthanisation est un procédé de traitement de déchets qui assure une valorisation énergétique de la biomasse. Mais si la valorisation matière du sous-produit de traitement n'est pas possible et que celui-ci conserve alors un statut de déchet, le procédé de traitement et de valorisation perd partiellement de sa pertinence.

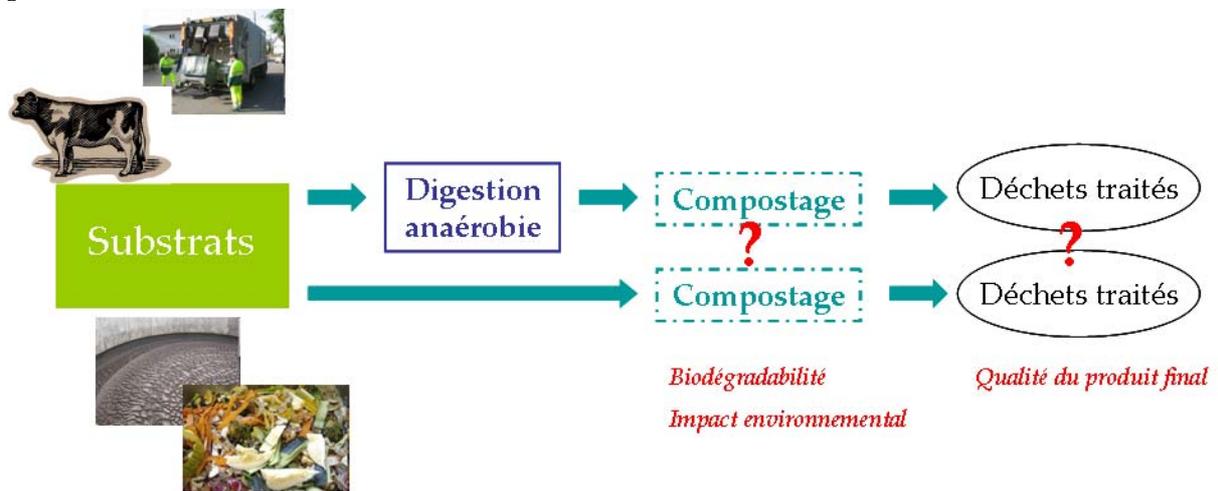


Figure 12 : problématique du chapitre 5

La réalisation d'essais de compostage en conditions standardisées permet d'appréhender les mécanismes mis en jeu lors du compostage et de les comparer suivant les substrats considérés. Les différences de comportement observées seront donc imputées à la différence de nature entre les déchets étudiés et non à une gestion différente du process de compostage. Dans ce chapitre, le comportement en compostage des déchets digérés ou non sera discuté suivant des indicateurs de biodégradabilité (réduction de masse, élévation de température), de qualité du produit obtenu (innocuité) et d'impact environnemental (émissions gazeuses). On cherchera en particulier à alimenter les connaissances en termes d'impact environnemental du traitement biologique par compostage de substrats particuliers tels que les digestats.

II. Substrats étudiés

II.1. Caractérisation des déchets

Parmi les déchets caractérisés dans la première partie de la thèse, quatre gisements ont été choisis pour l'étude du comportement en compostage de déchets avant et après digestion anaérobie. Afin de recueillir des éléments sur une diversité importante de déchets organiques, un gisement a été choisi pour chaque nature de déchets frais : boues de STEP, effluents agricoles/agro-alimentaires, biodéchets et OMR.

Le Tableau 35 précise la nature des prélèvements caractérisés dans la deuxième partie de cette thèse. La composition des déchets entrants est précisée en pourcentage volumique. Dans le cas du gisement de boues WWTS₁, l'effluent avant digestion est liquide. Il n'y a donc pas eu d'essai de compostage en pilote du déchet avant digestion. Seul le digestat WWTS₁(2) a été prélevé après centrifugation et a fait l'objet d'un essai de compostage en pilote. Dans le cas du gisement de déchets agricoles AW, les déchets frais AW(2) ont été prélevés lors du chargement d'un méthaniseur sur site le 08/04/2010. Le site AW fonctionnant en batch, le méthaniseur a été vidé entièrement le 08/07/2010. Lors de la vidange du réacteur, les digestats AW(3) ont été échantillonnés. Pour les gisements de biodéchets et OMR, les déchets frais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) ont été prélevés le 31/05/2010. Les déchets digérés SS-OFMSW₂(3) et MS-OFMSW₁(3) ont été prélevés après un temps correspondant approximativement au temps de séjour des déchets dans le digesteur, afin d'échantillonner des digestats correspondant au mieux aux déchets frais prélevés.

Le Tableau 36 présente les caractéristiques des déchets étudiés avant leur compostage en pilotes et en conditions standardisées. Un fractionnement aqueux est réalisé avant la caractérisation physico-chimique afin d'éviter la volatilisation de composés organiques et azotés lors du séchage à 80°C effectué pour la mesure de la teneur en MS. La caractérisation des échantillons présentée dans le Tableau 36 est le résultat de la somme des caractérisations des fractions NSOL inférieures à 10mm et SOL (voir Figure 4).

II. 2. Comportement en compostage de déchets organiques avant et après digestion anaérobie

Dénomination	Date du prélèvement	Nature des déchets entrants	Nature du prélèvement			
			Déchets frais		Digestats	
			liquide	solide	liquide	solide/pâteux
WWTS ₁ (2)	21/04/2010	- boues primaires 33% - boues biologiques 65% - boues industrielles 2%				X
AW (2)	08/04/2010	- fumiers bovins 40% - déchets de céréale 10% - fruits et légumes 50%		X		
AW (3)	08/07/2010					X
SS-OFMSW ₂ (2)	31/05/2010	biodéchets en mélange avec DV et OMR criblées à 20mm (ratio vol. 1/2/2)		X		
SS-OFMSW ₂ (3)	07/07/2010					X
MS-OFMSW ₁ (2)	31/05/2010	OMR pré-tubées et criblées à 20mm		X		
MS-OFMSW ₁ (3)	07/07/2010					X

Tableau 35 : nature des prélèvements effectués pour l'étude du comportement en compostage de déchets organiques avant et après digestion anaérobie

Essai		WWTS ₁ (2)	AW(2)	AW(3)	SS-OFMSW ₂ (2)	SS-OFMSW ₂ (3)	MS-OFMSW ₁ (2)	MS-OFMSW ₁ (3)
MS	%MB	29.0	26.2	19.1	46.4	39.0	51.0	24.0
MO	%MS	58.2	90.1	74.3	75.6	51.7	79.4	54.0
DCO	mgO ₂ /gMO	1561	1828	1726	1545	1652	1635	1659
CT	mgC/gMO	609	743	633	627	620	581	712
NT	mgN/gMO	96.9	52.5	87.1	33.4	28.0	35.9	54.7
NTK		89.5	53.7	79.8	33.6	21.5	24.2	58.5
NH ₄ ⁺		12.8	6.1	23.6	3.2	6.1	4.4	18.9

Tableau 36 : caractéristiques physico-chimiques des déchets avant compostage en pilotes

La caractérisation des prélèvements effectués pour la deuxième partie de la thèse a été comparée aux prélèvements effectués lors de la première partie de la thèse (Tableau 20 et Tableau 21). Sur tous les sites, les différences entre les deux campagnes de prélèvements sont en moyenne inférieures à 20% excepté pour les teneurs en azote. Pour le gisement AW, la teneur en NH_4^+ est ainsi près de 50% plus élevée pour le prélèvement effectué le 08/07/2010 comparé aux digestats échantillonnés le 08/04/2009. Cette différence est probablement due à un temps de séjour plus long et permettant une minéralisation de l'azote plus poussée lors de la deuxième campagne de prélèvement. Entre 2009 et 2010 le temps de séjour a en effet augmenté de 1 à 3 mois. L'évolution de la nature des déchets frais sur le gisement SS-OFMSW₂ qui contiennent proportionnellement moins de biodéchets et plus de déchets verts et d'OMR lors de la campagne de 2010 pourrait expliquer la diminution de la teneur en azote. Enfin, la différence de teneur en azote sur les déchets digérés du site MS-OFMSW₁ pourrait être due à des évolutions dans le déroulement du processus ou à la variabilité annuelle de la nature du flux de déchets frais. Bien que la variabilité temporelle de la qualité d'un gisement ne puisse être estimée sur deux prélèvements seulement, la comparaison des caractéristiques physico-chimiques des deux campagnes de prélèvement montre que les différences entre les déchets étudiés dans les deux parties de cette thèse ne sont pas négligeables.

II.2. Caractérisation du structurant

La réalisation d'essais de simulation de compostage en pilotes de laboratoire nous amène à utiliser des matériaux structurants afin de garantir une porosité et une perméabilité des déchets étudiés adaptées à un traitement par compostage. Dans ce chapitre ont été utilisées des palettes prélevées sur une plateforme de compostage de boues située à Vallet (44). Elles sont constituées de broyat de palettes neuves non calibrées. Préalablement aux essais de compostage en pilotes, elles ont été criblées sur un trommel rotatif pouvant être équipé de différentes mailles afin d'obtenir une classe granulométrique de 10-20mm (Figure 13). Le Tableau 37 présente les caractéristiques physico-chimiques des palettes utilisées dans ce chapitre.



Figure 13 : palettes broyées et criblées fraction 10-20mm

Paramètre	Unité	Palettes 10-20mm
MO	%MS	98.7
DCO	mgO ₂ /gMO	1292
CT	mgC/gMO	495
NT	mgN/gMO	3.4
NTK		2.6

Tableau 37 : caractéristiques physico-chimiques des palettes de 10-20mm

Après criblage, le structurant est stocké dans des caisses en plastique à l'abri de l'humidité. On fait donc l'hypothèse que la palette est totalement sèche. La palette est constituée quasiment exclusivement de matière organique et présente des teneurs en DCO et en carbone comparables à celles des déchets étudiés. Le structurant est par contre moins riche en azote de 8 à près de 30 fois moins que les déchets étudiés. Les palettes sont considérées comme un structurant neutre et très peu réactif biologiquement. La mesure respirométrique de l'activité biologique effectuée sur différentes fractions granulométriques de palettes permet en effet de considérer que la réactivité biologique très faible des palettes est négligeable par rapport à celle des déchets organiques étudiés (Figure 14).

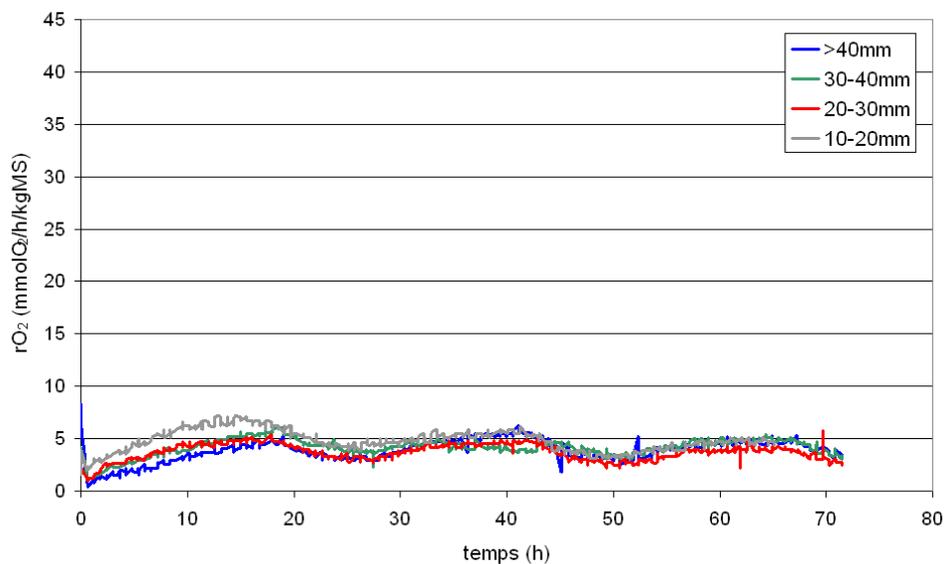


Figure 14 : mesure de l'activité respirométrique de différentes fractions granulométriques de palettes neuves broyées

III. Simulation du compostage en conditions standardisées

III.1. Conditions de mélanges

Etant donnée leur rhéologie, certains déchets étudiés nécessitent une restructuration physique préalable à leur compostage. Afin de se placer dans des conditions de mélange comparables, le structurant constitué de palettes de fraction 10-20mm et présenté précédemment est ajouté à tous les déchets. Les quantités totales d'oxygène consommé lors des mesures respirométriques effectués dans la première partie de la thèse ont été utilisées pour calculer la quantité théorique de matière organique biodégradable qui serait introduite dans un pilote. Les ratios de mélange ont été fixés afin d'obtenir des quantités de matière organique comparables pour les déchets frais d'une part, et pour les digestats d'autre part. Pour les déchets frais, ce ratio de mélange est égal au ratio utilisé en respirométrie, soit un ratio volumique déchets/structurant de 1.5/1. Pour les digestats, un ratio volumique de 1/1 a été choisi pour AW(3), SS-OFMSW₂(3) et MS-OFMSW₁(3), tandis qu'un ratio volumique de 1/2 a été choisi pour WWTS₁(2).

III.2. Chargement des réacteurs

Pour tous les essais de compostage en conditions standardisées, la préparation des mélanges a été faite au moyen d'une bétonnière d'un volume de 150L. Les échantillons de déchets ayant dû être congelés avant le lancement des essais sont sortis du congélateur à -18°C environ 72 heures avant leur utilisation et placés dans une chambre froide à +4°C. La bétonnière est chargée avec une masse de 25 à 40 kg de déchets et la masse correspondante de palettes de fraction 10-20mm suivant le ratio volumique fixé. Chaque constituant du mélange est pesé précisément. La bétonnière est ensuite mise en rotation pendant 5 minutes au terme desquelles le mélange est versé dans un contenant permettant de casser les éventuels agrégats de mélange. Le mélange est ensuite transféré dans des contenants plastiques préalablement tarés, la masse totale étant relevée ainsi que la tare finale après déversement du mélange dans le pilote. Le mélange est réparti sur toute la surface du réacteur sans le tasser et la hauteur de remplissage du réacteur est mesurée.

III.3. Pilotes de compostage

Les essais de compostage en conditions standardisées ont été menés entre mai 2010 et janvier 2011. Les pilotes constitués d'une cuve cylindrique en acier inoxydable de 300L, d'une hauteur de 80 cm et d'un diamètre de 69 cm, et surmontés d'un chapeau, sont instrumentés pour suivre la variation au cours de l'expérimentation de différents paramètres. La variation de masse, l'évolution de la température à différentes hauteurs de matière dans le réacteur, les concentrations en O₂, CO₂, N₂O et CH₄ dans le gaz sortant sont mesurées en continu. Les lixiviats (recueillis en fond de cuve grâce à un piquage) et condensats (formés sur la paroi interne du chapeau et

évacués grâce à une gouttière), éventuellement produits, sont également relevés. Les lixiviats et condensats sont recueillis puis cumulés à la fin de l'essai afin de constituer un échantillon global qui sera caractérisé. Les volumes d'air passés sur les pilotes sont relevés afin de déterminer précisément les débits d'aération sur chaque réacteur. En fonctionnement standard, l'aération est positive forcée (soufflage par le bas du réacteur) et se fait par de l'air comprimé réhumidifié dont la température et l'humidité sont mesurées en continu. La Figure 15 présente l'instrumentation mise en œuvre lors du suivi du compostage de déchets en réacteurs.

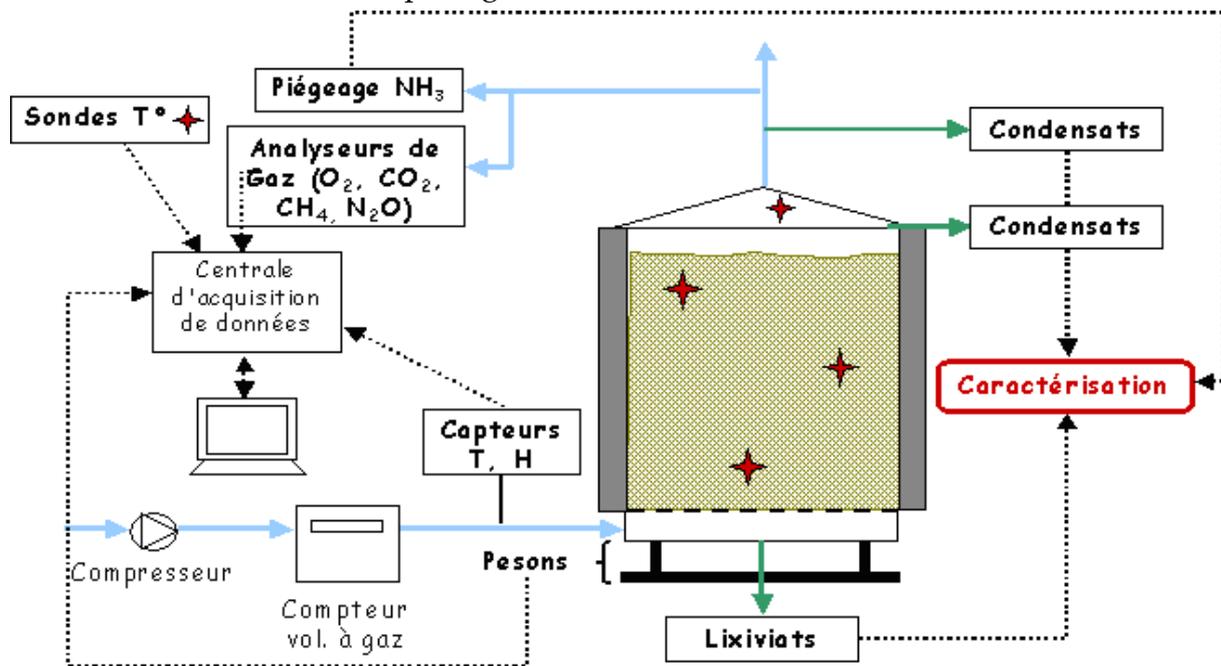


Figure 15 : schéma d'un pilote 300L en conditions standardisées

L'enregistrement en continu de la concentration en O_2 , CO_2 , N_2O et CH_4 dans les flux gazeux entrant et sortant du pilote permet d'aboutir aux courbes cinétiques de consommation en oxygène (rO_2 en $mmolO_2/h/kgMS$), ainsi qu'aux courbes de production en CO_2 , N_2O et CH_4 durant le compostage en réacteur 300L. Les émissions gazeuses d'ammoniac sont quantifiées grâce à des barboteurs dans lesquels bulle le flux gazeux sortant du pilote de compostage. L'ammoniac émis est ainsi piégé dans la solution d'acide sulfurique contenue dans les barboteurs. Ces pièges sont relevés ponctuellement quand le pH de la solution devient basique et l'azote ammoniacal de la solution est alors quantifié.

Les températures sont également enregistrées au fond, au milieu et au dessus de la matière en compostage ainsi que dans la phase gazeuse au dessus de la matière et donnent l'évolution des températures au cours du temps ainsi que leur répartition à l'intérieur du massif de déchet. La hauteur de mélange est mesurée quotidiennement afin d'estimer le tassement du mélange au cours de l'expérimentation.

La durée des essais de compostage en conditions standardisées a été fixée par le déroulement de la biodégradation. Un retournement intervient quand la consommation en oxygène et la température matière sont stabilisées à des valeurs faibles (environ 10 mmolO₂/h/kgMS pour le rO₂ et une température proche de la température ambiante). Lors du retournement un ajout d'eau peut être réalisé afin de replacer le mélange en compostage dans des conditions propices à la biodégradation. Le retournement a pour objectif de ré-homogénéiser la matière en compostage en cassant les chemins préférentiels d'écoulement gazeux éventuellement formés lors du tassement de la matrice, mais également de remettre à disposition des micro-organismes de la matière organique qui n'aurait pas été accessible lors de la première partie de l'expérimentation. La fin de l'essai de compostage est définie quand l'activité biologique après retournement et éventuelle reprise de la consommation en oxygène est à nouveau stabilisée à un niveau faible (les critères d'arrêt de l'expérimentation étant identiques aux critères de retournement).

III.4. Conditions d'aération

Pour évaluer les besoins en aération des déchets étudiés, les besoins minimum en aération au moment du pic de biodégradation Q_{\min} ont été estimés grâce aux mesures respirométriques de consommation en oxygène effectuées lors de la première partie de la thèse. L'estimation des besoins minimums en aération des déchets frais est comprise entre 200L/h environ et plus de 300L/h. Les digestats montrent logiquement des besoins en aération plus faibles de 80 à 130L/h environ et jusqu'à 250L/h pour le digestat SS-OFMSW₂(3). Il faut rappeler que ces estimations constituent des besoins minimum en aération car ces calculs sont basés sur l'estimation de la consommation en oxygène mesurées en conditions idéales de biodégradation (température et humidité) lors des essais respirométriques. Il a ainsi été choisi de fixer le débit d'aération pour les déchets frais entre 300 à 450L/h selon les essais. Pour les digestats, le débit d'aération fixé est de 250 à 300L/h suivant les essais. Ces débits théoriques ont été adaptés lors des essais de compostage en fonction du déroulement de la biodégradation. Le débit d'aération a ainsi été légèrement augmenté si l'activité biologique s'avérait importante au risque de placer le pilote dans des conditions limitantes de biodégradation.

III.5. Bilan massique

En début et en fin d'expérimentation la matière en compostage est échantillonnée afin de prélever une quantité de substrat qui sera caractérisée au laboratoire. La composition de ces échantillons en matière sèche, matière organique, DCO, carbone et azote a été déterminée. Les masses initiales et finales de chacun des paramètres peuvent ainsi être calculées. La contribution du structurant aux masses caractéristiques n'est pas prise en compte afin d'établir le bilan massique entrée-sortie sur la fraction biologiquement réactive du mélange, *i.e.* le substrat organique seul. Chaque résultat est présenté avec son erreur absolue. Pour les masses de

matière obtenues par pesée, on fait l'hypothèse d'une erreur relative sur la mesure égale à 0.5%. Dans le cas du calcul des masses de matière sèche, organique, de DCO, de carbone et d'azote, les erreurs ont été calculées selon la règle exposée ci-après.

Pour une fonction $y = f(x, z, t)$, l'erreur absolue sur y est calculée comme suit :

$$\sigma_y = \left[\left(\frac{\partial f}{\partial x} \right)^2 \cdot \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial z} \right)^2 \cdot \sigma_z^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)^2 \cdot \sigma_t^2 \right]^{1/2}$$

où σ_i est l'erreur absolue sur le paramètre i .

III.6. Bilan thermique

La phase active de la biodégradation de la matière organique lors du compostage met en jeu de nombreux phénomènes biologiques (dégradation de la matière organique) et physiques (écoulements d'air) qui se traduisent par des transferts de chaleur au sein de la matrice en compostage. La chaleur produite par la dégradation de la matière organique par les micro-organismes est pour partie exportée via des phénomènes de convection du flux gazeux circulant à travers de la matière, et pour partie accumulée dans le milieu. La Figure 16 schématise les différents flux de chaleur mis en jeu lors du compostage en pilote en conditions standardisées.

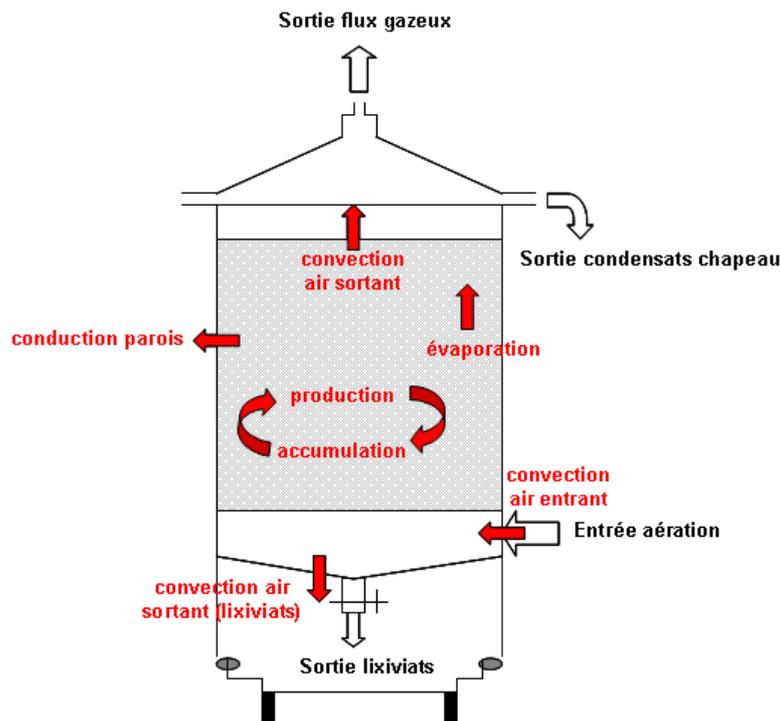


Figure 16 : schéma des échanges thermiques mis en jeu lors du compostage en conditions standardisées

L'établissement du bilan thermique permet d'évaluer la production de chaleur liée à l'activité microbologique. Les échanges de chaleur entre le système, constitué du pilote 300L, et l'extérieur du système sont régis par l'équation générale suivante :

$$\text{Entrée} + \text{Production} = \text{Sortie} + \text{Accumulation}$$

Le système considéré ici est le milieu poreux de hauteur H constitué du mélange de déchet et de structurant en compostage contenu dans le réacteur. Le bilan thermique prend en compte le flux de chaleur transportée à travers le flux gazeux ($Q_{out} - Q_{in}$), le flux de chaleur perdue aux parois du pilote (Q_{cond}), le flux de chaleur nécessaire à l'évaporation de l'eau ($Q_{évap}$), le flux de chaleur accumulé dans le réacteur (Q_{acc}) et le flux de production de chaleur liée à la réaction biologique (Q_{prod}) suivant l'équation :

$$Q_{prod} = Q_{out} - Q_{in} + Q_{cond} + Q_{évap} + Q_{acc}$$

Le détail de chacun des flux est donné ci-après :

$$Q_{in} = (F_E * M_{as} * C_{p_{as}} + Q_{H_2O_E} * C_{p_{vap}}) * T_{in} * dt$$

$$Q_{out} = [(F_S * M_{as} * C_{p_{as}} + Q_{H_2O_S} * C_{p_{vap}}) * T_{mat} + C_{p_L} * Q_{lix} * T_{in}] * dt$$

$$Q_{cond} = f * 2\pi * H * k_p * (T_{mat} - T_{in}) / \ln(r_e / r_i) * dt$$

$$Q_{évap} = (Q_{H_2O_S} - Q_{H_2O_E}) * \lambda_0 * dt$$

$$Q_{acc} = (m_{ss} * C_{p_{ss}} + m_{H_2O} * C_{p_L} + \rho_{as} * M_{as} * \varepsilon * V_{poreux} * C_{p_{as}} + w_3 * M_{vap} * \varepsilon * V_{poreux} * C_{p_{vap}}) * \frac{dT_{mat}}{dt}$$

La liste des termes utilisés pour calculer les différents termes du bilan thermique est reportée dans le Tableau 38. Les valeurs des constantes y sont indiquées, les autres termes du bilan étant obtenus par mesure expérimentale. L'hypothèse fondamentale sur laquelle repose ce bilan thermique est l'hypothèse de l'équilibre thermique local. Cette hypothèse exprime le fait que la phase solide, le biofilm et la phase gazeuse sont continuellement à une même température appelée température d'équilibre. Ceci suppose que les processus réactionnels, notamment la production de chaleur biologique et la perte de chaleur par évaporation, sont suffisamment lents pour que le système reste à l'équilibre thermique. La température d'équilibre est égale à la moyenne des 4 températures mesurées à différentes hauteurs dans le pilote de compostage. Les différents flux de chaleur sont calculés de façon instantanée puis sommés sur toute la durée de l'essai de compostage en pilote afin d'aboutir à la production cumulée de chaleur.

Symbole	Signification	Valeur	Unité
C_{pas}	chaleur spécifique de l'air sec	1.046	$\text{kJ/kg/}^\circ\text{C}$
C_{pL}	chaleur spécifique de l'eau liquide	4.184	$\text{kJ/kg/}^\circ\text{C}$
C_{pss}	chaleur spécifique du solide sec	1.040	$\text{kJ/kg/}^\circ\text{C}$
C_{pvap}	chaleur spécifique de la vapeur d'eau	1.883	$\text{kJ/kg/}^\circ\text{C}$
dt	intervalle de temps sur lequel est effectuée la mesure		h
ε	porosité du mélange initial		-
f	facteur de conversion des Watts en kilojoules	3.6	kJ/h
F_E	flux molaire d'air sec entrant		mol/h
F_S	flux molaire d'air sec sortant		mol/h
H	hauteur du milieu poreux		m
k_p	conductivité thermique du polyuréthane	0.03	$\text{W/m/}^\circ\text{C}$
λ_0	chaleur latente de vaporisation de l'eau à 0°C	2301	kJ/kg
M_{as}	masse molaire de l'air sec	0.029	kg/mol
M_{vap}	masse molaire de la vapeur d'eau	0.018	kg/mol
m_{H_2O}	masse d'eau à l'instant t		kg
m_{ss}	masse de solide sec à l'instant t		kg
Q_{H_2OE}	flux massique d'eau dans le gaz entrant		kg/h
Q_{H_2OS}	flux massique d'eau dans le gaz sortant		kg/h
Q_{lix}	flux massique instantané de production de lixiviats		kg/h
ρ_{as}	concentration en air sec dans le gaz		mol/m^3
r_e	rayon extérieur du réacteur	0.45	m
r_i	rayon intérieur du réacteur	0.35	m
T_{in}	température de l'air entrant		$^\circ\text{C}$
T_{mat}	température d'équilibre		$^\circ\text{C}$
V_{poreux}	volume du milieu poreux		m^3
w_3	concentration en eau dans le gaz		mol/m^3

Tableau 38 : liste des termes du bilan thermique

La quantité de chaleur produite peut être corrélée au déroulement de la réaction de biodégradation, assimilé à la consommation totale en oxygène, via le calcul d'un facteur de proportionnalité entre ces deux grandeurs. La littérature rend compte de travaux donnant des valeurs références de facteur enthalpique, appelé F, comprises entre 435 et 485 kJ/molO_2 pour des substrats purs tels que alcools et acides carboxyliques ou sucres [135]. Ce facteur enthalpique dépend de la nature biochimique de la matière dégradée puisqu'il prend en compte la quantité de chaleur d'origine microbienne mais aussi des mécanismes d'accumulation de la chaleur au sein de la matrice. Le bilan thermique réalisé sur chacun des essais et la consommation en oxygène mesurée lors de la biodégradation permettront de calculer le facteur enthalpique F pour les déchets frais et digérés.

IV. Comportement en compostage

IV.1. Cinétique de consommation en oxygène

L'enregistrement de la consommation en oxygène lors du compostage des déchets permet de suivre le déroulement de la biodégradation. Les Figure 17 et Figure 18 présentent les courbes de consommation en oxygène des déchets frais et des digestats respectivement. Le Tableau 39 présente la consommation en oxygène observée durant les essais de compostage en conditions standardisées.

IV.1.1. Déchets frais

Une phase de latence, correspondant au temps nécessaire aux micro-organismes pour s'acclimater aux conditions du milieu, peut être observée au démarrage de la biodégradation. Pour l'essai SS-OFMSW₂(2), la consommation en oxygène et donc la biodégradation, démarrent immédiatement après le lancement de l'expérimentation. Une phase de latence courte est observée pour les essais AW(2) et MS-OFMSW₁(2) puisque la consommation en oxygène commence à croître à partir du premier jour de l'expérimentation. La croissance de la consommation en oxygène montre des cinétiques différentes suivant la nature du déchet. L'interprétation des courbes de consommation en oxygène est basée sur les mêmes hypothèses qu'en respirométrie (page 84). Jusqu'au pic de consommation en oxygène (rO_2max) qui est concomitant au pic de production en CO₂ et au pic de température, les micro-organismes consomment la matière organique facilement biodégradable car directement accessible. Après ce pic, la consommation en oxygène décroît tandis que les micro-organismes consomment la matière organique plus lentement biodégradable car nécessitant une hydrolyse préalable. La consommation en oxygène se stabilise ensuite aux alentours de 10 mmolO₂/h/kgMS_{ini}. La pente de la courbe de consommation en oxygène $kO_2(1)$ calculée entre t_0 et $trO_2max(1)$ est identique pour les essais AW(2) et MS-OFMSW₁(2). L'essai SS-OFMSW₂(2) présente une cinétique 14 fois plus importante que les deux essais de compostage de déchets frais. Ce démarrage de la biodégradation très rapide pourrait s'expliquer par la présence de composés très facilement biodégradables dans les biodéchets frais SS-OFMSW₂(2). Cette fraction très facilement biodégradable est quantitativement limitée puisque le rapport $eBF(1)/O_2(1)$ qui illustre la fraction facilement biodégradable de matière organique est seulement de 3% pour cet essai. Les essais AW(2) et MS-OFMSW₁(2) montrent une cinétique de dégradation plus lente mais des quantités de matière facilement biodégradable quantitativement plus importantes puisqu'elles sont de 26 et 14% respectivement.

II. 2. Comportement en compostage de déchets organiques avant et après digestion anaérobie

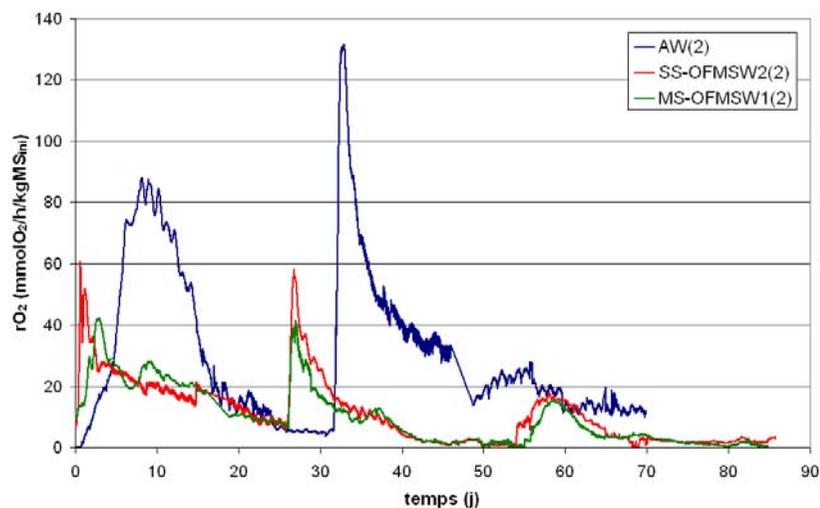


Figure 17 : évolution de la consommation en oxygène des déchets frais

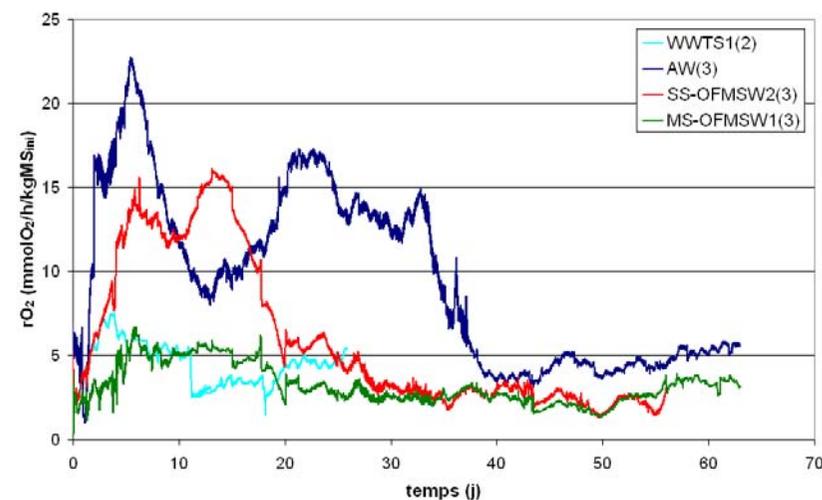


Figure 18 : évolution de la consommation en oxygène des digestats

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (2)	AW(2)	AW(3)	SS-OFMSW ₂ (2)	SS-OFMSW ₂ (3)	MS-OFMSW ₁ (2)	MS-OFMSW ₁ (3)
rO ₂ max(1)	mmol/h/kgMS _{ini}	7.6	88.1	22.8	60.8	16.2	42.2	6.7
t rO ₂ max(1)	j	3.9	8.2	5.4	0.7	13.2	2.9	5.8
kO ₂ (1)	-	2	12	4	171	2	12	1
kO ₂ (2)		-	110	-	78	-	61	-
eBF(1)/O ₂ (1)	%	24	26	13	3	51	14	15
eBF(2)/O ₂ (2)		-	8	-	8	-	10	-
O ₂ (1)/O ₂ tot	%	72	48	93	52	84	57	64
O ₂ (2)/O ₂ tot		28	52	7	31	16	28	36
O ₂ (3)/O ₂ tot		-	-	-	17	-	15	-
O ₂ tot	mol/kgMS _{ini}	2.8	54.4	14.4	22.9	7.9	20.6	4.9
O ₂ /DCO _{ini}	%	11	99	36	63	30	51	22

Tableau 39 : consommation en oxygène des essais de compostage en conditions standardisées

Après le premier retournement effectué au jour 32 pour l'essai AW(2) et 26 pour les essais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2), la reprise d'activité biologique est importante. La cinétique de consommation en oxygène atteint un niveau équivalent au premier pic pour les essais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) tandis que le rO_{2max} après le premier retournement dépasse la valeur atteinte initialement pour l'essai AW(2). La décroissance de la cinétique de consommation en oxygène est par contre plus rapide après le premier retournement. Le temps d'atteinte du second pic est très court (inférieur à 1 jour) probablement en raison de la présence de molécules hydrolysées mais non biodégradées lors du premier pic et constituant une source de matière organique très facilement biodégradable. On observe une augmentation des kO_2 excepté pour l'essai AW(2), ce qui confirme la présence de matière facilement biodégradable juste après le retournement pour les essais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2). Outre la remise à disposition de matière organique biodégradable pour les micro-organismes, la reprise d'activité est également favorisée par l'humidification et l'homogénéisation lors du retournement qui permettent de restaurer des conditions physiques favorables à la biodégradation. La fraction facilement biodégradable $eBF(2)/O_2(2)$ est en moyenne de 9% pour les trois essais. La cinétique de consommation en oxygène est donc élevée juste après le retournement, mais le second pic est quantitativement limité en raison d'une fraction de matière facilement biodégradable moins importante qu'au démarrage de la biodégradation. Sur l'essai AW(2), l'activité biologique après retournement est équivalente à celle enregistrée lors du premier pic de consommation en oxygène. Pour les essais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2), l'activité biologique après le premier retournement représente respectivement 52 et 57% de la consommation totale en oxygène.

Etant donnée la forte reprise de la biodégradation observée après le premier retournement, un deuxième retournement a été effectué. Ce deuxième retournement n'a pas donné lieu à une reprise d'activité mesurable pour l'essai AW(2) qui a donc été arrêté au jour 70. Le second retournement effectué au jour 56 sur les essais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) entraîne une reprise d'activité inférieure à celle observée après le premier retournement qui représente moins de 20% de la consommation totale en oxygène. Les cinétiques de biodégradation après le second retournement sont très faibles.

Globalement, les déchets frais AW(2) contiennent une quantité de matière organique biodégradable plus importante que les déchets frais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) ce qui est illustré par une consommation totale en oxygène de près de 55 mol/kgMS. Le rapport de la quantité d'oxygène consommée sur la quantité de DCO initiale présente dans la matière permet d'estimer le pourcentage de matière organique biodégradée au cours du traitement. Le rapport quasiment égal à 100% pour l'essai AW(2) indique que toute la matière organique du déchet frais aurait dû

être dégradée durant le compostage. Or, en sortie de pilote on retrouve une partie non dégradée de la matière organique du déchet. Une surestimation de la quantité totale d'oxygène consommée doit donc être envisagée pour expliquer l'incohérence du bilan entre matière organique initialement présente (quantifiée par la mesure chimique de la DCO) et matière organique effectivement biodégradée (quantifiée par la consommation en oxygène). La consommation d'une partie du structurant utilisé dans l'essai AW(2) pourrait entraîner la surestimation de la consommation en oxygène attribuée ici à la seule dégradation du déchet.

IV.1.2. Digestats

La mesure de la consommation en oxygène de l'essai AW(3) a montré à partir du jour 38 un décrochement résultant d'une mesure incohérente de l'oxygène dans le gaz sortant du pilote. Ceci est probablement dû à une surpression du flux gazeux envoyé à l'analyseur. En effet, l'analyseur est équipé d'un détecteur paramagnétique particulièrement sensible aux variations de pression pour la mesure de la teneur en oxygène. Lors de la biodégradation d'un substrat organique, l'évolution temporelle des courbes de production en dioxyde de carbone (rCO_2) et de consommation en oxygène (rO_2) est semblable. A partir des essais de compostage des digestats WWTS₁(2), SS-OFMSW₂(3) et MS-OFMSW₁(3), il a été établi que le rapport rCO_2/rO_2 pouvait être considéré comme constant durant le compostage de déchets digérés. A partir du jour 38, la courbe de consommation en oxygène, présentée sur la Figure 18, a donc été corrigée en utilisant le rapport rCO_2/rO_2 déterminé au début de l'expérimentation et égal à 0.86 pour l'essai AW(3).

Les essais WWTS₁(2) et MS-OFMSW₁(3) montrent des rO_2 max(1) très faibles. L'essai WWTS₁(2) présente un premier maximum de consommation en oxygène à environ 4 jours après le lancement du pilote. On observe ensuite un décrochement non logique de la consommation en oxygène au jour 10 qui masque probablement une décroissance du rO_2 jusqu'au jour 18. Après le retournement effectué au jour 18, on ne peut observer une reprise d'activité en raison d'un arrêt prématuré de l'expérimentation effectué avant la stabilisation de l'activité biologique. L'activité totale de biodégradation est donc probablement sous-estimée pour l'essai WWTS₁(2). L'essai MS-OFMSW₁(3) atteint une cinétique de consommation en oxygène maximale au jour 6. La décroissance de la consommation en oxygène est ensuite progressive jusqu'à une stabilisation de la consommation à son niveau initial entre 2 et 3 mmolO₂/h/kgMS. Après le retournement effectué au jour 35, l'essai MS-OFMSW₁(3) n'a pas montré de reprise d'activité et aurait donc pu être arrêté selon les critères d'arrêt définis précédemment. Cependant, en raison d'une production importante de N₂O, l'essai a été prolongé jusqu'au jour 63 afin d'apporter des informations relatives à la production et à la cinétique d'émission du protoxyde d'azote. Celles-ci seront discutées ultérieurement au paragraphe V. Impact environnemental du traitement. Les digestats AW(3) et SS-OFMSW₂(3) montrent une activité biologique plus

importante. Ces deux essais présentent une évolution de la consommation en oxygène caractérisée par deux pics successifs à 7 jours pour le premier et 14 et 22 jours pour le second pic. Ces deux pics pourraient correspondre à des familles de composés de biodégradabilité différente. Le retournement n'a pas mené à une reprise de l'activité biologique.

Les cinétiques de biodégradation des digestats sont faibles. La fraction de matière organique facilement biodégradable est comparable et comprise entre 15 et 24%, excepté pour l'essai SS-OFMSW₂(3) pour lequel eBF(1)/O₂(1) représente 50% de la matière organique. Les digestats AW montrent la biodégradabilité résiduelle la plus importante avec un cumul de consommation en oxygène de 14.4 mol/kgMS initiale de déchets. Ce cumul de consommation en oxygène est proche de celui observé pour les déchets frais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2). Les pourcentages de matière organique dégradée au cours du traitement sont compris entre 11 et 26%. Comme pour les déchets frais, l'essai AW(3) présente le pourcentage de matière organique biodégradable le plus important. La digestion en batch et en voie sèche des déchets AW mène probablement à des hétérogénéités plus importantes lors de la biodégradation anaérobie. Ces résidus de digestion en voie sèche pourraient ainsi contenir une quantité plus importante de composés solubilisés lors de la première étape de la digestion.

