



HAL
open science

Recherche d'une filière durable pour la méthanisation des déchets de fruits et d'abattoirs du Togo : Evaluation du potentiel agronomique des digestats sur les sols de la région de la Kara

Maglwa Tcha-Thom

► **To cite this version:**

Maglwa Tcha-Thom. Recherche d'une filière durable pour la méthanisation des déchets de fruits et d'abattoirs du Togo : Evaluation du potentiel agronomique des digestats sur les sols de la région de la Kara. Géochimie. Université de Limoges; Université de Lomé (Togo), 2019. Français. NNT : 2019LIMO0061 . tel-02370133

HAL Id: tel-02370133

<https://theses.hal.science/tel-02370133>

Submitted on 19 Nov 2019

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.



Université
de Lomé



Université
de Limoges

Faculté Des Sciences

Formation Doctorale - Biologie de Développement

Ecole Doctorale 614

Chimie, Environnement, Géosciences, Agrosiences

Spécialité : Gestion de l'environnement

Thèse N° 677

Spécialité : Chimie de l'environnement

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR

DE L'UNIVERSITE DE LOME EN CO-TUTELLE AVEC L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Présentée par

TCHA-THOM Maglwa

**RECHERCHE D'UNE FILIERE DURABLE POUR LA METHANISATION DES DECHETS
DE FRUITS ET D'ABATTOIRS DU TOGO :**

Evaluation du potentiel agronomique des digestats sur les sols de la Région de la Kara

Soutenue publiquement le 03 juillet 2019 devant le Jury composé de :

| | | | |
|--------------------------|-----------------------|---------------------------------|------------|
| Gado TCHANGBEDJI | Professeur | GTVD - Université de Lomé | Président |
| Gnon BABA | Professeur | GTVD - Université de Lomé | Directeur |
| Geneviève F.-CATHALIFAUD | Professeure | PEIRENE - Université de Limoges | Directeur |
| Rémy GOURDON | Professeur | DEEP - INSA de Lyon | Rapporteur |
| Edem K. KOLEDZI | Maître de Conférences | GTVD - Université de Lomé | Rapporteur |
| Virginie PALLIER | Maître de Conférences | PEIRENE - Université de Limoges | Examineur |

« A toi Père Créateur, je Te fais offrande de ce travail, Daigne l'accepter comme le fruit de ta volonté »

« La thèse c'est le fruit d'un travail collectif impliquant une multitude de personnes que nous qualifions selon notre perception de gentilles ou méchantes, normales ou folles, éduquées ou illettrées »

« Que la grâce, la paix et la miséricorde de la part de Dieu le Père soient sur tous »

*A Toi **Papa**, Sache que je tiens encore le cou, Tu me manques tellement*

*A Toi **Talbagna**, tu avais le don de la création, j'essaie de l'acquérir*

*A Toi **Patawassi**, si brillant, je me demande encore pourquoi*

Mes larmes ne cessent encore de couler

Soyez avec moi. Paix et grâce sur vous

REMERCIEMENTS

Avant tout, je souhaite remercier la SOURCE de tout ce qui a été évoqué dans ce travail. Cette SOURCE inclut toutes les personnes dont la vie et le travail m'ont permis de produire ce document.

Les travaux présentés dans ce document ont été réalisés aux seins du Laboratoire Gestion, Traitement et Valorisations des Déchets de l'Université de Lomé, du Laboratoire PEIRENE de l'université de Limoges et des Laboratoires de IITA-Nigeria grâce aux soutiens financiers du Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique du Togo à travers la Direction des bourses et stages, du Gouvernement français à travers son service de coopération et d'action culturelle basé au Togo et enfin de l'Institut International d'Agriculture Tropicale du Nigéria via le programme CORAF-WECARD/IITA. Je tiens ainsi à exprimer toute ma gratitude aux directeurs desdits laboratoires ; Prof. Gado TCHANGBEDJI, Prof. Michel BAUDU et Prof. Bamba ZOUMANA pour m'avoir accueilli. A tout le personnel, administratif, technique et financier desdits laboratoires, recevez mes remerciements. Nous vous remercions également Prof. Gado TCHANGBEDJI pour avoir accepté présider ce jury et pour tout le soutien depuis le début de nos études de master.