IV.1.3. Comparaison déchets frais/digérés

Ayant déjà subi une étape de biodégradation lors de la digestion anaérobie, les déchets digérés montrent logiquement une activité biologique lors du compostage inférieure à celle des déchets frais. Les cumuls de consommation en oxygène, la hauteur des pics observés ainsi que les pourcentages de matière organique dégradée sont inférieurs à ceux des déchets frais. Le Tableau 40 répertorie les consommations en oxygène de différents types de déchets caractérisés en pilotes de compostage. La classification utilisée par Druilhe *et al.* [105] pour hiérarchiser les déchets en fonction des quantités de matière organique biodégradable initiale est utilisée.

La classe I est définie par une consommation cumulée supérieure à 20 molO₂/kgMS_{ini}. Les substrats de classe II montrent une consommation comprise entre 10 et 20 molO₂/kgMS_{ini}. Enfin les substrats appartiennent à la classe III quand leur consommation en oxygène est inférieure à 10 molO₂/kgMS_{ini}. Les déchets frais caractérisés ici appartiennent logiquement à la classe I de substrats qui sont riches en matière organique biodégradable. Les digestats AW(3) appartiennent à la classe II de substrats modérément biodégradables. Leur consommation en oxygène est comparable à celle de certaines boues d'épuration [135] ou de déchets urbains frais [136]. Les digestats de boues WWTS₁(2) et de déchets urbains SS-OFMSW₂(3) et MS-OFMSW₁(3) sont classés dans la catégorie III et peuvent donc être qualifiés de substrats faiblement biodégradables.

Nature du déchet	O ₂ total (molO ₂ /kgMS _{ini})	Classe	O ₂ total (molO ₂ /kgMO _{ini})	Référence
Boues d'épuration	12.5	II	-	[135]
- OMR	22.9	I	30.3	[96]
- refus de centrifugation de lisier de porc	11.9	II	16.5	
- déchets de restauration collective	41.1	I	45.0	
- boues d'abattoirs de porc	28.9	I	35.3	
- algues vertes	8.4	III	15.7	
Boues + structurant recyclé	6.2	III	7.8	[136]
Boues + structurant inerte	5.2	III	6.5	
OMR + structurant inerte	12.9	II	17.8	
Déchets frais				
AW(2)	54.4	I	65.0	Thèse
SS-OFMSW ₂ (2)	22.9	I	31.0	
MS-OFMSW ₁ (2)	21.3	I	31.2	
Déchets digérés				
WWTS ₁ (2)	3.0	III	5.4	Thèse
AW(3)	18.9	II	25.1	
SS-OFMSW ₂ (3)	7.9	III	15.3	
MS-OFMSW ₁ (3)	4.9	III	9.9	

Tableau 40 : consommation en oxygène de divers déchets organiques

La mesure des consommations totales en oxygène lors du compostage en pilotes a permis de confirmer les hypothèses établies précédemment lors de la première partie de la thèse : après méthanisation, les digestats montrent une activité de biodégradation aérobie comparable à celle de déchets modérément à faiblement biodégradables.

IV.2. Bilan massique

L'impact du traitement sur les masses caractéristiques des mélanges (masse brute, masse de matière sèche, d'eau, de matière organique, de DCO de carbone et d'azote) est estimé par le calcul du bilan massique en entrée et en sortie de pilotes de compostage. Les masses de matière consommées dans le flux gazeux (oxygène consommé équivalent à l'élimination de la DCO sur la matière) ou évacuées du système via le flux gazeux (eau sous forme de vapeur d'eau, dioxyde de carbone produit par exemple) ont également été calculées. Ces masses sont calculées sur la base des caractéristiques du flux gazeux en entrée et en sortie de pilote : concentration en oxygène, en dioxyde de carbone, en méthane, en ammoniac et en protoxyde d'azote pour les composés gazeux, ainsi que l'humidité relative. Les quantités de condensats produits sont également prises en compte dans le calcul. Il n'existe aucune autre sortie de matière au cours du traitement que celle du flux gazeux puisque la lixiviation s'est avérée négligeable voire nulle durant tous les essais de compostage.

IV.2.1. Déchets frais

Les tableaux suivants présentent les bilans matière entrée-sortie calculés sur les déchets frais. Les masses d'eau ajoutées lors des retournements sont prises en compte dans le calcul du bilan massique entrée-sortie de la masse brute et de la masse en eau. Elles ont été reportées dans les tableaux récapitulatifs entre parenthèses. L'erreur absolue correspondante est alors calculée comme l'erreur absolue sur la somme de la masse initiale (brute ou en eau) et des masses d'eau ajoutée lors des retournements. Le calcul des masses en entrée et en sortie sur les paramètres présentés dans les tableaux mène à la détermination d'erreurs relatives que l'on considère acceptables puisqu'elles sont comprises entre 0.5 et 20%. Ces erreurs tendent à se cumuler sur le calcul du bilan entrée-sortie. Plus l'abattement massique sera faible, plus les erreurs relatives seront importantes.

	Masse initiale		Masse finale		Bilan massique		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	59.1 (+22.1)	0.3	48.0	0.2	33.2	0.4	-
Masse eau (kg)	25.8 (+22.1)	0.4	25.0	0.5	22.9	0.6	24.5
Masse MS (kg)	9.2	0.3	-1.1	0.4	-	-	-
Masse MO (kg)	8.2	0.2	-0.9	-0.4	-	-	-
Masse DCO (kg)	15.1	0.6	-1.5	-0.6	-	-	15.0
Masse CT (kg)	6.1	0.2	-0.6	-0.2	-	-	3.6
Masse NT (kg)	0.43	0.01	-0.06	-0.02	-	-	0.04

Tableau 41 : bilan massique entrée-sortie pour AW(2)

	Masse initiale		Masse finale		Bilan massique		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	111.3 (+38.1)	0.6	87.7	0.4	61.7	0.7	-
Masse eau (kg)	48.3 (+38.1)	2.0	38.2	0.9	48.2	2.2	54.8
Masse MS (kg)	41.9	1.9	28.4	0.8	13.5	2.0	-
Masse MO (kg)	31.6	1.4	18.7	0.7	13.0	1.6	-
Masse DCO (kg)	48.9	2.3	22.0	0.9	26.9	2.4	30.8
Masse CT (kg)	19.8	2.7	9.2	0.6	10.7	2.8	6.7
Masse NT (kg)	1.06	0.05	0.78	0.03	0.28	0.06	0.07

 Tableau 42 : bilan massique entrée-sortie pour SS-OFMSW₂(2)

	Masse initiale		Masse finale		Bilan massique		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	100.1 (+48.5)	0.6	88.6	0.4	60.0	0.7	-
Masse eau (kg)	39.2 (+48.5)	0.6	42.0	0.8	45.7	1.0	64.3
Masse MS (kg)	40.8	0.2	26.5	0.7	14.3	0.7	-
Masse MO (kg)	32.4	1.8	17.3	0.5	15.1	1.9	-
Masse DCO (kg)	53.0	2.6	20.1	0.6	32.9	2.7	26.9
Masse CT (kg)	18.8	0.7	9.0	0.3	9.8	0.7	6.8
Masse NT (kg)	1.16	0.06	0.64	0.13	0.52	0.15	0.02

 Tableau 43 : bilan massique entrée-sortie pour MS-OFMSW₁(2)

Les erreurs absolues sur le bilan entrée-sortie en masse brute et en eau sont comprises entre 0.4 et 2.2 kg ce qui représente des erreurs relatives inférieures à 5%. L'abattement de masse brute est important pour les déchets frais puisqu'il représente 40% de la masse brute initialement chargée dans le pilote. Cette perte de masse brute est constituée majoritairement d'eau, de 70 à 78% suivant les essais. La différence entre le flux d'eau exportée par l'air et le bilan massique entrée-sortie est due à la production d'eau métabolique. Elle est comprise entre 1.6 et 18.6 kg pour les déchets frais.

Pour l'essai AW(2), le calcul de la masse sèche de digestats renvoie une valeur négative. Le calcul des masses caractéristiques de DCO, carbone et azote en sortie de pilote étant dépendant de la masse sèche de digestat, les bilans massiques sur ces paramètres sont biaisés et ne peuvent donc être commentés quantitativement. La valeur erronée de la masse sèche finale sur cet essai confirme les observations faites précédemment sur la consommation en oxygène et démontre que l'hypothèse de conservation de la masse sèche de palettes n'est pas valide pour l'essai AW(2). On a donc sur cet essai une consommation d'une partie du structurant utilisé. L'essai AW(2) met en jeu un mélange de déchets et de structurant selon un ratio volumique (1.5/1) identique à celui des autres déchets frais. Néanmoins en raison d'une masse volumique différente suivant les déchets, le ratio massique est très différent. On a ainsi pour l'essai AW(2) un rapport de 0.7 kg de palettes pour 1 kg de déchets, contre 0.2 à 0.4 kg de palettes pour 1 kg de déchets pour les essais SS-OFMSW₂(2) et

MS-OFMSW₁(2). La quantité de palettes est donc proportionnellement plus importante dans le mélange AW(2). Par ailleurs, les déchets AW(2) sont plus humides que les autres déchets frais étudiés. Ainsi la quantité d'eau dans le pilote rapportée à la quantité de palettes est également plus importante. La proportion plus importante de palettes et d'eau dans le mélange AW(2) aurait donc pu entraîner un transfert de l'eau du déchet sur la palette plus facile, favorisant ainsi des conditions de biodégradation d'une partie du structurant par les micro-organismes. Ces conditions étant uniquement particulières à l'essai AW(2), il est possible de maintenir l'hypothèse de conservation de masse sèche de structurant pour les autres essais.

Pour les essais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2), les erreurs relatives sur les masses caractéristiques sont acceptables puisqu'elles sont inférieures à 20%, excepté pour le bilan entrée-sortie en azote. En effet les masses d'azote mises en jeu étant plus faibles, les erreurs cumulées sur le bilan deviennent supérieures à 20%. Les pertes en masse sèche, matière organique, DCO et carbone sont comparables pour ces deux essais et représentent un abattement initial de 34, 44, 59 et 53% respectivement. Le bilan massique DCO peut être comparé à la masse d'oxygène consommée calculée via le suivi gazeux. Le recouvrement entre oxygène consommé et DCO éliminée est de 115% pour l'essai SS-OFMSW₂(2) et 82% pour l'essai MS-OFMSW₁(2). De même, le bilan massique sur le carbone comparé aux émissions carbonées (dioxyde de carbone et méthane) permet de calculer des taux de recouvrement de 63 et 70% pour ces deux essais. Le bilan matière sur l'azote est entaché d'une erreur trop importante pour être comparé à la quantité d'azote exportée par le flux gazeux (ammoniac et protoxyde d'azote).

IV.2.2. Digestats

Les bilans matière entrée-sortie des essais de compostage de digestats sont reportés dans les tableaux suivants. Les masses d'eau ajoutées lors des retournements ont été reportées dans les tableaux récapitulatifs entre parenthèses. Comme pour les déchets frais, le calcul des masses en entrée et en sortie mène à la détermination d'erreurs relatives acceptables puisqu'elles sont comprises entre 0.5 et 20%.

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	92.6 (+6.5)	0.5	91.0	0.5	8.1	0.7	-
Masse eau (kg)	48.0 (+6.5)	1.2	48.4	1.4	6.1	1.5	5.8
Masse MS (kg)	17.0	1.2	15.0	0.9	2.0	1.4	-
Masse MO (kg)	9.9	0.7	9.5	0.5	0.4	0.8	-
Masse DCO (kg)	15.4	1.1	13.3	0.9	2.1	1.4	1.7
Masse CT (kg)	6.0	0.4	5.2	0.4	0.8	0.6	0.5
Masse NT (kg)	0.96	0.07	0.62	0.05	0.33	0.08	0.03

Tableau 44 : bilan massique entrée-sortie pour WWTS₁(2)

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	119.4 (+3.2)	0.6	97.5	0.5	25.1	0.8	-
Masse eau (kg)	79.9 (+3.2)	0.9	67.0	0.9	16.2	1.3	22.3
Masse MS (kg)	18.8	0.7	9.9	0.8	8.9	1.1	-
Masse MO (kg)	14.0	0.5	7.7	0.6	6.3	0.8	-
Masse DCO (kg)	24.1	1.1	11.1	1.0	13.1	1.5	8.7
Masse CT (kg)	8.8	0.4	4.5	0.4	4.3	0.5	2.9
Masse NT (kg)	1.22	0.08	0.44	0.05	0.78	0.09	0.25

Tableau 45 : bilan massique entrée-sortie pour AW(3)

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	97.0 (+0.0)	0.5	87.2	0.4	9.8	0.7	-
Masse eau (kg)	42.2 (+0.0)	0.8	46.0	0.5	-3.8	0.9	8.3
Masse MS (kg)	27.0	0.6	13.4	0.3	13.6	0.7	-
Masse MO (kg)	13.9	0.3	7.7	0.2	6.3	0.4	-
Masse DCO (kg)	23.0	0.8	12.4	1.0	10.6	1.3	6.8
Masse CT (kg)	8.6	0.2	4.8	0.3	3.8	0.4	1.5
Masse NT (kg)	0.39	0.01	0.30	0.02	0.09	0.03	0.04

 Tableau 46 : bilan massique entrée-sortie pour SS-OFMSW₂(3)

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	156.4 (+0.0)	0.8	147.7	0.7	8.7	1.1	-
Masse eau (kg)	99.1 (+0.0)	1.3	93.9	1.2	5.2	1.7	5.7
Masse MS (kg)	31.3	1.0	27.8	0.9	3.5	1.3	-
Masse MO (kg)	16.9	0.7	15.4	0.7	1.5	1.0	-
Masse DCO (kg)	28.0	1.0	23.0	0.9	5.0	1.3	6.1
Masse CT (kg)	12.0	1.8	8.9	0.4	3.2	1.8	1.4
Masse NT (kg)	0.92	0.04	0.80	0.05	0.13	0.07	0.25

 Tableau 47 : bilan massique entrée-sortie pour MS-OFMSW₁(3)

Corrélées à une activité de biodégradation plus limitée, les pertes de masse brute des digestats sont comprises entre 8 et 25 kg (représentant de 6 à 21% de la masse brute initiale) contre 33 à plus de 60 kg pour les déchets frais. En raison de cette perte de masse plus faible, les erreurs relatives sont plus élevées que celles calculées pour le bilan massique des déchets frais. Cependant, ces erreurs relatives sont acceptables sur la masse brute puisqu'elles sont comprises entre 3 et 12%.

En ce qui concerne le bilan en eau, les pertes de masse sont faibles et les erreurs cumulées sur le bilan deviennent inacceptables, hormis pour l'essai AW(3). L'essai SS-OFMSW₂(3) montre non pas une perte mais un gain en eau lors du traitement. Ce gain en eau pourrait s'expliquer par une production d'eau métabolique au cours du compostage supérieure aux phénomènes d'exportation de l'eau (convection de l'air,

évaporation). Cependant, cette hypothèse ne peut être confirmée par une biodégradation particulièrement plus importante sur cet essai. La consommation en oxygène ou l'abattement en masse brute ne sont par exemple pas plus importants que pour l'essai AW(3). Une erreur plus importante sur l'échantillonnage du mélange déchets/structurant lors de l'arrêt du pilote de compostage doit donc être envisagée. Néanmoins cette incertitude d'échantillonnage n'a pas d'influence sur la suite du bilan matière entrée-sortie qui montre des erreurs relatives inférieures à 12%. La production d'eau métabolique des digestats est très faible voire négative pour l'essai WWTS₁(2) ce qui souligne l'erreur relative importante (25%) sur le bilan en eau. En effet, puisqu'il y n'y a pas de production de lixiviats, la quantité d'eau éliminée dans la masse ne peut être supérieure à celle exportée par le flux gazeux.

Pour les essais AW(3) et SS-OFMSW₂(3), la perte absolue en masse sèche, matière organique, DCO et carbone est logiquement plus faible que la perte mesurée sur leurs homologues non digérés. Néanmoins, l'abattement initial est du même ordre de grandeur que pour les déchets frais puisqu'on observe un abattement moyen de 50% sur chacun des paramètres. Le taux de recouvrement entre l'oxygène consommé et la DCO éliminée sur la matière est un peu plus faible que pour les déchets frais mais reste acceptable puisqu'il est de 65% en moyenne sur ces deux essais. De même, le recouvrement entre carbone exporté par le flux gazeux et éliminé sur la matière est de 67% pour l'essai AW(3). Le taux de recouvrement plus faible (40%) observé sur l'essai SS-OFMSW₂(3) pourrait provenir d'une sous-estimation des composés gazeux carbonés. Une production importante de COVs, non quantifiés lors de l'analyse du flux gazeux, pourrait expliquer ce défaut de recouvrement.

Les erreurs relatives sur le bilan massique sont supérieures à 20% pour les essais WWTS₁(2) et MS-OFMSW₁(3) en raison d'un abattement de masse sèche très faible (2.0 et 3.5 kg respectivement contre 8.9 et 13.6 kg pour les autres essais). Les incertitudes sur le bilan massique sont donc grandes sur ces deux essais. Néanmoins si on compare le bilan massique au bilan gazeux, on observe des taux de recouvrement cohérents avec ceux observés pour les autres digestats caractérisés. Le taux de recouvrement entre oxygène consommé et DCO éliminée est ainsi de 81% pour le digestat WWTS₁(2) et de 122% pour MS-OFMSW₁(3). Sur le bilan carbone, le taux de recouvrement est de 63 et 44% pour WWTS₁(2) et MS-OFMSW₁(3) respectivement.

De la même façon que pour les déchets frais, les erreurs relatives très importantes sur le bilan massique en azote ne permettent pas de le comparer à la quantification des composés azotés gazeux.

IV.2.3. Comparaison déchets frais/digérés

Le bilan massique entrée-sortie apparaît plus difficile à exploiter sur les essais de compostage de digestats que sur les déchets frais en raison d'une perte massique moindre entraînant des erreurs relatives plus importantes. Néanmoins, on a pu démontrer que si la perte absolue est logiquement plus faible pour les digestats, l'abattement relatif en matière sèche, matière organique, DCO et carbone est comparable avec celui des déchets frais. Le suivi des caractéristiques de l'air au cours des essais de compostage, a permis d'évaluer la pertinence d'utiliser les bilans massiques. Les taux de recouvrement entre flux gazeux et matière éliminée ont ainsi permis de valider la fiabilité du calcul des flux exportés par l'air pour estimer les abattements des différents paramètres au cours du traitement. En effet, on peut faire l'hypothèse que l'erreur sur les quantités de matière calculées via le suivi gazeux est inférieure à celle du bilan matière. Les quantités de matière exportées par le flux gazeux sont calculées via la mesure des concentrations par l'analyseur dont la répétabilité est inférieure à 0.1% pour le détecteur paramagnétique d'O₂, et de l'ordre de 1% de la lecture pour les teneurs en CO₂, CH₄ et N₂O. De plus, des essais de traçage de l'écoulement gazeux en pilotes de compostage ont montré que les taux de récupération du flux gazeux était toujours supérieure à 80% [106]. Ces éléments nous permettent donc de valider la fiabilité du bilan gazeux dans cette configuration du pilote. Le bilan gazeux s'avère dans ce cas plus pertinent pour commenter la biodégradation, notamment lorsque les incertitudes sur le bilan massique deviennent trop importantes.

IV.3. Production et transferts de chaleur

IV.3.1. Elévation de température

La Figure 19 montre un exemple de suivi température sur le pilote MS-OFMSW₁(2) enregistré par les quatre sondes de température utilisées au cours de l'expérimentation. Les températures relevées à différentes hauteurs (au dessus, au milieu, au fond de la matière en compostage et dans la phase gazeuse située au dessus de la couche du mélange) présentent la même évolution au cours de l'essai. Il en a été de même pour tous les autres essais de compostage, ce qui a conduit à choisir la température mesurée au milieu du massif comme indicateur global de la température.

La Figure 20 montre l'évolution de la température milieu des trois pilotes de déchets frais étudiés. L'évolution de température est logiquement corrélée à la consommation en oxygène, la biodégradation de la matière organique étant caractérisée par une élévation de la température résultant en un échauffement de la matière en compostage. L'augmentation de la température des déchets SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) est identique jusqu'à un maximum de près de 70°C. La décroissance est ensuite plus rapide pour l'essai SS-OFMSW₂(2) qui atteint une température inférieure à 30°C avant le premier retournement, contre 40°C pour l'essai MS-OFMSW₁(2). L'augmentation de température est moins rapide et moins importante pour les déchets AW(2) malgré une consommation en oxygène cumulée plus importante (voir Tableau 39). Après le premier retournement, les trois essais présentent à nouveau un pic de température corrélé à la consommation en oxygène correspondant à la reprise significative de la biodégradation. Le deuxième pic atteint des températures équivalentes au premier pour les essais AW(2) et MS-OFMSW₁(2). Pour l'essai SS-OFMSW₂(2), la température maximale atteinte ne dépasse pas 50°C contre près de 70°C avant retournement. Comme pour la cinétique de consommation en oxygène, la décroissance de la température accélère après le retournement. Au jour 27, la température de l'essai MS-OFMSW₁(2) n'a pas pu être enregistrée en raison d'un problème expérimental. Le second pic de température pourrait donc être légèrement supérieur à celui enregistré. Comme avant le premier retournement, la température de MS-OFMSW₁(2) reste plus importante que celle de l'essai SS-OFMSW₂(2). Après le deuxième retournement, les déchets SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) montrent toujours un échauffement significatif avec des températures maximales de l'ordre de 45°C.

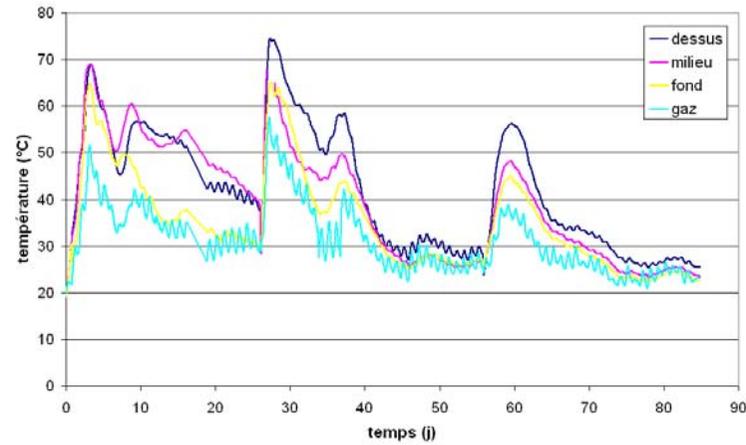


Figure 19 : évolution des températures matière et gaz pour le pilote MS-OFMSW₁(2)

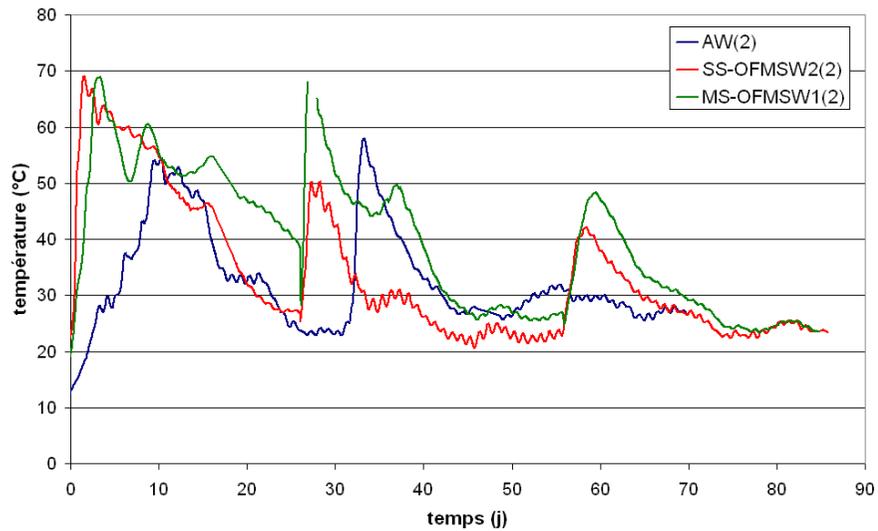


Figure 20 : évolution de température matière des déchets frais

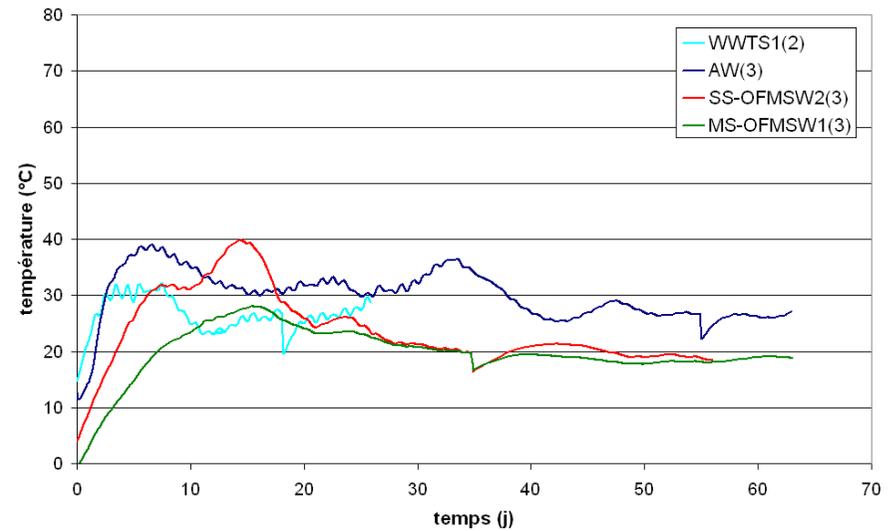


Figure 21 : évolution de température matière des digestats

Comme pour la consommation en oxygène, l'élévation de température des digestats est plus limitée. Les digestats SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) ayant dû être congelés puis décongelés avant le lancement de l'essai de compostage, leurs températures initiales sont très faibles. Néanmoins ceci n'a, a priori, pas empêché une augmentation de la température lors du compostage. Les températures atteintes par les digestats en compostage en pilotes ne dépassent pas 40°C. Après l'augmentation initiale, la température est stable durant le traitement et comprise entre 20 et 30°C suivant l'essai.

Le Tableau 48 récapitule les températures maximales atteintes lors des essais de compostage avant retournement (1), après le premier retournement (2) et après le deuxième retournement (3). L'élévation de température maximale ΔT_{\max} est obtenue en retranchant à la température matière maximale celle de l'air process. Les prédictions d'élévation de température calculées grâce à la corrélation de De Guardia *et al.* [96] sont également reportées. Cette corrélation est rappelée ci-dessous :

$$\Delta T_{\max} = 1.5672 * MO_{\text{biod}} + 13.682$$

avec ΔT_{\max} : élévation de température maximale

MO_{biod} : quantité de matière organique biodégradable estimée sur la base d'une mesure respirométrique et exprimée en kg d'équivalent oxygène.

La relation de corrélation utilisée par de Guardia *et al.* décrit globalement bien l'élévation de température des déchets lors du compostage en pilotes de 300L.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (2)	AW (2 ; 3)		SS-OFMSW ₂ (2 ; 3)		MS-OFMSW ₁ (2 ; 3)	
Date de prélèvement		21/04/10	08/04/10	08/07/10	31/05/10	07/07/10	31/05/10	07/07/10
T _{max} (1)	°C	32.1	54.5	39.0	69.1	39.8	69.0	28.0
T _{max} (2)		-	58.0	-	50.3	-	65.1	-
T _{max} (3)		-	-	-	42.2	-	48.3	-
ΔT_{\max}		10.3	37.9	12.4	47.2	19.3	40.5	8.8
ΔT_{\max} prédite		16.6	23.1	19.3	43.7	15.8	52.2	18.0

Tableau 48 : températures maximales atteintes lors des essais de compostage en conditions standardisées

L'évolution de la température est intéressante pour évaluer une hygiénisation potentielle du déchet pendant le compostage. Le couple temps/température propre à assurer l'hygiénisation d'un compost n'est pas défini dans les normes françaises relatives aux amendements organiques. Cependant, une note de service du ministère de l'agriculture et de la pêche traitant des procédés alternatifs de traitement des sous-produits animaux dans les usines de compostage [137] définit les couples temps/températures minimaux suivants :

- 55°C x 14 jours
- 60°C x 7 jours
- 65°C x 3 jours
- 70°C x 12 heures.

En Suède, les spécifications pour les composts issus de déchets de cuisine en collecte sélective sont du même ordre de grandeur puisque le produit doit subir deux périodes de deux semaines à 55°C ou une période d'une semaine à plus de 65°C [138]. En ce qui concerne les déchets frais, seul l'essai SS-OFMSW₂(2) satisfait à ces critères puisque la température milieu a été mesurée supérieure à 55°C pendant 14.4 jours et supérieure à 70°C pendant 1.6 jour. Aucun des digestats ne satisfait ces exigences de températures. Si le digestat s'avérait contaminé en pathogènes, cela pourrait donc faire craindre des problèmes d'hygiénisation du produit après son post-compostage. Il convient cependant de rappeler qu'en raison de phénomènes d'échelle, ces températures maximales atteintes en pilotes de compostage de 300L sont inférieures à celles atteintes en casier industriel de compostage sur les mêmes déchets. En effet, la quantité limitée de substrat dans les pilotes, ainsi que les conditions d'aération constantes peuvent entraîner un échauffement moins important quantitativement et moins durable que lors du compostage en casier industriel.

IV.3.2. Bilan thermique

Le Tableau 49 présente les différents termes du bilan thermique effectué sur les pilotes de compostage en conditions standardisées.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (2)	AW (2 ; 3)		SS-OFMSW ₂ (2 ; 3)		MS-OFMSW ₁ (2 ; 3)	
Date de prélèvement		21/04/10	08/04/10	08/07/10	31/05/10	07/07/10	31/05/10	07/07/10
Q _{in}	kJ	1850	18258	19246	31116	7463	30025	7058
Q _{out}		2541	24674	24483	45499	10386	50019	8386
Q _{cond}		8115	19335	14104	34018	13961	47213	6344
Q _{évap}		2605	27375	27351	56060	7752	71385	6325
Q _{acc}		2895	2593	3771	3735	2547	3516	6929
Q _{prod}		14307	55718	50464	108196	27183	142108	20296
F	kJ/mol	270	115	146	112	128	172	139

Tableau 49 : bilan thermique des essais de compostage en conditions standardisées

Les disparités importantes entre les valeurs de convection de l'air entrant s'expliquent par la durée de l'essai (plus importante pour les déchets frais) et surtout par les différences de températures de l'air process. Une température de l'air process plus importante entraîne en effet une valeur plus élevée pour le terme de convection de l'air entrant. Les essais de compostage des déchets frais et des digestats AW(3) ont eu lieu entre juin et septembre 2010. Lors de ces essais, la température de l'air process était comprise entre 20 et 30°C. Les termes de convection de l'air entrant sont donc élevés. L'essai de compostage des digestats WWTS₁(2) a été réalisé en mai 2010 avec une température d'air process comprise entre 15 et 20°C. Les essais de compostage des digestats SS-OFMSW₂(3) et MS-OFMSW₁(3) ont été réalisés d'octobre à décembre 2010 avec une température comprise entre 15 et 20°C. Les termes de convection de l'air entrant de ces essais sont donc plus faibles. Les termes de convection de l'air sortant, de conduction et d'évaporation étant corrélés à la température matière, ils sont logiquement plus élevés pour les déchets frais. La quantité de chaleur

accumulée dépend de la masse de solide mise en jeu et de la température matière. Malgré une température modérée, la quantité plus importante de digestats chargée dans le pilote MS-OFMSW₁(3) conduit ainsi à la quantité de chaleur accumulée la plus importante.

Le bilan thermique mène au calcul d'une production de chaleur globale comprise entre 45 et 152 MJ pour les déchets frais. Cette production de chaleur, corrélée à l'activité de biodégradation, est inférieure pour les digestats et comprise entre 14 et 50 MJ. Sur les gisements SS-OFMSW₂ et MS-OFMSW₁, la diminution de la production de chaleur après digestion est de 75 et 86% respectivement. Celle-ci est corrélée à la diminution de la biodégradabilité (mesurée par la consommation totale en oxygène lors de l'essai) qui est de 70% en moyenne pour ces deux gisements. Sur le gisement AW, la production de chaleur reste très importante pour les digestats AW(3). Ainsi sur ce gisement, la diminution de la production de chaleur n'est que de 10% alors que l'abattement de la biodégradabilité est de 74%.

Le facteur enthalpique, reliant consommation en oxygène et production de chaleur, dépend de la nature biochimique de la matière dégradée puisqu'il prend en compte la quantité de chaleur dégagée par les micro-organismes qui consomment la matière organique biodégradable du substrat. Les facteurs enthalpiques calculés ne sont pas comparables suivant les essais. Ceci pourrait s'expliquer par la nature différente de la matière organique biodégradable mise en jeu ou par la présence d'une flore bactérienne différente suivant l'essai considéré.

	1 ^{er} pic conso en O ₂		2 ^{ème} pic conso en O ₂		3 ^{ème} pic conso en O ₂	
	↗	↘	↗	↘	↗	↘
Déchets frais						
AW(2)	163	102	230	100	-	-
SS-OFMSW ₂ (2)	331	120	235	84	142	68
MS-OFMSW ₁ (2)	220	133	373	172	297	213
Déchets digérés						
WWTS ₁ (2)	513	201	-	-	-	-
AW	351	130	-	-	-	-
SS-OFMSW ₂ (3)	152	90	-	-	-	-
MS-OFMSW ₁ (3)	366	112	-	-	-	-

Tableau 50 : évolution du facteur enthalpique au cours des essais de compostage en conditions standardisées

Comme discuté précédemment, l'évolution de la consommation en oxygène au cours du temps permet de distinguer deux phases dans le déroulement du compostage. La première phase de croissance de la consommation en oxygène correspond à la consommation de la matière organique facilement biodégradable. Après le pic de consommation en oxygène, une phase de décroissance est observée, correspondant à la biodégradation de la matière organique nécessitant une hydrolyse préalable à sa consommation par les micro-organismes. Le calcul du facteur enthalpique sur la

phase de croissance du premier pic de consommation donne des valeurs comprises entre 150 et 510 kJ/molO₂ environ. Lors de la phase de décroissance, le calcul des facteurs enthalpiques renvoie des valeurs inférieures comprises entre environ 90 et 200 kJ/molO₂ (Tableau 50). Pour les déchets frais, on observe sur les deuxième et troisième pics de consommation en oxygène la même évolution du facteur enthalpique. Celui-ci retrouve tout d'abord une valeur proche ou supérieure à celle calculée initialement et diminue à nouveau sur la phase de décroissance. La diminution du rapport enthalpique au cours du pic de biodégradation pourrait s'expliquer par la difficulté accrue des micro-organismes à dégrader le substrat restant qui nécessite une hydrolyse préalable à sa consommation. Ainsi, une part plus importante de l'énergie produite par les micro-organismes serait utilisée pour l'hydrolyse puis la consommation de la matière organique lentement biodégradable, au détriment de l'accumulation de chaleur dans la matrice.

Excepté la valeur importante pour le digestat WWTS₁(2), les facteurs enthalpiques déterminés sont inférieurs à la valeur de référence rapportée dans la littérature de 450 kJ/molO₂. Cette valeur est déterminée sur des substrats purs fortement biodégradables. Or la matière organique mise en jeu dans ces essais de compostage est de nature plus complexe et plus difficile à dégrader pour les micro-organismes. De plus, les conditions de biodégradation en pilotes peuvent être hétérogènes et le potentiel biodégradable maximal n'est pas forcément atteint. Ceci explique que le facteur enthalpique calculé pour le compostage des déchets frais et digérés est plus faible que la valeur de référence.

IV.4. Qualité du produit en sortie de pilote de compostage

La typologie établie dans la première partie de la thèse a permis de conclure que les digestats caractérisés n'étaient pas assez concentrés en éléments fertilisants pour remplir les spécifications de la norme NFU 42-001 relative aux engrais. Par conséquent, la qualité des produits en sortie de compostage est uniquement discutée du point de vue des propriétés amendantes et de l'innocuité. Le traitement biologique de déchets organiques par compostage permet de stabiliser la matière organique biodégradable et d'améliorer les propriétés physico-chimiques en vue d'aboutir à un produit normalisé utilisable au sol en tant qu'amendement organique. L'évaluation de la qualité du produit en sortie de pilote de compostage est présentée dans le Tableau 51.

Lors du compostage en pilote, la dégradation de la matière organique entraîne une évolution du rapport C/N. L'augmentation du C/N au cours du compostage montrerait ainsi une perte majoritaire en azote alors que la diminution du C/N tendrait à indiquer une dégradation plus importante de la fraction carbonée de la matière organique. Pour autant la variation du C/N entre l'entrée et la sortie du pilote de compostage n'apparaît pas corrélée quantitativement à la biodégradation, puisqu'elle est du même ordre de grandeur voire supérieure pour les digestats malgré une biodégradation quantitativement moins importante que sur les déchets frais. De plus, l'erreur relative sur la différence de C/N entrée-sortie est importante sur les essais de compostage. Les erreurs relatives sur le paramètre C/N sont acceptables (entre 2 et 20%), mais étant donnés les faibles écarts avant et après compostage, les erreurs relatives sur son évolution deviennent inacceptables. Les quantités de matière mises en jeu et les temps de biodégradation étant limités à la phase de fermentation active du compostage, l'indicateur global de C/N n'est probablement pas assez sensible pour estimer la stabilisation de la matière organique au cours du traitement.

Pour respecter les spécifications de la norme NFU 44-051 relative aux amendements organiques, le rapport C/N doit être supérieur à 8. Le compostage des digestats WWTS₁(2) et AW(3) permet d'atteindre ce seuil, tandis que pour les autres essais le C/N initial est déjà supérieur à cette valeur.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (2)		AW(2)		AW(3)		SS-OFMSW ₂ (2)		SS-OFMSW ₂ (3)		MS-OFMSW ₁ (2)		MS-OFMSW ₁ (3)	
		(a)	(b)	(a)	(b)	(a)	(b)	(a)	(b)	(a)	(b)	(a)	(b)	(a)	(b)
C/N	-	6.3	8.4	14.1	10.1	7.3	10.3	18.8	11.8	22.1	16.0	16.2	14.0	13.0	11.1
AH-I/AF-I	-	0.38	0.31	0.36	0.72	0.32	0.33	0.14	0.50	0.46	0.47	0.05	0.36	0.18	0.38
NH ₄ ⁺	mg/gMS	7.1	1.7	5.1	n.d	17.8	n.d	2.4	n.d	3.1	n.d	3.0	n.d	9.3	n.d
IG _{ray-grass}	%	40	73	6	89	0	82	0	94	32	94	0	121	0	43
IG _{cresson}		28	84	0	126	0	86	0	90	14	126	0	130	0	53
C _{sol}	mg/gMS	28	6	191	53	104	70	60	9	18	10	60	11	43	10

(a) : avant compostage ; (b) : après compostage

Tableau 51 : évolution de la qualité au cours du compostage en conditions standardisées

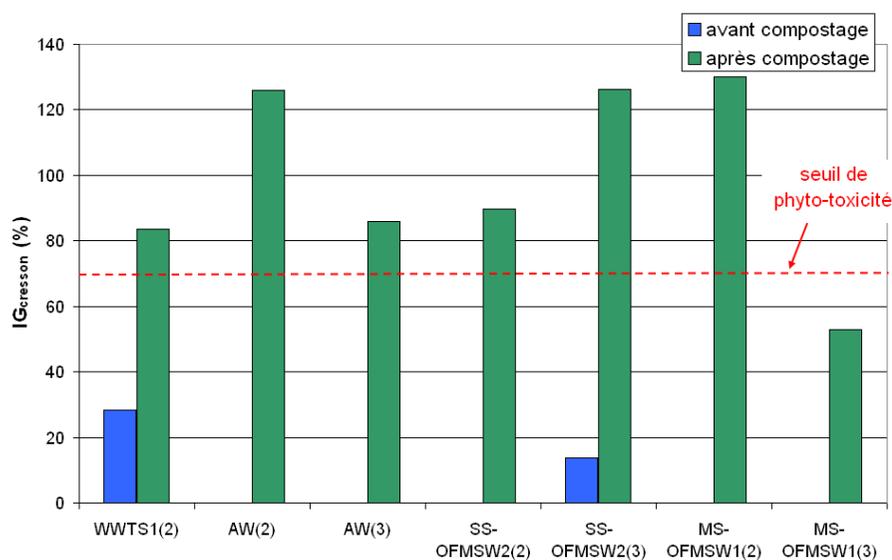


Figure 22 : indices de germination du cresson

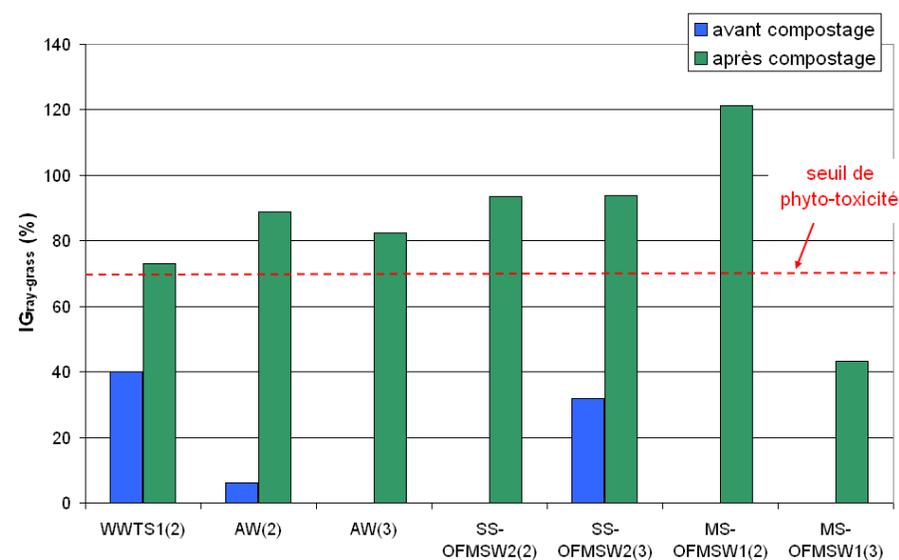


Figure 23 : indices de germination du ray-grass

Avant compostage, les fractions humiques du gisement AW avant et après digestion sont statistiquement identiques. Le procédé de digestion n'a donc pas d'effet sur les composés dits humiques. A contrario après compostage, les fractions humiques du compost AW(2) et du méthacompost AW(3) sont statistiquement différentes. Cette différence pourrait traduire une dégradation différente lors de la biodégradation aérobie subie par les molécules digérées ou non. Dans le cas des gisements SS-OFMSW₂ et MS-OFMSW₁, l'analyse de variance montre que les fractions dites humiques sont statistiquement différentes avant compostage. Néanmoins, étant données les incertitudes sur le protocole de fractionnement adopté, cette différence ne peut être imputée de façon certaine à la digestion. Ainsi l'augmentation de la fraction AH-*l* après digestion pourrait être due à l'extraction de composés solubilisés lors de la méthanisation sans pour autant signifier une augmentation réelle des acides humiques. Après compostage, les composts et méthacomposts obtenus présentent des fractions humiques qui sont identiques.

L'évolution du rapport AH-*l*/AF-*l* au cours du traitement par compostage sur certains pilotes pourrait indiquer la mise en place des phénomènes d'humification. Le traitement entraîne une augmentation de ce rapport sur tous les essais de compostage de déchets frais ainsi que sur le digestat MS-OFMSW₁(3). Pour les digestats WWTS₁(2), AW(3) et SS-OFMSW₂(3), la différence entrée-sortie étant très faible il est difficile de commenter l'évolution du rapport AH-*l*/AF-*l* au cours du compostage. Néanmoins comme le protocole de fractionnement humique quantifie probablement d'autres molécules, l'évolution de ces composés pourrait également influencer le rapport AH-*l*/AF-*l* et rendre délicate l'interprétation de ces résultats.