Ce travail a également bénéficié du soutien financier de l'Union Européenne (UE), du Fonds Français pour l'Environnement Mondial (FFEM) et du Ministère de l'Agriculture, de la production animale et halieutique du Togo. Nous tenons à les adresser notre reconnaissance. Nous marquons notre reconnaissance à la Directrice de l'Office National des Abattoirs et Frigorifiques du Togo (ONAF) pour avoir accueilli les installations sur ses sites et porté une attention particulière à leur gestion.

Mes plus profonds remerciements aux Profs. Gnon BABA et Geneviève FEUILLADE-CATHALIFAUD qui ont encadré ce travail. Vos accompagnements, soutiens et conseils m'ont été et me seront d'une utilité sans limite. Merci pour toutes les opportunités et visibilité bénéficiées de vous. Je ne saurais jamais assez vous remercier. Que la santé et les bénédictions divines inondent vos demeures intérieures et extérieures.

Je suis très sensible à l'honneur que vous me faites Prof. Remy GOURDON et Dr Komi Edem KOLEDZI (Maître de Conférences) en acceptant spontanément d'être rapporteurs du présent travail de thèse. Vos investissements à l'amélioration de la version finale de ce manuscrit est louable. Au-delà de votre titre de rapporteur Dr Edem, je souhaite vous remercier pour votre empreinte indélébile dans la réalisation de ce travail de thèse et dans ma vie professionnelle.

Dr Virginie PALLIER, Maître de Conférences, j'aurais bien voulu vous dédier tout une page pour décrire ce grand être, cette grande dame qui sait écouter, qui s'investit, qui reconforte et qui rend l'environnement de travail propice, mais recevez juste ce MERCI pour votre implication dans ce travail et sa validation finale.

Aux Prof. Guillaume K. KETOH, Directeur de DIRECOOP et Responsable de la Formation doctorale de Biologie de Développement et Prof. Yaovi NUTO, Ex-Chef de département Eau et Environnement de ESTBA et Ex-Responsable de la sous-formation doctorale de Gestion de l'Environnement, merci de m'avoir autorisé à m'inscrire dans vos sections d'études doctorales et porté un regard attentif sur l'évolution de mes activités de recherche.

Au Dr-Ing Ayah Yann, si ma thèse venait à être acceptée, je serai également Dr-Ing comme vous. A ce jour, la langue française ne regorge pas des mots dont j'ai besoin pour exprimer ma joie d'avoir passé mes trois années de thèse sur vos épaules et pour m'avoir injecté des doses croissantes et mortelles de motivations à faire le master puis à enchaîner avec la thèse.

Je te remercie Dr-Ing Camille Baccot pour la franche collaboration durant mon master, mes débuts d'années en thèse et à ce jour. Puisse cette collaboration se renforcer davantage.

Je remercie également les Profs. BAWA et DJANEYE pour leur soutien. A tout le personnel du laboratoire de Chimie de l'eau, (Nambo, l'incarnation de l'humilité; Doni, le vieux ; Dr Boguido, Dr Akpataku, Dr Tampo, Dr Dougna, Dr Tchakalla, Dr Kodom) et les stagiaires qui avez passé tour à tour à mes yeux (Agrignah-tonton la joie, Lare, Badabo-la phytothérapie ; Maroufou, Souvi, Sanni, Aziza, Kafui, Yvette, Messanh, Ale, Issifou, Gnonfam, Mewezouno etc.) ; A mes camarades de IITA (Dr Akinyola, Dr Damigou, Dr Romain, Dr Kokou, Dr Lucien, Ing. Maba, Ing. Kolani) ; A mes frères docteurs du Prof Gnon BABA, toutes mes admirations pour la joie de vivre et les assistances mutuelles.

A tout le personnel de l'ENSIL-ENSCI, du Directeur Patrick Leprat jusqu'aux femmes de ménage en passant par le personnel informatique, merci pour l'hospitalité. Plus particulièrement, Merci à vous chercheurs et enseignants qui à un moment ou à un autre m'avez conseillé. Je pense évidemment au Prof. Christophe Dagot, Responsable de la spécialité Génie de l'Eau et Environnement ; Prof. Guy Matejka, vous qui avez établi les bases sur lesquelles je fais cette co-tutelle de thèse; Prof. Serge Chambon, Responsable d'ODESSOL.

C'est avec beaucoup de joie, Prof Maryline Soubrand, que je t'adresse mes remerciements pour toutes ces aides et encouragements depuis mon master. Aussi longtemps que le temps passera, je garderai de bons souvenirs de vous.