Aucun des essais ne présente un rapport AH-*l*/AF-*l* supérieur au seuil de maturité préconisé dans la littérature de 1.9 [56]. La durée de ces essais de compostage en pilotes n'est probablement pas assez longue pour assurer la maturation de la matière organique et la formation réelle de substances humiques.

Après compostage on ne détecte pas d'azote ammoniacal excepté pour le méthacompost WWTS₁(2). La diminution de la teneur en NH₄⁺ due à la consommation de l'azote au cours du compostage et à la volatilisation de l'ammoniac traduit une diminution du risque phyto-toxique qui est cohérent avec la stabilisation de la matière organique lors du traitement aérobie.

Les résultats d'indices de germination présentés confirment les hypothèses faites sur la diminution de la phyto-toxicité : après compostage on observe systématiquement une augmentation de l'IG quelque soit le substrat et la plante considérée (Figure 22 et Figure 23). Pour le gisement AW et MS-OFMSW₁, la digestion influence de manière négative la germination du cresson puisque l'IG des méthacomposts est inférieur à

celui des composts. On observe également une influence négative sur la germination du ray-grass pour le gisement MS-OFMSW₁. L'étape de digestion pourrait donc conduire à la production de molécules particulières non dégradées lors du compostage et potentiellement phyto-toxiques. Les IG du méthacompost MS-OFMSW₁(3) n'atteignent pas le seuil de non phyto-toxicité. Pour le gisement SS-OFMSW₂, la digestion mène à l'augmentation de l'IG du cresson, celui du ray-grass n'étant apparemment pas influencé par la digestion anaérobie.

On observe enfin une diminution du C_{sol} lors du compostage en lien avec la biodégradation de la matière organique. L'abattement en carbone soluble après traitement par compostage est de 72 à 85%, excepté pour les méthacomposts AW(3) et SS-OFMSW₂(3) pour lesquels la dégradation du C_{sol} est moins importante. Il n'existe pas de différence significative de stabilisation entre les déchets frais et digérés après compostage.

V. Impact environnemental du traitement

V.1. Gaz à effet de serre et traitement biologique des déchets

Les gaz à effet de serre (GES) sont des composés gazeux qui absorbent le rayonnement infra-rouge émis par la surface terrestre. En absorbant ces rayonnements, ils emprisonnent l'énergie thermique près de la surface du globe où elle réchauffe l'atmosphère basse. Les principaux GES présents naturellement dans l'atmosphère et contribuant le plus au réchauffement climatique sont le dioxyde de carbone, le méthane et le protoxyde d'azote. L'impact sur le changement climatique de chaque gaz à effet de serre est calculé sur une base commune et exprimé en équivalent carbone ou équivalent CO₂. L'équivalent CO₂ est aussi appelé potentiel de réchauffement global (PRG) et est habituellement calculé sur une période de 100 ans. Le PRG du dioxyde de carbone qui sert de référence vaut 1 pour une durée de 100 ans. Le méthane a un PRG de 23 et le protoxyde d'azote de 296 à 100 ans [139].

La durée de vie d'un gaz à effet de serre caractérise le temps nécessaire à son élimination dans l'atmosphère. Le CO₂ est pratiquement inerte dans l'atmosphère. Les GES contenant un ou plusieurs atomes d'hydrogène, tel que le CH₄, sont éliminés principalement par réaction chimique avec des radicaux hydroxyles. Cette réaction a lieu dans la troposphère, partie la plus basse de l'atmosphère située à une distance comprise entre 7 et 16 km de la surface de la terre selon la latitude et la saison et représentant plus de 80% en masse de l'atmosphère. Le N₂O ne réagit pas avec les radicaux hydroxyles dans l'atmosphère mais est détruit dans la stratosphère ou au dessus, principalement par rayonnement solaire ultra-violet. La durée de vie du N₂O est par conséquent plus importante. La durée de vie d'un GES est généralement considérée comme indépendante de la source et de la localisation de l'émission. Néanmoins la durée de vie de certains GES peut être différente selon l'endroit de l'atmosphère où ils se trouvent : les oxydes d'azote NO_x ont par exemple une durée de vie inférieure à 1 jour dans la partie basse de la troposphère et supérieure à 5 jours dans sa partie haute. Ces deux durées de vie étant inférieures au temps nécessaire au mélange vertical des composés gazeux dans la troposphère, les émissions de NO_x restent localisées dans l'atmosphère proche de leur point d'émission. La concentration atmosphérique des GES peut également influencer leur durée de vie. Ainsi, une concentration croissante de CH₄ augmente sa durée de vie tandis qu'un enrichissement en N₂O conduit à l'augmentation stratosphérique des NO_x dégradant la couche d'ozone et entraînant ainsi une photolyse plus rapide du N₂O. Les durées de vie atmosphérique moyennes du CH₄ et du N₂O sont respectivement de 8.4 et de 120 ans.

Ces gaz à effet de serre, naturellement présents dans l'atmosphère, sont également émis par un certain nombre d'activités humaines industrielles telles que le transport,

l'agriculture, la production d'énergie ou encore le traitement des déchets (Figure 24). L'élimination et le traitement des déchets représentent plus de 3% de la production annuelle de gaz à effet de serre. Les principaux composés gazeux émis lors du traitement biologique de déchets organiques biodégradables sont le CO₂, le CH₄ et le N₂O. Lors du compostage, les émissions de CO₂ proviennent de la dégradation de la matière organique carbonée et sont considérées comme biogéniques, c'est-à-dire participant au cycle naturel du carbone. Elles ne sont donc pas comptabilisées dans l'estimation du potentiel de réchauffement global du compostage dans la mesure où elles sont compensées par le CO₂ capté lors de la croissance des matières organiques constitutives des déchets [125, 140].

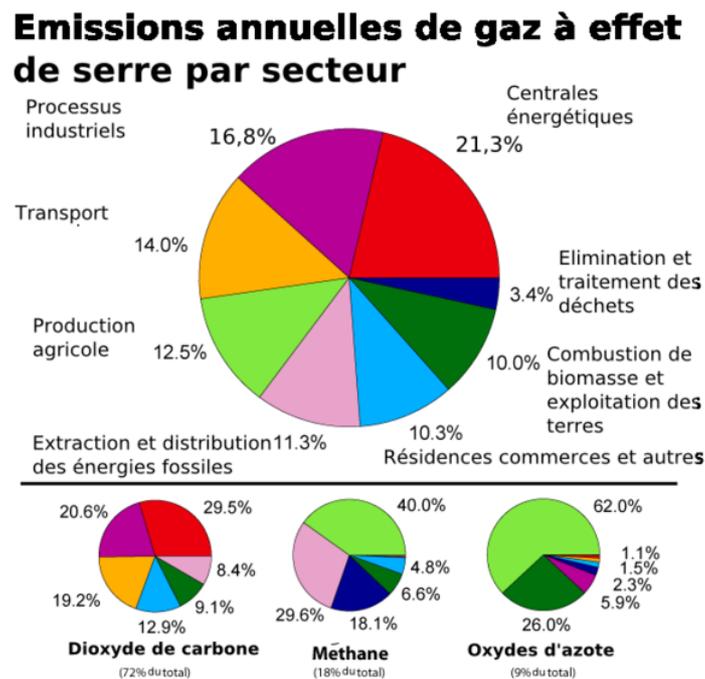


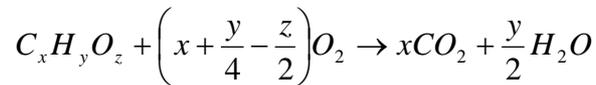
Figure 24 : émissions de gaz à effet de serre par secteur d'activité humaine (source : http://fr.wikipedia.org/wiki/Gaz_%C3%A0_effet_de_serre consulté le 10/08/2011)

L'abondance du CH₄ dans l'atmosphère a augmenté d'un facteur 2.5 depuis le début de l'ère industrielle passant ainsi de 700 ppb en 1750 à 1745 ppb en 1998 [139]. Parmi les sources anthropogéniques du CH₄ dans l'atmosphère, l'élimination (incluant la mise en décharge) et le traitement des déchets représente près de 20% de la production annuelle de CH₄. L'abondance moyenne de N₂O à la surface de la terre était de 314 ppb en 1998 correspondant à une quantité totale de 1510x10¹² gN [139]. Près de 60% du N₂O est émis dans l'hémisphère Nord et sa concentration atmosphérique continue d'augmenter de 0.25% par an. Le secteur agricole est responsable de plus de 60% des émissions de N₂O principalement en raison de l'utilisation de fertilisants azotés. Les émissions de N₂O ont en effet été estimées à environ 2 kgN/an et par hectare de terre agricole dans l'EU-27 [141].

V.2. Emissions carbonées

V.2.1. Dioxyde de carbone

Lors de la biodégradation aérobie, la respiration des micro-organismes qui dégradent la matière organique carbonée conduit à la formation de dioxyde de carbone suivant l'équation stœchiométrique ci-dessous où $C_xH_yO_z$ représente la matière organique :



La consommation en oxygène correspond donc à la production de CO_2 et à la formation d'eau métabolique au cours du traitement. Le Tableau 52 présente les corrélations entre les teneurs en O_2 et en CO_2 dans le gaz sortant obtenues pour chacun des essais de compostage.

Essais en pilote de compostage	Régression linéaire	R ²
<i>Déchets frais</i>		
AW(2)	$O_2 (\%) = 22.07 - 1.15 CO_2(\%)$	0.90
SS-OFMSW₂(2)	$O_2 (\%) = 23.32 - 1.38 CO_2(\%)$	0.89
MS-OFMSW₁(2)	$O_2 (\%) = 24.00 - 1.47 CO_2(\%)$	0.70
<i>Déchets digérés</i>		
WWTS₁(2)	$O_2 (\%) = 22.76 - 1.30 CO_2 (\%)$	0.89
AW(3)	$O_2 (\%) = 22.02 - 0.78 CO_2 (\%)$	0.43
SS-OFMSW₂(3)	$O_2 (\%) = 21.62 - 0.77 CO_2 (\%)$	0.74
MS-OFMSW₁(3)	$O_2 (\%) = 21.11 - 0.53 CO_2 (\%)$	0.31

Tableau 52 : corrélation entre teneurs en oxygène et en dioxyde de carbone

La corrélation linéaire est bonne pour tous les déchets frais ainsi que pour les digestats WWTS₁(3) et SS-OFMSW₁(3). Les digestats AW(3) et MS-OFMSW₁(3) montrent un coefficient de corrélation moindre de 43 et 31% respectivement. Cette moins bonne corrélation pourrait être due à une utilisation de l'oxygène consommé pour la production d'autres composés gazeux que le CO_2 . Lors du compostage des digestats AW(3) et MS-OFMSW₁(3), les émissions importantes de protoxyde d'azote pourraient ainsi expliquer la moindre qualité de la corrélation. Ces aspects seront développés et discutés plus tard dans le paragraphe V.3.2.

Le Tableau 53 récapitule les émissions de CO_2 et les facteurs d'émissions (FE) mesurés lors des essais de compostage.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (2)	AW (2 ; 3)		SS-OFMSW ₂ (2 ; 3)		MS-OFMSW ₁ (2 ; 3)	
Date de prélèvement		21/04/10	08/04/10	08/07/10	31/05/10	07/07/10	31/05/10	07/07/10
CO₂	mol	43.6	299.7	240.6	555.9	127.8	564.2	59.4
	mol/kgMS _{ini}	2.3	32.7	12.8	13.2	4.7	13.8	1.9
FE	gC/kgMF	8	103	29	74	22	85	6
	gC/kgMO	53	436	207	211	110	209	80
	%C _{ini}	7.7	62.6	32.8	46.0	18.2	35.9	5.9

Tableau 53 : émissions gazeuses carbonées lors du compostage en conditions standardisées

Puisque la production de CO₂ est corrélée à la consommation en oxygène, les déchets frais montrent logiquement des émissions de CO₂ plus importantes que les digestats. De même que pour le cumul d'oxygène consommé, le compostage des déchets AW(2) mène à une production cumulée en CO₂ par kilogramme de masse sèche initiale de déchet plus de deux fois supérieure à celle des autres déchets frais. Pour les digestats, la production de CO₂ est maximale sur l'essai AW(3) mettant en jeu le digestat ayant le plus fort potentiel biodégradable.

Les facteurs d'émissions de CO₂ sont compris entre environ 75 et 100 gC/kg de matière brute pour les déchets frais. Ils sont logiquement plus faibles et compris entre 6 et 30 gC/kgMF, pour les digestats. Smet *et al.* observent un abattement du facteur d'émission par huit avant et après digestion avec l'émission cumulée de 291 gC/kg de biodéchets contre 37 gC/kg pour les digestats pressés [142]. Ici l'abattement d'émission est de l'ordre de 4 pour les gisements AW et SS-OFMSW₂ contre 15 pour le gisement de MS-OFMSW₁.

Haight rapporte des facteurs d'émissions de 8.4 gCO₂/kg pour des déchets municipaux solides [132] tandis que Boldrin *et al.* rapportent des facteurs d'émissions compris entre 43 et 413 gCO₂/kg suivant la nature des déchets considérés et le procédé de compostage utilisé [140]. La production de CO₂ due à la respiration des micro-organismes lors de la biodégradation représente entre 35% et 63% du carbone initialement présent dans le substrat pour les déchets frais. Ces données sont comparables à celles rapportées par Hermann *et al.* qui sont comprises entre 45 et 60% suivant un compostage en andain ou en casier [58]. Elles sont par contre globalement inférieures aux données de Boldrin *et al.* qui notent des productions de CO₂ allant de 50 à 80% du carbone initialement présent dans le déchet [140]. En raison d'une biodégradabilité moins importante, la production de CO₂ lors du compostage des digestats est faible, elle est ainsi comprise entre 6 et 33% du carbone initial.

V.2.2. Méthane

Quelque soit le déchet considéré avant ou après digestion, la production en CH₄ s'est avérée quasi-nulle ce qui montre qu'a priori des conditions de biodégradation aérobie ont bien été établies et maintenues pendant toute la durée de l'essai de compostage. Le compostage en pilote de quelques centaines de litres permet en effet d'assurer une aération homogène tout au long de l'expérimentation.

Dans la littérature on relève par contre des émissions non négligeables de méthane lors du compostage en grandeur réelle de déchets organiques comprises entre 0.1 et 5% du carbone initial [58], pour des facteurs d'émissions variant de 0.02 à 6.8 gCH₄/kg de déchets [132, 133, 140] selon les procédés de compostage considérés.

L'Intergovernmental Panel on Climate Change de 2006 estime par ailleurs que le méthane émis dans l'atmosphère lors du traitement par compostage est inférieur à 1% du carbone initialement contenu dans le substrat [143]. Les facteurs d'émissions moyens sont ainsi donnés à 10 gCH₄/kgMS ou 4 gCH₄/kg de déchets frais. Ces données sont relatives au co-compostage de boues et de déchets verts. Lors du co-compostage d'ordures ménagères en présence de structurant, les émissions de CH₄ serait plutôt de l'ordre de 5 à 10% du carbone initial en raison d'une perméabilité plus faible du substrat menant à l'établissement de zones anaérobies dans le massif en compostage [144].

V.3. Emissions azotées

L'azote est un élément essentiel dans les cycles biologiques et chimiques de l'atmosphère et de la biosphère et peut donc impacter le climat de nombreuses façons [141]. En tant que macro-nutriment, l'azote influence positivement la photosynthèse et par conséquent, l'assimilation du CO₂ atmosphérique par la biomasse des plantes. L'apport d'azote peut également stimuler la croissance des communautés microbiennes dans les sols. L'azote étant un élément très mobile dans la biosphère, il affecte aussi les écosystèmes aquatiques via le phénomène d'eutrophisation. La quantification des émissions azotées est donc très importante dans l'estimation de l'impact environnemental potentiel d'un procédé de traitement biologique de déchets organiques biodégradables.

V.3.1. Ammoniac

L'ammoniac n'est pas un gaz à effet de serre. Cependant, les émissions gazeuses d'ammoniac dans l'atmosphère peuvent être responsables de plusieurs phénomènes impactant l'environnement tels que l'acidification des eaux et des sols ou l'eutrophisation des ressources en eau. L'agriculture représente en France près de 95% des émissions d'ammoniac à l'atmosphère lors de l'utilisation au sol de déjections animales, de la production et de l'utilisation d'engrais azoté. Le Tableau 54 récapitule les émissions d'ammoniac mesurées lors des essais en compostage en conditions standardisées.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (2)	AW (2 ; 3)		SS-OFMSW ₂ (2 ; 3)		MS-OFMSW ₁ (2 ; 3)	
Date de prélèvement		21/04/10	08/0410	08/07/10	31/05/10	07/07/10	31/05/10	07/07/10
NH₃	gN	n.m	22.2	132.8	47.2	2.1	11.0	41.4
	mmol/kgMS _{ini}	-	173.2	503.7	80.5	5.6	19.2	94.5
FE	gN/kgMF	-	0.6	1.3	0.5	0.0	0.1	0.3
	gN/kgN _{ini}	-	51.3	109.1	44.7	5.4	9.5	44.8

Tableau 54 : émissions d'ammoniac lors des essais en compostage en conditions standardisées

Pour les essais sur déchets frais, les barboteurs remplis de solution acide pour piéger l'ammoniac n'ont jamais été relevés en cours d'expérimentation puisque leur pH est toujours resté acide. Néanmoins la teneur finale en ammoniac du piège a été quantifiée. En cohérence avec une teneur en azote plus importante, les déchets

AW(2) montrent une émission d'ammoniac ramenée à la quantité de matière sèche mise en jeu plus importante que les déchets SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(3). Cependant, les émissions d'ammoniac n'apparaissent pas corrélées de façon linéaire à la quantité d'azote initial puisque l'essai MS-OFMSW₁(2) montre la production cumulée la plus faible sur déchets frais (inférieure à 1% de l'azote initial) malgré une teneur initiale en azote comparable aux déchets SS-OFMSW₂(2).

Sur l'essai WWTS₁(2), la quantification de l'azote ammoniacal n'a pas été faite. Néanmoins, le barboteur n'ayant pas été relevé en cours de traitement en raison d'un pH toujours acide, on peut supposer que la production d'ammoniac est faible sur cet essai. Les digestats AW(3) et MS-OFMSW₁(3) montrent des émissions cumulées de NH₃ importantes d'environ 500 et 100 mmol/kgMS initiale respectivement.

Les émissions cumulées d'ammoniac sont plus importantes après digestion anaérobie, excepté pour le gisement SS-OFMSW₂. L'ammoniac émis sur les gisements AW et MS-OFMSW₁ représente ainsi entre 5 et 10% de l'azote initial lorsque les déchets sont digérés contre 0 à 5% pour les déchets frais. Cette observation tend à montrer qu'une proportion plus importante d'azote ammoniacal dans le substrat initial augmente les émissions d'ammoniac. Les digestats présentent en effet une teneur en NH₄⁺ comprise entre 13 et 32% de l'azote total initial contre 10% pour les déchets frais.

On trouve dans la littérature différents facteurs d'émissions : 165-489 gN/kgN_{ini} à 56 jours de compostage pour un mélange de lisier de porcs et de paille [145], 230 gN/kgN_{ini} après 22 jours de compostage d'un mélange de déchets de cuisine et de paille et 330 gN/kgN_{ini} après 33 jours [138], 113-127 gN/kgN_{ini} pour le compostage de fumier de porcs [146] et 3-45 gN/kgN_{ini} pour le compostage de fumier de bovins [147]. Les facteurs d'émissions des déchets caractérisés lors de la thèse se situent dans la limite basse de ces gammes d'émission. Néanmoins, il faut noter que la plupart des facteurs d'émissions relevés dans la littérature sont obtenus lors du compostage en grandeur réelle de déchets organiques biodégradables. A l'échelle pilote, les émissions d'ammoniac sont probablement inférieures en raison de débits d'aération moins importants entraînant une plus faible volatilisation de l'ammoniac.

Les émissions d'ammoniac ne sont pas seulement influencées par la nature du déchet et par la quantité d'azote initialement présent. Les cinétiques d'émission et les quantités totales émises sont également influencées par la conduite du procédé (débits d'aération) comme évoqué ci-dessus, ainsi que par le déroulement de la biodégradation (températures atteintes). Dans la littérature on rapporte l'émission rapide de NH₃ au démarrage du compostage avec un pic d'émission dans les premiers jours si la flore microbienne adéquate est initialement présente dans le

substrat. Les auteurs précisent que la quantité totale d'ammoniac émis dépend par contre peu de la présence initiale de la flore microbienne [145]. L'émission de NH_3 apparaît corrélée à la biodégradation puisqu'on observe des émissions importantes au début du compostage lorsque la température matière est importante et le pH élevé [138, 146, 148]. He *et al.* notent également l'augmentation des émissions quand le taux d'aération appliqué est faible en raison d'une durée d'ammonification plus longue [149]. Beck-Friis *et al.* observent un deuxième pic d'ammoniac après une dizaine de jours dû à la reminéralisation de l'azote organique liée à la matière organique [138]. Les essais de compostage présentés ici n'ayant pas fait l'objet de la mesure des cinétiques d'émission en ammoniac, il n'est pas possible d'étayer ces hypothèses sur les émissions lors du compostage de déchets frais et digérés.

V.3.2. Protoxyde d'azote

Le protoxyde d'azote possède un pouvoir de réchauffement global près de 300 fois plus important que le dioxyde de carbone. De plus, il constitue la source principale dans la stratosphère de NO qui est un catalyseur dans les processus de destruction de la couche d'ozone. Les émissions de N_2O ont donc un impact élevé sur le réchauffement climatique et il est nécessaire de les quantifier pour établir le bilan environnemental d'un procédé de traitement de déchets.

V.3.2.1. Processus de formation

Les processus de nitrification et dénitrification effectuée par des micro-organismes constituent la source principale de N_2O , qu'il soit biogénique ou anthropogénique. Il existe trois voies principales de formation du protoxyde d'azote (Tableau 55). La dénitrification conventionnelle est effectuée en conditions anaérobies par des micro-organismes dénitrifiants. Les nitrates sont d'abord réduits en nitrites puis en oxyde nitreux pour aboutir finalement à la production de diazote. Le protoxyde d'azote est donc un intermédiaire du processus de dénitrification et produit lors d'une dénitrification incomplète.

Voie de formation	Conditions	Réaction
1. Dénitrification conventionnelle		
dénitrifiants	anaérobiose	$\text{NO}_3^- \rightarrow \text{NO}_2^- \rightarrow \text{NO} \rightarrow \text{N}_2\text{O} \rightarrow \text{N}_2$
2. Dénitrification aérobie		
NOB (nitrifiant-dénitrification)	aérobiose/anaérobiose	$\text{NO}_2^- \rightarrow \text{N}_2\text{O}$
AOB	aérobiose/suboxique	$\text{NO}_2^- \rightarrow \text{N}_2\text{O}, \text{N}_2$
3. Oxydation de NH_4^+		
AOB	aérobiose	$\text{NH}_4^+ \rightarrow \text{NH}_2\text{OH} \rightarrow \text{N}_2\text{O}$

Tableau 55 : voies de formation du N_2O

De nombreux organismes nitrifiants sont également capables de réaliser la réaction de dénitrification en conditions aérobies. Les NOB, pour nitrite-oxidizing bacteria, réalisent ce que l'on appelle la « nitrifiant-dénitrification ». *Nitrosomonas europaea* réduit ainsi les NO_2^- en N_2O à la fois en conditions aérobies et anaérobies [150]. Le processus de « nitrifiant-dénitrification » est considérée comme contribuant autant, voire plus, que la dénitrification hétérotrophe aux émissions de N_2O dans les milieux

aquatiques ou terrestres [150, 151]. Malgré des similitudes au niveau enzymatique, la « nitrifier-dénitrification » et la dénitrification conventionnelle ne sont pas influencées de la même façon par les conditions d'humidité et d'aérobiose. Certaines bactéries AOB, pour ammonia-oxidizing bacteria, sont également capables de réduire les nitrites en relarguant protoxyde d'azote et diazote en conditions aérobies ou suboxiques [151].

Enfin, la troisième voie de formation du protoxyde d'azote est une voie d'oxydation aérobie *in vitro* de l'azote ammoniacal par des AOB. La production de N₂O en conditions aérobies est principalement due à cette voie d'oxydation de l'azote ammoniacal par les AOB [150-152]. D'autre part, la N₂O réductase étant particulièrement sensible à la présence d'oxygène, le N₂O se trouve être le produit final de la nitrification en conditions aérobies en raison de l'inhibition de la N₂O réductase [151].

V.3.2.2. Dynamique d'émission

Lors du compostage de déchets organiques biodégradables, la cinétique d'émissions de N₂O est influencée par le déroulement de la biodégradation. La nitrification étant inhibée par des températures importantes, les pics d'émissions de N₂O sont habituellement observés quand l'activité de biodégradation ralentit et que la température matière redevient inférieure à 40°C [138, 145, 146]. De plus, l'oxygène étant utilisé comme accepteur final d'électrons par les bactéries nitrifiantes, la pression partielle d'oxygène a une influence directe sur la nitrification. Une carence en oxygène peut ainsi entraîner un ralentissement de la réaction voire son arrêt.

Dans la littérature, on relève ainsi des émissions de N₂O principalement après épuisement du carbone biodégradable [148, 153]. Fukumoto *et al.* mesurent la production de protoxyde d'azote à partir de la deuxième semaine de compostage de fumier de porcs, avec un pic d'émission après le retournement effectué au cours de la troisième semaine [154]. Les émissions de protoxyde d'azote apparaissent donc généralement plusieurs jours voire semaines après le début du traitement par compostage.

V.3.2.3. Emissions de N₂O lors du compostage de déchets frais et digérés**Cinétiques d'émissions**

AW(2) est le seul déchet frais qui montre une émission non négligeable de N₂O (Figure 25 et Figure 26). La teneur en azote totale est de 47 mg/gMS pour les déchets frais AW(2) contre 25 et 29 mg/gMS pour SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) respectivement. Cette concentration plus importante en azote pourrait expliquer que seuls les déchets frais AW(3) émettent une quantité non négligeable de N₂O. Le pic de production a lieu juste après le retournement. On pourrait faire l'hypothèse d'une production de N₂O par dénitrification conventionnelle au sein de micro-zones anaérobies dans la matière en compostage, la libération du N₂O produit ayant lieu après le retournement. Néanmoins, l'hypothèse de la présence de zones anaérobies est en contradiction avec l'absence de production de méthane lors de l'essai.

Il a été discuté précédemment que la formation de N₂O en conditions aérobies était majoritairement due à l'oxydation de l'azote ammoniacal par des AOB. La corrélation négative très forte de certaines AOB avec la concentration en oxygène [155] pourrait expliquer le retard à la production de N₂O observé au début du compostage lorsque l'oxygène est utilisé majoritairement par les micro-organismes pour biodégrader la matière organique (Figure 25). De même, juste après le retournement le deuxième pic de consommation en oxygène semble inhiber la production de N₂O.

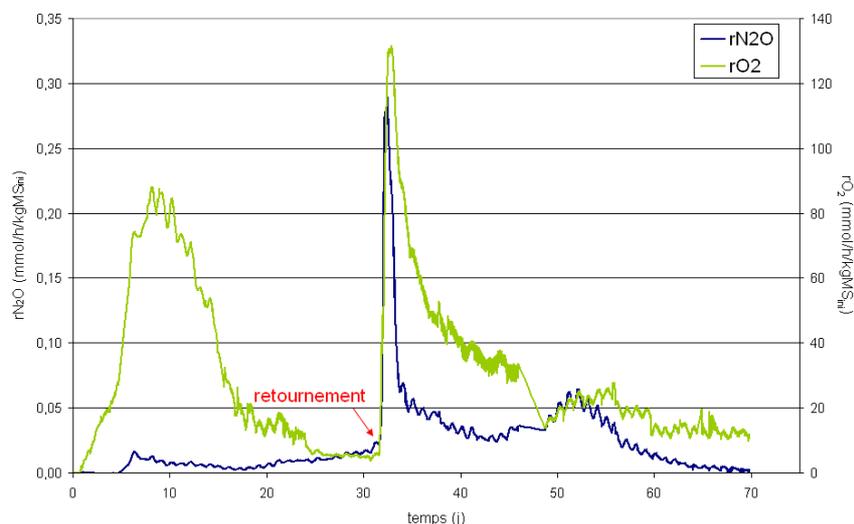


Figure 25 : corrélation entre la production de protoxyde d'azote et la consommation en oxygène lors du compostage en conditions standardisées du déchet frais AW(2)

La croissance des AOB est également influencée par la température du milieu. Des études portant sur des cultures pures de nitritantes ont en effet démontré que les

AOB peuvent vivre à des températures comprises entre 5 et 42°C, avec un optimum de 25 à 36°C [156, 157].

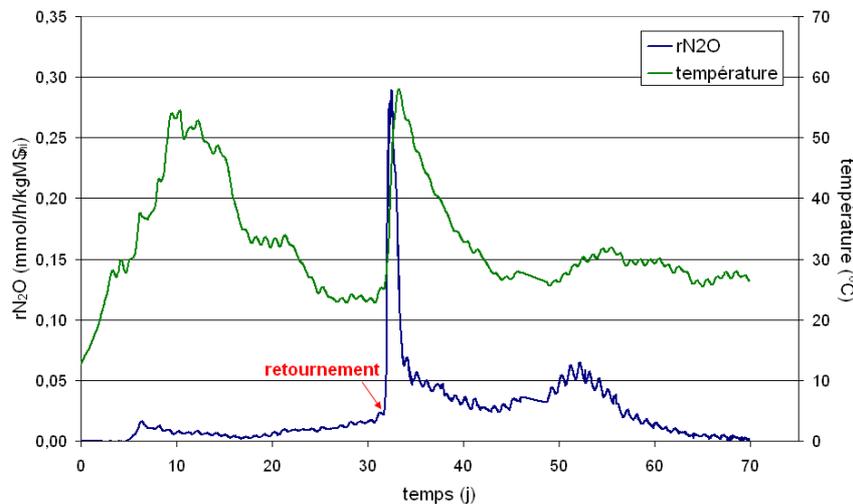


Figure 26 : corrélation entre la production de protoxyde d'azote et la température matière lors du compostage en conditions standardisées du déchet frais AW(2)

Sur l'essai AW(2), la température matière redevient inférieure à 40°C à partir d'environ 20 jours de compostage (Figure 26). Les AOB pourraient donc commencer à se mettre en place et à produire du N₂O. Juste après le retournement et avant que la température matière ne ré-augmente on observe un pic de production. Celui-ci apparaît immédiatement inhibé par la montée en température du mélange. Outre la montée en température, l'ajout d'eau effectué lors du retournement pourrait également contribuer à la diminution brutale du N₂O. Kampschreur *et al.* observent en effet qu'en raison de sa forte solubilité, le stripping du N₂O est faible dans des milieux humides [153]. A partir de 45 jours de compostage quand la température redescend à 30°C environ, la production de N₂O ré-augmente avant de diminuer probablement en raison de l'épuisement du pool d'azote disponible.

Sur la Figure 27 sont représentées les dynamiques de production de N₂O des déchets digérés. Le pic de production des digestats de boues est supérieur à celui des biodéchets. L'analyseur se trouvant en limite supérieure de quantification (500ppm) pendant le pic, la production cumulée de N₂O sur l'essai WWTS₁(2) a pu être quelque peu sous-estimée. De la même manière, l'analyseur se trouvait en limite de quantification lors de la fin de l'essai MS-OFMSW₁(3). L'essai a été arrêté avant d'observer la fin des émissions de N₂O. Les retournements effectués lors des essais de compostage des digestats ont été précisés en noir sur la Figure 27. Ils ont eu lieu aux jours 18 et 55 respectivement pour les digestats WWTS₁(2) et AW(3) et au jour 35 pour les digestats SS-OFMSW₂(3) et MS-OFMSW₁(3). La production de N₂O des déchets digérés ne peut être corrélée aux retournements effectués. L'hypothèse évoquée précédemment selon laquelle du N₂O formé dans des micro-zones anaérobies serait relargué au retournement apparaît donc peu vraisemblable.

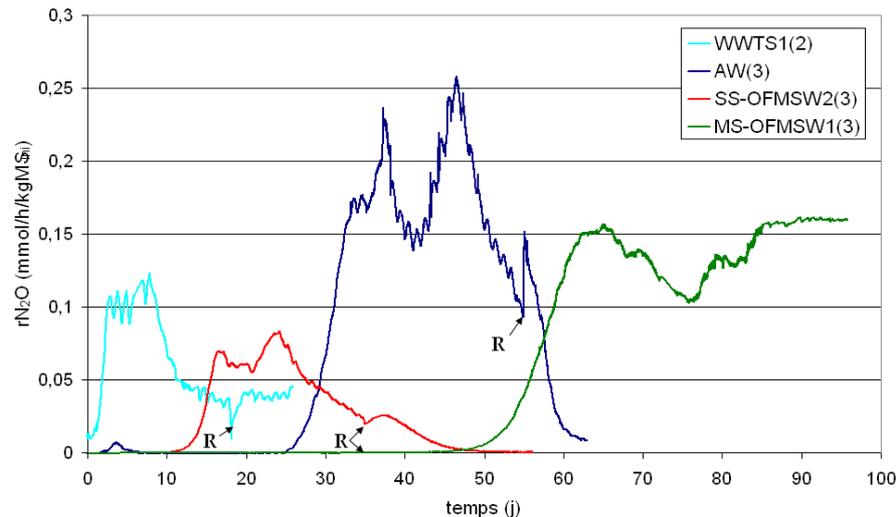


Figure 27 : production de protoxyde d'azote lors du compostage en conditions standardisées des digestats

Puisque la formation de N_2O est due principalement à l'oxydation de l'azote ammoniacal, on pourrait s'attendre à une production de N_2O rapide étant donné le pool de NH_4^+ disponible initialement dans ces substrats. Or la cinétique de production n'apparaît corrélée à la teneur initiale en azote ammoniacal. La production de N_2O n'apparaît pas non plus corrélée à la consommation en oxygène. On observe par exemple pour $\text{WWTS}_1(2)$ un démarrage rapide de l'émission de N_2O concomitant au pic de consommation en oxygène. La biodégradabilité limitée des digestats doit ainsi permettre l'utilisation simultanée de l'oxygène pour la dégradation de la matière organique et pour l'oxydation de l'azote ammoniacal menant à la production de N_2O .

L'essai $\text{WWTS}_1(2)$ montre une émission de N_2O rapide au démarrage du compostage pour une teneur en NH_4^+ de 13% de l'azote total initial. A contrario, les digestats $\text{AW}(3)$, $\text{SS-OFMSW}_2(3)$ et $\text{MS-OFMSW}_1(3)$ montrent des émissions de N_2O débutant seulement après plusieurs dizaines de jours de compostage pour une teneur en NH_4^+ de 22 à 31% de l'azote total initial. Si la présence d'azote ammoniacal ne détermine pas la cinétique d'émission de N_2O , la présence de différentes populations microbiennes pourrait expliquer les différentes dynamiques d'émissions observées.

Seuls les digestats $\text{WWTS}_1(2)$ contiennent des nitrites en quantité non négligeable (environ 3 mg/gMO). La quantification de nitrites dans ces digestats pourrait suggérer la présence de populations nitrifiantes prêtes à réaliser dès le début du traitement une dénitrification aérobie conduisant aux émissions de N_2O mesurées.

Pour les digestats $\text{AW}(3)$ et $\text{SS-OFMSW}_2(3)$, la production de N_2O commence à être significative au jour 25 et 12 respectivement. Ce retard à l'émission de N_2O pourrait être dû au temps nécessaire à l'établissement et à l'acclimatation aux conditions du milieu de populations microbiennes nitrifiantes ou de bactéries AOB. En ce qui

concerne le digestat MS-OFMSW₁(3), l'émission de N₂O est nulle jusqu'au jour 50 où la production augmente rapidement jusqu'à atteindre le seuil de quantification de l'analyseur. A nouveau, les populations bactériennes présentes et mises en jeu dans ces digestats sont probablement différentes des autres essais.

La température matière des digestats lors du compostage étant toujours restée inférieure à 40°C, la formation de N₂O n'est probablement pas retardée par des conditions de température inhibitrices mais plutôt par le délai d'établissement des différentes populations bactériennes permettant la production de N₂O.

Facteurs d'émissions

Le Tableau 56 présente les émissions de N₂O mesurées lors des essais de compostage des déchets avant et après digestion anaérobie.

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (2)	AW (2 ; 3)		SS-OFMSW ₂ (2 ; 3)		MS-OFMSW ₁ (2 ; 3)	
Date de prélèvement		21/04/10	08/04/10	08/07/10	31/05/10	07/07/10	31/05/10	07/07/10
N ₂ O	mol	0.69	0.35	2.12	0.18	0.84	0.03	4.14
	mmol/kgMS _{ini}	40.6	38.6	112.8	4.2	31.1	0.7	132.3
FE	gN/kgMF	0.33	0.28	0.60	0.05	0.34	0.01	0.89
	gN/kgN _{ini}	20.2	22.9	48.9	4.7	60.0	0.7	125.4
	gN/kgC _{ini}	3.2	1.6	6.7	0.2	2.7	0.0	9.6

Tableau 56 : émissions de protoxyde d'azote lors des essais de compostage en conditions standardisées

Les productions cumulées de N₂O en mmol/kgMS_{ini} sont négligeables pour les déchets frais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2). Les déchets frais AW(2) montrent par contre un pic de production en N₂O menant à une production cumulée de près de 40 mmol/kgMS_{ini}. La production cumulée de N₂O est plus importante lors du compostage des digestats et comprise entre 30 et 130 mmol/kgMS_{ini} environ.

Les digestats montrent des facteurs d'émission plus importants que les déchets frais et compris entre 0.33 et 0.89 gN/kgMF. Ces émissions sont supérieures aux facteurs d'émissions par défaut répertoriés par l'IPCC 2006 de 0.2 gN/kgMF ou 0.4 gN/kgMS [143]. Il faut noter que les facteurs d'émissions de l'IPCC 2006 sont estimés pour des déchets traités contenant 2% d'azote sur la masse sèche. Or les digestats étudiés ici présentent des teneurs en azote comprises entre 1.5 et 6.5% d'azote sur la masse sèche, ce qui peut expliquer ces facteurs d'émission plus élevés. De la même façon que pour l'ammoniac, les émissions de N₂O apparaissent corrélées à la teneur initiale en azote du déchet et notamment au pool d'azote ammoniacal initialement présent dans le substrat (Figure 28).

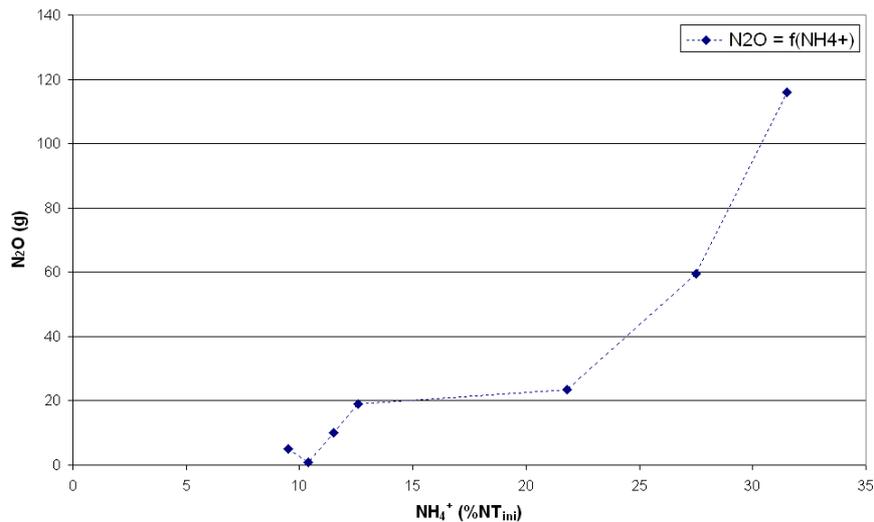


Figure 28 : corrélation entre production de N₂O et NH₄⁺ initial

Dans la littérature, les facteurs d'émissions de N₂O lors du compostage varient selon la durée, la nature du procédé et les déchets traités (Tableau 57).

Procédé de compostage	Déchets traités	FE (gN/kgN _{ini})	Référence
casier de 8m ³ - aération forcée	mélange lisier, fumier de porcs, urée, paille	7 - 12	[145]
réacteur de 26L - aération forcée	fumier de porcs	89	[154]
réacteur de 200L - aération forcée	mélange déchets de cuisine, paille déchets verts	0.2 - 6 5	[138]
andain - aération passive	fumier de porcs	37 - 47	[146]
andain - aération passive	fumier de bovins	6 - 23	[147]
andain	déchets verts	5 - 18	[140]
	biodéchets	1 - 7	
casier	biodéchets	18	
compostage domestique	biodéchets	9.5 - 12.5	

Tableau 57 : facteurs d'émission du protoxyde d'azote lors du compostage

Les fumiers, probablement plus chargés en azote disponible, montrent des facteurs d'émissions plus importants que les déchets de cuisine, biodéchets et déchets verts. Les facteurs d'émission des déchets frais SS-OFMSW₂(2) et MS-OFMSW₁(2) sont comparables à ceux mesurés lors du compostage en andain de biodéchets [140]. En casier et en compostage domestique, les émissions répertoriées sont par contre plus importantes (supérieures à 10 gN/kgN_{ini}). Pour l'essai AW(2), le facteur d'émission de 23 gN/kgN_{ini} se situe dans la partie haute de la gamme donnée par Chadwick [147]. Cependant les conditions de compostage ne sont pas comparables puisque les facteurs d'émissions mesurés ici sont obtenus au cours d'un compostage en aération positive forcée entraînant des phénomènes d'écoulement et une aération différente de la matière en compostage.

Il n'a pas été répertorié de facteurs d'émissions en N₂O lors du compostage de déchets digérés dans la littérature. Les essais mis en jeu dans la thèse montrent des

facteurs d'émissions globalement supérieurs à ceux présentés dans le Tableau 57 puisqu'ils sont compris entre 20 et 125 gN/kgN_{ini}. Hermann *et al.* rapportent des émissions de N₂O allant de 0.6 à 0.9 gN/kgC_{ini} lors du compostage industriel de biodéchets et de 0.05 à 6.9 gN/kgC_{ini} lors du compostage domestique de biodéchets [58]. Les valeurs relevées en compostage industriel sont inférieures à celles des digestats étudiés dont l'émission est de 2.8 à 9.6 gN/kgC_{ini}.

Les facteurs d'émission de N₂O pour les déchets digérés sont donc supérieurs à ceux répertoriés dans la littérature ce qui montre que la minéralisation de l'azote au cours de la digestion mène à des émissions de protoxyde d'azote plus importantes lors du compostage de déchets digérés. Les digestats caractérisés montrent ainsi une conversion de 2 à 13% de leur azote initial en N₂O. En comparaison, lors de l'utilisation au champ de lisiers ou de fertilisants minéraux, 2 à 2.5% de l'azote est émis sous forme de protoxyde d'azote [141].

VI. Conclusions

Le post-compostage des déchets digérés doit permettre d'assurer le séchage, l'hygiénisation et enfin la stabilisation de la matière organique biodégradable résiduelle contenue dans les digestats. Conjointement à ces objectifs de traitement, minimiser l'impact environnemental d'un procédé de traitement de déchets, quel qu'il soit, est fondamental pour répondre aux contraintes environnementales réglementaires et respecter la hiérarchie de traitement des déchets [3]. Des essais de compostage en pilotes de 300L ont permis de comparer à l'échelle laboratoire, une filière alliant méthanisation et post-compostage à un compostage direct des mêmes déchets organiques frais. Afin d'acquérir des données sur une diversité importante de déchets, trois gisements de déchets ont été étudiés avant et après digestion et un gisement de boues digérées a été caractérisé.

L'étape de méthanisation induit logiquement une biodégradabilité aérobie limitée lors du compostage des digestats. Les indicateurs de biodégradation, comme la consommation en oxygène ou l'échauffement matière, sont ainsi largement influencés par la digestion préalable. Les déchets après digestion montrent par exemple une production de chaleur lors du compostage 7 fois moindre que leurs homologues non digérés. L'objectif d'hygiénisation des digestats pourra donc s'avérer problématique en cas de contamination par pathogènes des résidus de digestion. Il faut cependant noter que les résultats de ces essais en compostage dépendent de l'échelle de travail utilisée. Les températures atteintes en conditions industrielles seront ainsi supérieures à celles mesurées dans des pilotes de quelques centaines de litres.