J'adresse un merci très amical à tous les collègues thésards Helène-Thuret, deux fois merci, le premier pour toute ton aide, le second pour ta contribution à la recherche sur la rivière Kara ; Sylvain, Diep etc. Je profite faire une escale pour dire merci à vous Trung, Pauline, Josué. Merci aussi à tous ces doctorants qui m'ont précédé et aujourd'hui docteurs (Outende, Delphine, Maud, Moussab, Cam-Tu, Asmaa etc.).

J'adresse de nombreux mercis à Mmes Karine, Corinne, Séverine, Sophie et Mr Patrice du plateau technique à l'efficacité redoutable et tant redoutée. Merci de m'avoir soutenu et aidé.

Merci également à vous Assistantes de gestion administrative, je pense à Mmes Lourdes Ferreira, Adeline Rigaud et Sabrina Brugier pour tous les accompagnements sur les plans administratifs et financiers.

Je veux exprimer ma gratitude à Mesdames Omolara OLUGBENDA de IITA-Nigéria et Julienne KUISSEU du CORAF pour les énormes sacrifices déployés en ma faveur.

Mon cœur est gonflé de gratitude pour la patience et les assistances en or que j'ai bénéficiées de vous, merveilleuses personnes que vous êtes ; cela pour penser à vous Chers Dr Gnanvossou et Toko de IITA-Benin.

Je tiens particulièrement à remercier mes deux meilleures amies « Carmel DOGBE » & « Jeanne KOSSI » pour tous les soutiens réciproques.

A toi Galina NDJAPOU, et toute ta famille, vous êtes des personnes merveilleuses. Vous m'avez fait goûter des instants magnifiques.

Si j'ai bien eu une famille en France, c'est bien les couples Marc-Pauline et Victor-Fanny ; et Hélène. La joie qui se dégage de moi rien qu'en pensant à vous du fait de vos multiples bienfaits et soutiens est immense. Merci à vous du fond de ma pensée.

Je ne saurai clore ces remerciements sans penser à ma chère famille et mes amis qui m'ont apporté sans faille leur soutien et leur appui pour venir à bout de cette longue histoire d'amour entre ma thèse et moi.

Sommaire

| | |
|---|-----------|
| INTRODUCTION GENERALE..... | 1 |
| PARTIE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE..... | 5 |
| I.1. Aspects généraux, réglementaires et institutionnels du processus de digestion anaérobie | 6 |
| I.1.1. Contexte global et international | 6 |
| I.1.2. Contexte national | 8 |
| I.1.3. Typologie et situation de la filière de DA au niveau national..... | 10 |
| I.2. Potentiel de digestion des déchets de fruits et d'abattoir | 12 |
| I.2.1. Gestion, composition et potentiel méthane des substrats d'abattoirs et de fruits | 12 |
| I.2.2. Aptitude à la digestion des constituants pariétaux des substrats | 14 |
| I.2.3. Aptitude à la digestion des macromolécules organiques des substrats | 15 |
| I.3. Digestion anaérobie : aspects littéraires, biologiques et techniques | 17 |
| I.3.1. Aspects littéraires : intérêt de la digestion anaérobie..... | 17 |
| I.3.2. Aspects biologiques | 18 |
| I.3.3. Aspects techniques : architecture générale et dimensionnement | 21 |
| I.4. Produits de la digestion anaérobie : Caractéristiques-Traitements -Valorisations | 24 |
| I.4.1. Fraction gazeuse du processus de DA ou biogaz | 24 |
| I.4.2. Fraction solide du processus de DA ou digestats | 26 |
| I.4.3. Fraction liquide du processus de DA ou lixiviat | 30 |
| I.5. Environnement réactionnel des technologies de méthanisation | 31 |
| I.5.1. Procédés de méthanisation | 31 |
| I.5.2. Technologies de digestion existantes | 32 |
| I.5.3. Paramètres physico-chimiques du milieu de digestion | 38 |
| I.6. Méthodes d'études et d'amélioration de la digestibilité des substrats | 43 |
| I.6.1. Procédés d'amélioration de la biodégradation des substrats | 43 |
| I.6.2. Evaluation théorique de la production du biogaz..... | 44 |
| I.6.3. Evaluation pratique de la production du biogaz..... | 46 |
| I.7. Outils d'évaluation de l'éco-intégration des digestats au cycle biogéochimique | 52 |
| I.7.1. Rappel des caractéristiques pédo-chimiques des sols de la Région de la Kara..... | 52 |
| I.7.2. Interaction entre les amendements et les sols à vocation agricole | 52 |
| I.7.3. Outils d'évaluations des impacts des amendements sur les sols..... | 54 |
| I.8. Conclusion de la synthèse bibliographique..... | 58 |

| | |
|--|-----|
| PARTIE II : APPROCHE METHODOLOGIQUE | 59 |
| II.1. Présentation des sites d'études et méthodologie générale | 60 |
| II.1.1. Région maritime : présentation et productions des déchets d'abattoirs et de fruits..... | 60 |
| II.1.2. Région de la Kara : présentation et qualité des sols..... | 62 |
| II.2. Méthologie générale, échantillonnage et caractérisation des substrats | 62 |
| II.2.1. Déchets d'abattoir de caprins..... | 64 |
| II.2.2. Déchets de bouses de vache..... | 65 |
| II.2.3. Déchets de fruits d'ananas..... | 65 |
| II.3. Evaluation de l'aptitude des substrats à la digestion anaérobie | 68 |
| II.3.1. Conditions opératoires du test de Potentiel Bio-Méthanogène (BMP)..... | 69 |
| II.3.2. Conditions opératoires du test de lixiviation avec renouvellement de solution (TLN)..... | 70 |
| II.3.3. Conditions opératoires du test de lixiviation par rechargement de substrat (TLC)..... | 71 |
| II.4. Installation d'une filière durable de digestion anaérobie | 74 |
| II.4.1. Présentation et justification du choix de la technologie..... | 74 |
| II.4.2. Choix du site, dimensionnement, installation et alimentation des unités de méthanisation..... | 75 |
| II.4.3. Caractérisation de l'inoculum et suivi des paramètres physico-chimiques des digesteurs..... | 78 |
| II.5. Etude de l'impact des résidus de méthanisation sur les sols agricoles | 80 |
| II.5.1. Echantillonnage des sols agricoles et des digestats..... | 80 |
| II.5.2. Conditions opératoires des tests de percolation en colonne..... | 83 |
| II.5.3. Etude de l'impact des digestats sur la germination et la croissance de <i>Zea mays</i> | 85 |
| | |
| PARTIE III : RESULTATS ET DISCUSSION | 88 |
| III.1. Caractérisations bio-physico-chimiques des substrats | 89 |
| III.1.1. Caractérisations organo-physico-chimiques des substrats..... | 89 |
| III.1.2. Etude du potentiel bio-méthane des substrats..... | 90 |
| III.1.3. Evaluation des transferts organique et minérale du solide en solution..... | 94 |
| III.2. Impact de la charge et de l'inoculation des résidus alcalins sur la performance de la DA ... | 105 |
| III.2.1. Impact de la charge et des cendres sur la stabilité de la DA et les éléments inhibiteurs..... | 105 |
| III.2.2. Impact de la charge et des cendres sur les mobilisations organique et minérale..... | 109 |
| III.2.3. Impact de la charge et des cendres sur les productions quantitative et qualitative du biogaz..... | 113 |
| III.3. Vers une digestion anaérobie réussie des substrats acides d'ananas | 115 |
| III.3.1. Evolution du pH, du Eh et des AGV durant les lixiviations..... | 115 |
| III.3.2. Evaluation de la charge minérale et de la charge organique..... | 119 |
| III.3.3. Evaluation des productions quantitative et qualitative du biogaz en co-digestion..... | 123 |
| III.4. Déploiement de la technologie de digestion anaérobie Puxin | 128 |

| | |
|---|------------|
| III.4.1. Investissement technique et humain de la construction des digesteurs | 128 |
| III.4.2. Mise en route des digesteurs et évaluation de la stabilité de la DA des substrats | 130 |
| III.4.3. Optimisations structurelle et fonctionnelle des biodigesteurs | 133 |
| III.5. Essais d’inhibition de croissance et évaluation du potentiel agronomique des digestats | 138 |
| III.5.1. Traitement, caractérisations physico-chimique et agronomique des digestats | 138 |
| III.5.2. Etude de l’impact des digestats sur la croissance des végétaux | 144 |
| III.5.3. Applications des digestats sur les sols agricoles et étude de leur impact sur la germination et la croissance de <i>Zea mays</i> | 149 |
| III.6. Etude des interactions sols-digestats via le test de percolation en colonne | 154 |
| III.6.1. Caractérisations physico-chimique et agronomique des sols | 154 |
| III.6.2. Etude de la matrice physico-chimique et organique des sols agricoles en condition statique..... | 156 |
| III.6.3. Etude de l’impact d’un amendement de digestat sur les sols agricoles | 162 |
| CONCLUSION GENERALE | 168 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES | 172 |
| ANNEXES..... | I |