Après compostage, les déchets préalablement digérés ou non présentent la même qualité. L'abattement de la matière organique, le niveau de stabilisation ou la phytotoxicité immédiate des produits sont en effet comparables.

A contrario, l'étape de méthanisation n'est pas neutre sur le bilan environnemental de la filière de traitement. La minéralisation de l'azote lors de la digestion anaérobie conduit à des émissions azotées quantitativement importantes lors du traitement aérobie par compostage. Les facteurs d'émissions d'ammoniac observés lors du compostage de déchets pré-digérés restent plutôt faibles par rapport à la littérature mais pourraient cependant être sous-estimés en comparaison à un compostage industriel au cours duquel la volatilisation de l'ammoniac serait plus importante. Par ailleurs, si on mesure des émissions de protoxyde d'azote faibles, voire nulles lors du compostage de déchets frais, le compostage de déchets digérés mène à des émissions importantes. Les facteurs d'émission de N_2O des déchets digérés sont entre 2 et 4 fois plus importantes que les facteurs d'émission répertoriés par l'IPCC 2006 [143]. Le

protoxyde d'azote est émis immédiatement ou après un délai de quelques jours à plusieurs semaines suivant la nature du digestat. L'établissement d'une flore microbienne différente selon la nature du déchet pourrait expliquer ces dynamiques d'émissions diverses. L'analyse qualitative et quantitative des espèces microbiennes mises en jeu lors du compostage de digestats par biologie moléculaire pourrait permettre d'appréhender encore un peu plus les mécanismes de formation du protoxyde d'azote.

Les essais de compostage de digestats seuls ont donc permis d'identifier les limites de ce post-traitement. L'ajout d'un co-substrat réactif aux digestats avant leur traitement par compostage pourrait permettre de répondre aux problématiques soulevées. Si on augmente le potentiel biodégradable du mélange, la réactivité biologique plus importante devrait en effet mener à des élévations de température plus importantes pouvant permettre d'atteindre un compostage caractérisé. Et d'assurer l'hygiénisation des déchets. D'autre part, on peut envisager de réduire l'impact environnemental du traitement en apportant aux digestats un co-substrat riche en carbone qui permettrait de rétablir un équilibre entre carbone et azote dans la matière organique biodégradable et d'assurer des conditions propices à la réduction des émissions gazeuses azotées.

Cependant, le co-compostage de digestats présente également des limites. En effet, si on augmente la réactivité biologique, le temps de traitement nécessaire à la stabilisation de la matière organique augmente également. Or, si le compostage du digestat constitue une étape de post-traitement qui s'intègre dans une filière globale de valorisation de la matière organique, il peut être intéressant de chercher à minimiser le temps de séjour en post-compostage des digestats.

Il apparaît donc indispensable d'optimiser le compostage de digestats afin de remplir les objectifs de ce post-traitement en terme de stabilisation et d'hygiénisation de la matière organique, tout en assurant un temps de séjour bref et en minimisant l'impact environnemental du traitement afin de valider la viabilité et d'assurer le développement d'une telle filière.

Chapitre 3
Recherche de voies d'optimisation par l'aération du
compostage de digestat

I. Introduction

L'optimisation de la gestion des résidus de traitement anaérobie constitue un enjeu clé pour l'amélioration des performances de la filière de valorisation biologique des déchets organiques par méthanisation et compostage. La pérennité de cette filière ne sera en effet assurée que si on peut valider les choix technologiques faits et assurer un bilan environnemental global favorable à son développement.

Le chapitre précédent a montré que le comportement en compostage des digestats seuls était particulier à plusieurs égards. L'élévation de température modérée au cours du traitement peut entraîner des problèmes d'hygiénisation de l'amendement que l'on cherche à produire. Quant à l'impact environnemental du traitement, il est potentiellement élevé en raison d'émissions de protoxyde d'azote importantes.

La norme NFU 44-051 relative aux amendements organiques spécifie que la méthanisation doit être suivie d'un compostage caractérisé avec ajout de matières végétales, en vue de l'obtention d'un amendement organique. Le compostage de digestats en mélange avec un co-substrat réactif tel que des matières végétales pourrait en effet permettre d'assurer l'hygiénisation des digestats potentiellement contaminés par des pathogènes. Si ce post-traitement est indispensable, il apparaît nécessaire de l'optimiser afin d'assurer, d'une part, son efficacité quant à la production d'un amendement organique normalisé et, d'autre part, de minimiser son impact environnemental.

L'aération fait partie des outils de gestion du procédé de compostage sur lesquels il est possible d'intervenir. Dans le cas du compostage en conditions standardisées étudié dans le chapitre 2, l'aération était positive forcée, en débit fixe et continu. Sur chacun de ces trois paramètres on peut envisager un mode de fonctionnement alternatif.

Le sens de l'aération forcée peut être positif (en soufflage) ou négatif (en aspiration). La mise en place d'une aération négative lors d'un compostage en casier doit permettre de capter plus efficacement le flux gazeux traversant la matière afin de le canaliser et de l'envoyer sur un système de traitement de l'air tel qu'un biofiltre. Le taux de récupération du gaz et la désodorisation de celui-ci doit donc être plus efficace qu'en aération positive. Cela étant, même en aspiration il est difficile d'assurer l'extraction de la totalité du flux gazeux. De plus, des pertes de charge importantes dues à l'aspiration de l'air à travers la matrice en compostage peuvent amener à privilégier une aération positive.

Le débit d'aération peut être fixe ou variable. L'asservissement du débit d'aération à la température matière lors du compostage doit permettre d'adapter la quantité d'oxygène fourni aux besoins des micro-organismes lors de la biodégradation au cours du traitement. Ce mode de gestion de l'aération doit donc permettre d'optimiser le déroulement de la biodégradation mais aussi d'éviter des pertes de chaleur excessives causées par un débit d'aération inapproprié.

Enfin, l'aération peut se faire en fonctionnement continu ou séquencé suivant des périodes d'aération et des périodes de non aération. Outre l'intérêt d'économies d'énergie du séquençage, ce mode d'aération et la modulation de celui-ci (durée de la période d'aération et de repos) peuvent avoir une influence sur l'activité des micro-organismes. En traitement des eaux usées, le fonctionnement séquencé permet ainsi d'optimiser les étapes de nitrification et de dénitrification.

Ces trois facteurs, sens de l'aération, asservissement du débit et séquençage, qui sont des paramètres de gestion de l'aération utilisés à l'échelle industrielle, ont donc été choisis pour essayer d'optimiser le post-traitement par compostage d'un digestat avec ajout de matières végétales.

La mise en œuvre d'un plan d'expériences et le traitement statistique des données obtenues permettront de hiérarchiser ces trois facteurs entre eux suivant leur influence significative sur le traitement. Différents indicateurs du comportement en compostage seront commentés pour évaluer l'effet de l'aération sur la biodégradabilité, la qualité du produit après traitement et l'impact environnemental du traitement.

II. Substrats étudiés

II.1. Caractérisation du digestat

Il a été choisi d'étudier l'optimisation du post-compostage sur un digestat provenant du site MS-OFMSW₁. Le digestat MS-OFMSW₁(4) est constitué d'OMR pré-tubées et criblées à 20 mm digérées. Les essais de compostage ont été réalisés lors de 3 séries expérimentales. Durant les séries 1 et 2, trois pilotes ont été mis en œuvre. Durant la série 3, seuls deux pilotes ont été suivis. Les conditions de réalisation des trois séries expérimentales seront détaillées par la suite (voir Tableau 63 dans le paragraphe III.4. Réalisation du plan d'expériences).

Après le prélèvement effectué le 13/04/2011 sur site, environ 300L de digestats ont été conservés en chambre froide à +4°C jusqu'à leur utilisation pour le lancement de la série 1 le 18/04/2011. Le reste des digestats prélevés a été congelé en chambre froide à -18°C en attendant leur utilisation. Environ 300 litres de digestat ont été décongelés le 12/05/2011 afin de réaliser les mélanges chargés dans les pilotes de la série 2. Pour la série 3, composée de seulement deux pilotes, un peu plus de 200 litres de digestats ont été décongelés le 14/06/2011.

La caractérisation physico-chimique des 3 lots de digestats utilisés pour les 3 séries de pilote est présentée dans le Tableau 58. L'erreur relative sur la mesure des paramètres physico-chimiques est toujours inférieure à 10%. Les teneurs en MS, MO et DCO, NT et NTK présentent des variations entre les 3 lots comprises entre 6 et 15%. La variation de la teneur en carbone total est plus importante (28%) en raison de la valeur plus faible du lot de la série 1. On considère que ces variations sont acceptables au regard des incertitudes d'échantillonnage possibles sur la caractérisation des 3 lots de digestats. La durée de congélation n'a donc pas d'effet sur les caractéristiques physico-chimiques du substrat et on considère que la qualité physico-chimique des digestats MS-OFMSW₁(4) est comparable pour tous les essais du plan d'expérience.

MS-OFMSW ₁ (4)		Série 1	Série 2	Série 3
Date de prélèvement		13/04/2011		
Date de décongélation		-	12/05/2011	14/06/2011
MS	%MB	21.6	22.0	25.9
MO	%MS	43.1	47.1	40.8
DCO	mgO ₂ /gMO	1600	1241	1522
CT	mgC/gMO	442	714	633
NT	mgN/gMO	22	27	29
NTK		24	23	24

Tableau 58 : caractérisation du digestat MS-OFMSW₁(4)

La caractérisation physico-chimique du digestat MS-OFMSW₁(4) a été comparée aux prélèvements de digestats MS-OFMSW₁(1) et MS-OFMSW₁(3) précédemment étudiés

dans la thèse. Les caractéristiques physico-chimiques de ces trois prélèvements sont considérées comme comparables puisque les variations sur chacun des paramètres sont inférieures à 20%. Afin de comparer la réactivité biologique du prélèvement MS-OFMSW₁(4) aux précédents prélèvements effectués, l'activité respirométrique a été mesurée. Les digestats ont été mélangés avec du structurant inerte constitué d'anneaux de Raschig en plastiques et de billes d'argile suivant un ratio volumique de 1/1/2, identique à celui utilisé précédemment (voir Tableau 19).

La mesure respirométrique donne un potentiel biodégradable maximal de 0.6 molO₂/kgMS de digestats à 90 heures pour le prélèvement MS-OFMSW₁(4). En comparaison, le prélèvement de digestats MS-OFMSW₁(1) montrait un potentiel biodégradable maximal de 1.3 molO₂/kgMS de digestats à 90 heures de la mesure respirométrique. Malgré des propriétés physico-chimiques comparables, le digestat étudié dans ce chapitre montre donc une réactivité biologique deux fois moindre que les digestats précédemment prélevés. Cette baisse de la réactivité biologique est due à des problèmes de stabilisation du procédé de digestion rencontrés sur le site MS-OFMSW₁ au cours de la thèse. Il faut donc garder à l'esprit que les digestats MS-OFMSW₁(4) ne sont pas représentatifs du fonctionnement optimal du site.

II.2. Caractérisation des co-substrats

II.2.1. Déchets verts

Ce chapitre a pour objectif d'optimiser le compostage du digestat MS-OFMSW₁(4) en mélange avec un co-substrat. Le co-substrat réactif choisi est constitué de déchets verts provenant du site MS-OFMSW₁. Ils sont constitués d'un mélange de tontes de pelouses, de tailles de haies et de petits branchages, principalement issus de palmacées (Figure 29). La caractérisation physico-chimique des déchets verts est présentée dans le Tableau 59.



Figure 29 : déchets verts utilisés pour le co-compostage du digestat MS-OFMSW₁(4)

Paramètre	Unité	Déchets verts
MO	%MS	81.0
DCO	mgO ₂ /gMO	1236
CT	mgC/gMO	542
NT	mgN/gMO	11.4
NTK		10.1

Tableau 59 : caractérisation des déchets verts

Les déchets verts utilisés sont composés essentiellement de matière organique. La mesure de l'activité respirométrique des déchets verts montre un potentiel

biodégradable maximal de 5.4 molO₂/kgMS (Figure 30). L'apport de matière organique via ce co-substrat devrait donc permettre d'augmenter la réactivité biologique du mélange en compostage.

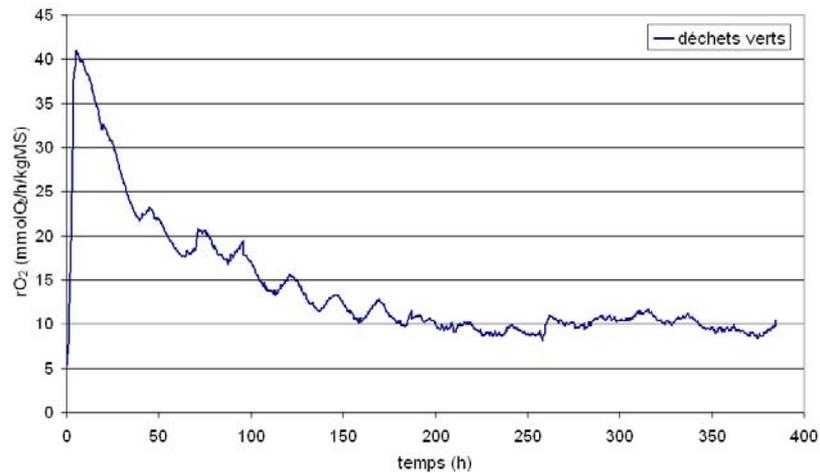


Figure 30 : mesure de l'activité respirométrique des déchets verts

II.2.2. Palettes

Les déchets verts utilisés en tant que co-substrat pour le compostage du digestat MS-OFMSW₁(4) montrent une granulométrie faible qui ne permet pas d'assurer une porosité et une perméabilité adéquate au déroulement du compostage. Un structurant neutre, constitué de palettes, a été ajouté pour garantir au mélange une structure physique compatible avec une aération forcée lors du traitement. Les palettes utilisées ont été prélevées sur une plateforme de compostage de boues située à Vallet (44) et sont constituées de broyat de palettes neuves criblées afin de conserver uniquement la fraction supérieure à 10mm (Figure 31). Les palettes sont criblées à 10mm afin d'en ôter les particules les plus fines pouvant intervenir de façon importante dans la biodégradation du mélange.



Figure 31 : palettes neuves broyées et criblées de granulométrie supérieure à 10mm

Paramètre	Unité	Palettes > 10mm
MO	%MS	98.6
DCO	mgO ₂ /gMO	1306
CT	mgC/gMO	502
NT	mgN/gMO	2.4
NTK		1.9

Tableau 60 : caractérisation des palettes de granulométrie supérieure à 10mm

La caractérisation des palettes présentée dans le Tableau 60 montre que les palettes sont composées essentiellement de matière organique. Néanmoins, contrairement aux déchets verts utilisés comme co-substrat, la matière organique des palettes n'est pas biodégradable. La mesure respirométrique de l'activité biologique des palettes a en effet montré qu'elle pouvait être considérée comme négligeable (Figure 14).

III. Plan d'expériences et traitement statistique

La méthode des plans d'expérience cherche à déterminer et établir les liens existant entre la grandeur physique étudiée (réponse) et les grandeurs physiques modifiables par l'expérimentateur (facteurs) sensées influencer la réponse. Pour cela, on cherche à établir un modèle exprimant la réponse en fonction des facteurs et à tester la significativité de chacun des facteurs considérés.

L'étude de l'influence de la gestion de l'aération sur le compostage du digestat MS-OFMSW₁(4) a été réalisée selon la technique de screening qui permet de déterminer, parmi un ensemble initial de facteurs, ceux dont l'influence est statistiquement significative sur les variations de la réponse. L'utilisation d'un plan d'expériences de criblage permet ainsi une étude qualitative du système et la hiérarchisation des facteurs entre eux, relativement à leur influence propre. Cette étude qualitative permet une avancée dans la compréhension du système, sans toutefois obtenir une relation précise de modélisation entre les variations des facteurs et celles de la réponse.

III.1. Définition des variables

Pour la retranscription mathématique du problème physique initial, on doit faire correspondre des variables mathématiques à des grandeurs physiques supposées intervenir dans le problème.

III.1.1. Réponse

La réponse est la grandeur étudiée, ou grandeur de sortie. Dans le cas de l'étude de l'influence de la gestion de l'aération sur le compostage d'un digestat, les réponses étudiées seront la consommation totale en oxygène, la température atteinte au cours du compostage ou encore l'émission totale de protoxyde d'azote.

III.1.2. Facteurs

Les facteurs sont les grandeurs supposées influencer sur la variation des réponses. Dans notre étude, trois facteurs seront étudiés : x_1 le sens de l'aération, x_2 le débit d'aération et x_3 le séquençage de l'aération. Les facteurs sont définis par leur borne supérieure (niveau haut) et leur borne inférieure (niveau bas). Ces bornes sont définies dans le Tableau 61.

Les facteurs étudiés ici sont qualitatifs, c'est-à-dire que l'ensemble des valeurs (ou modalités) que peut prendre le facteur est fini. Chacun des facteurs étudiés ne peut prendre en pratique que deux modalités : son niveau haut et son niveau bas.

Facteur	Niveau haut	Niveau bas
$x_1 = \text{sens de l'aération}$	Positive forcée = soufflage	Négative forcée = aspiration
$x_2 = \text{débit d'aération}$	Fixe	Asservi à l'évolution de la température matière
$x_3 = \text{séquençage de l'aération}$	Aération continue	Séquençage

Tableau 61 : bornes des facteurs du plan d'expériences

III.2. Domaine d'étude

Etant donnée la définition d'un nombre k de facteurs, on peut définir un espace k -dimensionnel dans lequel chaque point représente une combinaison de valeurs possibles des k facteurs. Cet espace est appelé domaine d'étude ou espace expérimental. On peut représenter graphiquement cet espace expérimental par un ensemble de points dont les coordonnées sont définies par la combinaison des niveaux haut et bas des facteurs. Les facteurs étudiés ici étant qualitatifs, le domaine d'étude n'est pas un ensemble fini de valeurs mais une grille déterminée par des points (Figure 32).

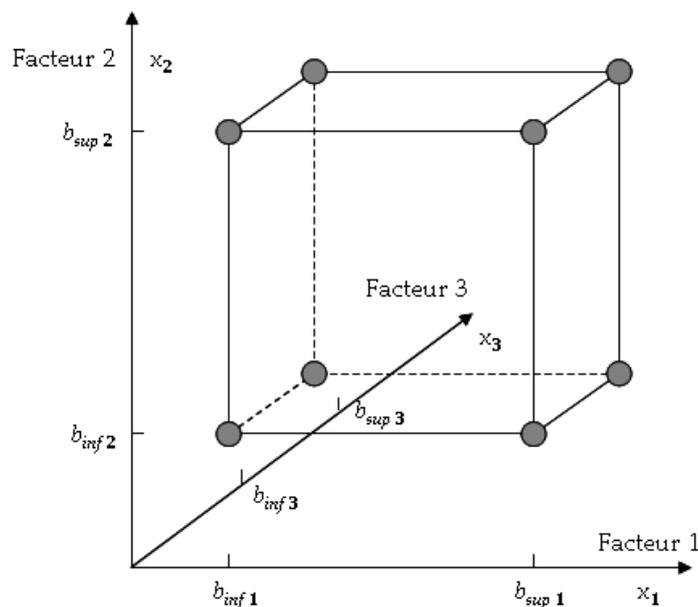


Figure 32 : domaine d'étude

III.3. Définition du plan d'expériences

Dans l'absolu, pour tester l'influence d'un facteur sur une réponse, deux expériences suffisent : on fait varier le facteur avec le maximum d'amplitude (de son niveau haut à son niveau bas) et on relève les deux valeurs correspondant à la réponse. Lorsque plusieurs facteurs interviennent, l'application du principe statistique d'orthogonalité conduit à répéter l'opération précédente pour chacun des facteurs. Pour k facteurs

cela représente 2^k expériences à réaliser. Ce processus calculatoire permet de définir un plan factoriel complet.

On cherche ici à étudier l'influence de 3 facteurs de gestion de l'aération sur le comportement en compostage du digestat MS-OFMSW₁(4). Le plan factoriel complet comporte donc 8 expériences (Figure 32). Les facteurs qualitatifs ne prenant pas de valeurs continues et réelles, il est nécessaire d'utiliser des variables mathématiques discrètes. On code ainsi généralement le niveau haut par +1 et le niveau bas par -1 pour chacun des facteurs étudiés. La combinaison des différents niveaux des facteurs définit ainsi les coordonnées des points d'expériences du domaine d'étude représentant les essais réalisés au cours du plan. Le Tableau 62 décrit le plan d'expérience.

Essai	x ₁	x ₂	x ₃
1	+1	+1	+1
2	+1	-1	+1
3	+1	+1	-1
4	+1	-1	-1
5	-1	+1	+1
6	-1	-1	+1
7	-1	+1	-1
8	-1	-1	-1

Niveau +1	positive	fixe	continue
Niveau -1	négative	asservie	séquencée

Tableau 62 : plan d'expériences factoriel complet 2^3

III.4. Réalisation du plan d'expériences

La réalisation des essais composant le plan d'expériences doit se faire de façon aléatoire afin d'éviter d'introduire des erreurs systématiques importantes, liées par exemple aux confusions pouvant exister entre les facteurs étudiés dans l'expérience et d'autres facteurs, non maîtrisés. Le dispositif expérimental utilisé pour réaliser les essais de compostage est constitué d'un banc de 3 pilotes de 300L complètement indépendants les uns des autres. Afin de réaliser les 8 essais du plan d'expériences, 3 séries d'expériences ont été mises en œuvre. Le Tableau 63 donne l'ordre de réalisation et les conditions expérimentales de gestion de l'aération de chacun des essais du plan d'expériences.

Essai	Série	Sens de l'aération	Asservissement	Séquençage
1	1	positive	asservie	continue
2		positive	fixe	séquencée
3		négative	fixe	continue
4	2	positive	asservie	séquencée
5		positive	fixe	continue
6		négative	fixe	séquencée
7	3	négative	asservie	continue
8		négative	asservie	séquencée

Tableau 63 : ordre de réalisation du plan d'expériences

III.5. Modèle

La méthode des plans d'expériences repose essentiellement sur la création et l'exploitation de modèles de la réponse. Le modèle doit en effet permettre de relier la réponse aux variations des facteurs sous la forme :

$$y = f(x)$$

où y est la réponse considérée et x les facteurs étudiés prenant leurs valeurs dans le domaine d'étude.

III.5.1. Notion de modélisation mathématique

On choisit a priori une fonction mathématique, généralement le développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées étant supposées constantes, le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_{ij} + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z$$

où y est la réponse considérée, x_i le niveau du facteur i et a_0 , a_i , a_{ij} et a_{ii} les coefficients du modèle adopté a priori. Ces coefficients ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences. Ce modèle est appelé modèle postulé.

III.5.2. Modèle de l'expérimentateur

Deux compléments doivent être apportés au modèle postulé. Premièrement, le manque d'ajustement traduit le fait que le modèle postulé est probablement différent du modèle réel qui régit la réponse étudiée. Deuxièmement, la nature aléatoire de la réponse doit être prise en compte. En effet, si l'on mesure plusieurs fois une même réponse en un même point expérimental, on n'obtient pas exactement le même résultat. Les dispersions de ce résultat sont appelées erreurs expérimentales. Ces deux écarts, manque d'ajustement et erreur expérimentale, sont souvent réunis dans un seul terme noté ε . Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'écrit alors :

$$y = a_0 + \sum a_i X_i + \sum a_{ij} X_{ij} + \dots + \sum a_{ii} X_i^2 + a_{ij\dots z} X_i X_j \dots X_z + \varepsilon$$

Dans le cas du plan factoriel 2^3 utilisé ici, on ne considère que les interactions entre facteurs d'ordre 1 et le modèle polynomial s'écrit donc sous la forme :

$$y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{23} X_2 X_3 + \varepsilon$$

III.5.3. Calcul des coefficients du modèle

A la fin du plan d'expériences, on a un système de N équations, avec N le nombre d'essais réalisés, à p inconnues, avec p le nombre de coefficients dans le modèle postulé. Ce système peut s'écrire simplement en notation matricielle :

$$y = X.a + \varepsilon$$

avec y le vecteur des réponses, X la matrice du modèle qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le plan, a le vecteur des coefficients du modèle et ε le vecteur des écarts ou résidus. Le système possède un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues puisqu'il y a N équations et p+N inconnues. Pour le résoudre, on utilise une méthode de régression basée sur le critère des moindres carrés et on obtient directement le vecteur des coefficients du modèle par le calcul :

$$a = (X^t \cdot X)^{-1} \cdot X^t \cdot y$$

où X^t est la matrice transposée de X.

III.6. Analyse statistique des coefficients du modèle

L'équation du modèle est une approximation de la réalité. L'estimation des coefficients du modèle polynomial s'appuie en effet sur des résultats d'essais qui sont des valeurs particulières d'une variable aléatoire (réponse). Dans la technique de criblage mise en œuvre ici, l'analyse statistique des coefficients du modèle doit permettre de discriminer les facteurs influents entre eux afin de hiérarchiser leur influence sur les différentes réponses étudiées.

L'analyse statistique des coefficients du modèle est basée sur l'hypothèse nulle suivante H_0 : le coefficient a_i est nul, ce qui signifie que le facteur i n'a pas d'influence sur la réponse. La probabilité associée à cette hypothèse est obtenue à partir du test

statistique de Student qui compare une moyenne à la valeur zéro. On calcule la statistique t_{obs} suivant la formule ci-dessous :

$$t_{obs} = \frac{|a_i|}{\sigma(a_i)}$$

avec $|a_i|$ la valeur absolue du coefficient du modèle et $\sigma(a_i)$ l'incertitude associée à sa détermination à savoir l'écart-type. L'écart-type du coefficient du modèle est défini à partir de la relation suivante :

$$\sigma(a_i) = \sqrt{Var(a_i)} = \sqrt{c_{ii} \sigma_r^2}$$

avec c_{ii} le terme diagonal de rang i de la matrice de dispersion $(X^t \cdot X)^{-1}$ et σ_r^2 la variance résiduelle calculée par SCE/ddle.

La statistique t_{obs} est une variable aléatoire dont les valeurs suivent la loi de Student, ou loi de t. La lecture de la valeur du $t_{critique}$ dans la table de probabilité cumulée de la loi de Student donne la valeur critique pour laquelle le coefficient est significativement différent de zéro. Pour un niveau de signification α , $t_{critique}$ est égale à $t_{(1-\alpha/2, ddl_E)}$.

Ainsi, si la valeur t_{obs} calculée pour le coefficient a_i est supérieure à $t_{(1-\alpha/2, ddl_E)}$, alors le facteur i influence la réponse étudiée au niveau de significativité α .

IV. Mise en œuvre des essais de compostage

IV.1. Modification des pilotes de compostage

Ce chapitre a pour objectif d'optimiser le post-traitement du digestat MS-OFMSW₁(4) en testant différentes stratégies d'aération appliquées lors de son compostage. Cette optimisation à l'échelle laboratoire doit permettre d'aboutir à la proposition d'un protocole optimisé de gestion du post-compostage du digestat qui pourrait être testé en conditions industrielles.

Afin de se placer dans des conditions opératoires les plus proches des conditions de compostage industriel en casier, la partie haute du pilote composée initialement d'un chapeau conique et permettant de canaliser le flux gazeux sortant, a été modifiée. Une chambre d'extraction a été positionnée sur la cuve de 300L afin de simuler l'espace vide situé au dessus du massif en compostage dans un casier industriel (Figure 33).

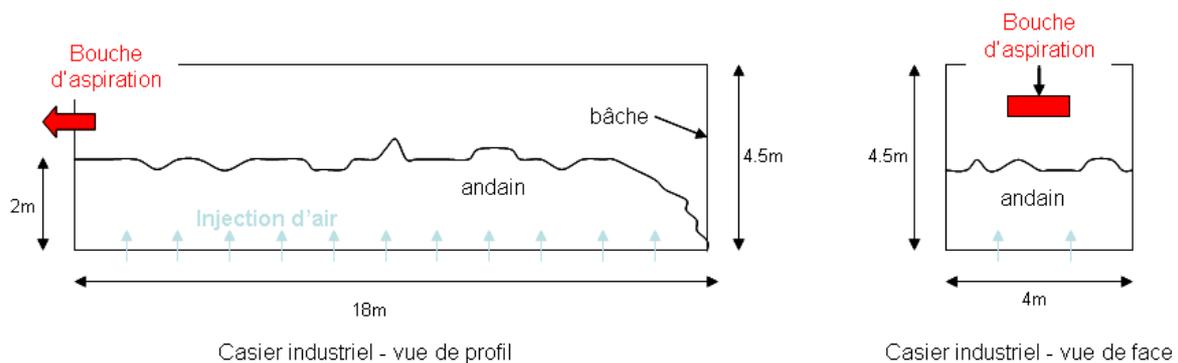


Figure 33 : casier industriel de compostage fonctionnant en aération positive forcée

La chambre d'extraction est constituée d'un parallélépipède rectangle en plexiglas de 5mm d'épaisseur, de 1m de longueur sur 0.8m de largeur et 0.8m de hauteur. La hauteur de la chambre a été définie comme égale à la hauteur de la cuve de 300L puisque dans un casier industriel, la hauteur de vide au dessus du mélange est environ égale à la hauteur de chargement du massif en compostage.

Pour un fonctionnement en aération positive forcée (Figure 34), la chambre d'extraction est complétée par un cône en plexiglas à l'extrémité duquel est installé un ventilateur permettant de créer un balayage de l'air ambiant situé au dessus du pilote de compostage. Ce ventilateur permet de simuler l'écoulement du flux gazeux due à la bouche d'aspiration dans un casier industriel. La vitesse d'extraction du ventilateur est d'environ 0.4m/s. L'autre extrémité de la chambre est fermée par une paroi en plexiglas percée d'une ouverture d'environ 0.7m par 0.1m afin de permettre la circulation de l'air.

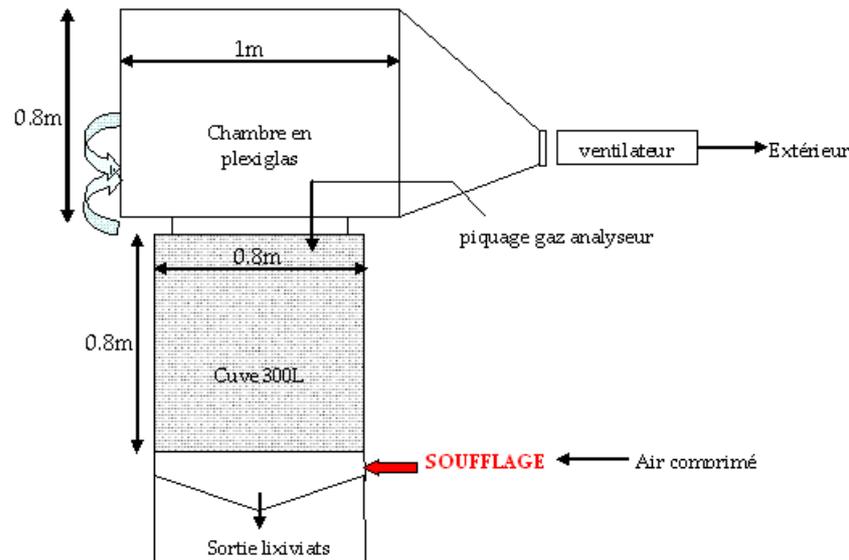


Figure 34 : schéma d'un pilote de 300L fonctionnant en soufflage

Le point d'entrée du débit d'aération est latéral sur le fond de cuve avant une distribution sur toute la surface du réacteur. Les lixiviats éventuellement produits sont recueillis grâce au piquage central en fond de cuve.

Lors d'un fonctionnement en aération négative forcée (Figure 35), la chambre d'extraction est fermée aux deux extrémités par un rideau textile poreux permettant de limiter l'émission d'odeurs lors du compostage. De plus ce textile poreux permet l'écoulement gazeux et limite la perte de charge provoquée par l'aspiration de l'air ambiant à travers la chambre et la matrice en compostage.

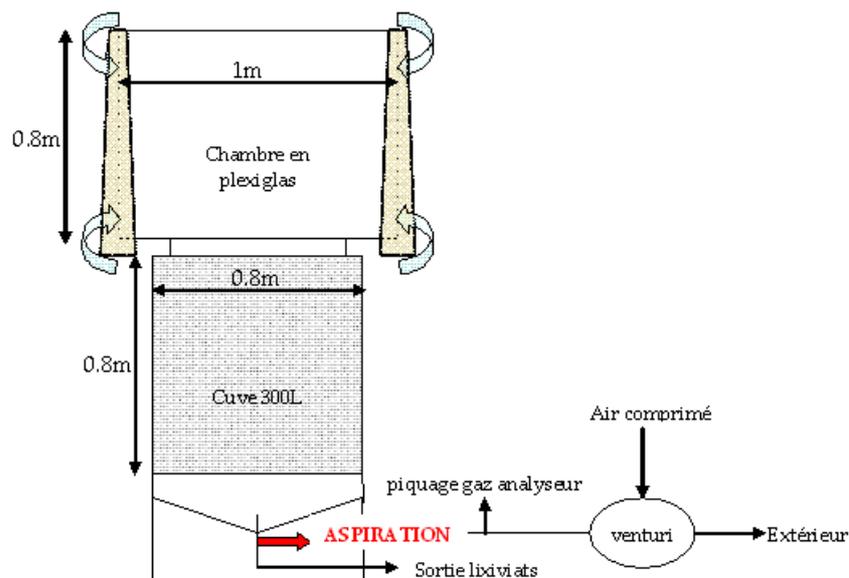


Figure 35 : schéma d'un pilote de 300L fonctionnant en aspiration

L'aspiration se fait via le piquage central en fond de cuve et l'air aspiré à travers la matière est ensuite évacué vers l'extérieur. Les lixiviats éventuels s'écoulent par

gravité dans un contenant de récupération positionné sous le point d'entrée du débit d'aspiration.

Les concentrations en O₂, CO₂, N₂O et CH₄ dans le gaz sortant sont mesurées en continu. Pour les pilotes en soufflage, 5 tuyaux sont disposés à quelques centimètres de profondeur dans la matière sur toute la surface du pilote puis rassemblés afin de réaliser un prélèvement représentatif. Pour les pilotes en aspiration, le prélèvement de gaz s'effectue juste en sortie de fond de cuve au niveau du branchement de l'aspiration. La température matière est mesurée grâce à une sonde Pt100 introduite au milieu du mélange en compostage. Les lixiviats éventuellement produits sont relevés quotidiennement et cumulés afin de constituer un échantillon global caractérisé en fin d'expérimentation. Le dimensionnement des chambres d'extraction, le balayage de l'air au dessus de la matière ainsi que l'élévation de température modérée lors du compostage des digestats permet d'éviter la production de condensats.

Les volumes d'air passés sur les pilotes en soufflage ou en aspiration sont relevés afin de déterminer précisément les débits d'aération sur chaque réacteur. Pour les pilotes fonctionnant en soufflage, la température et l'humidité de l'air comprimé utilisé pour l'aération sont mesurées en continu. Pour les pilotes fonctionnant en aspiration, la température et l'humidité de l'air ambiant aspiré à travers la chambre d'extraction sont également mesurées en continu.

Afin de s'approcher des conditions industrielles de compostage en casier, la durée des essais de compostage en pilotes de 300L est fixée à 4 semaines avec un retournement par semaine. En début et en fin d'expérimentation, la matière en compostage est échantillonnée afin de prélever une quantité de substrat qui sera caractérisée au laboratoire.

IV.2. Conditions d'aération

IV.2.1. Sens de l'aération

Le plan d'expérience réalisé est défini par la variation des trois facteurs entre leurs bornes inférieures et supérieures (Tableau 61). Le premier paramètre étudié est le sens de l'aération. Celui-ci prend sa valeur supérieure lorsque l'aération est effectuée par convection forcée positive, soit en soufflage, et sa valeur inférieure lorsque l'aération appliquée est forcée négative, soit en aspiration.

IV.2.2. Débit d'aération

Le deuxième paramètre est le débit d'aération. Lorsque ce paramètre prend la valeur de la borne supérieure, le débit d'aération est constant. Celui-ci est fixé à 230L/h.

Cette valeur a été choisie suite aux essais de compostage en conditions standardisées effectués dans le chapitre 2 puisque l'application d'un tel débit a permis une consommation en oxygène quantifiable et une augmentation de la température dans le pilote.

Lorsque le débit d'aération est asservi à l'évolution de la température matière, il est nécessaire de définir les bornes entre lesquelles varie le débit d'aération ainsi que son échelle de variation. Lors du compostage de boues en casier industriel, le débit d'aération est compris entre 200 et 600m³ d'air/h pour un volume de matière en compostage de 180m³ (selon les dimensions du casier représenté Figure 33). En faisant l'hypothèse que les quantités de matière biodégradable sont comparables dans les boues et les digestats, on applique en pilote un débit d'aération ramené à la quantité de matière identique à ceux appliqués en compostage industriel. Pour 300 litres de mélange introduit dans les pilotes, le débit d'aération minimal devrait donc être de 330L/h et le débit maximal de 1000L/h.

Cependant en raison d'une quantité de matière plus limitée et d'échanges thermiques différents, l'échauffement de la matière est nettement moins important en pilote de laboratoire qu'en casier industriel. Ainsi, un débit d'aération trop important pourrait entraîner un refroidissement accéléré de la matière en compostage et compromettre la biodégradation de la matière organique. De précédents essais menés en pilotes de laboratoire de 300L ont permis de tester des débits d'aération compris entre 100 et 1100L/h [158]. Un débit de 100L/h apparaît trop faible pour assurer des conditions d'aération homogènes et non limitantes dans le pilote tandis qu'un débit de 1100L/h apparaît excessif pour le compostage de déchets ayant déjà subi une dégradation biologique tels que les digestats. Un débit minimal d'aération de 150L/h apparaît donc comme un bon compromis entre :

- i. les débits d'aération industriels probablement surestimés par rapport aux besoins en oxygène et trop élevés pour permettre un échauffement significatif de la matière dans les pilotes de compostage de 300 litres,
- ii. les débits d'aération testés préalablement sur différents déchets frais et digérés dans le chapitre 2.

Ce débit minimal de 150L/h est appliqué initialement lors du démarrage de l'essai et maintenu tant que la température matière est inférieure à 20°C. Le facteur de proportionnalité entre débit minimal et maximal est de 3 en conditions industrielles. En appliquant ce même facteur, le débit maximal d'aération en pilotes est de 450L/h.

En casier industriel de compostage, l'échelle de variation du débit avec l'évolution de la température est de 10m³ d'air/h/°C pour 180m³ de mélange. En pilote de laboratoire, pour 300 litres de mélange, l'augmentation du débit d'aération serait donc de 0.017m³ d'air/h/°C. Une telle augmentation est importante en pilote et risque

de mener à un refroidissement de la matière en compostage. Ainsi, plutôt que de calculer l'échelle d'asservissement sur la valeur utilisée en casier industriel, il a été choisi de conserver le même facteur de proportionnalité entre casier industriel et pilote de laboratoire (Tableau 64). Une augmentation du débit de 7.5L/h/°C est donc choisie comme échelle d'asservissement à la température. Cette variation du débit est linéaire et continue, et programmée via un débitmètre massique asservi à la sonde de température implantée dans la matière en compostage.

Paramètre	Unité	Casier industriel	Pilote	Facteur de proportionnalité
$V_{\text{matière}}$	m ³	180	0.3	600
Q_{min}	m ³ /h	200	0.15	1333
Q_{max}	m ³ /h	600	0.45	1333
Asservissement	m ³ /h/°C	10	0.0075	1333

Tableau 64 : asservissement du débit d'aération à la température matière

IV.2.3. Séquençage de l'aération

Enfin, le plan d'expérience est défini par le séquençage ou non de l'aération. L'aération séquençée est définie par un cycle horaire constitué d'une période de 30 minutes d'aération suivie d'une période de 30 minutes de repos. Ce séquençage est couramment appliqué lors du compostage industriel de déchets organiques en casier.

Le Tableau 65 récapitule les conditions d'aération appliquées lors du plan d'expériences.

Facteur	Niveau haut (+1)	Niveau bas (-1)	
Sens de l'aération	soufflage	aspiration	
Débit d'aération	fixe	asservi	
	230L/h	$T_{\text{matière}} < 20^{\circ}\text{C}$ 150L/h	$T_{\text{matière}} > 20^{\circ}\text{C}$ +7.5L/h/°C
Séquençage de l'aération	24h/24	30 minutes aération/30 minutes stop	

Tableau 65 : conditions d'aération appliquées lors du plan d'expériences

IV.3. Conditions de mélange et chargement des réacteurs

Afin de se placer dans des conditions de mélange proches de ce qui est réalisé sur le site MS-OFMSW₁, le digestat est mélangé avec son co-substrat constitué de déchets verts et le structurant neutre constitué de palettes de granulométrie supérieure à 10mm selon un ratio volumique de 1/1.5/1.5. Comme décrit dans le chapitre précédent, la préparation des mélanges est effectuée au moyen d'une bétonnière d'un volume de 150L. Les échantillons de digestat ayant été congelés sont sortis du congélateur à -18°C environ 72 heures avant leur utilisation et placés dans une chambre froide à +4°C. La bétonnière est chargée avec une masse d'environ 20 kg de digestats, 5 à 7 kg de palettes et 6 à 8 kg de DV, chaque entrant étant pesé précisément. La bétonnière

est ensuite mise en rotation pendant 5 minutes au terme desquelles le mélange est versé dans un contenant permettant de casser les éventuels agrégats de mélange. La siccité du digestat est d'environ 20%. Elle permet d'obtenir une humidité de mélange adéquate pour la biodégradation et aucun ajout d'eau n'est donc effectué lors du mélange initial. Le mélange est ensuite transféré dans des contenants plastiques préalablement tarés, la masse totale étant relevée ainsi que la tare finale après déversement du mélange dans le pilote. Le mélange est ensuite réparti sur toute la surface du réacteur sans le tasser.

IV.4. Caractérisation des mélanges

IV.4.1. Avant compostage

Le fractionnement aqueux effectué avant la caractérisation physico-chimique s'avère utile en raison de la volatilisation de composés organiques et azotés lors du séchage préalable à l'analyse des échantillons de matière brute (page 96). On fait l'hypothèse que tous les composés volatilisés lors de l'étape de séchage sont ceux qui sont quantifiés dans la fraction SOL après fractionnement aqueux. La caractérisation de l'échantillon total présentée dans le Tableau 66 est donc obtenue en additionnant la caractérisation de la fraction SOL à celle de l'échantillon BRUT après séchage à 80°C.

Série		Série 1	Série 2	Série 3
Essai		1 ; 2 ; 3	4 ; 5 ; 6	7 ; 8
MS	%MB	41.3	41.6	44.7
MO	%MS	79.0	76.5	78.8
DCO	mgO ₂ /gMO	1519	1519	1501
CT	mgC/gMO	550	594	579
NT	mgN/gMO	18.0	15.9	18.8
NTK	mgN/gMO	15.6	16.2	16.0
NH ₄ ⁺	mgN/gMO	3.7	3.7	2.9

Tableau 66 : caractérisation initiale des mélanges

Sur tous les paramètres physico-chimiques l'erreur relative de mesure est comprise entre 0.8 et 8.3%. Les mélanges étant réalisés avec des lots de digestats aux caractéristiques comparables (Tableau 58), les caractéristiques physico-chimiques des mélanges mis en œuvre dans les trois séries expérimentales sont logiquement comparables (variation inférieure à 15%). On peut donc considérer que la qualité physico-chimique de tous les mélanges digestat/structurant avant compostage est identique.

IV.4.2. Après compostage

Le Tableau 67 présente les caractéristiques physico-chimiques des mélanges en sortie de pilote de compostage. De même que précédemment, la caractérisation de l'échantillon total est présentée en additionnant la caractérisation de la fraction SOL à celle de l'échantillon global après séchage à 80°C afin d'éviter une sous-estimation due à la volatilisation de composés organiques lors du séchage.

Série		Série 1			Série 2			Série 3	
Essai		1	2	3	4	5	6	7	8
MS	%MB	43.8	45.4	43.9	47.8	47.8	47.0	42.4	48.1
MO	%MS	72.1	72.6	71.9	78.4	77.2	80.2	71.7	72.5
DCO	mgO ₂ /gMO	1438	1498	1474	1516	1496	1439	1502	1223
CT	mgC/gMO	516	559	550	487	533	513	610	530
NT	mgN/gMO	16.6	12.9	11.1	10.9	12.9	10.3	11.3	12.6
NTK	mgN/gMO	9.7	9.8	10.2	7.3	10.2	7.7	12.3	11.4
NH ₄ ⁺	mgN/gMO	n.d							

Tableau 67 : caractérisation finale des mélanges

Les erreurs de mesure sur chaque paramètre physico-chimique déterminé sont acceptables puisqu'elles sont inférieures à 12%. La teneur en MS, la teneur en MO et la teneur en CT des mélanges en sortie de pilotes sont comparables sur tous les essais avec une variation inférieure à 5%. La DCO et la teneur en azote montrent des variations un peu plus importantes de 9 et 14% respectivement. Après traitement, l'azote ammoniacal n'est pas détecté dans la fraction soluble du mélange. L'azote ammoniacal initialement présent dans le mélange est en effet soit éliminé par strippage lors de l'aération du mélange ou oxydé par les bactéries AOB menant à la production de N₂O (voir page 192).

V. Comportement en compostage

V.1. Cinétique de consommation en oxygène

Les mélanges initiaux montrent des caractéristiques physico-chimiques comparables. Le bilan massique, qui sera discuté par la suite, montre que les mélanges mettent en jeu des quantités comparables de digestats, de déchets verts et de palettes. La quantité de matière organique biodégradable disponible dans chacun des pilotes est donc comparable pour tous les essais. Ainsi, la consommation en oxygène peut être discutée en moles d'oxygène. Les cinétiques instantanées de consommation en oxygène sont présentées sur les

Figure 36 à Figure 43.

Les essais 1, 2 et 3 présentent au démarrage du compostage (à environ 0.2 jour) un premier pic de consommation en oxygène. Ce pic est immédiatement suivi par une décroissance très rapide de la consommation en oxygène, avant une nouvelle augmentation pour atteindre la cinétique maximale rO_2max à 1.2 jours pour les essais 1 et 2 et 0.7 jour pour l'essai 3 (Tableau 68). Sur les autres essais, on n'observe pas cet artéfact. Celui-ci pourrait être dû au fait que les essais 1, 2 et 3 mettent en jeu un lot de digestat stocké durant 4 jours à +4°C qui n'a pas été congelé avant la constitution du mélange. En effet après 4 jours de stockage à +4°C, les micro-organismes sont probablement en repos dans le digestat. Cependant dès qu'on leur apporte de l'oxygène, les micro-organismes l'utilisent immédiatement pour respirer, créant ce premier pic sur la courbe de consommation en oxygène. Pour les autres essais, la congélation a ralenti l'activité des micro-organismes ce qui conduit à un temps de latence de quelques heures avant d'observer la croissance de la consommation en oxygène. L'artéfact sur les trois premiers essais ne correspond donc pas à une dégradation de la matière organique qui a lieu durant le pic de consommation en oxygène observé environ 1 jour après le démarrage de l'expérimentation pour tous les essais.

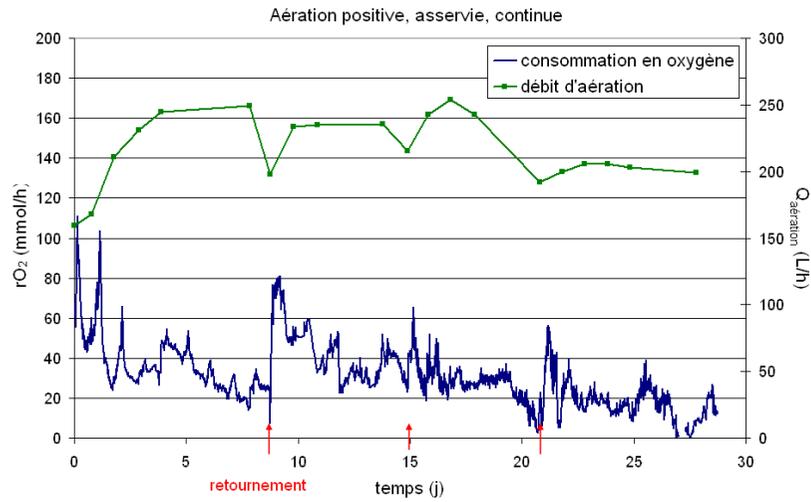


Figure 36 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 1

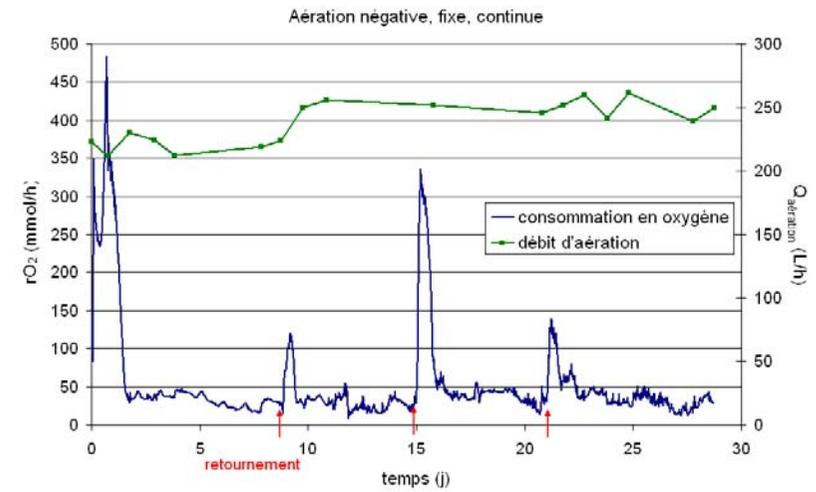


Figure 38 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 3

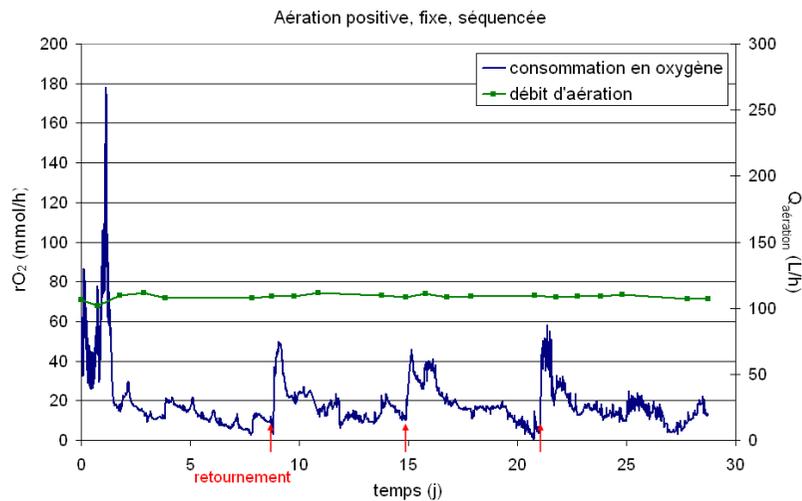


Figure 37 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 2

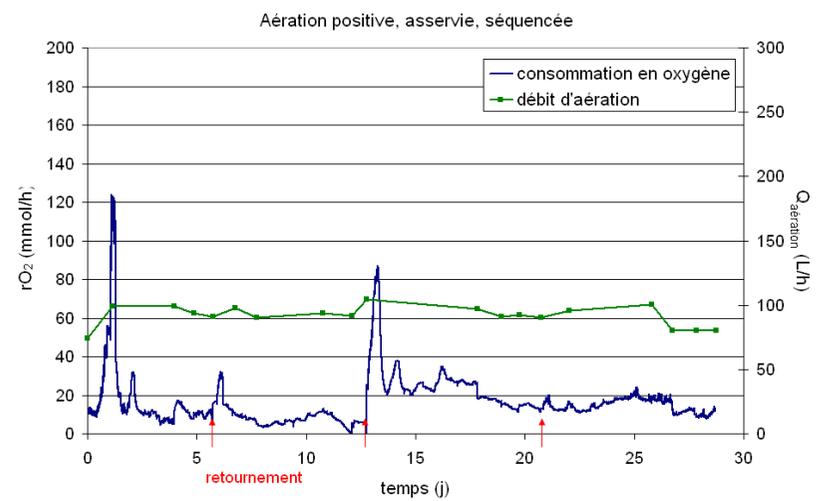


Figure 39 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 4

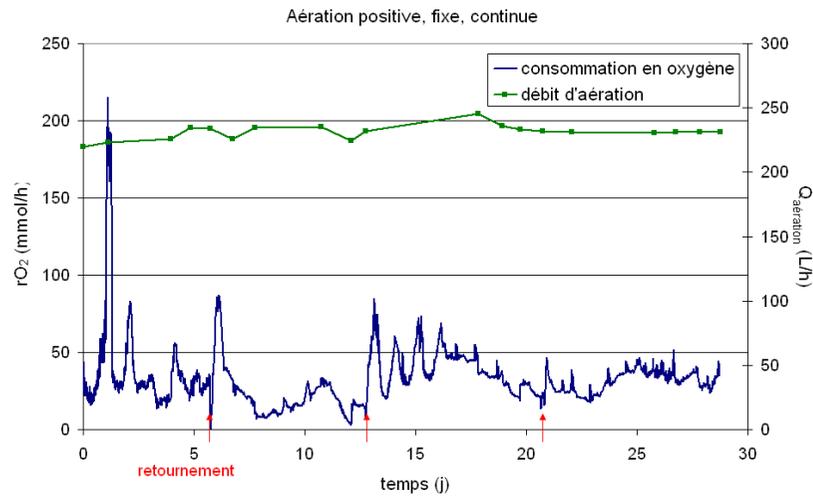


Figure 40 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 5

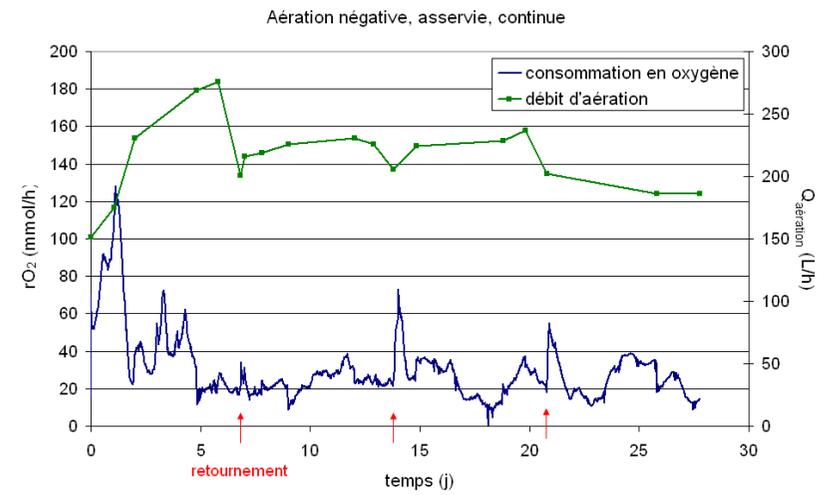


Figure 42 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 7

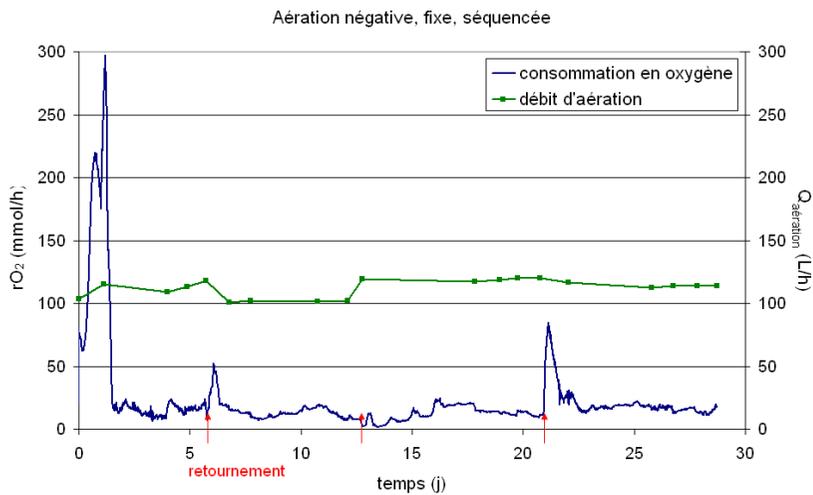


Figure 41 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 6

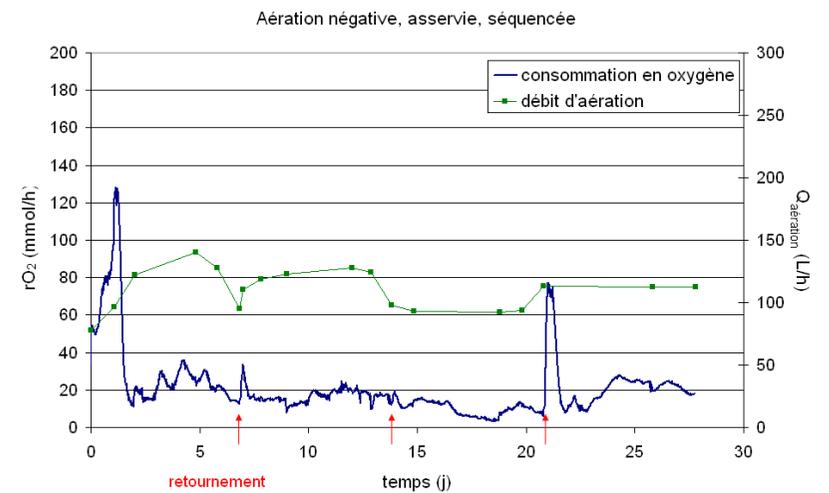


Figure 43 : cinétique de consommation en oxygène de l'essai 8

La croissance exponentielle de la consommation en oxygène et l'absence de palier observées permettent de dire qu'il n'y a pas eu de limitation en oxygène au cours du traitement. Mis à part l'artéfact décrit précédemment, les courbes de consommation en oxygène présentent un profil similaire. Le pic de consommation en oxygène est atteint rapidement ce qui montre la présence de matière organique facilement biodégradable dans le mélange. La présence de molécules hydrolysées, mais non dégradées lors de la digestion anaérobie, pourrait en effet constituer un pool de matière très facilement biodégradable au démarrage du compostage. Cette fraction facilement biodégradable est quantitativement limitée comme le montre la décroissance très rapide de la cinétique après le pic de consommation en oxygène. La cinétique de consommation atteint ensuite un niveau stable et faible compris entre 10 et 20 mmol/h selon les essais, et constituant a priori le niveau de respiration endogène des micro-organismes dans le mélange.

Les débits d'aération reportés sur les

Figure 36 à Figure 43 sont les débits moyens appliqués exprimés en L/h. Sur les essais 2, 4, 6 et 8, l'aération est séquencée toutes les 30 minutes. Lorsque le réacteur est aéré, le débit est fixe à 250L/h pour les pilotes 2 et 6. Le débit moyen utilisé pour calculer la cinétique de consommation en oxygène est donc égal à 125L/h environ. De même, pour les essais 4 et 8 en aération séquencée et asservie, lorsque le réacteur est aéré le débit est compris entre 150 et 280L/h et le débit moyen varie donc entre 75 et 140 L/h.

Essai		1	2	3	4	5	6	7	8
rO ₂ max	mmol/h	111	178	484	124	215	117	128	128
trO ₂ max	j	1.2	1.2	0.7	1.1	1.1	1.2	1.1	1.1
O ₂ total	mol	21.4	13.0	32.8	11.6	22.8	12.2	20.2	14.1
	mol/kgMS	0.50	0.31	0.77	0.31	0.61	0.30	0.47	0.33
O ₂ (1)	%O ₂ total	37	34	45	22	24	28	37	40
O ₂ (2)		29	21	13	12	17	20	20	20
O ₂ (3)		19	21	20	41	33	20	22	12
O ₂ (4)		15	24	22	24	26	33	21	27

Tableau 68 : consommation en oxygène des essais du plan d'expériences

La cinétique maximale de consommation en oxygène rO₂max montre une variation de près de 70% sur les huit essais du plan d'expériences. Elle est plus importante pour les essais 2, 3 et 5. Qualitativement il est difficile d'attribuer ces valeurs plus importantes à un des facteurs de gestion de l'aération. L'aération fixe, commune à ces trois essais, pourrait être favorable à un rO₂max important. Néanmoins les possibles interactions des facteurs entre eux ne peuvent être discernées. L'interprétation statistique des résultats permettra de distinguer les facteurs influents ou non.

La consommation totale en oxygène est différente suivant les essais ce qui montre que la dégradation de la matière organique est influencée par les paramètres de gestion de l'aération. Lorsque l'aération est séquencée, la quantité d'oxygène fournie par l'aération est deux fois moins importante. On mesure donc logiquement une consommation en oxygène plus faible pour les essais 2, 4, 6 et 8. La consommation moyenne de ces essais est ainsi de 12.8 moles contre 24.3 moles en aération continue. L'analyse qualitative des résultats ne permet pas de discerner l'influence des autres paramètres de gestion de l'aération sur la consommation en oxygène.

Les reprises d'activité après retournement sont différentes suivant les essais. Pour la majorité des essais, la reprise d'activité diminue avec le temps de compostage. Pour l'essai 4, le pourcentage de reprise d'activité après le deuxième retournement est pourtant le plus important puisqu'il représente 41% de la consommation totale en oxygène. De même, l'essai 8 montre une reprise d'activité importante après le troisième retournement effectué au jour 21, sans explication liée à des conditions expérimentales différentes. Sur tous les essais il pourrait être envisagé de réduire le temps de traitement par compostage à trois semaines puisque la consommation cumulée sur la dernière semaine de traitement représente moins d'un tiers de la consommation totale.

Comme discuté précédemment, le prélèvement de digestat MS-OFMSW₁(4) montre une réactivité biologique inférieure aux prélèvements précédemment caractérisés sur le site MS-OFMSW₁. L'essai de compostage en conditions standardisées du prélèvement MS-OFMSW₁(3) caractérisé dans le chapitre précédent a mené à une consommation en oxygène de 2.8 mol/kgMS de digestats à 28 jours de compostage. Dans le plan d'expériences, la fraction réactive est constituée des digestats et des déchets verts ajoutés comme co-substrat. La consommation totale en oxygène est comprise entre 0.30 et 0.77 mol/kgMS de fraction réactive. Malgré l'ajout d'un co-substrat réactif, la consommation mesurée ramenée à la fraction réactive est donc inférieure à celle du compostage en conditions standardisées du digestat MS-OFMSW₁(3).

Les concentrations en O₂, CO₂ et N₂O mesurées dans le gaz sortant lors de ces essais ne sont pas comparables à celles observées lors du compostage du digestat MS-OFMSW₁(3) dans le chapitre 2. Les teneurs en O₂ sont supérieures de 2 à 3% lors des essais du plan d'expériences conduisant à une consommation totale en oxygène inférieure. De même, les teneurs en CO₂ et N₂O étant inférieures à celles mesurées en conditions standardisées lors du chapitre 2, les productions en CO₂ et N₂O se révèlent inférieures lors des essais du plan d'expériences. Outre la baisse de la réactivité biologique du digestat, on peut donc se poser la question de la représentativité du prélèvement gazeux en sortie de pilote. La suppression du chapeau sur le pilote de compostage a entraîné la modification du prélèvement du

gaz sortant du pilote. Sur les pilotes fonctionnant en soufflage, un effet de dilution de l'air ayant circulé dans la matrice en compostage avec l'air ambiant de la chambre d'extraction pourrait expliquer la sous-estimation de la consommation en oxygène. Pour les pilotes fonctionnant en aération négative, tout le flux gazeux ayant circulé à travers la matrice est en théorie récupéré par aspiration en fond de cuve. On ne devrait donc pas observer de sous-estimation de la consommation en oxygène. Les valeurs mesurées pour les pilotes en aspiration ne sont cependant pas supérieures à celles mesurées en soufflage.

Sans plus d'éléments sur la circulation du flux gazeux à travers les pilotes modifiés par la mise en place de la chambre d'extraction, il est difficile d'avancer des hypothèses. Afin de vérifier la représentativité des points de prélèvements gazeux et d'assurer un bilan quantitatif des composés gazeux consommés ou produits, la caractérisation des écoulements gazeux dans les pilotes devra être effectuée. L'analyse de la distribution des temps de séjour par traçage permettra de caractériser l'écoulement gazeux et de vérifier les taux de récupération permettant de valider la fiabilité du bilan gazeux. Ces essais n'ont pu être réalisés durant la thèse. La mise au point d'une méthode de caractérisation de l'écoulement gazeux lors du compostage en pilote modifié est cependant nécessaire si l'on veut poursuivre l'acquisition et l'exploitation de résultats de simulation du compostage industriel dans ces conditions expérimentales particulières.

Puisque la fiabilité du bilan gazeux n'est pas assurée, l'exploitation des différentes quantités de matière exportées par le flux gazeux ne peut se faire que de façon qualitative. Si un écoulement particulier existe (effet de dilution, chemin préférentiel...), on fait l'hypothèse qu'il est le même dans tous les pilotes qui sont instrumentés de façon identique. Ainsi, même si les quantités mesurées ne sont pas quantitativement représentatives du compostage du mélange digestat/co-substrat/structurant, il est possible de commenter de manière qualitative les différences observées suivant les différentes options de gestion de l'aération. En particulier, on pourra appliquer le traitement statistique des données du plan de criblage afin de hiérarchiser les facteurs d'influence entre eux. Le calcul de facteurs d'émissions et la définition d'un modèle quantitatif de prédiction des émissions gazeuses en fonction des conditions d'aération appliquées ne seront par contre pas possibles.

V.2. Bilan matière

Le bilan massique (présenté dans les Tableau 69 à Tableau 76) est calculé sur les masses caractéristiques de matière sèche, matière organique, DCO, CT et NT des mélanges en entrée et en sortie de pilotes de compostage. Les masses de matière consommées ou évacuées du système via le flux gazeux sont également reportées. N'ayant mesuré ni production de condensats, ni lixiviats, aucune autre sortie de matière n'est comptabilisée. Le calcul des masses en entrée et en sortie sur les paramètres présentés dans les tableaux mène à la détermination d'erreurs relatives acceptables comprises entre 0.5 et 15%. Ces erreurs tendent à se cumuler sur le calcul du bilan entrée-sortie.

Sur le bilan en masse brute, les masses mises en jeu étant importantes, les erreurs relatives sont toujours inférieures à 10%. La perte de masse brute est en moyenne de 27 kg, ce qui représente un abattement de 18% de la masse brute initiale. La perte en masse brute est comparable sur tous les essais, avec une variation de 12%. On ne peut donc distinguer qualitativement l'influence d'un ou des paramètres de gestion de l'aération sur l'abattement de masse brute.

La perte en masse brute au cours du traitement ayant été limitée, aucun ajout d'eau n'a été effectué lors des retournements. L'humidité finale de mélange étant toujours équivalente ou supérieure à l'humidité initiale, on considère que la biodégradation s'est déroulée dans des conditions non limitantes de teneur en eau. Les pertes en eau sont comprises entre 8.1 et 25.5 kg. L'erreur relative sur le bilan entrée-sortie est acceptable (inférieure à 20%) excepté pour les essais 7 et 8 pour lesquels l'incertitude sur le bilan est de 26 et 32% respectivement. La perte en eau représente plus de 70% de la perte de masse globale, excepté pour l'essai 7. L'humidité relative du flux gazeux sortant du système n'étant pas connue, on ne peut estimer la quantité d'eau exportée par ce flux.

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	151.2	0.8	123.9	0.7	27.3	1.0	-
Masse eau (kg)	88.7	2.8	73.6	1.3	22.1	3.1	-
Masse MS (kg)	62.5	2.7	57.3	1.2	5.2	2.9	-
Masse MO (kg)	49.4	2.2	41.4	1.0	8.0	2.4	-
Masse DCO (kg)	75.0	7.0	59.5	1.7	15.6	7.2	0.68
Masse CT (kg)	27.1	1.3	21.3	1.0	5.8	1.6	0.12
Masse NT (kg)	0.89	0.05	0.69	0.08	0.20	0.10	0.01

Tableau 69 : bilan massique de l'essai 1

II. 3. Recherche de voies d'optimisation par l'aération du compostage de digestat

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	148.6	0.7	118.8	0.6	29.8	1.0	-
Masse eau (kg)	87.2	2.7	68.6	1.1	25.5	3.0	-
Masse MS (kg)	61.4	2.6	57.2	0.9	4.3	2.8	-
Masse MO (kg)	48.5	2.2	41.5	0.7	7.1	2.3	-
Masse DCO (kg)	73.7	6.9	62.1	2.2	11.6	7.2	0.42
Masse CT (kg)	26.7	1.2	23.2	0.8	3.5	1.5	0.08
Masse NT (kg)	0.87	0.05	0.53	0.05	0.34	0.07	0.00

Tableau 70 : bilan massique de l'essai 2

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	151.2	0.8	122.6	0.6	28.6	1.0	-
Masse eau (kg)	88.7	2.8	72.1	1.3	22.6	3.1	-
Masse MS (kg)	62.5	2.7	56.5	1.1	6.0	2.9	-
Masse MO (kg)	49.4	2.2	40.6	1.1	8.8	2.5	-
Masse DCO (kg)	75.0	7.0	59.8	4.1	15.2	8.1	1.17
Masse CT (kg)	27.1	1.3	22.3	1.9	4.8	2.3	0.19
Masse NT (kg)	0.89	0.05	0.45	0.03	0.44	0.06	0.01

Tableau 71 : bilan massique de l'essai 3

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	142.4	0.7	115.8	0.6	26.6	0.9	-
Masse eau (kg)	83.2	1.6	60.4	2.4	22.8	2.9	-
Masse MS (kg)	59.2	1.5	55.4	2.3	3.8	2.8	-
Masse MO (kg)	45.3	1.4	43.4	2.1	1.9	2.5	-
Masse DCO (kg)	68.8	1.8	65.8	3.2	3.0	3.7	0.37
Masse CT (kg)	26.9	0.7	21.2	2.5	5.8	2.6	0.04
Masse NT (kg)	0.72	0.04	0.47	0.06	0.24	0.07	0.00

Tableau 72 : bilan massique de l'essai 4

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	142.4	0.7	113.5	0.6	28.9	0.9	-
Masse eau (kg)	83.2	1.6	59.2	1.7	24.0	2.4	-
Masse MS (kg)	59.2	1.5	54.3	1.6	4.9	2.2	-
Masse MO (kg)	45.3	1.4	41.9	1.4	3.4	2.0	-
Masse DCO (kg)	68.8	1.8	62.7	2.8	6.2	3.3	0.73
Masse CT (kg)	26.9	0.7	22.3	0.8	4.6	1.1	0.15
Masse NT (kg)	0.72	0.04	0.54	0.06	0.18	0.08	0.01

Tableau 73 : bilan massique de l'essai 5

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	154.0	0.8	128.6	0.6	25.4	1.0	-
Masse eau (kg)	90.0	1.8	68.2	3.1	21.8	3.5	-
Masse MS (kg)	64.0	1.6	60.4	3.0	3.6	3.4	-
Masse MO (kg)	49.0	1.5	48.5	2.6	0.5	3.0	-
Masse DCO (kg)	74.4	1.9	69.8	5.0	4.6	5.4	0.51
Masse CT (kg)	29.1	0.8	24.9	1.3	4.2	1.5	0.10
Masse NT (kg)	0.78	0.04	0.50	0.06	0.28	0.07	0.00

Tableau 74 : bilan massique de l'essai 6

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	153.1	0.8	133.0	0.7	20.1	1.0	-
Masse eau (kg)	84.7	1.1	76.6	1.8	8.1	2.1	-
Masse MS (kg)	68.4	0.8	56.4	1.7	12.0	1.9	-
Masse MO (kg)	53.8	0.8	40.4	1.8	13.4	2.0	-
Masse DCO (kg)	80.8	2.1	60.7	2.9	20.2	3.6	0.65
Masse CT (kg)	31.2	1.6	24.7	1.2	6.5	1.9	0.08
Masse NT (kg)	1.01	0.03	0.45	0.01	0.56	0.03	0.01

Tableau 75 : bilan massique de l'essai 7

	Masse initiale		Masse finale		Abattement		Flux gazeux
	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	Valeur	Erreur absolue	
Masse brute (kg)	152.0	0.8	126.4	1.9	25.6	2.0	-
Masse eau (kg)	84.1	1.1	65.6	5.9	18.6	6.0	-
Masse MS (kg)	67.9	0.8	60.8	5.6	7.0	5.7	-
Masse MO (kg)	53.5	0.8	44.1	4.1	9.3	4.2	-
Masse DCO (kg)	80.3	2.1	54.0	5.6	26.3	6.0	0.45
Masse CT (kg)	30.9	1.6	23.4	2.6	7.6	3.0	0.08
Masse NT (kg)	1.01	0.03	0.56	0.08	0.45	0.08	0.00

Tableau 76 : bilan massique de l'essai 8

En raison des faibles quantités mises en jeu sur les autres masses caractéristiques, les erreurs cumulées sur le bilan entrée-sortie deviennent inacceptables. Elles sont ainsi comprises entre 25 et plus de 600% par exemple pour le bilan en matière organique de l'essai 6. L'influence de la gestion de l'aération est donc difficilement discernable sur ces bilans massiques qui présentent une erreur relative importante. Malgré ces incertitudes importantes, on peut noter que les quantités de matière éliminées lors des essais du plan d'expériences sont en moyenne supérieures à l'élimination observée lors du compostage du digestat MS-OFMSW₁(3) dans le chapitre 2. La quantité de DCO éliminée est comprise ici entre 3.3 et 26.3 kg contre 5 kg pour l'essai MS-OFMSW₁(3). De même, les pertes en carbone et en azote sont comprises entre 3.5

et 7.6 kg et 0.18 et 0.56 kg respectivement contre une élimination matière sur le carbone de 3.2 kg et de 0.13 kg sur le bilan entrée-sortie en azote dans le chapitre 2. Malgré une réactivité biologique du digestat MS-OFMSW₁(4) plus faible, l'ajout de co-substrat réactif constitué de déchets verts entraîne une élimination matière sur le mélange plus importante.

On observe que les quantités exportées par le flux gazeux sont toujours très inférieures à celles éliminées sur la matière. Les taux de recouvrement entre masse éliminée au cours du traitement et matière consommée ou exportée via le flux gazeux sont ainsi toujours inférieurs à 10%. Cela confirme la sous-estimation des quantités calculées exportées par le flux gazeux comme discuté dans le paragraphe précédent.

V.3. Elévation de température

L'évolution de la température dans le pilote de compostage résulte de l'activité de biodégradation au sein de la matière. Les courbes de températures des essais du plan d'expériences montrent des évolutions similaires (Figure 44 à Figure 46). La température initiale, comprise entre 14 et 19°C, augmente jusqu'au pic de température entre 32 et 37°C. La faible variation entre les températures maximales atteintes ne permet pas d'identifier qualitativement l'influence des paramètres d'aération les uns par rapport aux autres. Sur les essais en aération asservie, le pic de température est atteint plusieurs jours après le démarrage de l'essai. Ainsi pour l'essai 1, la température maximale est atteinte juste avant le premier retournement. L'augmentation progressive du débit d'aération asservi conduit a priori à une cinétique d'élévation de température plus faible. De façon qualitative, l'asservissement ne permet pas d'augmenter la température maximale.

Après le pic, la température diminue et se stabilise entre 25 et 30°C environ. La reprise d'activité après retournement de la matière entraîne à nouveau une augmentation de température matière plus ou moins importante suivant les pilotes. La température atteinte dans le milieu diminue avec la durée du traitement en accord avec une biodégradation moins importante. La cinétique d'élévation de température diminue également au cours du traitement, le temps d'atteinte du pic de température étant de plus en plus important.

Les températures atteintes sont supérieures à celle mesurée lors de l'essai de compostage en conditions standardisées du digestat MS-OFMSW₁(3) (Figure 21). L'ajout de co-substrat et la modification des conditions d'aération lors du traitement ont donc mené à un échauffement de la matière plus important. Comme discuté dans le chapitre 2, l'évolution de la température matière au cours du compostage est corrélée à l'activité de biodégradation et par conséquent à la consommation en oxygène. Au vu des températures matière plus élevées lors du plan d'expériences, on aurait donc pu s'attendre à une consommation totale en oxygène plus importante. Ces observations confirment la sous-estimation de la concentration en oxygène mesurée, en raison d'un prélèvement gazeux non représentatif.

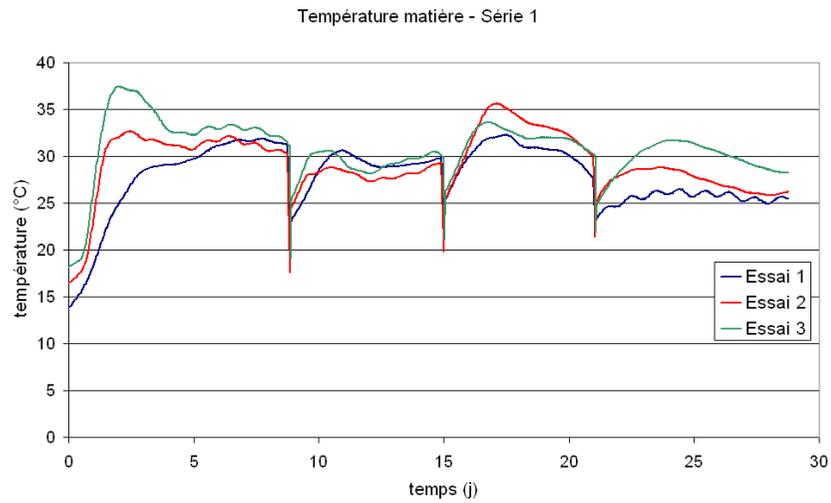


Figure 44 : évolution des températures matière des essais 1 ; 2 ; 3

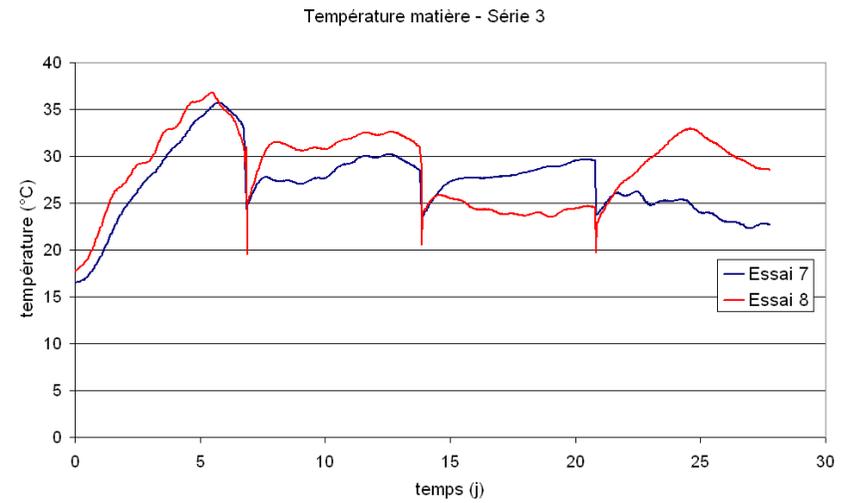


Figure 46 : évolution des températures matière des essais 7 ; 8

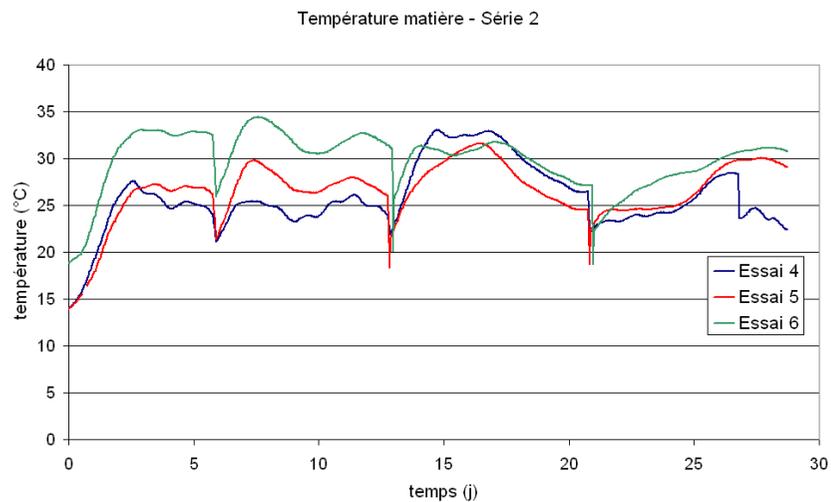


Figure 45 : évolution des températures matière des essais 4 ; 5 ; 6

Malgré un apport de co-substrat, les températures maximales atteintes lors du compostage du mélange ne sont pas suffisantes pour définir un compostage caractérisé et assurer l'hygiénisation (potentiellement nécessaire) des digestats. L'ajout de co-substrat en plus grande proportion pourrait permettre d'augmenter les températures atteintes lors du compostage en augmentant le potentiel biodégradable du mélange. Néanmoins, l'ajout supplémentaire de co-substrat biodégradable aurait également pour effet probable d'allonger la durée du compostage, ce qui n'est pas souhaitable si on veut conserver un temps de séjour court pour le post-traitement des digestats.

V.4. Stabilisation de la matière organique

Les indicateurs présentés dans le Tableau 77 permettent de discuter de la stabilisation de la matière organique au cours du traitement par compostage et d'évaluer la qualité du produit en sortie de pilote.

L'apport de co-substrat carboné a permis de rééquilibrer le rapport C/N avant compostage qui passe de 13 pour le mélange digestat/palettes étudié dans le chapitre 2, à une valeur comprise entre 31 et 37 suivant les essais du plan d'expériences. L'augmentation du rapport C/N après compostage montre que la dégradation d'azote a été proportionnellement plus importante que la dégradation de matière carbonée. L'azote éliminé sur la matière représente ainsi de 23 à 55% de l'azote initialement présent dans le mélange, tandis que 13 à 25% du carbone initial est dégradé.

Ces observations sont en accord avec celles faites précédemment dans le chapitre 2. Les digestats sont des substrats riches en azote disponible (31 à 47% d'azote soluble) et dans lesquels le carbone biodégradable, en partie éliminé lors de la digestion anaérobie, est en faible quantité (2 à 4% de carbone soluble). Lors du post-traitement par compostage, on observe donc une élimination majoritaire de l'azote qui reste disponible dans le digestat, contrairement au carbone résiduel qui est peu biodégradable.

Essai		1	2	3	4	5	6	7	8
C/N initial	-	30.6	30.6	30.6	37.4	37.4	37.4	30.8	30.8
C/N final	-	31.0	43.4	49.7	44.6	41.4	50.0	54.2	42.0
ΔC_{sol}	%C _{ini}	90	89	90	83	74	82	83	81
ΔN_{sol}	%N _{ini}	94	96	97	92	89	93	93	82
IG _{gray-grass}	%	129	131	97	131	109	98	120	95
IG _{cresson}		152	131	107	118	130	79	138	102

Tableau 77 : stabilisation de la matière organique au cours des essais du plan d'expériences

La stabilisation de la matière organique est évaluée par l'abattement de carbone et d'azote facilement biodégradable quantifiés dans la phase soluble. Comme discuté ci-dessus, l'élimination de l'azote est très importante : entre 82 et 97% de l'azote soluble initialement présent. Les taux d'élimination sur la phase soluble supérieurs à 70% montrent la stabilisation complète de la matière organique résiduelle contenue dans les digestats.

Selon le critère choisi de non phyto-toxicité défini à 70%, les méthacomposts sont non phyto-toxiques après leur post-traitement par compostage. La majorité des indices de germination est supérieure à 100% montrant un effet bénéfique potentiel pour la croissance des plantes.

Etant donnée la faible variation (inférieure à 20%) des indicateurs physico-chimiques discutés entre les différents essais, il est difficile de faire des hypothèses qualitatives quant à l'influence des facteurs de gestion de l'aération testés dans le plan d'expérience. L'analyse statistique permettra de dire s'il existe un ou des facteurs influençant statistiquement la qualité du produit après compostage.

V.5. Impact environnemental

De même que lors des essais de compostage en conditions standardisées effectués dans le chapitre 2, la production de méthane est négligeable lors du traitement. Quelque soit la gestion de l'aération appliquée, les conditions aérobies de biodégradation sont donc établies et maintenues pendant le post-traitement du digestat, dans la gamme de variation du débit d'aération appliqué ici.

Essai		1	2	3	4	5	6	7	8
CH ₄	mol	0.02	0.02	0.06	0.01	0.02	0.02	0.04	0.03
N ₂ O	mmol	125.3	99.9	185.9	102.1	199.7	92.3	119.3	77.3

Tableau 78 : émissions de gaz à effet de serre au cours des essais du plan d'expériences

La production cumulée de N₂O est non négligeable et varie entre près de 80 et 200 mmol. Elle apparaît corrélée positivement à la consommation en oxygène. Les conditions d'aération qui sont favorables à une consommation de l'oxygène par les micro-organismes pour la biodégradation sont donc également favorables à l'utilisation de l'oxygène par les AOB qui oxydent l'azote ammoniacal et mènent à la formation de N₂O. Les essais 3 et 5 montrent les productions cumulées les plus importantes cependant il est difficile d'attribuer ces émissions à une gestion de l'aération particulière.

Les cinétiques instantanées d'émission de protoxyde d'azote sont présentées sur les Figure 47 à Figure 54. Sur les essais 7 et 8, un problème électrique a perturbé la mesure de la teneur en N₂O dans le gaz sortant du pilote entre les jours 14 et 18. Sur l'essai 3, la concentration en N₂O dans le gaz sortant du pilote est supérieure à la limite de quantification de l'analyseur pendant le jour suivant le retournement effectué au jour 15.

La dynamique d'émission du N₂O est comparable sur tous les essais : on observe pour toutes les conditions d'aération un délai de 10 jours minimum avant la production de protoxyde d'azote. Comme discuté précédemment, les hypothèses développées dans la littérature font intervenir une inhibition des micro-organismes au-delà de 40°C [138, 145, 146] ou la compétition pour l'utilisation de l'oxygène entre organismes dégradant la matière organique carbonée et ceux transformant le pool azoté [148, 153, 155]. Les températures matière mesurées étant toujours inférieures au seuil de 40°C, la production de N₂O n'a a priori pas été inhibée par la température.

La consommation prioritaire de l'oxygène par les micro-organismes dégradant la matière organique au démarrage du traitement pourrait expliquer cette cinétique d'émission de protoxyde d'azote. Cependant, au vu des cinétiques relativement faibles de consommation en oxygène mesurées lors du compostage du mélange, le

retard à l'émission de N_2O pourrait également être provoqué par le délai nécessaire à l'établissement des populations microbiennes productrices de N_2O , comme les AOB. Seule la caractérisation microbiologique du mélange au cours du compostage permettrait de déterminer les populations mises en place et leur influence sur les émissions de N_2O .

On observe deux types de cinétiques d'émission de N_2O . Sur les courbes des essais 3, 6, 7 et 8 en aération négative, la production de N_2O démarre au jour 10 environ, entre le premier et le deuxième retournement. Les pilotes fonctionnant en aération positive (essais 1, 2, 4 et 5) montrent quant à eux une production de N_2O un peu plus tardive puisque l'émission démarre après le deuxième retournement effectué au jour 15 de l'expérimentation. Le sens de l'aération influencerait donc la cinétique d'émission en N_2O . La consommation en oxygène diminue plus vite sur les pilotes en aspiration : elle est de 20 mmol/h environ au moment où l'émission de N_2O démarre. Néanmoins, sur les essais 2 et 4 en aération positive, la consommation en oxygène est inférieure à ce seuil de 20 mmol/h sans pour autant qu'on observe l'émission de N_2O . Le sens de l'aération pourrait avoir des effets sur les phénomènes de dispersion ou de diffusion dans le milieu, qui pourraient influencer l'accessibilité des micro-organismes AOB à l'oxygène et donc la cinétique d'émission du N_2O .