INTRODUCTION GENERALE

Les 54 pays que compose le continent africain regorgent de potentiels énergétiques et matières immenses. Malheureusement, les freins au développement sont également présents. Au cœur des problématiques de l'Afrique se dessinent l'énergie, l'agriculture et l'assainissement. La moitié des pays africains ont un taux d'électrification de moins de 20 % (ADEA, 2015). Ils ont cependant besoin d'accéder à une énergie leur permettant d'assurer les besoins vitaux. La consommation de la biomasse, à des fins de cuisson, représente plus de la moitié de la production mondiale. Cette biomasse répond à une grande diversité d'origine dont les déchets agricoles. Plus de 60 % de la population ne bénéficie pas d'une gestion efficace des résidus agricoles. En effet, la plupart des pays sont confrontés aux difficultés de traitement des déchets de plus en plus nombreux. Cette question de société englobe à la fois des notions économiques dues notamment aux coûts de traitement et des concepts sociaux et culturels liés à l'acceptabilité de produits issus de déchets, le terme déchet suscitant souvent dégoût et angoisse dans nos sociétés.

La République du Togo dans sa politique de vision à l'horizon 2030, adoptée en décembre 2017 prône pour « *une agriculture moderne, durable et à haute valeur ajoutée au service de la sécurité alimentaire nationale et régionale, d'une économie forte, inclusive, compétitive et génératrice d'emplois décents et stables à l'horizon 2030* » (PNIASAN, 2017). En plus de cette politique de redressement agricole s'associe l'assainissement du secteur énergétique. En effet, les statistiques démontrent que le Togo ne parvient pas à produire 40 % de sa consommation énergétique (Samah, 2015). Les pays fournisseurs de l'énergie au Togo ne font que réduire la quantité au fil du temps alors que la demande ne fait qu'exacerber. Afin de combler ce vide qui ne cesse de se creuser davantage, et dans sa stratégie volontariste de développement durable et de réduction de 11,4 % des émissions des gaz à effet de serre, le recours aux énergies renouvelables est devenu un impératif pour l'Etat togolais. L'accès à l'énergie est un élément important de sa politique de développement économique et de croissance inclusive, et constitue l'un des piliers majeurs qui permettra la réalisation de son nouveau Plan National de Développement (PND). De ce fait, un accent particulier est porté sur les énergies renouvelables et l'efficacité énergétique dans le 3^{ème} axe stratégique intitulé « *développement des énergies renouvelables et la promotion des technologies propres, des économies d'énergie et de l'efficacité énergétique* » de la lettre de politique de développement du secteur de l'énergie. Cette lettre de politique prévoit d'augmenter la capacité de production d'électricité issue des énergies renouvelables de 115 MW à l'horizon 2022. Pour atteindre l'objectif d'accès universel à l'énergie en 2030, le gouvernement a mis en place une agence d'électrification rurale et des énergies renouvelables (AT2ER) et adopté une stratégie d'électrification basée principalement

sur les énergies renouvelables. L'assainissement du cadre politique énergétique, prône ainsi un accès à l'énergie pour 100 % de la population à l'horizon 2030 et l'augmentation de la part des énergies renouvelables à hauteur de 10 % dans le mix énergétique (Samah, 2015).

Dans ce contexte, la digestion anaérobie ou méthanisation se situe à la croisée des problématiques agronomiques, environnementales, sociales et économiques. La méthanisation est un processus qui reproduit le schéma naturel de dégradation de la matière organique (MO). Elle permet d'atteindre quatre objectifs complémentaires que sont la production d'énergie verte, la réduction des émissions des gaz à effet de serre à l'origine du changement climatique, la meilleure gestion des substrats organiques et la production de digestats stabilisés permettant de rehausser la valeur fertilisante et amendante des sols à vocation agricole. Cependant, plusieurs facteurs affectent la faisabilité et l'essor d'une technologie verte. Face à cette technologie pleine de promesse, le contexte togolais est-il propice à l'implantation des technologies de digestion anaérobie dans une optique de gestion durable des substrats agroalimentaires et d'élevage ?

C'est dans cette optique que le présent sujet de recherche se donne pour objectif de contribuer à la compréhension des mécanismes qui gouvernent l'environnement réactionnel de digestion en anaérobie et des effets des apports des résidus de digestion anaérobie sur la matrice biophysico-chimique des sols à vocation agricole.