On observe toujours un pic d'émission après le troisième retournement effectué au jour 21. Les émissions de N_2O ayant débuté sur tous les essais au jour 21, on peut faire l'hypothèse que la flore bactérienne produisant le N_2O a colonisé le milieu. La dispersion des AOB dans toute la matière au moment de l'homogénéisation du mélange pourrait expliquer ce pic. Après le troisième retournement, la décroissance de production en N_2O est rapide jusqu'à un niveau d'émission négligeable montrant l'épuisement du pool d'azote ammoniacal. Celui-ci est en effet non détecté sur les fractions solubles des mélanges en sortie de pilotes de compostage.

La question de la représentativité des quantités de matière exportées par le flux gazeux ne nous permet pas de calculer des facteurs d'émissions en N_2O . Les cinétiques d'émission peuvent par contre être comparées aux émissions mesurées lors du compostage en conditions standardisées du digestat MS-OFMSW1(3) dans le chapitre 2. Les essais du plan d'expérience montrent l'accélération du démarrage de l'émission de N_2O qui passe de 50 jours de traitement en conditions standardisées de compostage à 10 jours de traitement. L'ajout de co-substrat et la modification des conditions de compostage ne permettent donc pas d'éviter les émissions de N_2O , mais semblent accélérer l'apparition de celles-ci.

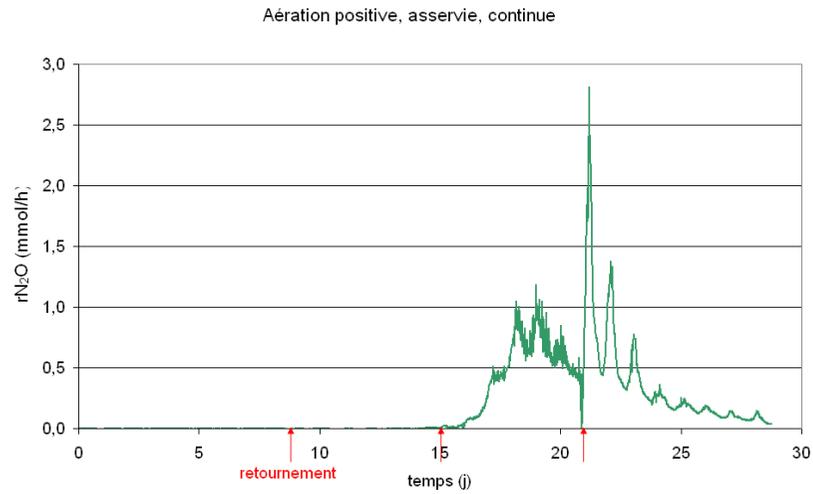


Figure 47 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 1

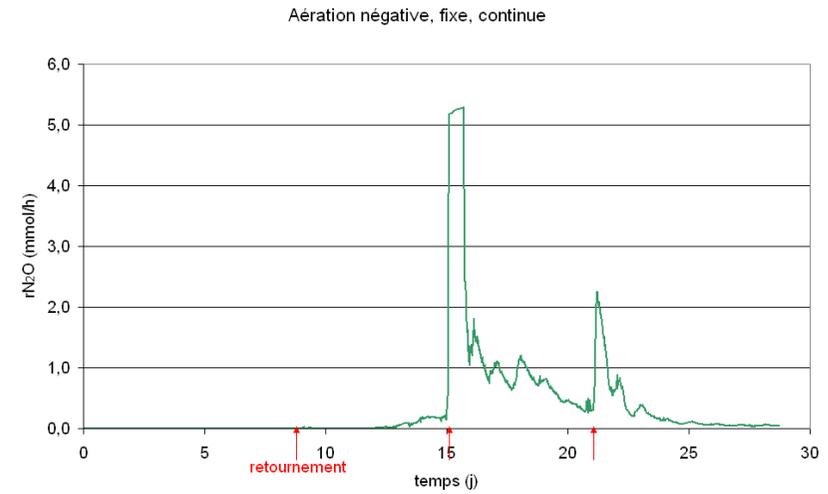


Figure 49 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 3

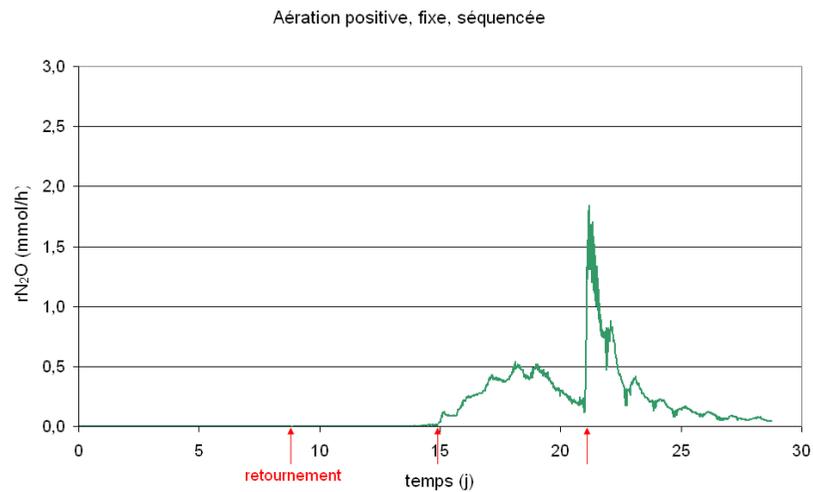


Figure 48 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 2

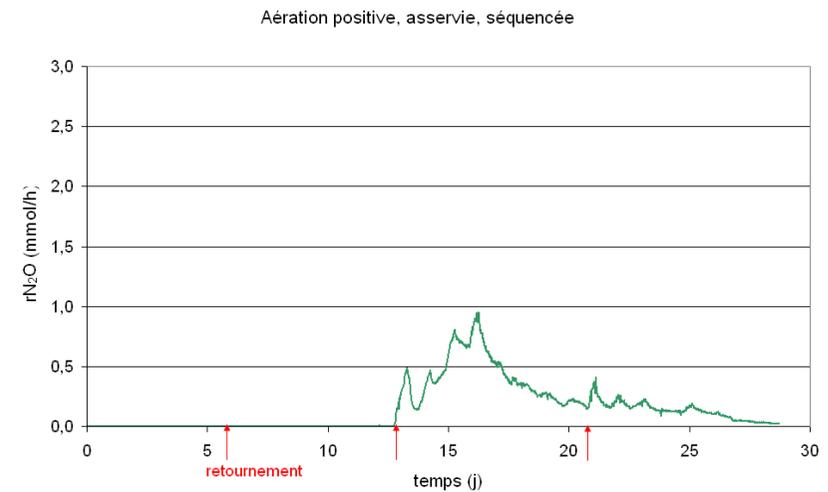


Figure 50 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 4

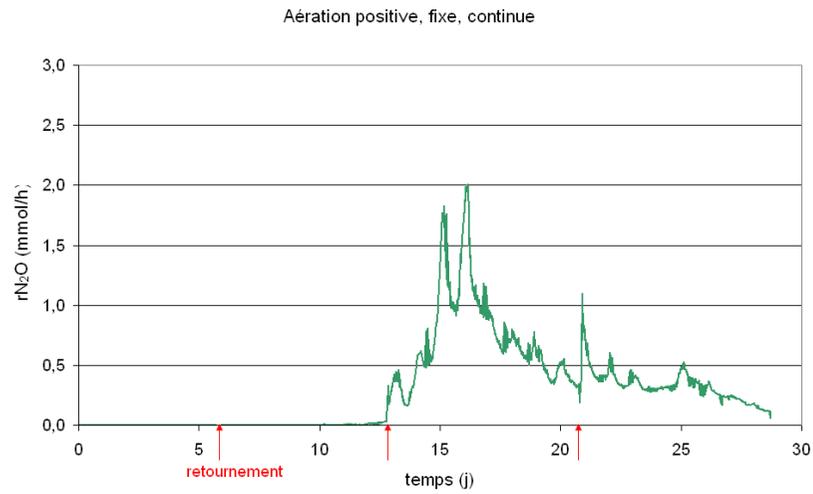


Figure 51 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 5

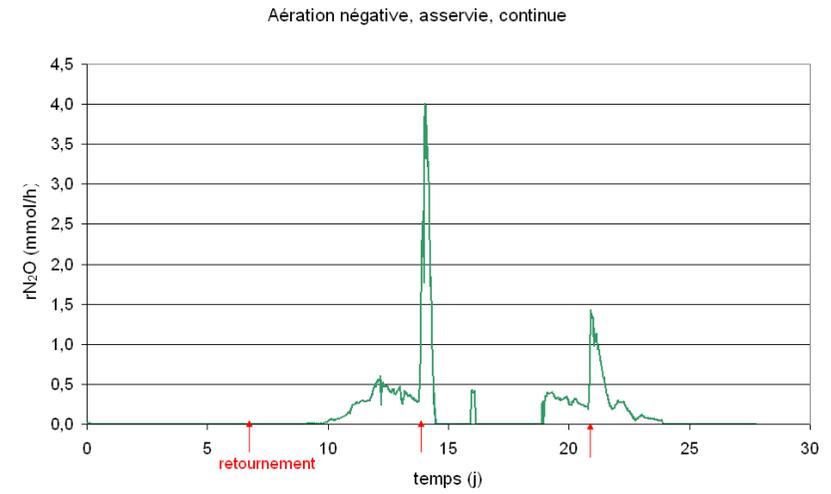


Figure 53 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 7

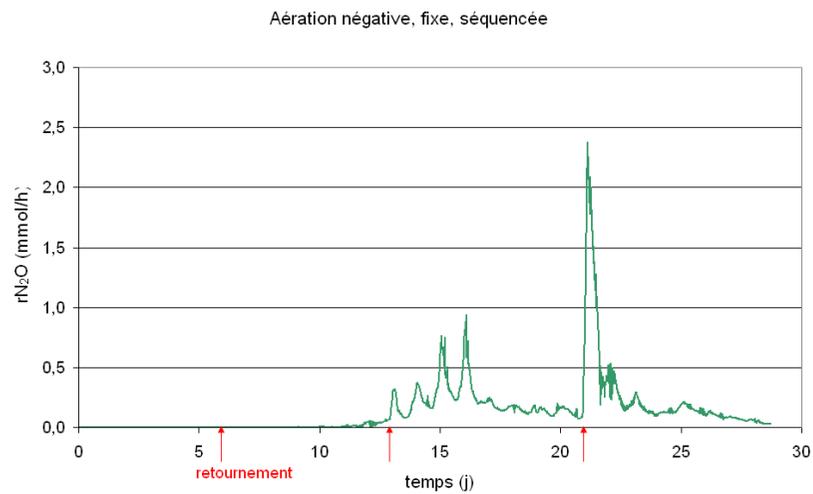


Figure 52 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 6

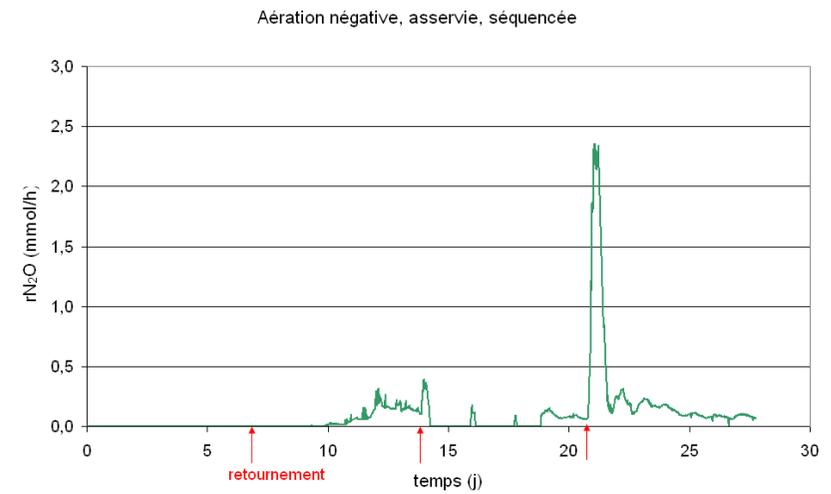


Figure 54 : cinétique de production de protoxyde d'azote de l'essai 8

VI. Optimisation du compostage de digestat

Le Tableau 79 rappelle le modèle mathématique défini a priori et les notations utilisées pour le traitement statistique du plan d'expériences.

Modèle mathématique			
$y = a_0 + a_1X_1 + a_2 X_2 + a_3X_3 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{23}X_2X_3$			
Facteurs	sens	asservissement	séquençage
	X ₁	X ₂	X ₃
niveau haut (+1)	positive	fixe	continue
niveau bas (-1)	négative	asservie	séquencée

Tableau 79 : notations utilisées dans le traitement statistique du plan d'expériences

L'analyse statistique du modèle consiste à calculer la statistique t_{obs} pour chacun des coefficients du modèle. La comparaison de t_{obs} aux valeurs issues de la table de Student permet ensuite de déterminer le niveau de significativité de chaque coefficient sur la réponse considérée. L'objectif de la technique de screening mise en œuvre dans ce travail n'est pas d'établir un modèle mathématique de prédiction de la réponse en fonction des niveaux des facteurs. Le plan factoriel complet réalisé permet uniquement de hiérarchiser les facteurs entre eux et d'identifier ainsi les facteurs d'influence majeure. On considère qu'un facteur, ou une interaction de facteurs, n'a pas d'influence majeure sur la réponse étudiée si son niveau de significativité est inférieur à 60%. On choisit donc de ne pas commenter les effets des coefficients du modèle dont la significativité est inférieure à ce seuil de 60%.

L'influence de la gestion de l'aération sur le post-compostage du digestat MS-OFMSW₁(4) est étudiée au regard des trois critères suivants :

- i. la biodégradabilité, estimée par la consommation en oxygène, l'abattement en masse brute du mélange et la température maximale atteinte au cours du traitement,
- ii. la stabilisation du produit en sortie de pilote de compostage, évaluée par la teneur en carbone soluble,
- iii. l'impact environnemental du traitement, dont l'indicateur choisi dans ce travail est l'émission de protoxyde d'azote au cours du traitement.

VI.1. Influence de la gestion de l'aération sur la biodégradation

Le Tableau 80 présente l'analyse statistique des coefficients du modèle reliant la consommation totale en oxygène, exprimée en moles, aux trois facteurs étudiés.

Facteur/interaction	Coefficient du modèle	t_{obs}	Significativité (%)
moyenne	18.5013	-	-
x_1	-1.3063	0.72	20
x_2	1.7038	0.94	40
x_3	5.8038	3.21	80
x_1x_2	-0.9788	0.54	20
x_1x_3	-0.9038	0.50	20
x_2x_3	1.8263	1.01	40

Tableau 80 : significativité des facteurs sur la consommation totale en oxygène

Le séquençage de l'aération est le facteur le plus influent sur la consommation en oxygène. Le coefficient x_3 étant positif, la consommation en O_2 augmente lorsque l'aération est continue, démontrant une limitation de la consommation en oxygène en aération séquençée. Cela confirme les observations qualitatives précédentes selon lesquelles la diminution de la quantité d'air fournie lors du traitement en séquençage diminue la consommation totale en O_2 . Les autres coefficients du modèle ont une influence statistique mais leur significativité est très faible. L'asservissement du débit d'aération à la température, qui a pourtant pour objectif d'optimiser les apports en oxygène en fonction de l'activité de biodégradation, n'a pas d'influence majeure sur la consommation totale en oxygène.

La perte de masse brute au cours du traitement est un indicateur de la biodégradation subie lors du traitement. Le bilan massique entrée-sortie sur la masse brute ayant montré des erreurs relatives acceptables, on utilise le pourcentage d'abattement de masse brute par rapport à la masse initiale de mélange pour discuter de l'influence des paramètres de gestion de l'aération sur la biodégradabilité (Tableau 81).

Facteur/interaction	Coefficient du modèle	t_{obs}	Significativité (%)
moyenne	17.8125	-	-
x_1	1.4875	2.25	60
x_2	1.1375	1.72	60
x_3	-0.2125	0.32	0
x_1x_2	-0.2375	0.36	20
x_1x_3	0.1125	0.17	0
x_2x_3	0.8625	1.30	40

Tableau 81 : significativité des facteurs sur la perte de masse brute

Le sens de l'aération et l'asservissement ont une influence statistique directe sur la perte de masse brute à un niveau de significativité de 60%. Le coefficient x_1 est positif ce qui signifie qu'une aération positive permet d'augmenter la perte de masse brute. Comme la perte de masse brute est constituée essentiellement d'eau, l'aération en soufflage doit permettre une évacuation plus importante de l'eau du mélange comparativement à un fonctionnement en aspiration. De même, le coefficient x_2 est positif. Une aération fixe permet donc d'augmenter la perte de masse brute. Contrairement à la consommation en oxygène, le séquençage de l'aération n'a aucune influence statistique sur la perte de masse brute. Certaines interactions ont une influence statistique mais d'un niveau de significativité faible.

L'influence de la gestion de l'aération est également étudiée sur la température maximale atteinte lors du traitement par compostage. Afin de garantir un compostage caractérisé et donc l'hygiénisation des digestats, on cherche à augmenter la température maximale. L'analyse statistique des coefficients du modèle est présentée dans le Tableau 82.

Facteur/interaction	Coefficient du modèle	t_{obs}	Significativité (%)
moyenne	34.6163	-	-
x_1	-1.471	1.59	60
x_2	0.156	0.17	0
x_3	-0.364	0.39	20
x_1x_2	0.324	0.35	20
x_1x_3	-0.836	0.90	40
x_2x_3	0.101	0.11	0

Tableau 82 : significativité des facteurs sur la température maximale atteinte

La description qualitative des variations de la température maximale atteinte lors des essais n'avait pas permis de déterminer l'influence des facteurs de gestion de l'aération. L'analyse statistique montre que seul le sens de l'aération a une influence statistique significative à 60%. L'influence du sens de l'aération sur la température est la même que sur la consommation totale en O_2 : la température maximale est supérieure lorsque l'aération est négative. Les écoulements gazeux et transferts de chaleur mis en jeu en soufflage conduisent donc à une moindre élévation de température. L'effet du sens de l'aération sur la température est le même que sur la perte de masse brute. Lorsque le pilote fonctionne en soufflage, des phénomènes de convection plus importants pourraient conduire à une température matière moindre et à une exportation d'eau, et donc une perte de masse brute, plus importante que lors d'un fonctionnement en aspiration. L'asservissement du débit n'a aucune influence sur la température maximale atteinte lors du traitement et celle du séquençage est faible.

VI.2. Influence de l'aération sur la qualité du produit en sortie de pilote

La teneur en carbone soluble est un indicateur du potentiel biodégradable disponible pour le démarrage de la biodégradation. Après le traitement par compostage, la quantification du carbone soluble indique le niveau de stabilisation atteint par la matière organique. On cherche donc à diminuer la teneur en carbone soluble afin d'assurer la stabilisation complète de la matière organique biodégradable. Le Tableau 83 donne l'analyse statistique des coefficients du modèle reliant la teneur en carbone soluble, exprimée en mg/gMS, aux facteurs de gestion de l'aération.

Facteur/interaction	Coefficient du modèle	t _{obs}	Significativité (%)
moyenne	2.3375	-	-
x ₁	0.1375	0.52	20
x ₂	0.2125	0.81	40
x ₃	0.0875	0.33	20
x ₁ x ₂	0.1625	0.62	20
x ₁ x ₃	0.1875	0.71	20
x ₂ x ₃	0.2125	0.81	40

Tableau 83 : significativité des coefficients sur la teneur en carbone soluble

Tous les coefficients du modèle montrent une influence statistique sur la teneur en carbone soluble. Cependant, ces effets sont faiblement significatifs. La discussion qualitative sur les paramètres physico-chimiques a permis de dire que les différences de teneur en carbone soluble suivant les essais, et donc selon les conditions d'aération, sont très faibles. L'analyse statistique confirme que la teneur en carbone soluble finale après traitement n'est pas influencée par les conditions d'aération. Tous les essais réalisés conduisent donc à un niveau de stabilisation de la matière organique comparable.

VI.3. Influence de l'aération sur l'impact environnemental du traitement

L'impact environnemental du compostage de digestats est évalué par l'émission cumulée de protoxyde d'azote. La diminution de la production de N₂O est un enjeu important dans le post-traitement des digestats. Le Tableau 84 présente l'analyse statistique des facteurs étudiés sur la production totale de protoxyde d'azote exprimée en mmol. Il a été observé qualitativement que la production cumulée de N₂O était corrélée à la consommation totale en oxygène. L'analyse statistique est donc comparable à celle du modèle reliant la consommation totale en oxygène et la gestion de l'aération (Tableau 80).

Facteur/interaction	Coefficient du modèle	t _{obs}	Significativité (%)
x ₁	6.543	2.09	60
x ₂	19.228	6.13	80
x ₃	32.328	10.30	90
x ₁ x ₂	-1.185	0.38	20
x ₁ x ₃	-1.550	0.49	20
x ₂ x ₃	16.025	5.11	80

Tableau 84 : significativité des facteurs sur la production en protoxyde d'azote

Le séquençage de l'aération et l'asservissement à la température sont les deux facteurs les plus influents, à un niveau de significativité de 90 et 80% respectivement. Le sens de l'aération a également une influence statistiquement importante puisque sa significativité est égale à 60%. Le signe positif de ces trois coefficients indique que la production de N₂O est supérieure quand l'aération est positive, fixe et continue. Les conditions optimales d'aération pour la production de protoxyde d'azote sont donc identiques à celles favorisant la consommation en oxygène. Cela confirme que la croissance des micro-organismes producteurs de N₂O lors du compostage de digestats est optimale dans des conditions aérobies.

Les émissions les plus faibles de N₂O sont donc mesurées en aération négative, avec un débit d'aération asservi à la température matière ou en aération séquencée. L'association d'un débit asservi et d'une aération séquencée conduit par contre à une production importante de N₂O en raison de l'interaction x₂x₃ positive et fortement significative. Si l'on veut minimiser la production de N₂O, on doit donc privilégier un débit asservi associé à une aération continue ou un débit fixe avec une aération séquencée.

VI.4. Synthèse des résultats

Le plan d'expériences utilisé est un plan de screening permettant de hiérarchiser les facteurs d'influence entre eux. La réalisation d'un plan factoriel complet de screening est une première étape qui permet uniquement de classer les facteurs suivant leur influence sans chercher à obtenir une relation mathématique reliant facteurs et réponse.

Dans le Tableau 85 les effets des facteurs et de leurs interactions sont codés par des signes + ou - suivant le signe du coefficient, et leur significativité dans le modèle est codée comme suit :

- + + + ou - - - significativité à un niveau de confiance de 90 ou 95%
- + + ou - - significativité à un niveau de confiance de 80%
- + ou - significativité à un niveau de confiance de 60%.

Les effets dont la significativité est inférieure à 60% étant considérés comme négligeables, ils ne sont pas représentés dans ce tableau de synthèse. On code par une flèche croissante ou décroissante l'effet recherché sur chaque paramètre. Ainsi dans le but d'optimiser le traitement par compostage du digestat, on cherchera à augmenter la biodégradation (exprimée par la consommation totale en oxygène) et à diminuer l'impact environnemental du traitement (en diminuant la production de protoxyde d'azote). L'aération optimale est donc obtenue en combinant le niveau le plus favorable de chaque facteur dont l'influence est statistiquement significative à un niveau de confiance de 60% ou plus.

Réponse	Coefficients du modèle						Effet recherché	Aération optimale
	x ₁	x ₂	x ₃	x ₁ x ₂	x ₁ x ₃	x ₂ x ₃		
O ₂ total			++				↗	continue
ΔMB	+	+					↗	positive, fixe
T _{max}							↗	-
C _{sol}							↘	-
N ₂ O	+	++	+++			++	↘	négative/asservie/continue ou négative/fixe/séquencée

Tableau 85 : synthèse du traitement statistique du plan d'expériences

Parmi les trois facteurs de gestion de l'aération étudiés, le séquençage a l'influence la plus significative sur le compostage du digestat MS-OFMSW₁(4). Ce facteur influence significativement l'activité de biodégradation, évaluée par la consommation en oxygène, et l'impact environnemental du traitement. Le séquençage intervient également dans la seule interaction statistiquement significative avec l'asservissement du débit sur les émissions de protoxyde d'azote. L'influence du séquençage est positive sur la biodégradation, indiquant que l'aération continue lors du traitement favorise l'activité de biodégradation. L'influence du séquençage est

également positive sur la production de N_2O . Etant donné qu'il est souhaitable de diminuer l'émission de protoxyde d'azote, c'est au contraire une aération séquencée qu'il faut préférer pour diminuer l'impact environnemental du traitement.

L'asservissement du débit montre une influence positive significative à 80% sur l'impact environnemental. Son interaction positive avec le séquençage conduit à privilégier une aération asservie et continue ou un mode d'aération fixe et séquencée pour diminuer significativement la production de N_2O . Un débit d'aération fixe permet également d'augmenter le séchage du mélange en compostage puisque la perte de masse brute, essentiellement constituée d'eau, est corrélée positivement à l'asservissement.

Le sens de l'aération influence également le compostage du digestat mais à un niveau plus faible. Sa significativité est de 60% sur la perte de masse lors du traitement et sur l'émission de N_2O . Une aération positive permet d'augmenter le séchage du mélange tandis qu'une aération négative devra être privilégiée pour minimiser l'impact environnemental du traitement.

Les effets parfois contradictoires des facteurs montrent que la gestion de l'aération ne peut résulter que d'un compromis entre l'amélioration de la biodégradation et la minimisation d'un impact environnemental négatif. Etant donné l'influence des facteurs, le sens de leurs effets et l'interaction significative, le protocole proposé pour optimiser l'activité de biodégradation lors du compostage des digestats et minimiser l'impact environnemental de ce post-traitement est une aération asservie et continue.

VII. Conclusions

L'étude du comportement en compostage de digestats seuls en conditions standardisées a permis d'identifier certaines limites au post-traitement aérobie des digestats. La biodégradabilité limitée des digestats et les émissions importantes de protoxyde d'azote constituent des enjeux importants pour assurer la fiabilité technologique et environnementale du post-traitement par compostage des digestats. L'ajout de co-substrat biodégradable devant permettre d'une part d'augmenter la réactivité biologique du substrat, et d'autre part de diminuer potentiellement les émissions gazeuses, des essais de co-compostage de digestats en mélange avec des déchets verts et de la palette ont été conduits dans ce chapitre.

Les incertitudes importantes sur les prélèvements gazeux n'ont pas permis d'acquies de façon fiable les données d'émissions lors du compostage du digestat MS-OFMSW₁(4) en mélange avec des déchets verts et de la palette. En raison d'une biodégradabilité limitée, les bilans massiques établis sur les essais de compostage montrent des erreurs relatives importantes. Cependant la comparaison des masses éliminées lors des essais du plan d'expériences et lors du compostage du digestat MS-OFMSW₁(3) lors du chapitre 2 a montré que malgré une diminution de la qualité biologique du gisement de digestat, l'ajout de co-substrat permettait d'augmenter le potentiel biodégradable.

Les différences de comportement mesurées sur les essais du plan d'expériences ont montré qualitativement que la modification des conditions d'aération influençait le compostage des digestats MS-OFMSW₁(4). Une aération continue permet ainsi d'augmenter la biodégradabilité tandis que les émissions de N₂O apparaissent plus rapidement que lors d'un compostage en conditions standardisées.

Le plan factoriel complet a permis de hiérarchiser les trois facteurs de gestion de l'aération suivant leur influence statistiquement significative. L'étude des facteurs ainsi que de leurs interactions a conduit à proposer de tester en conditions industrielles le compostage du digestat MS-OFMSW₁(4) en aération négative, asservie et continue. Ces conditions devraient en effet permettre de réduire l'impact environnemental du traitement tout en assurant la biodégradation de la matière organique résiduelle du digestat.

Conclusions et perspectives

Dans un contexte économique où la production de déchets tend à augmenter de façon constante, les politiques environnementales des pays développés visent à encourager le développement des filières de recyclage et de valorisation matière comme voies de traitement des déchets produits. Les filières de traitement biologique des déchets, compostage et méthanisation, sont ainsi encouragées par la législation depuis plusieurs années. L'avenir de ces filières est lié d'une part à la qualité du produit obtenu, permettant d'assurer un recyclage agronomique effectif de la matière organique contenue dans les déchets biodégradables, et d'autre part à la minimisation des impacts négatifs du procédé de traitement de déchets sur l'environnement. Dans le contexte actuel de renchérissement de l'énergie et de lutte contre les changements climatiques, la méthanisation se voit encouragée réglementairement en France par la mise en place de fonds de subvention via le Grenelle Environnement. Si ce procédé de traitement des déchets organiques, alliant production d'énergie renouvelable via la valorisation du biogaz produit, et recyclage matière via le retour au sol du sous-produit de traitement, est aujourd'hui en plein essor, il reste que des facteurs de frein peuvent entraver son développement et la validation de la pertinence du choix de ce procédé de traitement.

Un des points de fragilité de la filière de digestion anaérobie est la gestion et la valorisation du sous-produit organique de traitement. S'il est en effet assuré que le traitement des déchets par méthanisation permet une production nette d'énergie renouvelable, la valorisation matière du résidu reste conditionnée à sa qualité. Ainsi, si on veut assurer la normalisation de l'usage agronomique des résidus de digestion, ou digestats, ceux-ci doivent répondre à des spécifications de post-traitement et à des critères de qualité définis dans les normes relatives aux amendements organiques du sol. A l'heure actuelle en France, seuls les digestats de méthanisation compostés peuvent entrer dans la composition d'amendements organiques normalisés.

L'état de l'art effectué a permis de recenser les indicateurs de caractérisation utilisés dans les textes normatifs et dans la littérature pour évaluer la valeur agronomique d'un produit organique. L'usage agricole normé d'un sous-produit organique dépend de son innocuité envers l'environnement général et de sa contribution effective à l'amélioration des propriétés du sol ou au rendement des cultures. Des paramètres physico-chimiques, biochimiques et biologiques ont été définis comme pertinents pour estimer la qualité d'un amendement organique, l'effet d'un fertilisant et l'innocuité d'un produit organique destiné à un usage agricole. La traitabilité aérobie d'un déchet organique se caractérise par des indicateurs biologiques, chimiques mais également physiques. La discussion critique de ces indicateurs a permis d'aboutir à une liste de critères appropriés pour discuter de l'utilisation agricole éventuelle des digestats, ainsi que de leur traitabilité aérobie potentielle.

Les indicateurs choisis ont été déterminés sur un panel de digestats issus de différents gisements de déchets représentatifs des secteurs sur lesquels la méthanisation est positionnée en France. Les propriétés des digestats ont été comparées aux spécifications françaises et européennes concernant les matières fertilisantes, ainsi qu'aux seuils de qualité agronomique relevés dans la littérature. La caractérisation des digestats a permis de conclure que la normalisation de l'usage agronomique des digestats n'était pas possible en raison principalement d'une humidité trop importante et d'un risque potentiel de contamination par des pathogènes. D'autre part, la caractérisation de la traitabilité aérobie des digestats a permis d'évaluer la fraction résiduelle biodégradable des digestats à un potentiel de 5 à 20% de la matière organique totale. L'estimation du comportement en compostage de ces digestats par l'évaluation de leur biodégradabilité, de l'élévation de température en compostage et du temps de traitement a mené à émettre des hypothèses sur le comportement particulier en compostage des résidus de méthanisation.

La caractérisation des digestats a enfin permis d'aboutir à une typologie classant les résidus de méthanisation suivant deux axes : la possibilité d'un retour au sol direct en tant que matière fertilisante normalisée, et leur capacité à être traité par compostage. La fiche typologique réalisée pour chaque digestat étudié a permis de synthétiser les résultats de caractérisation obtenus quant à la conformité aux normes et à la traitabilité aérobie. En outre, ces fiches typologiques ont permis d'émettre des conclusions quant au post-traitement à appliquer à chacun des résidus de méthanisation afin d'assurer le respect des spécifications relatives à la normalisation d'un usage agronomique.

Afin de garantir des caractéristiques conformes aux spécifications des normes, le post-traitement des digestats par compostage est obligatoire en France. Toutefois, si le compostage des digestats peut constituer un post-traitement adéquat pour stabiliser la matière organique résiduelle, réduire leur phyto-toxicité potentielle et améliorer leur potentiel humique, peu de données sont disponibles sur la gestion du procédé de compostage à appliquer aux résidus de méthanisation. L'état de l'art réalisé sur les évaluations environnementales des procédés biologiques de traitement des déchets a montré en particulier un manque de données relatives aux émissions gazeuses lors du post-traitement aérobie des digestats pour bien valider les analyses de cycle de vie.

L'étude du compostage en pilotes de laboratoire et en conditions standardisées menée sur des déchets frais et des déchets digérés a permis d'une part de vérifier les hypothèses émises lors de la caractérisation des digestats et d'autre part d'évaluer l'impact de la digestion anaérobie sur le traitement par compostage. La biodégradabilité des déchets pré-traités par méthanisation s'est montrée logiquement

plus faible. Le compostage de digestats a en effet mené à une consommation en oxygène et une montée en température inférieures à celles observées lors du compostage des mêmes déchets frais. Cette faible biodégradabilité en compostage soulève la question de l'hygiénisation au cours du post-traitement des digestats potentiellement contaminés par des pathogènes. Néanmoins, les limitations dues à la différence d'échelle entre simulation en laboratoire et grandeur industrielle ne permettent pas de généraliser les observations effectuées en pilotes. La qualité du produit final s'est avérée comparable après compostage pour les déchets pré-digérés et les déchets frais. A contrario, le bilan environnemental est potentiellement moins favorable dans le cas d'un pré-traitement par méthanisation en raison d'émissions azotées importantes, en particulier pour le protoxyde d'azote.

La simulation du compostage de digestats seuls a donc permis d'identifier les limites de ce post-traitement. La mise en œuvre d'un co-compostage des digestats avec un substrat réactif apparaît comme une alternative permettant de répondre aux problématiques soulevées. L'optimisation du post-traitement par compostage des digestats en vue d'obtenir un produit final conforme à un usage normalisé tout en minimisant l'impact environnemental de la filière de traitement des déchets est donc indispensable.

La modification des pilotes de compostage a tout d'abord permis de se placer dans des conditions de gestion du procédé de compostage comparables à celles observées en grandeur réelle. La mise en place de chambre d'extraction a ainsi permis de simuler l'écoulement gazeux d'un casier industriel de compostage. Trois facteurs de gestion de l'aération ont été choisis pour tester différentes configurations de conduite du post-traitement par compostage. L'effet de ces modifications a été évalué sur des indicateurs de biodégradabilité, de stabilisation de la matière organique et d'impact environnemental par la mise en œuvre d'un plan d'expériences.

Des incertitudes importantes n'ont pas permis d'acquérir de façon fiable les facteurs d'émissions gazeuses lors du co-compostage de digestats avec des déchets verts et un structurant neutre. Néanmoins, les différences de comportement mesurées sur les huit essais du plan factoriel complet ont permis d'interpréter de façon qualitative l'influence des facteurs de gestion de l'aération sur la biodégradabilité et le comportement en compostage des digestats. Une attention particulière a également été portée à l'impact environnemental potentiel du post-compostage des digestats par la mesure des cinétiques d'émissions de protoxyde d'azote. L'interprétation statistique du plan d'expériences a permis de hiérarchiser les facteurs d'influence entre eux. Il apparaît que le séquençage de l'aération a un effet statistiquement significatif sur le post-traitement aérobie des digestats. Une aération séquencée permet en particulier de diminuer la quantité de protoxyde d'azote émise. Néanmoins, si on considère les trois facteurs de gestion de l'aération étudiés et leurs

interactions, un protocole d'aération en aspiration continue avec un débit asservi à la température devrait permettre d'aboutir à un compromis entre amélioration de la biodégradation et minimisation des émissions de gaz à effet de serre. Ce protocole optimisé de gestion de l'aération lors du post-compostage de résidus de méthanisation issus d'ordures ménagères résiduelles devra être testé en conditions industrielles afin de vérifier les observations effectuées à l'échelle du laboratoire en pilotes.

En conclusion, ces travaux de thèse constituent un premier pas dans la caractérisation des différents gisements de digestats dont la nature est amenée à se diversifier de plus en plus dans les années à venir avec l'essor de la méthanisation comme procédé de traitement des déchets organiques biodégradables. La caractérisation effectuée n'est bien évidemment pas exhaustive et d'autres paramètres physico-chimiques, tels que les éléments traces métalliques pouvant contaminer les déchets urbains, ou physiques influençant le post-traitement aérobie, telles que la porosité et la perméabilité, devront être inclus dans la caractérisation des digestats. De plus, la contribution effective d'un produit organique au sol est influencée par plusieurs facteurs qui sont parfois interdépendants. L'étude des propriétés agronomiques des digestats à partir d'essais de fertilisation aux champs sur le long terme devra permettre de valider l'utilisation de ces résidus organiques en tant que matière fertilisante. Ces essais agronomiques aboutiront à la définition des conditions optimales du retour au sol des digestats, tout en minimisant les impacts environnementaux potentiels d'une telle utilisation.

La typologie présentée devra donc être complétée par des données physico-chimiques et agronomiques supplémentaires, mais également appliquée à d'autres types de digestats issus de gisements et de technologies de digestion différentes. Il pourrait notamment être intéressant d'essayer de relier les propriétés des résidus de méthanisation à l'origine des déchets traités et au type de technologie utilisée pour la digestion.

D'autre part, l'étude du comportement en compostage des digestats a montré un comportement particulier à l'égard des cinétiques d'émissions de protoxyde d'azote notamment. Une analyse qualitative et quantitative microbiologique permettant de déterminer les populations en présence et d'analyser leurs modes de fonctionnement constitue une piste de recherche intéressante dans la compréhension des processus fondamentaux de transformation de l'azote. L'identification et la compréhension de ces processus fonctionnels pourraient à terme contribuer à minimiser ces émissions et ainsi l'impact environnemental de la filière de traitement.

Les modifications apportées aux pilotes lors de la simulation du compostage en conditions industrielles ont entraîné des modifications de l'écoulement gazeux qui n'ont pas permis de valider la fiabilité quantitative des bilans gazeux. Le diagnostic des écoulements et transferts gazeux en configuration modifiée (aspiration, soufflage, extraction de l'air) par une méthode de caractérisation de la distribution des temps de séjour devra être conduite afin de remédier aux incertitudes de prélèvements gazeux. Des mesures expérimentales de traçage au méthane avec détermination des taux de récupération permettront ainsi de qualifier l'écoulement dans ces pilotes modifiés et de valider l'établissement des bilans entrée-sortie sur les composés gazeux. L'acquisition de données quantitatives d'émissions gazeuses lors du compostage de digestats permettra notamment d'alimenter les analyses de cycle de vie de telles filières afin de valider leur innocuité vis-à-vis de l'environnement. On pourra notamment s'intéresser aux émissions de protoxyde d'azote lors du compostage des digestats et les comparer aux émissions observées lors de l'épandage des digestats sur terres agricoles.

La recherche de voies d'optimisation du post-compostage de digestats peut se poursuivre en s'intéressant à la modification du ratio de mélange de digestats et de co-substrat. L'équilibre entre les caractéristiques physiques, telles que porosité et perméabilité, compatibles avec une aération lors du traitement et l'économie de matières structurantes constitue en effet un enjeu industriel. Il serait donc pertinent d'étudier l'influence du ratio de mélange, jouant sur la porosité et la perméabilité du mélange, sur la stabilisation des digestats lors de leur post-traitement afin d'allier une biodégradabilité permettant l'établissement de conditions définissant un compostage caractérisé, à un impact environnemental acceptable.

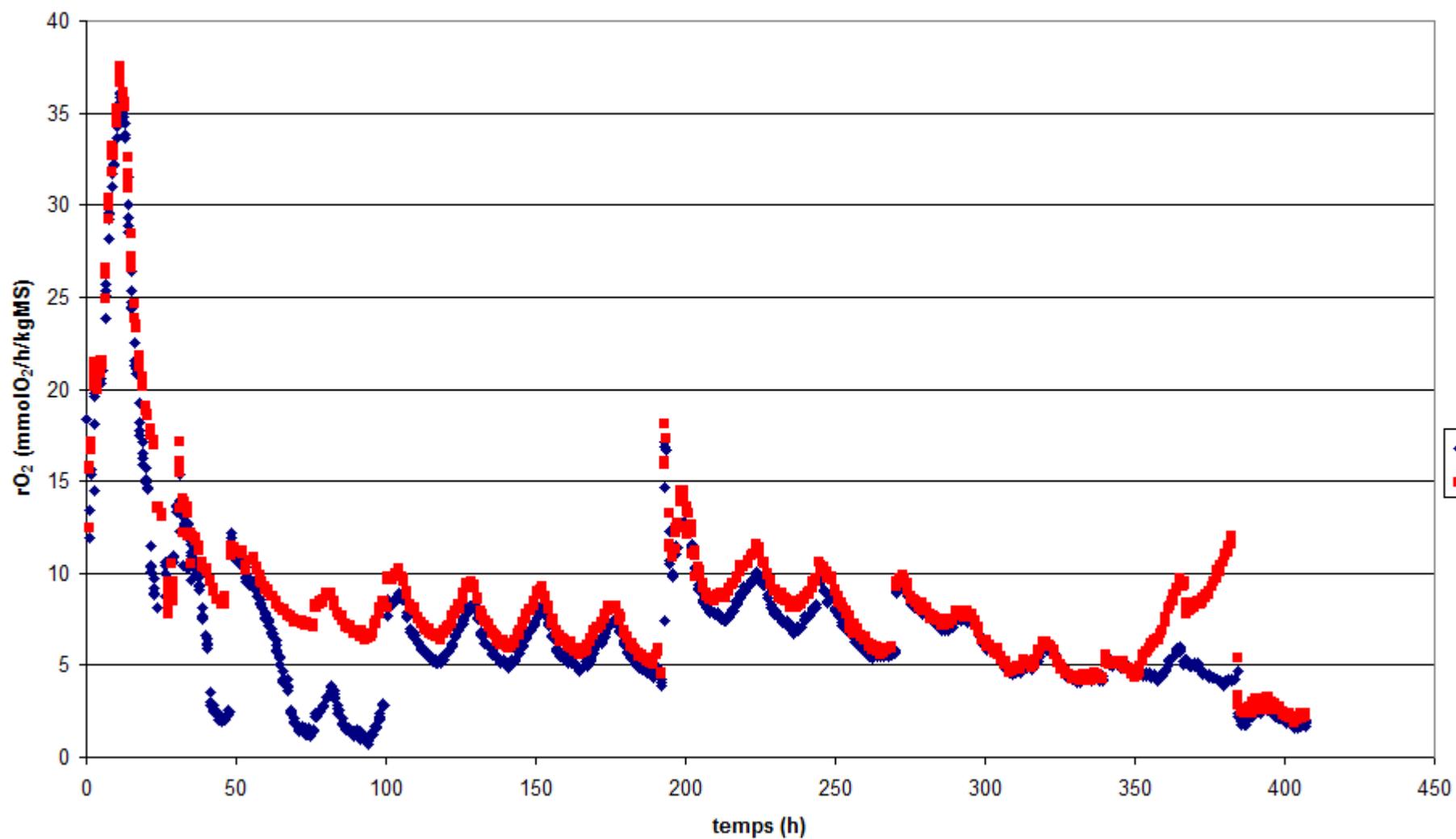
Enfin, si on s'intéresse aujourd'hui au compostage des digestats en raison de la spécification de ce post-traitement dans les normes relatives aux amendements organiques, la possible évolution réglementaire du statut des digestats pourrait conduire à s'intéresser à d'autres types de post-traitement. Si la méthanisation n'est plus définie comme un pré-traitement mais un traitement biologique à part entière qui conduit à un sous-produit normalisable, alors d'autres post-traitements pourraient être envisagés. Le séchage thermique des digestats pourrait par exemple constituer une alternative intéressante en permettant notamment de créer un débouché supplémentaire pour la valorisation du biogaz produit sur le site de méthanisation.

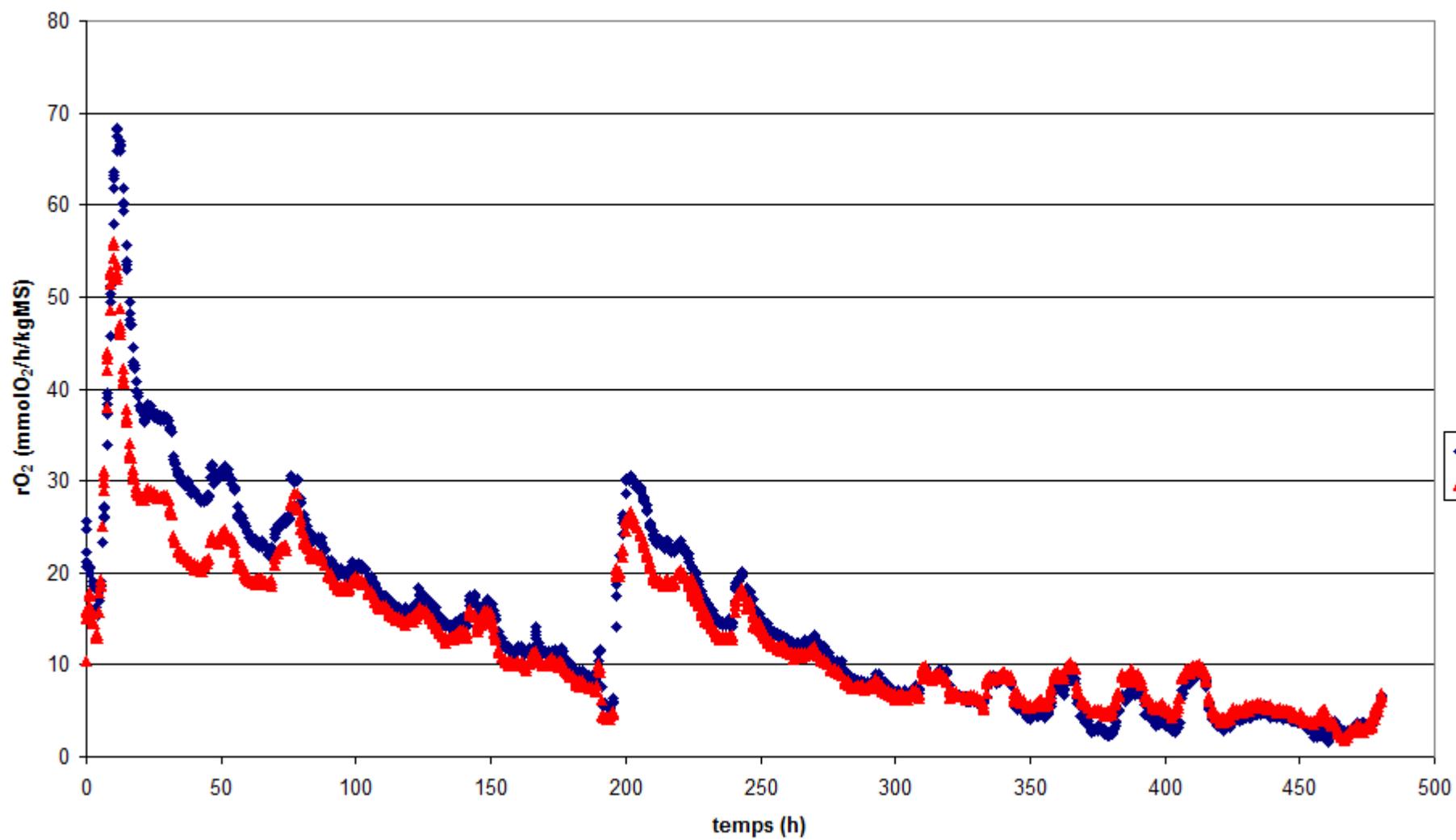
Annexe 1
Résultats bruts de la caractérisation physico-chimique des
gisements avant et après digestion anaérobie

Déchets frais		WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW(1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂	
Date de prélèvement		14/04/09	09/11/09	18/03/09	08/04/09	28/08/09	29/09/09	29/09/09	29/09/09	
DCO	mgO ₂ /L	BRUT	31687	68943	118600	-	-	-	-	
	mgO ₂ /gMS	BRUT	1132	1112	2023	1018	913	1186	939	737
		NSOL+SOL	-	-	-	1495	1306	1603	1396	1524
		SOL	-	-	-	279	291	293	317	144
CT	mgC/L	BRUT	14926	18618	27767	-	-	-	-	
	mgC/gMS	BRUT	533	300	488	367	333	447	378	291
		NSOL+SOL	-	-	-	541	472	513	438	512
		SOL	-	-	-	71	69	62	65	49
NT	mgN/L	BRUT	2254	1676	5246	-	-	-	-	
	mgN/gMS	BRUT	81	27	92	23	20	26	13	14
		NSOL+SOL	-	-	-	40	37	30	20	43
		SOL	-	-	-	6	6	6	8	4
NTK	mgN/L	BRUT	1168	2459	4359	-	-	-	-	
	mgN/gMS	BRUT	42	40	76	22	18	23	11	13
		NSOL+SOL	-	-	-	35	33	20	18	27
		SOL	-	-	-	5	6	4	6	4
NH ₄ ⁺	mgN/L	SOL	54.0	96.0	1329.7	68.0	120.0	95.0	160.0	127.0
	mgN/gMS		1.9	1.5	23.3	1.5	2.3	1.8	3.2	1.5

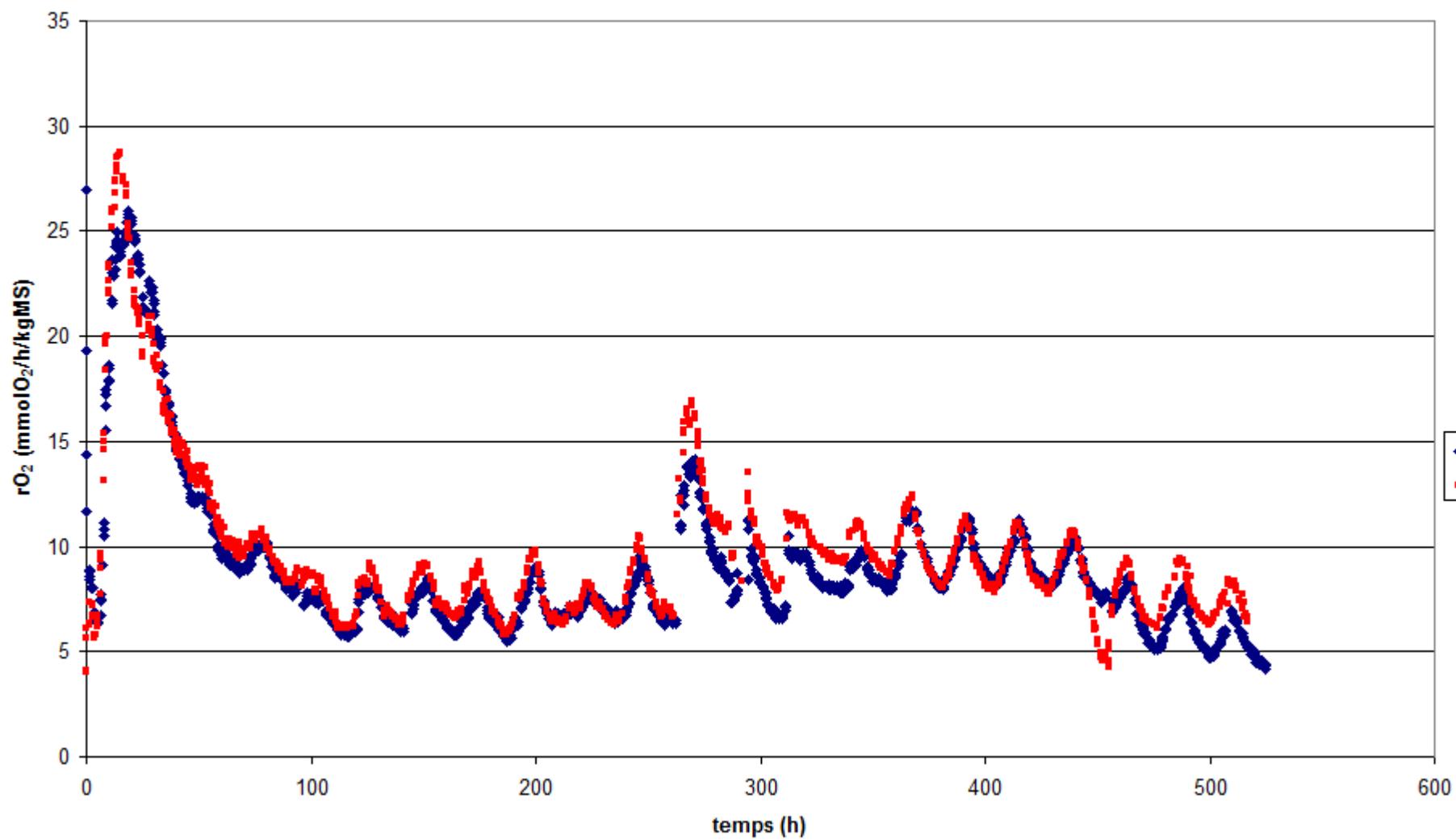
Digestats			WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW(1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂
Date de prélèvement			14/04/09	09/11/09	18/03/09	08/04/09	28/08/09	29/09/09	29/09/09	29/09/09
DCO	mgO ₂ /gMS	BRUT	856	962	1204	979	593	1069	730	399
		NSOL+SOL	944	1129	1455	1229	1204	1245	1501	580
		SOL	52	62	128	159	150	229	737	31
CT	mgC/gMS	BRUT	311	323	394	355	214	400	326	187
		NSOL+SOL	331	369	374	419	490	424	381	305
		SOL	24	25	19	23	29	25	70	17
NT	mgN/gMS	BRUT	36	52	27	22	14	16	19	9
		NSOL+SOL	48	67	41	50	40	37	43	25
		SOL	14	9	15	6	7	7	25	7
NTK	mgN/gMS	BRUT	34	49	25	20	13	14	17	8
		NSOL+SOL	45	62	40	49	30	31	42	21
		SOL	12	9	14	10	9	7	26	7
NH ₄ ⁺	mgN/L	SOL	74.0	n.d	78.0	236.0	55.0	222.0	146.0	312.0
	mgN/gMS		7.7	n.d	8.6	5.9	4.0	3.8	15.4	5.3

Annexe 2
Courbes respirométriques des gisements avant et après
digestion anaérobie

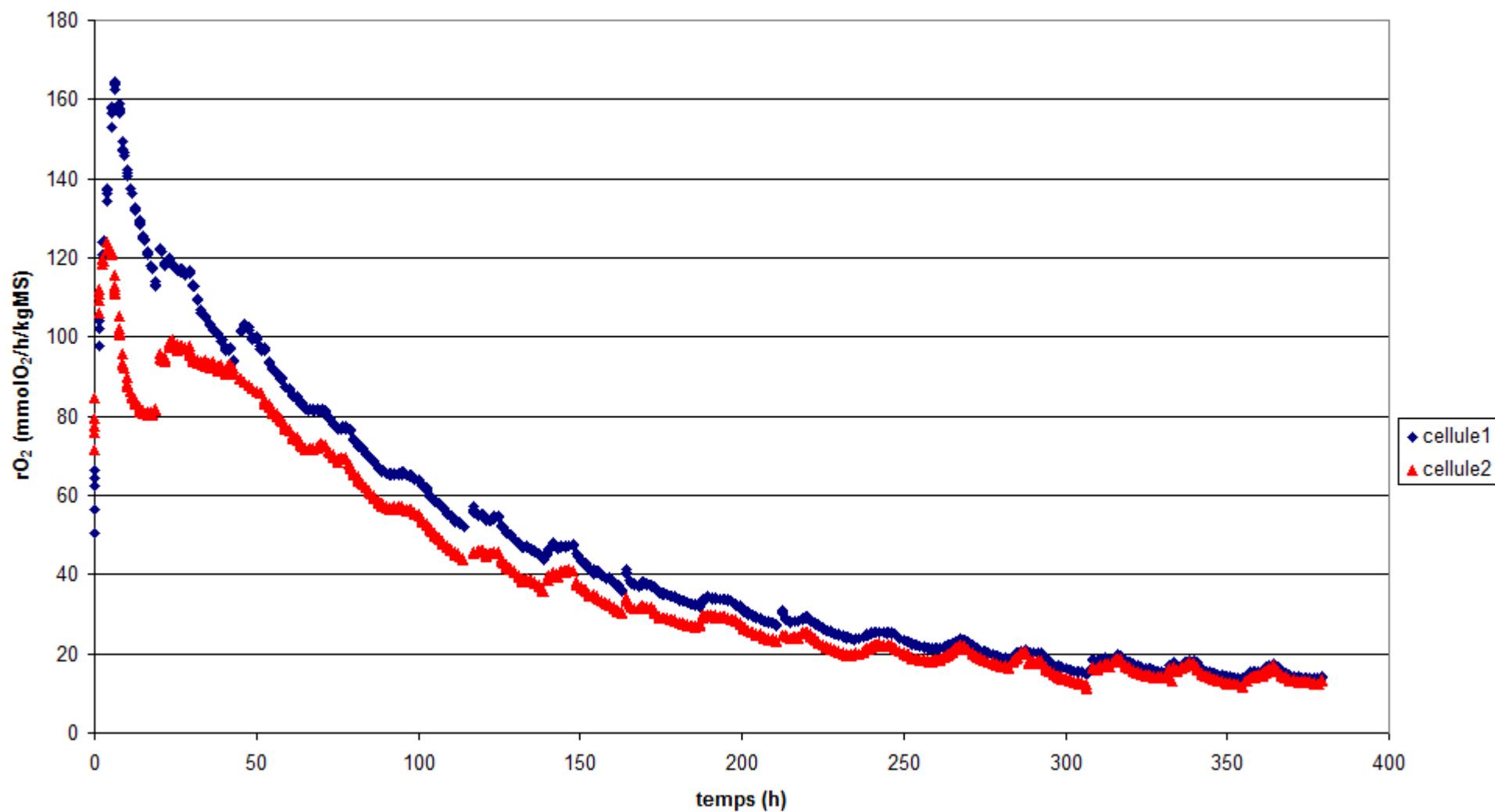
Courbes respirométriques des déchets WWTS₁(1) après digestion

Courbes respirométriques des déchets WWTS₂ après digestion

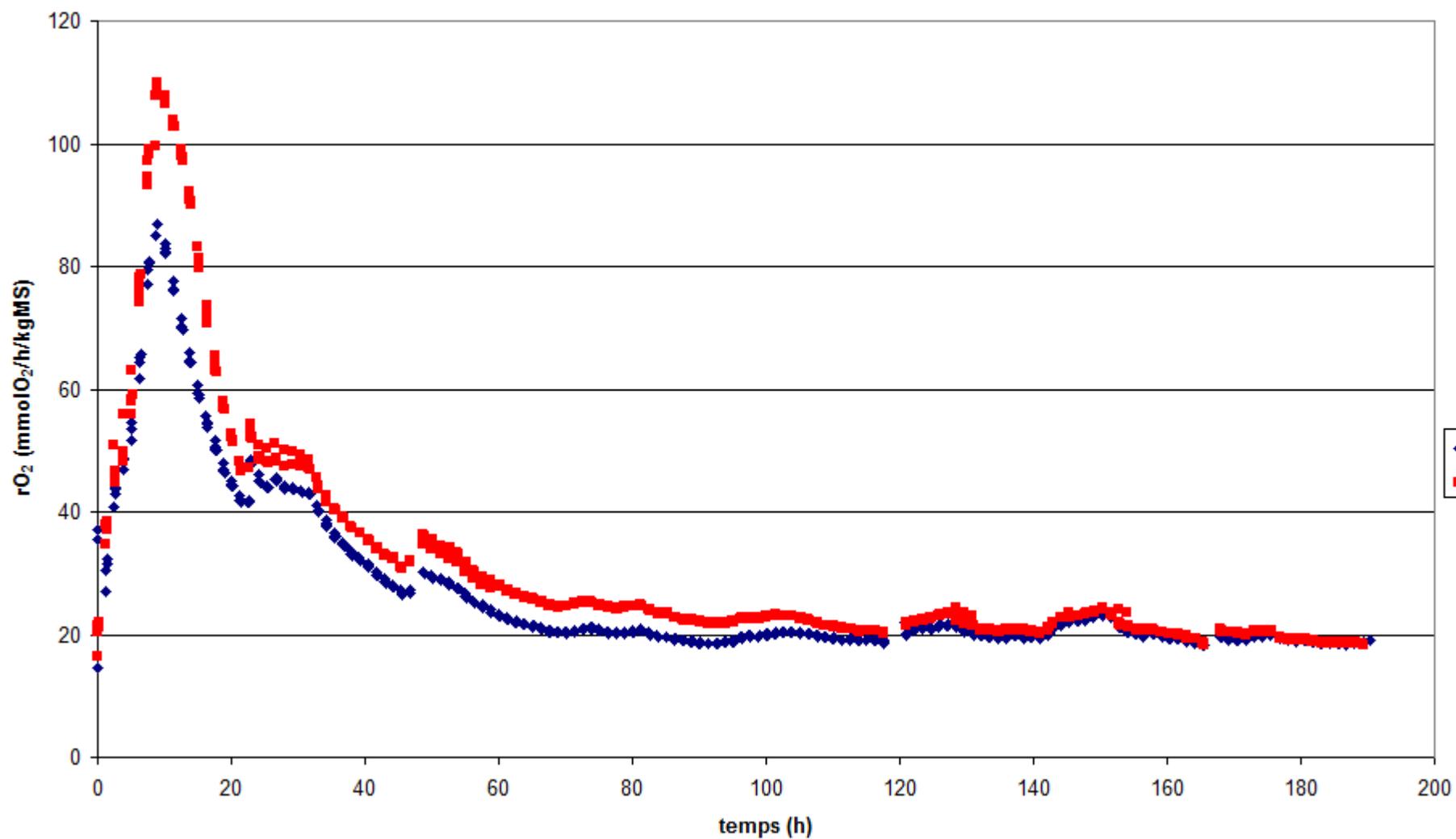
Courbes respirométriques des déchets FPW après digestion

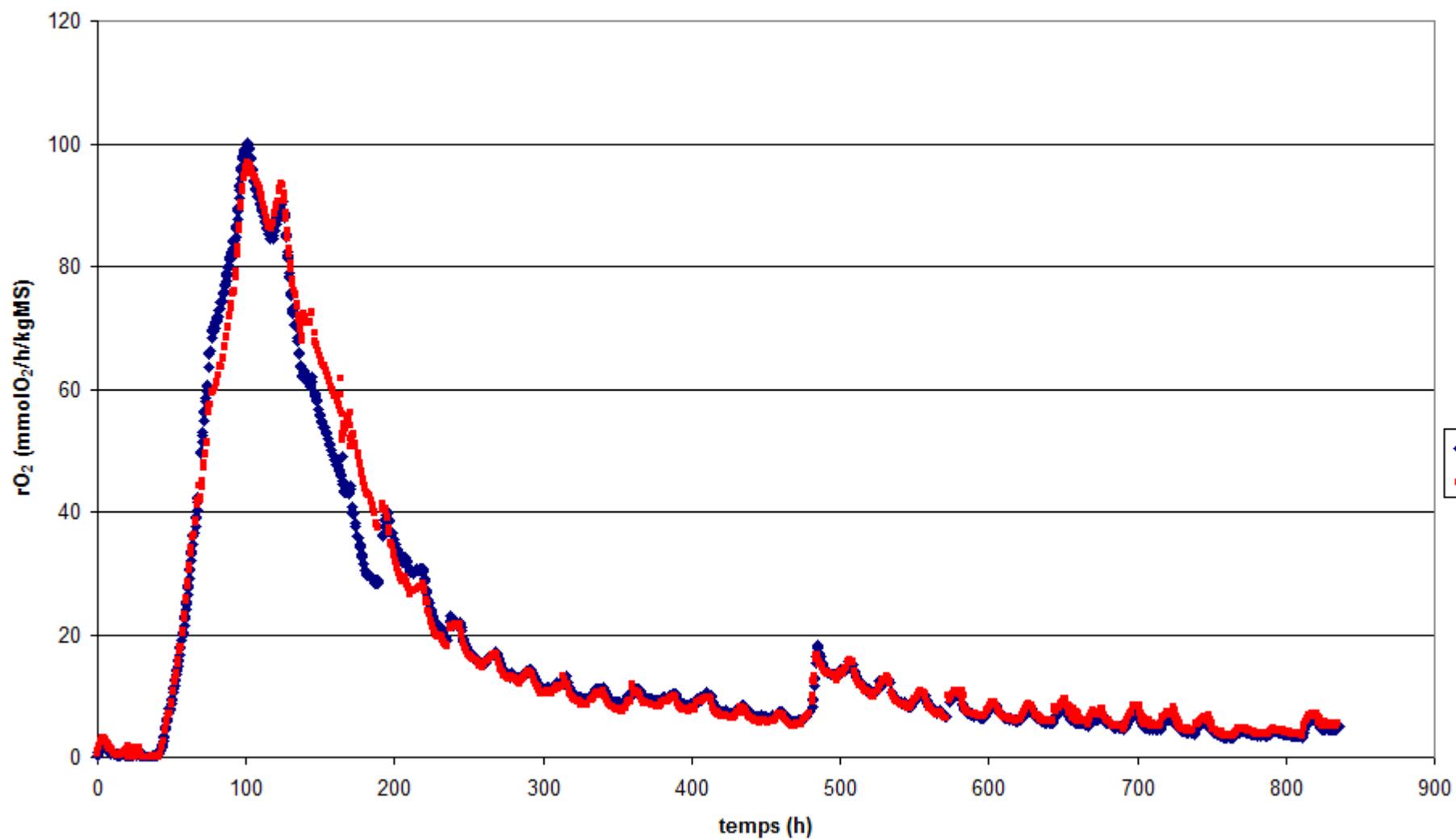


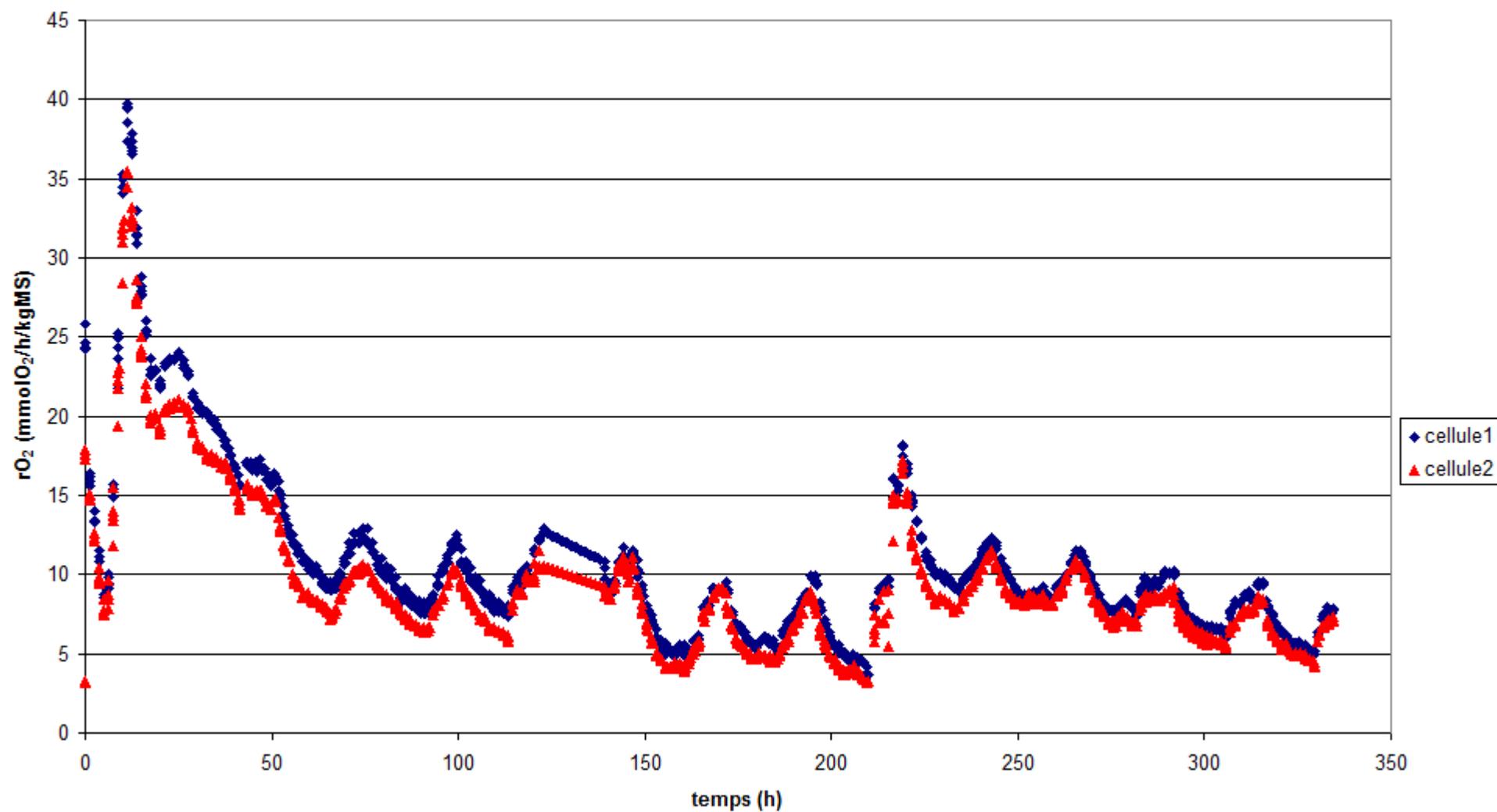
Courbes respirométriques des déchets AW(1) avant digestion

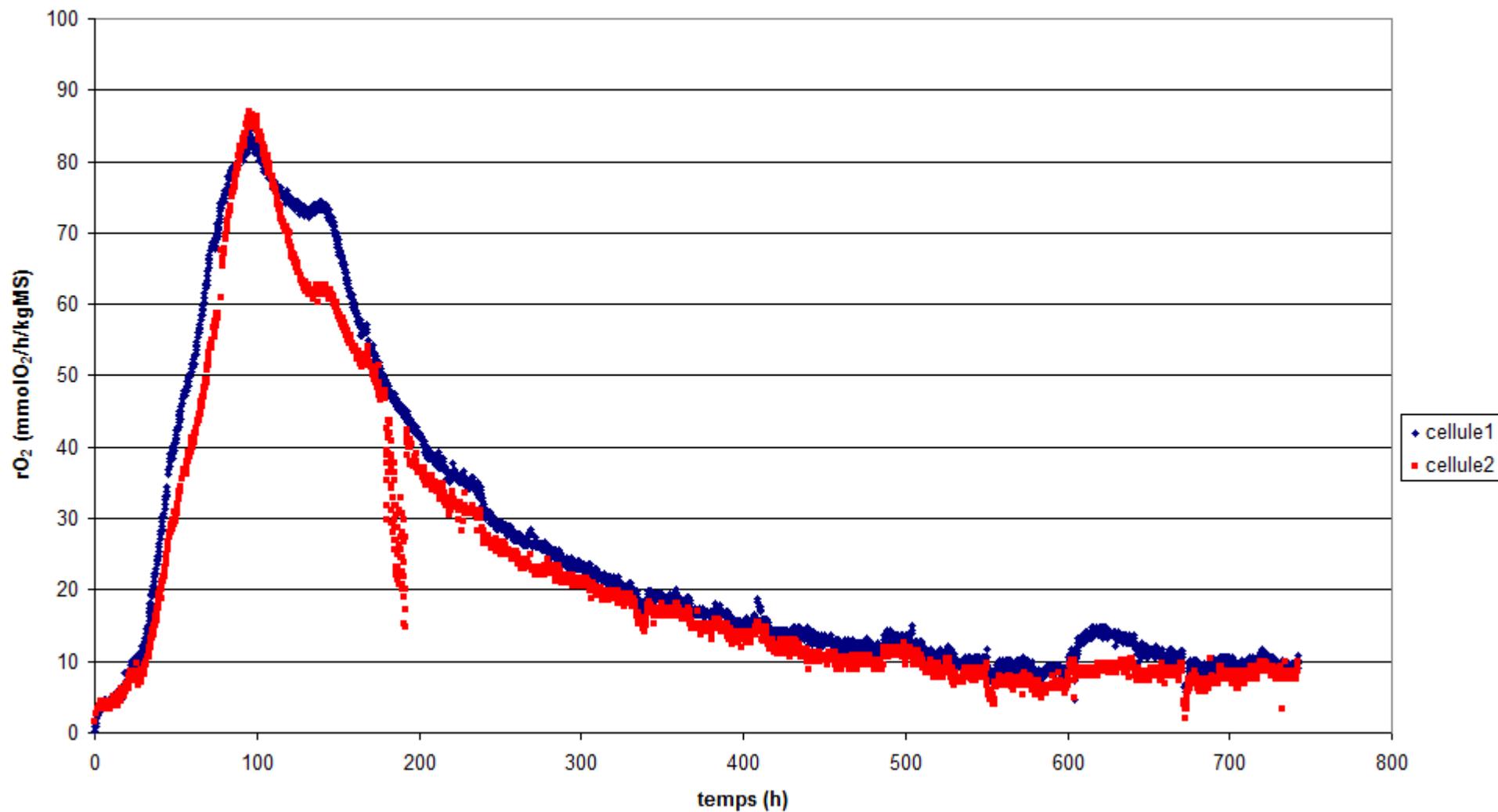


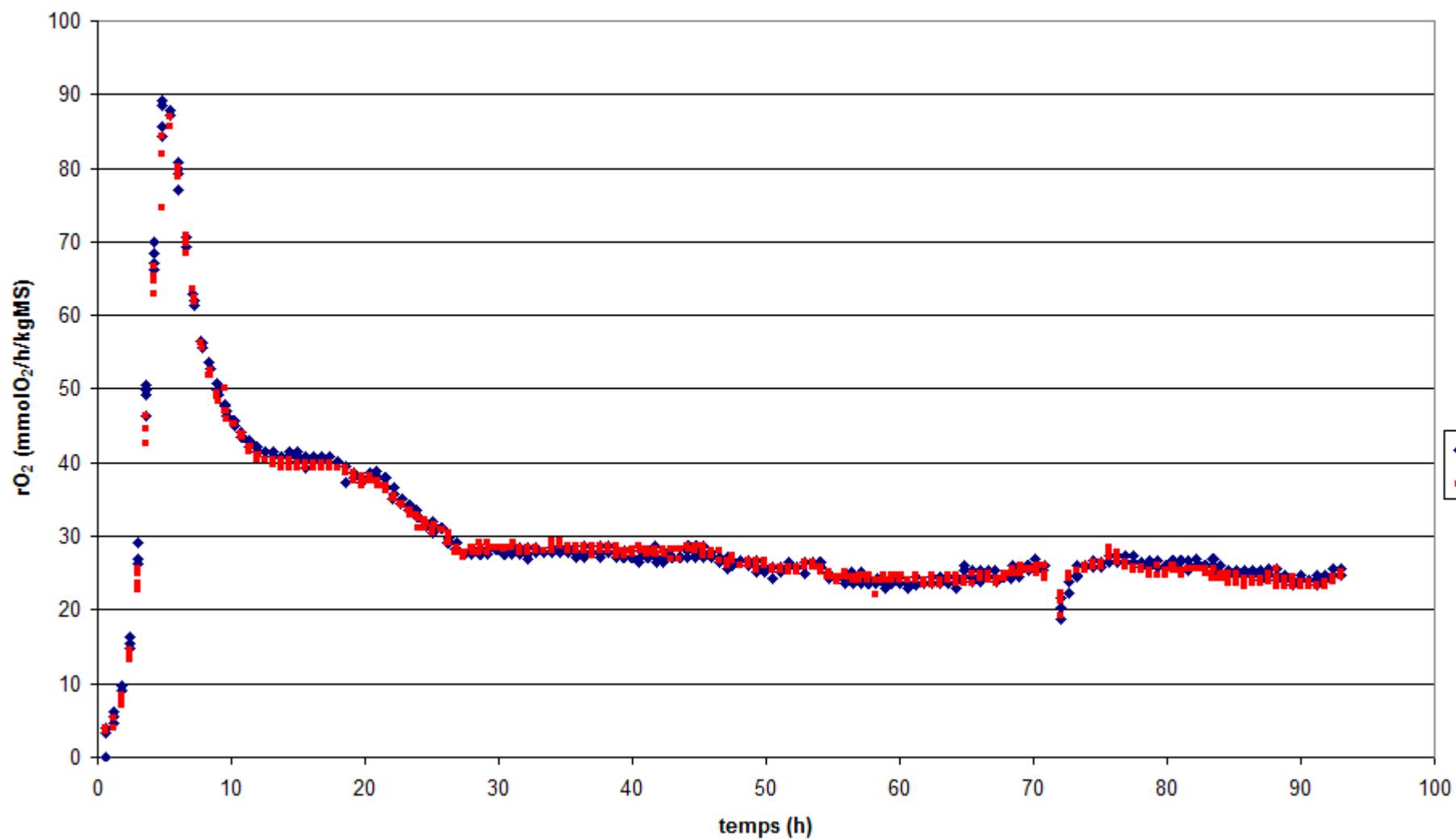
Courbes respirométriques des déchets AW(1) après digestion

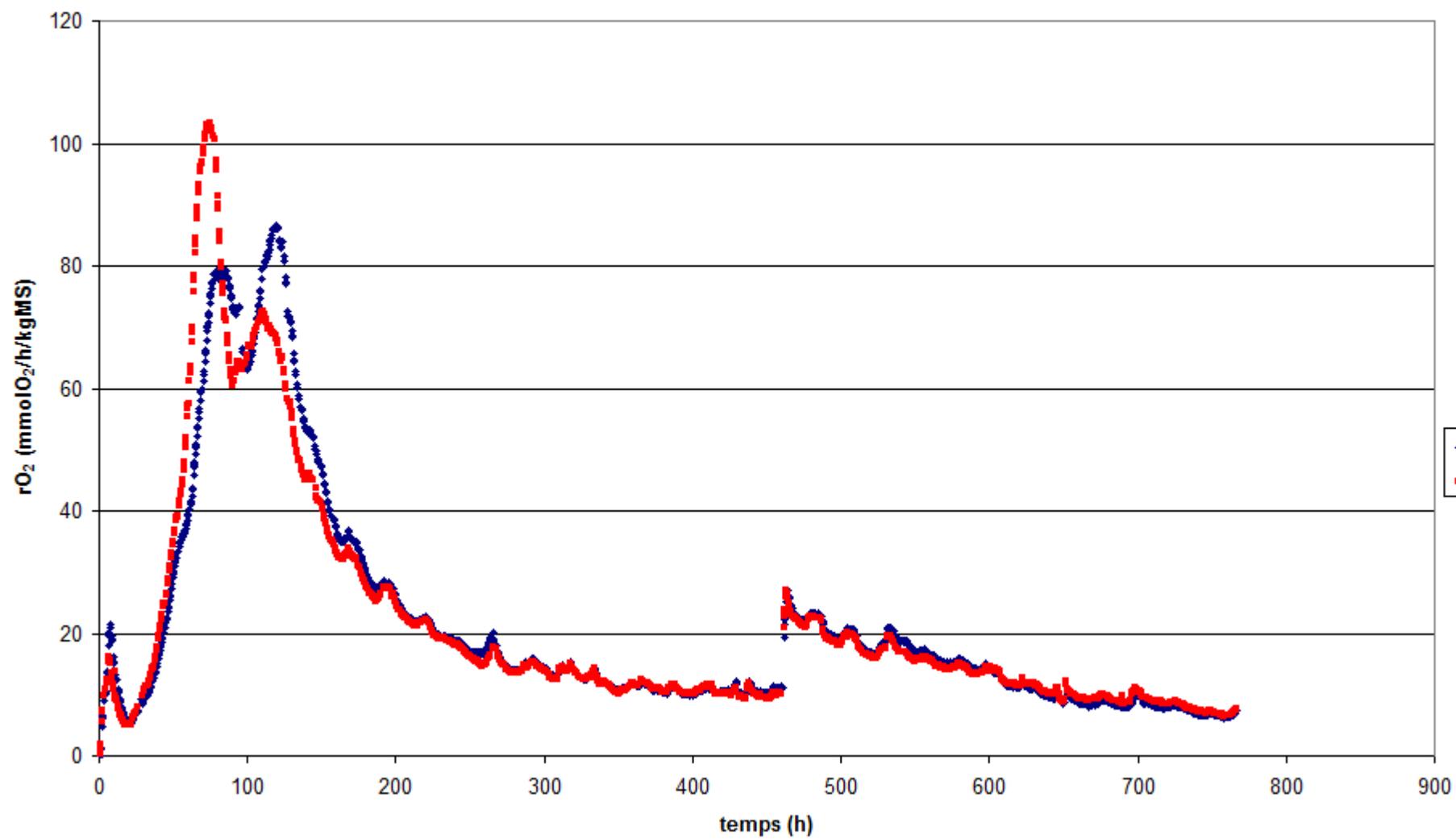


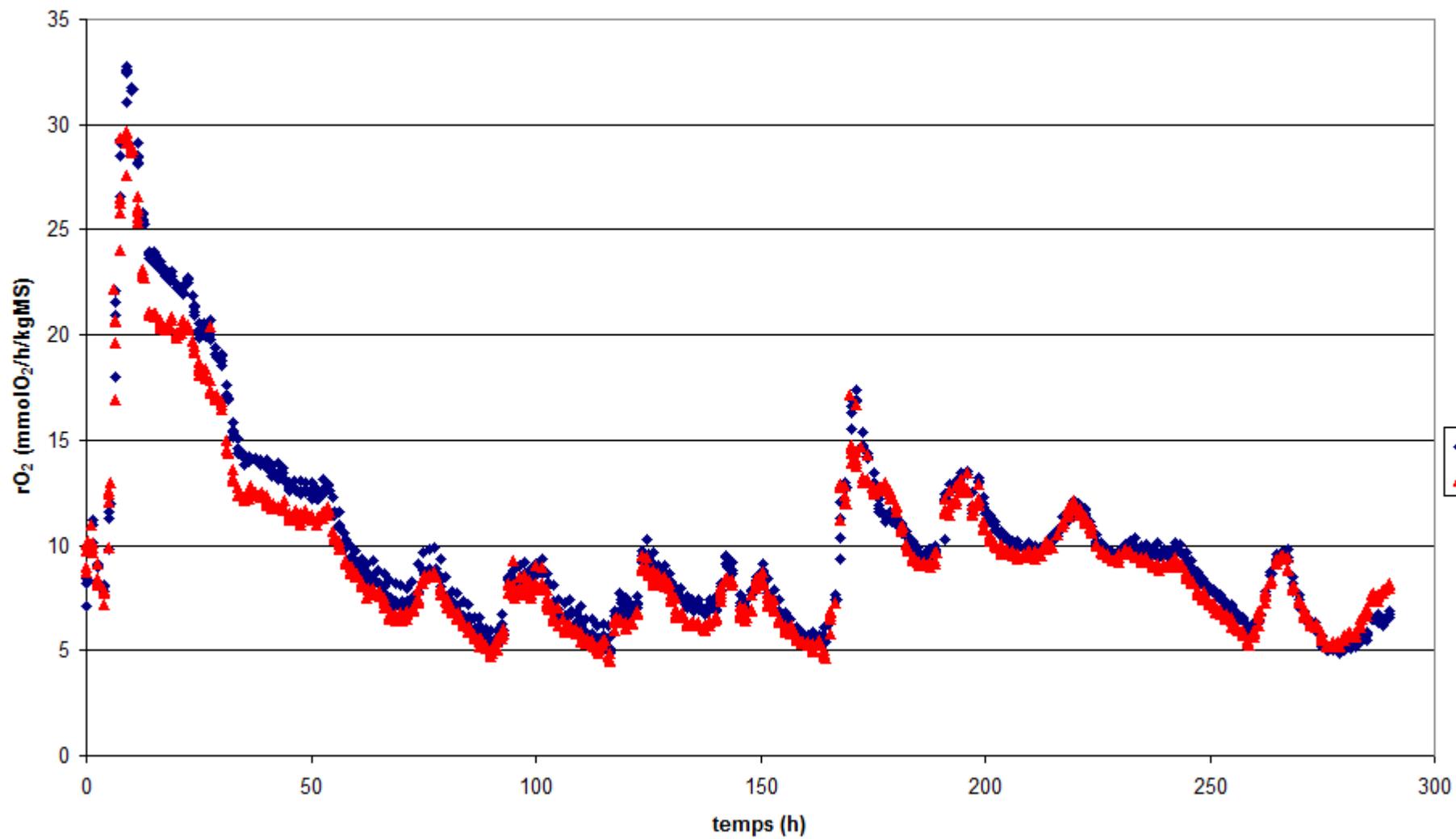
Courbes respirométriques des déchets SS-OFMSW₁ avant digestion

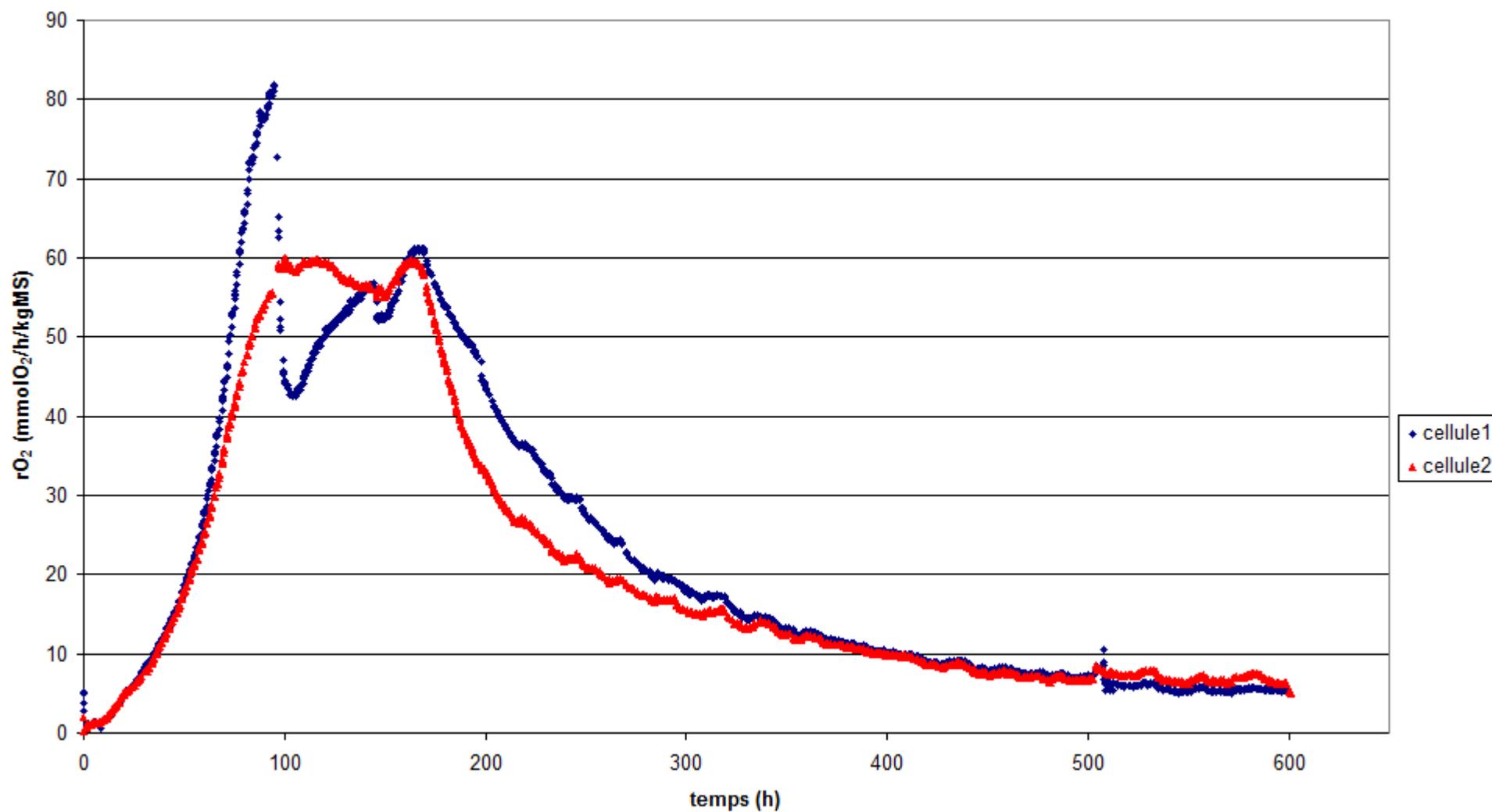
Courbes respirométriques des déchets SS-OFMSW₁ après digestion

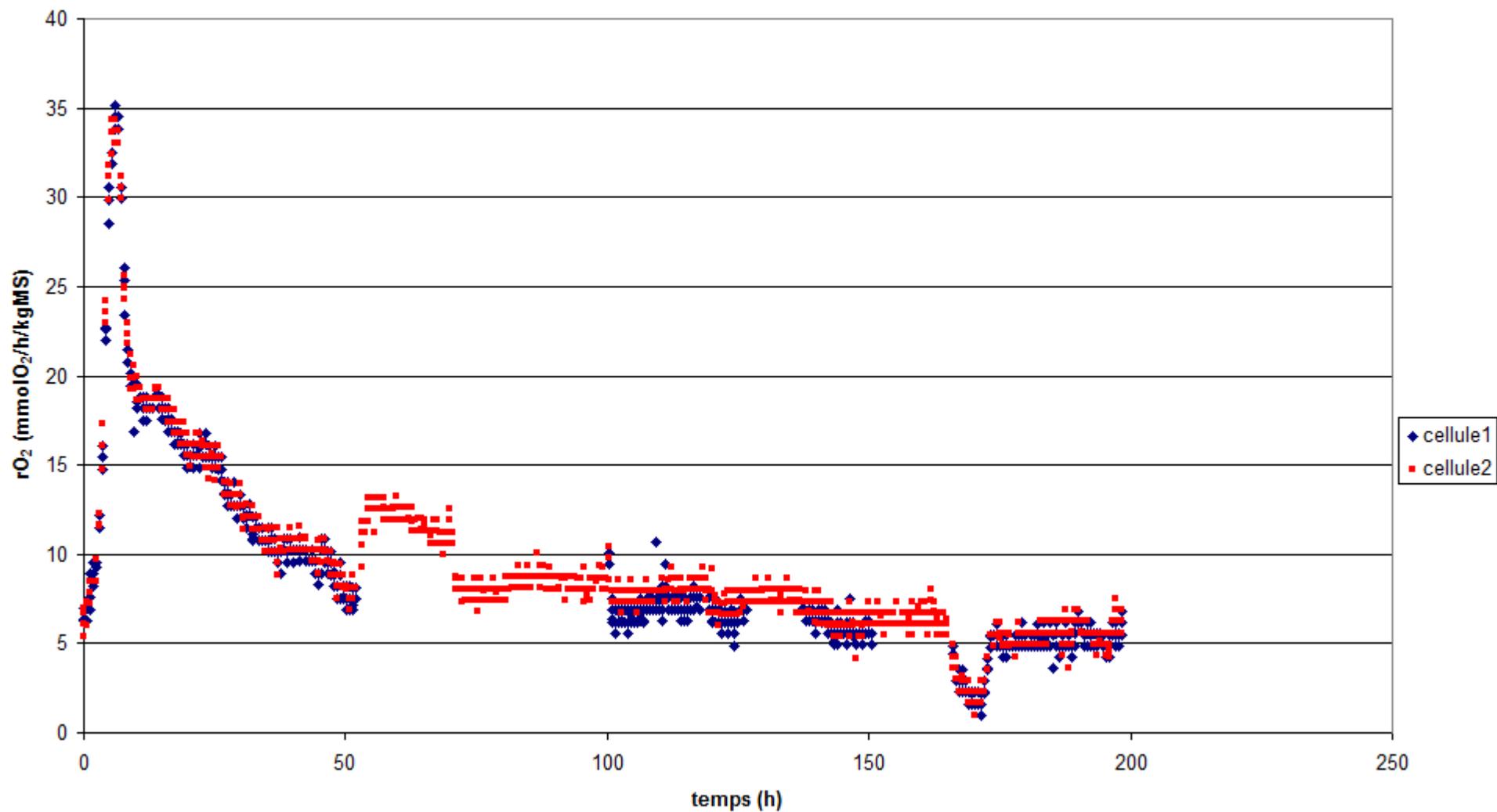
Courbes respirométriques des déchets SS-OFMSW₂(1) avant digestion

Courbes respirométriques des déchets SS-OFMSW₂(1) après digestion

Courbes respirométriques des déchets MS-OFMSW₁(1) avant digestion

Courbes respirométriques des déchets MS-OFMSW₁(1) après digestion

Courbes respirométriques des déchets MS-OFMSW₂ avant digestion

Courbes respirométriques des déchets MS-OFMSW₂ après digestion

Annexe 3
**Caractérisation physico-chimique de huit résidus solides de
digestion anaérobie de déchets organiques**

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW (1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂
DCO	mgO ₂ /gMO	1642	1885	1913	1786	3119	1865	2707	1498
CT	mg/gMO	577	617	492	609	1270	645	690	788
C _{sol}		42	43	25	33	75	34	126	52
NT		84	111	54	72	103	55	78	68
NTK		77	104	53	71	77	46	76	56
NH ₄ ⁺		13.6	n.d	11.4	8.6	10.3	5.1	27.5	16.5
NO ₂ ⁻		2.9	n.d	1.5	0.2	n.d	n.d	n.d	n.d
NO ₃ ⁻		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d
P _{tot}		49	58	19	12	6	12	7	4
SOLU		%MO	62	69	29	29	26	25	41
HEMI	9		17	22	28	22	15	9	11
CELL	5		3	24	28	24	36	19	22
LIGN	24		11	25	16	28	24	31	29
Hu- <i>l</i>	%MS	89	88	84	80	91	84	85	90
AH- <i>l</i>		2	3	6	6	3	10	3	1
AF- <i>l</i>		6	8	5	10	6	9	12	7
Acétate	mg/L	n.d	n.d	n.d	164.8	n.d	202.5	n.d	19.3
Propionate		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	24.6	n.d	n.d
Isobutyrate		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	37.4	n.d	n.d
Butyrate		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d
Isovalérate		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d
Valérate		n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d	n.d
CEC	meq/100g	30.6	53.4	22.9	22.6	22.6	20.3	20.5	16.6
CaO	mg/gMO	22.0	13.5	5.6	8.1	28.5	17.0	22.4	42.0
MgO		2.1	2.8	6.8	6.4	4.7	1.9	2.5	4.9
K ₂ O		1.7	3.1	4.0	66.6	16.6	14.0	26.5	19.6
Na ₂ O		1.1	2.6	3.5	9.7	7.0	7.6	25.8	14.2
Mn	mg/kgMO	48.0	5.8	16.6	43.2	80.6	19.6	26.0	39.2
Σminéraux	mg/gMO	26.9	22.0	19.9	90.8	56.9	40.5	77.2	80.7

Paramètre	Unité	WWTS ₁ (1)	WWTS ₂	FPW	AW (1)	SS-OFMSW ₁	SS-OFMSW ₂ (1)	MS-OFMSW ₁ (1)	MS-OFMSW ₂
<i>E. coli</i>	UFC/gMB	<40	4.4x10 ³	40	<40	n.m	n.m	n.m	n.m
<i>Cl. Perfringens</i>		19x10 ³	10 ⁶	n.m	n.m	n.m	n.m	n.m	n.m
<i>Lysteria Monocytogenes</i>	-	abs/25g	prés/25g	n.m	n.m	n.m	n.m	n.m	n.m
<i>Salmonelles</i>	-	abs/25g	prés/25g	abs/25g	abs/25g	n.m	n.m	n.m	n.m
Streptocoques fécaux	UFC/gMB	<10 ²	2.2x10 ³	<10 ²	<4x10 ²	n.m	n.m	n.m	n.m

Bibliographie

1. *European Parliament and Council: Council Directive 75/442/EEC of 15 July 1975 on waste.* <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CELEX:31975L0442:EN:HTML> (1975). Consulté le 10/11/2010
2. *European Parliament and Council: Directive 1999/31/EC of the European Parliament and of the Council of 26 April 1999 on the landfill of wastes.* (1999).
3. *European Parliament and Council: Directive 2008/98/EC of the European Parliament and of the Council of 19 November 2008 on waste and repealing certain Directives.* <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2008:312:0003:0030:en:PDF> (2008). Consulté le 22/10/2010
4. *Assemblée-Nationale: LOI n° 2009-967 du 3 août 2009 de programmation relative à la mise en œuvre du Grenelle de l'environnement (1).* <http://www.legifrance.gouv.fr/affichTexte.do?cidTexte=JORFTEXT000020949548&dateTexte=&categorieLien=id> (2009). Consulté le 18/10/2011
5. *Moletta, R.: La méthanisation.* Editions Tec & Doc Lavoisier (2008)
6. *Lissens, G., Vandevivere, P., De Baere, L., Biey, E.M., Verstraete, W.: Solid waste digestors: process performance and practice for municipal solid waste digestion.* *Water Sci. Technol.* **44**(8), 91-102 (2001)
7. *Mata-Alvarez, J., Mace, S., Llabres, P.: Anaerobic digestion of organic solid wastes. An overview of research achievements and perspectives.* *Bioresour. Technol.* **74**(1), 3-16 (2000)
8. *Baere, L.d., Mattheeuws, B.: Anaerobic digestion of MSW in Europe.* *BioCycle* **51**(2), 24-26 (2010)
9. *Servais, C.: La digestion anaérobie : aspects législatifs et économiques. L'eau, l'industrie, les nuisances Spécial Traitements anaérobies,* 20-24 (2008)
10. *Adler, E.: Vade-mecum du porteur de projet de projet de méthanisation des déchets des collectivités.* *TSM* **4**, 15-75 (2006)
11. *ATEE Club Biogaz: Etat des lieux de la filière méthanisation en France.* (2011)
12. *Guichardaz, O.: Méthanisation : les pionniers essuient les plâtres.* *Environnement et technique* **281**, 61-63 (2008)
13. *Pouech, P.: Principales caractéristiques des digestats. Journée technique nationale du 7 octobre 2008 "Réussir un projet de méthanisation associant des déchets ménagers agricoles et industriels. Les points clés."* (2008)
14. *SOLAGRO: La qualité agronomique des digestats - Synthèse.* (2004)
15. *Kupper, T., Fuchs, J.: Compost et digestat en Suisse. Connaissance de l'environnement no 0743.* Office fédéral de l'environnement. Berne, 124p. (2007)

16. AFNOR: NF U44-051 Amendements organiques - Dénominations, spécifications et marquage. (2006).
17. AFNOR: NF U44-095 Amendements organiques - Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux. (2002).
18. APESA: Méthanisation et production de biogaz - Etat de l'art. (2007)
19. Poggi-Varaldo, H.M., Trejo-Espino, J., Fernandez-Villagomez, G., Esparza-Garcia, F., Caffarel-Mendez, S., Rinderknecht-Seijas, N.: Quality of anaerobic compost from paper mill and municipal solid wastes for soil amendment. *Water Sci. Technol.* **40**(11-12), 179-186 (1999)
20. Abdullahi, Y.A., Akunna, J.C., White, N.A., Hallett, P.D., Wheatley, R.: Investigating the effects of anaerobic and aerobic post-treatment on quality and stability of organic fraction of municipal solid waste as soil amendment. *Bioresour. Technol.* **99**(18), 8631-8636 (2008)
21. Salminen, E., Rintala, J., Harkonen, J., Kuitunen, M., Hogmander, H., Oikari, A.: Anaerobically digested poultry slaughterhouse wastes as fertiliser in agriculture. *Bioresour. Technol.* **78**(1), 81-88 (2001)
22. Meissl, K., Smidt, E.: High quality composts by means of cocomposting of residues from anaerobic digestion. *Compost Sci. Util.* **15**(2), 78-83 (2007)
23. Drennan, M.F., Distefano, T.D.: Characterization of the curing process from high-solids anaerobic digestion. *Bioresour. Technol.* **101**(2), 537-544 (2010)
24. Zhang, R.H., El-Mashad, H.M., Hartman, K., Wang, F.Y., Liu, G.Q., Choate, C., Gamble, P.: Characterization of food waste as feedstock for anaerobic digestion. *Bioresour. Technol.* **98**(4), 929-935 (2007)
25. Schober, G., Trosch, W.: Degradation of digestion residues by lignolytic fungi. *Water Res.* **34**(13), 3424-3430 (2000)
26. Walker, L., Charles, W., Cord-Ruwisch, R.: Comparison of static, in-vessel composting of MSW with thermophilic anaerobic digestion and combinations of the two processes. *Bioresour. Technol.* **100**(16), 3799-3807 (2009)
27. Fricke, K., Santen, H., Wallmann, R., Huttner, A., Dichtl, N.: Operating problems in anaerobic digestion plants resulting from nitrogen in MSW. *Waste Manage.* **27**(1), 30-43 (2007)
28. Paavola, T., Rintala, J.: Effects of storage on characteristics and hygienic quality of digestates from four co-digestion concepts of manure and biowaste. *Bioresour. Technol.* **99**(15), 7041-7050 (2008)
29. Tambone, F., Scaglia, B., D'Imporzano, G., Schievano, A., Orzi, V., Salati, S., Adani, F.: Assessing amendment and fertilizing properties of digestates from anaerobic digestion through a comparative study with digested sludge and compost. *Chemosphere* **81**(5), 577-83 (2010)

30. Gomez, X., Cuetos, M.J., Garcia, A.I., Moran, A.: Evaluation of digestate stability from anaerobic process by thermogravimetric analysis. *Thermochim. Acta* **426**(1-2), 179-184 (2005)
31. Gomez, X., Cuetos, M.J., Garcia, A.I., Moran, A.: An evaluation of stability by thermogravimetric analysis of digestate obtained from different biowastes. *J. Hazard. Mater.* **149**(1), 97-105 (2007)
32. Evanylo, G., Sherony, C., Spargo, J., Starner, D., Brosius, M., Haering, K.: Soil and water environmental effects of fertilizer-, manure-, and compost-based fertility practices in an organic vegetable cropping system. *Agric. Ecosyst. Environ.* **127**(1-2), 50-58 (2008)
33. Assemblée-Nationale: Loi n°79-595 du 13 juillet 1979 relative à l'organisation du contrôle des matières fertilisantes et des supports de culture. http://legifrance.gouv.fr/affichTexte.do;jsessionid=A50DA293FA7381642A3BBED1B0BD06CB.tpdjo02v_2?cidTexte=LEGITEXT000006068678&dateTexte=20000621 (1979). Consulté le 13/09/2011
34. AFNOR: NF U42-001 Engrais - Dénominations et spécifications. (2009)
35. AFNOR: FD CR 13456 Amendements du sol et supports de culture - Etiquetage, spécifications et listes de produits. (2001).
36. Siebert, S.: Quality requirements and quality assurance of digestion residuals in Germany. In: ECN/ORBIT Workshop The future for Anaerobic Digestion of Organic Waste in Europe. Nüremberg, Germany (2008)
37. Commission suisse de l'inspection du compostage et de la méthanisation: Directive Suisse 2010 de la branche sur la qualité du compost et du digestat. (2010).
38. BSI: PAS 110:2010 Specification for whole digestate, separated liquor and separated fibre derived from the anaerobic digestion of source-segregated biodegradable materials. (2010).
39. CCQC: Compost Maturity Index. (2001)
40. CCME: PN 1340 Guidelines for Compost Quality. (2005).
41. Tambone, F., Genevini, P., D'Imporzano, G., Adani, F.: Assessing amendment properties of digestate by studying the organic matter composition and the degree of biological stability during the anaerobic digestion of the organic fraction of MSW. *Bioresour. Technol.* **100**(12), 3140-3142 (2009)
42. Kirchmann, H., Witter, E.: Composition of Fresh, Aerobic and Anaerobic Farm Animal Dungs. *Bioresour. Technol.* **40**(2), 137-142 (1992)
43. Kirchmann, H., Bernal, M.P.: Organic waste treatment and C stabilization efficiency. *Soil Biol. Biochem.* **29**(11-12), 1747-1753 (1997)
44. Lashermes, G., Nicolardot, B., Parnaudeau, V., Thuries, L., Chaussod, R., Guillotin, M.L., Lineres, M., Mary, B., Metzger, L., Morvan, T., Tricaud, A., Villette, C., Houot, S.: Indicator of potential residual carbon in soils after exogenous organic matter application. *Eur. J. Soil Sci.* **60**(2), 297-310 (2009)

45. AFNOR: XP U44-162 Amendements organiques et supports de culture - Fractionnement biochimique et estimation de la stabilité biologique - Méthode de caractérisation de la matière organique par solubilisations successives. (2005).
46. Kayhanian, M.: Biodegradability of the Organic Fraction of Municipal Solid-Waste in a High-Solids Anaerobic Digester. *Waste Manage. Res.* **13**(2), 123-136 (1995)
47. Buffiere, P., Loisel, D., Bernet, N., Delgenes, J.P.: Towards new indicators for the prediction of solid waste anaerobic digestion properties. *Water Sci. Technol.* **53**(8), 233-241 (2006)
48. Hartmann, H., Ahring, B.K.: Strategies for the anaerobic digestion of the organic fraction of municipal solid waste: an overview. *Water Sci. Technol.* **53**(8), 7-22 (2006)
49. Gunaseelan, V.N.: Regression models of ultimate methane yields of fruits and vegetable solid wastes, sorghum and napiergrass on chemical composition. *Bioresour. Technol.* **98**(6), 1270-1277 (2007)
50. Eleazer, W.E., Odle, W.S., Wang, Y.S., Barlaz, M.A.: Biodegradability of municipal solid waste components in laboratory-scale landfills. *Environ. Sci. Technol.* **31**(3), 911-917 (1997)
51. Komilis, D.P., Ham, R.K.: The effect of lignin and sugars to the aerobic decomposition of solid wastes. *Waste Manage.* **23**(5), 419-423 (2003)
52. Hachicha, S., Sellami, F., Cegarra, J., Hachicha, R., Drira, N., Medhioub, K., Ammar, E.: Biological activity during co-composting of sludge issued from the OMW evaporation ponds with poultry manure-Physico-chemical characterization of the processed organic matter. *J. Hazard. Mater.* **162**(1), 402-409 (2009)
53. Campitelli, P., Ceppi, S.: Effects of composting technologies on the chemical and physicochemical properties of humic acids. *Geoderma* **144**(1-2), 325-333 (2008)
54. Diacono, M., Montemurro, F.: Long-term effects of organic amendments on soil fertility. A review. *Agron. Sustain. Dev.* **30**(2), 401-422 (2010)
55. Tuomela, M., Vikman, M., Hatakka, A., Itavaara, M.: Biodegradation of lignin in a compost environment: a review. *Bioresour. Technol.* **72**(2), 169-183 (2000)
56. Bernal, M.P., Paredes, C., Sanchez-Monedero, M.A., Cegarra, J.: Maturity and stability parameters of composts prepared with a wide range of organic wastes. *Bioresour. Technol.* **63**(1), 91-99 (1998)
57. Bustamante, M.A., Paredes, C., Marhuenda-Egea, F.C., Perez-Espinosa, A., Bernal, M.P., Moral, R.: Co-composting of distillery wastes with animal manures: Carbon and nitrogen transformations in the evaluation of compost stability. *Chemosphere* **72**(4), 551-557 (2008)
58. Hermann, B.G., Debeer, L., De Wilde, B., Blok, K., Patel, M.K.: To compost or not to compost: Carbon and energy footprints of biodegradable materials' waste treatment. *Polym. Degrad. Stabil.* **96**(6), 1159-1171 (2011)

59. Harada, Y., Inoko, A.: *The measurement of the cation-exchange capacity of composts for the estimation of the degree of maturity.* *Soil Sci. Plant Nutr.* **26**(1), 127-134 (1980)
60. Novoa-Munoz, J.C., Simal-Gandara, J., Fernandez-Calvino, D., Lopez-Periago, E., Arias-Estevez, M.: *Changes in soil properties and in the growth of Lolium multiflorum in an acid soil amended with a solid waste from wineries.* *Bioresour. Technol.* **99**(15), 6771-6779 (2008)
61. Fialho, L.L., da Silva, W.T.L., Milori, D., Simoes, M.L., Martin-Neto, L.: *Characterization of organic matter from composting of different residues by physicochemical and spectroscopic methods.* *Bioresour. Technol.* **101**(6), 1927-1934 (2010)
62. Mosquera-Losada, M.R., Munoz-Ferreiro, N., Rigueiro-Rodriguez, A.: *Agronomic characterisation of different types of sewage sludge: Policy implications.* *Waste Manage.* **30**(3), 492-503 (2010)
63. Walter, I., Martinez, F., Cala, V.: *Heavy metal speciation and phytotoxic effects of three representative sewage sludges for agricultural uses.* *Environ. Pollut.* **139**(3), 507-514 (2006)
64. Kapanen, A., Itavaara, M.: *Ecotoxicity tests for compost applications.* *Ecotox. Environ. Safe.* **49**(1), 1-16 (2001)
65. AFNOR: *FD CR 13455 Amendements du sol et supports de culture - Principes directeurs pour la sécurité des utilisateurs, de l'environnement et des plantes.* (2001).
66. Hargreaves, J.C., Adl, M.S., Warman, P.R.: *A review of the use of composted municipal solid waste in agriculture.* *Agric. Ecosyst. Environ.* **123**(1-3), 1-14 (2008)
67. Tognetti, C., Mazzarino, M.J., Laos, F.: *Improving the quality of municipal organic waste compost.* *Bioresour. Technol.* **98**(5), 1067-1076 (2007)
68. Cossu, R., Raga, R.: *Test methods for assessing the biological stability of biodegradable waste.* *Waste Manage.* **28**(2), 381-388 (2008)
69. Fricke, K., Santen, H., Wallmann, R.: *Comparison of selected aerobic and anaerobic procedures for MSW treatment.* *Waste Manage.* **25**(8), 799-810 (2005)
70. Ponsa, S., Gea, T., Alerm, L., Cerezo, J., Sanchez, A.: *Comparison of aerobic and anaerobic stability indices through a MSW biological treatment process.* *Waste Manage.* **28**(12), 2735-2742 (2008)
71. Komilis, D.P., Tziouvaras, I.S.: *A statistical analysis to assess the maturity and stability of six composts.* *Waste Manage.* **29**(5), 1504-1513 (2009)
72. Baffi, C., Dell'Abate, M.T., Nassisi, A., Silva, S., Benedetti, A., Genevini, P.L., Adani, F.: *Determination of biological stability in compost: A comparison of methodologies.* *Soil Biol. Biochem.* **39**(6), 1284-1293 (2007)
73. Barrena Gomez, R., Vazquez Lima, F., Sanchez Ferrer, A.: *The use of respiration indices in the composting process: a review.* *Waste Manag. Res.* **24**(1), 37-47 (2006)

74. Brinton, W.F., Evans, E., Droffner, M.L., Brinton, R.B.: Standardized Test for Evaluation of Compost Self-Heating. *Biocycle* **36**(11), 64-69 (1995)
75. Lasaridi, K., Protopapa, I., Kotsou, M., Pilidis, G., Manios, T., Kyriacou, A.: Quality assessment of composts in the Greek market: The need for standards and quality assurance. *J. Environ. Manage.* **80**(1), 58-65 (2006)
76. Lossin, R.: Measurement of the Chemical Oxygen Demand of Compost. *Compost Sci. March-April*, 31-32 (1971)
77. Mathur, S.P., Owen, G., Dinel, H., Schnitzer, M.: Determination of Compost Biomaturity .1. Literature-Review. *Biol. Agric. Hort.* **10**(2), 65-85 (1993)
78. Wu, L., Ma, L.Q., Martinez, G.A.: Comparison of methods for evaluating stability and maturity of biosolids compost. *J. Environ. Qual.* **29**(2), 424-429 (2000)
79. de Guardia, A., Tremier, A., Martinez, J.: Chapter 16 - Indicators for determination of stability of composts and recycled organic wastes. In: Lens, P., Hamelers, B., Hoitink, H., Bidlingmaier, W. (eds) *Resource Recovery and Reuse in Organic Solid Waste Management*, pp. 338-376. IWA Publishing, London (2004)
80. Tremier, A., de Guardia, A., Mallard, P.: Indicateurs de stabilisation de la matière organique au cours du compostage et indicateurs de stabilité des composts : analyse critique et perspectives d'usage. *TSM* **10**, 105-129 (2007)
81. Hassen, A., Belguith, K., Jedidi, N., Cherif, A., Cherif, M., Boudabous, A.: Microbial characterization during composting of municipal solid waste. *Bioresour. Technol.* **80**(3), 217-225 (2001)
82. Moletta, R.: *Le traitement des déchets*. Lavoisier, Paris (2009)
83. Cote, C., Masse, D.I., Quessy, S.: Reduction of indicator and pathogenic microorganisms by psychrophilic anaerobic digestion in swine slurries. *Bioresour. Technol.* **97**(4), 686-691 (2006)
84. Bendixen, H.J.: Safeguards against Pathogens in Danish Biogas Plants. *Water Sci. Technol.* **30**(12), 171-180 (1994)
85. Sahlstrom, L.: A review of survival of pathogenic bacteria in organic waste used in biogas plants. *Bioresour. Technol.* **87**(2), 161-166 (2003)
86. Igoni, A.H., Ayotamuno, M.J., Eze, C.L., Ogaji, S.O.T., Probert, S.D.: Designs of anaerobic digesters for producing biogas from municipal solid-waste. *Appl. Energy* **85**(6), 430-438 (2008)
87. Moller, H.B., Sommer, S.G., Ahring, B.: Methane productivity of manure, straw and solid fractions of manure. *Biomass Bioenerg.* **26**(5), 485-495 (2004)
88. Agnew, J.M., Leonard, J.J., Feddes, J., Feng, Y.: A modified air pycnometer for compost air volume and density determination. *Can. Biosyst. Eng.* **45**(6), 27-35 (2003)
89. Veeken, A., Timmermans, J., Szanto, G., Hamelers, B.: Design of passively aerated compost systems on basis of compaction-porosity-permeability data. In: *ORBIT International Conference on Biological processing of organics*. Perth, Australia (2003)

90. Epstein, E.: *The Science of Composting*. CRC Press, Boca Raton, Florida (1997)
91. Haug, R.T.: *The Practical Handbook of Composting Engineering*. Lewis Publishers, Boca Raton, Florida (1993)
92. Keener, H.M., Ekinci, K., Elwell, D.L., Michel, F.C.: *Principles of composting process optimization*. In: *International Scientific Symposium on Composting and Compost Utilization 2002*. Colombus, USA (2002)
93. Madejon, E., Diaz, M.J., Lopez, R., Cabrera, F.: *New approaches to establish optimum moisture content for compostable materials*. *Bioresour. Technol.* **85**(1), 73-78 (2002)
94. Mohee, R., Mudhoo, A.: *Analysis of the physical properties of an in-vessel composting matrix*. *Powder Technol.* **155**(1), 92-99 (2005)
95. Forster-Carneiro, T., Perez, M., Romero, L.I.: *Thermophilic anaerobic digestion of source-sorted organic fraction of municipal solid waste*. *Bioresour. Technol.* **99**(15), 6763-6770 (2008)
96. de Guardia, A., Mallard, P., Teglia, C., Marin, A., Le Pape, C., Launay, M., Benoist, J.C., Petiot, C.: *Comparison of five organic wastes regarding their behaviour during composting: part 1, biodegradability, stabilization kinetics and temperature rise*. *Waste Manag.* **30**(3), 402-14 (2009)
97. Barrena, R., d'Imporzano, G., Ponsa, S., Gea, T., Artola, A., Vazquez, F., Sanchez, A., Adani, F.: *In search of a reliable technique for the determination of the biological stability of the organic matter in the mechanical-biological treated waste*. *J. Hazard. Mater.* **162**(2-3), 1065-1072 (2009)
98. Ekama, G.A., Sotemann, S.W., Wentzel, M.C.: *Biodegradability of activated sludge organics under anaerobic conditions*. *Water Res.* **41**(1), 244-252 (2007)
99. Jones, R., Parker, W., Khan, Z., Murthy, S., Rupke, M.: *Characterization of sludges for predicting anaerobic digester performance*. *Water Sci. Technol.* **57**(5), 721-726 (2008)
100. Vikman, M., Karjomaa, S., Kapanen, A., Wallenius, K., Itavaara, M.: *The influence of lignin content and temperature on the biodegradation of lignocellulose in composting conditions*. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* **59**(4-5), 591-598 (2002)
101. Francou, C., Le Villio-Poitrenaud, M., Houot, S.: *Influence of waste initial ratios on the dynamic of organic matter stabilisation during composting*. *TSM* **5**, 35-43 (2007)
102. Mohajer, A., Tremier, A., Barrington, S., Martinez, J., Teglia, C., Carone, M.: *Microbial oxygen uptake in sludge as influenced by compost physical parameters*. *Waste Manage.* **29**(8), 2257-2264 (2009)
103. Tremier, A., de Guardia, A., Massiani, C., Paul, E., Martel, J.L.: *A respirometric method for characterising the organic composition and biodegradation kinetics and the temperature influence on the biodegradation kinetics, for a mixture of sludge and bulking agent to be co-composted*. *Bioresour. Technol.* **96**(2), 169-180 (2005)

104. Vorkamp, K., Herrmann, R., Hvitved-Jacobsen, T.: *Characterisation of organic matter from anaerobic digestion of organic waste by aerobic microbial activity*. *Bioresour. Technol.* **78**(3), 257-265 (2001)
105. Druilhe, C., De Guardia, A., Berthe, L., Tremier, A., Martel, J.-L.: *Measurement of waste and compost biodegradability by respirometry. Practical applications*. *TSM* **5**, 44-57 (2007)
106. Tremier, A.: *Modélisation d'un traitement par compostage - Développement d'outils expérimentaux d'étude du procédé et conception du modèle*. 274p. Université Aix-Marseille I (2004)
107. Couturier, C., Berger, S., Meiffren, I.: *La digestion anaérobie des boues urbaines : état des lieux, état de l'art*. (2001)
108. Tiquia, S.M.: *Microbiological parameters as indicators of compost maturity*. *J. Appl. Microbiol.* **99**(4), 816-828 (2005)
109. AFNOR: NF EN 12879 *Caractérisation des boues - Détermination de la perte au feu de la matière sèche*. (2000)
110. AFNOR: NF T 90-101 *Qualité de l'eau - Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)*. (2001)
111. AFNOR: NF EN 13342 *Caractérisation des boues - Détermination de l'azote total Kjeldahl*. (2000)
112. AFNOR: NF X31-130 *Qualité des sols - Méthodes chimiques : Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) et des cations extractibles*. (1999)
113. AFNOR: NF X31-108 *Qualité des sols - Détermination des cations Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, K⁺, Ca⁺ extractibles par l'acétate d'ammonium*. (2002)
114. AFNOR: NF ISO 16649-2 *Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des Escherichia coli b-glucuronidase positive*. (2001)
115. AFNOR: NF EN ISO 7937 *Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement de Clostridium perfringens*. (2005)
116. AFNOR: NF EN ISO 11290-1 *Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement de Listeria monocytogenes*. (1997)
117. AFNOR: NF EN ISO 6579 *Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour la recherche des Salmonella spp*. (2002)
118. Van Soest, P.J., Wine, R.H.: *Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. IV - Determination of plant cell-wall constituents*. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **50**, 50-55 (1967)
119. AFNOR: NF EN 12880 *Caractérisation des boues - Détermination de la teneur en matière sèche et de la teneur en eau*. (2000)
120. AFNOR: NF U44-171 *Boues - Amendements organiques - Supports de culture - Détermination de la matière sèche*. (1982)

121. Teglia, C., Tremier, A., Martel, J.L.: *Characterization of solid digestates: Part 1, review of existing indicators to assess solid digestates agricultural use. Waste Biomass Valor.* **2**(1), 43-58, DOI: 10.1007/s12649-010-9051-5 (2010)
122. Inbar, Y., Chen, Y., Hadar, Y.: *Humic substances formed during the composting of organic matter. Soil Sci. Soc. Am. J.* **54**, 1316-1323 (1990)
123. Kim, M., Ahn, Y.H., Speece, R.E.: *Comparative process stability and efficiency of anaerobic digestion; mesophilic vs. thermophilic. Water Res.* **36**(17), 4369-4385 (2002)
124. Berthe, L.: *Etude et compréhension des processus de biodégradation - Estimation de la biodégradabilité de matrices organiques solides. 240p. Université de Provence Aix-Marseille I* (2007)
125. *RDC-Environnement: Analyse du Cycle de Vie des modes de valorisation énergétique du biogaz issu de méthanisation de la Fraction Fermentescible des Ordures Ménagères collectée sélectivement en France - Rapport final 130p. - Etude réalisée pour le compte de l'ADEME et de Gaz de France. (2007)*
126. Sonesson, U., Bjorklund, A., Carlsson, M., Dalemo, M.: *Environmental and economic analysis of management systems for biodegradable waste. Resour. Conserv. Recycl.* **28**(1-2), 29-53 (2000)
127. Reich, M.C.: *Economic assessment of municipal waste management systems - case studies using a combination of life cycle assessment (LCA) and life cycle costing (LCC). J. Clean Prod.* **13**(3), 253-263 (2005)
128. Finnveden, G., Johansson, J., Lind, P., Moberg, A.: *Life cycle assessment of energy from solid waste - part 1: general methodology and results. J. Clean Prod.* **13**(3), 213-229 (2005)
129. Tan, R.B.H., Khoo, H.H.: *Impact assessment of waste management options in Singapore. J. Air Waste Manage. Assoc.* **56**(3), 244-254 (2006)
130. Cleary, J.: *Life cycle assessments of municipal solid waste management systems: A comparative analysis of selected peer-reviewed literature. Environ. Int.* **35**(8), 1256-1266 (2009)
131. Edelmann, W., Schleiss, K., Joss, A.: *Ecological, energetic and economic comparison of anaerobic digestion with different competing technologies to treat biogenic wastes. Water Sci. Technol.* **41**(3), 263-273 (2000)
132. Haight, M.: *Assessing the environmental burdens of anaerobic digestion in comparison to alternative options for managing the biodegradable fraction of municipal solid wastes. Water Sci. Technol.* **52**(1-2), 553-559 (2005)
133. El Hanandeh, A., El Zein, A.: *Are the aims of increasing the share of green electricity generation and reducing GHG emissions always compatible? Renew. Energy* **36**(11), 3031-3036 (2011)

134. Eriksson, O., Reich, M.C., Frostell, B., Bjorklund, A., Assefa, G., Sundqvist, J.O., Granath, J., Baky, A., Thyselius, L.: *Municipal solid waste management from a systems perspective*. *J. Clean Prod.* **13**(3), 241-252 (2005)
135. Petiot, C., de Guardia, A., Rogeau, D., Druilhe, C.: *Incidence du débit d'aération et des caractéristiques des matières premières sur les cinétiques de stabilisation et les émissions gazeuses en compostage*. *TSM* **5**, 79-92 (2007)
136. Cemagref, Suez-Environnement, IMFT: *Etude de l'influence de la structure physique des déchets et des processus d'aération sur la qualité du compostage et ses impacts environnementaux - Projet PRECODD 2005 - Rapport final confidentiel* 242 p. (2009)
137. MAP: *Note de service DGAL/SDSPA/N2009-8166*. (2009)
138. Beck-Friis, B., Smars, S., Jonsson, H., Kirchmann, H.: *Gaseous emissions of carbon dioxide, ammonia and nitrous oxide from organic household waste in a compost reactor under different temperature regimes*. *J. Agr. Eng. Res.* **78**(4), 423-430 (2001)
139. IPCC: *Climate Change 2001: The Scientific Basis - 4 Atmospheric Chemistry and Greenhouse Gases* http://www.grida.no/publications/other/ipcc_tar/ (2001). Consulté le 22/08/2011
140. Boldrin, A., Andersen, J.K., Moller, J., Christensen, T.H., Favoino, E.: *Composting and compost utilization: accounting of greenhouse gases and global warming contributions*. *Waste Manage. Res.* **27**(8), 800-812 (2009)
141. Butterbach-Bahl, K., Nemitz, E., Zaehle, S.: *Chapter 19 - Nitrogen as a threat to the European greenhouse balance*. In: Sutton, M.A., Howard, C.M., Erisman, J.W., Billen, G., Bleeker, A., Grennfelt, P., van Grinsven, H., Grizzetti, B. (eds) *The European Nitrogen assessment*, pp. 434-462. University Press, Cambridge (2011)
142. Smet, E., Van Langenhove, H., De Bo, I.: *The emission of volatile compounds during the aerobic and the combined anaerobic/aerobic composting of biowaste*. *Atmos. Environ.* **33**(8), 1295-1303 (1999)
143. IPCC: *Guidelines for National Greenhouse Gas Inventories - Vol.5 Waste - Chapter 4: Biological Treatment of Solid Waste*. <http://www.ipcc-nggip.iges.or.jp/public/2006gl/vol5.html> (2006). Consulté le 22/08/2011
144. ADEME, Cemagref: *Impacts environnementaux de la gestion biologique des déchets - Bilan des connaissances*. 331p. (2006)
145. Paillat, J.M., Robin, P., Hassouna, M., Leterme, P.: *Predicting ammonia and carbon dioxide emissions from carbon and nitrogen biodegradability during animal waste composting*. *Atmos. Environ.* **39**(36), 6833-6842 (2005)
146. Fukumoto, Y., Osada, T., Hanajima, D., Haga, K.: *Patterns and quantities of NH₃, N₂O and CH₄ emissions during swine manure composting without forced aeration - effect of compost pile scale*. *Bioresour. Technol.* **89**(2), 109-114 (2003)

147. Chadwick, D.R.: Emissions of ammonia, nitrous oxide and methane from cattle manure heaps: effect of compaction and covering. *Atmos. Environ.* **39**(4), 787-799 (2005)
148. El Kader, N.A., Robin, P., Paillat, J.M., Leterme, P.: Turning, compacting and the addition of water as factors affecting gaseous emissions in farm manure composting. *Bioresour. Technol.* **98**(14), 2619-2628 (2007)
149. He, Y.W., Inamori, Y., Mizuochi, M., Kong, H.N., Iwami, N., Sun, T.H.: Nitrous oxide emissions from aerated composting of organic waste. *Environ. Sci. Technol.* **35**(11), 2347-2351 (2001)
150. Kool, D.M., Dolfing, J., Wrage, N., Van Groenigen, J.W.: Nitrifier denitrification as a distinct and significant source of nitrous oxide from soil. *Soil Biol. Biochem.* **43**(1), 174-178 (2011)
151. Kim, S.W., Miyahara, M., Fushinobu, S., Wakagi, T., Shoun, H.: Nitrous oxide emission from nitrifying activated sludge dependent on denitrification by ammonia-oxidizing bacteria. *Bioresour. Technol.* **101**(11), 3958-3963 (2010)
152. Sutka, R.L., Ostrom, N.E., Ostrom, P.H., Breznak, J.A., Gandhi, H., Pitt, A.J., Li, F.: Distinguishing nitrous oxide production from nitrification and denitrification on the basis of isotopomer abundances. *Appl. Environ. Microbiol.* **72**(1), 638-644 (2006)
153. Kampschreur, M.J., Temmink, H., Kleerebezem, R., Jetten, M.S.M., van Loosdrecht, M.C.M.: Nitrous oxide emission during wastewater treatment. *Water Res.* **43**(17), 4093-4103 (2009)
154. Fukumoto, Y., Suzuki, K., Osada, T., Kuroda, K., Hanajima, D., Yasuda, T., Haga, K.: Reduction of nitrous oxide emission from pig manure composting by addition of nitrite-oxidizing bacteria. *Environ. Sci. Technol.* **40**(21), 6787-6791 (2006)
155. Wells, G.F., Park, H.D., Yeung, C.H., Eggleston, B., Francis, C.A., Criddle, C.S.: Ammonia-oxidizing communities in a highly aerated full-scale activated sludge bioreactor: betaproteobacterial dynamics and low relative abundance of Crenarchaea. *Environ. Microbiol.* **11**(9), 2310-2328 (2009)
156. Grunditz, C., Dalhammar, G.: Development of nitrification inhibition assays using pure cultures of *Nitrosomonas* and *Nitrobacter*. *Water Res.* **35**(2), 433-440 (2001)
157. Do, H., Lim, J., Shin, S.G., Wu, Y.J., Ahn, J.H., Hwang, S.: Simultaneous effect of temperature, cyanide and ammonia-oxidizing bacteria concentrations on ammonia oxidation. *J. Ind. Microbiol. Biotechnol.* **35**(11), 1331-1338 (2008)
158. Cote-Petiot, C.: Simulation en réacteur d'un traitement par compostage des déchets organiques - Etude de l'influence du débit d'aération. 193 p. Université de Rennes I (2005)

Résumé

Dans un contexte environnemental où la pression s'accroît en termes de besoins énergétiques et de lutte contre le réchauffement climatique, les politiques environnementales tendent à encourager les filières de traitement biologique des déchets. La méthanisation, alliant production d'énergie renouvelable et recyclage matière via le retour au sol du résidu de traitement (digestat) est un procédé de traitement en plein essor. Son développement est néanmoins lié à la qualité du produit fini et à l'innocuité du traitement pour l'environnement. Ce travail de thèse avait donc pour objectif de caractériser différents digestats de méthanisation et d'optimiser leur post-traitement par compostage afin de contribuer à l'établissement d'une filière biologique de valorisation énergétique et agronomique complète des déchets organiques non dangereux. Premièrement les données de caractérisation acquises sur un panel de résidus de méthanisation de déchets organiques ont permis d'étudier leurs propriétés au regard d'une valorisation agronomique et d'une potentielle traitabilité aérobie. La biodégradabilité résiduelle non négligeable des digestats et leur éventuelle phyto-toxicité conduisent à envisager un post-traitement par compostage afin d'aboutir à un produit organique valorisable en tant qu'amendement. Dans un deuxième temps, la simulation du procédé de compostage à l'échelle laboratoire a permis d'étudier et de proposer une optimisation de la gestion du compostage des digestats afin de garantir la qualité du produit organique et d'assurer la minimisation de l'impact environnemental du traitement.

Mots clés

Digestion anaérobie, compostage, digestats, biodégradabilité, valorisation, procédés

Abstract

The steady increase in waste generation, and awareness of environmental issues associated with waste, led European countries to implement environmental policies in which sustainable waste management is a priority. Biological treatments offer the opportunity to recycle organic wastes by producing an organic soil amendment that can be valued in agriculture. Anaerobic digestion allows also the production of renewable energy as biogas can be valorised into electricity and/or heat. However, its development is influenced by the quality of organic residues (digestates) and the potential harmful environmental impacts of their treatment. Therefore, this PhD work aimed at characterizing different solid digestates and at optimizing their post-treatment through composting in order to assure a reliable and global valorisation of non-hazardous organic wastes. Firstly, characterization results were obtained on several digestion residues and used to investigate their properties in terms of agricultural use and suitability for an aerobic post-treatment. The significant residual biodegradability and the potential phyto-toxicity of these digestates led to consider an aerobic post-treatment through composting in order to achieve the recycling of organic matter as soil amendment. Secondly, the simulation of the composting process at laboratory scale was used to propose an optimization of the management of the composting step, to ensure a final product quality in agreement with an agricultural use and to minimize the environmental impact of the waste treatment.

Keywords

Anaerobic digestion, composting, digestates, biodegradability, valorisation, process