La compréhension de ces mécanismes permettra d'approfondir les recherches sur la possibilité de méthaniser les substrats acides d'ananas via des multi-digestions. En conséquence, les travaux devront permettre d'identifier et d'optimiser une technologie de digestion anaérobie pour un transfert à l'échelle industrielle.

Pour une meilleure intégration des digestats au cycle biogéochimique, ils feront l'objet de retour au sol. De ce fait, le statut organo-physico-chimique des sols sera appréhendé *via* une caractérisation globale puis complété par l'effet d'un apport en digestats sur le comportement du pool azoté et des fractions de carbone organique. En conséquence, les résultats de ces travaux permettront d'interpeller la population sur la perte de la fertilité des sols et de faciliter l'acceptabilité des digestats.

Ce projet vise donc à obtenir à la fois des informations scientifiques, notamment sur les déchets organiques et l'évolution de leurs caractéristiques en dégradation anaérobie et aérobie, et des informations appliquées utilisables pour le développement de la filière de production du biogaz et la valorisation des sous-produits issus de cette filière.

Le présent manuscrit de thèse est composé de trois parties :

La Partie I « *Synthèse bibliographique* » sera consacrée à la recherche bibliographique pour établir les bases scientifiques du présent sujet de recherche. Elle décrira l'histoire de la méthanisation, les procédés technico-biologiques de sa mise en œuvre et les voies de valorisation existantes des produits issus du procédé de digestion dans le milieu récepteur.

La Partie II « *Approche méthodologique* » décrira le cadre d'étude, les outils pertinents retenus à l'échelle microscopique et macroscopique pour l'atteinte des objectifs du projet de recherche. Cette approche s'appuiera sur des tests de lixiviation couplés à des tests de potentiel biométhane (BMP) suivi du transfert sur site, de tests en batch et de tests en colonne. Des essais de phytotoxicité compléteront l'étude.

La Partie III « *Résultats et discussion* » présentera et analysera les résultats issus des expériences développées. Les substrats seront caractérisés pour maîtriser leur comportement en digestion anaérobie et une optimisation devra être envisagée pour les substrats qui présenteront des contraintes à la digestion anaérobie. Les résultats de ces premières études seront transposés sur site via l'installation des réacteurs de méthanisation pour des optimisations structurelle et fonctionnelle adaptées à la situation des pays en développement. Enfin des applications du produit gazeux seront identifiées conformément aux exigences des utilisateurs. L'impact du produit solide, le digestat sera évalué sur le milieu récepteur que sont des sols de la Région de la Kara.

PARTIE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Aspects généraux, réglementaires et institutionnels du processus de digestion anaérobie

I.1.1. Contexte global et international

L'histoire de la méthanisation naît dans les années 1600 avec Jan Baptista Van Helmont, Robert Boyle, Shirley et Denis Papin, premiers savants ayant évoqué que la putréfaction de la matière animale et végétale produit un gaz inflammable. Shirley en 1677 publia un ouvrage sur le « gaz des marais ». Un siècle plus tard, Alessandro Volta confirme qu'il s'agissait effectivement d'un gaz combustible qui se forme dans des conditions naturelles au sein des terrains marécageux. En effet, ce gaz se forme dans des milieux qui favorisent la mise en place des conditions d'anaérobiose et où la matière organique est présente tels les marais, les lacs, les rizières, les sédiments lacustres et marins, le sol, l'intestin des mammifères, le tractus intestinal de certains termites. Il établit par la suite que la quantité de gaz produite est positivement corrélée à la quantité de MO organique présente. Louis Pasteur définit ce gaz comme un produit issu de l'action des microorganismes sur des substrats ; d'où la naissance du terme « biogaz ». En 1787, Lavoisier désigne ce gaz encore inconnu, le gaz de Volta. Dès les années 1800, Dalton, Henry et Davy établissent la formule chimique du gaz inflammable comme étant du méthane et 78 ans après, Wolfe confirme cette composition. Pourtant, il s'agissait d'un mélange de gaz constitué majoritairement de CH₄ et de CO₂. En 1859, le premier digesteur est construit à Bombay en Inde. Le gaz, produit à partir des effluents sanitaires d'une léproserie (Matinga Leper) fut utilisé pour l'éclairage dès 1897 alors qu'en 1896, le gaz issu des boues était utilisé pour l'éclairage des rues d'Exeter en Angleterre. De 1935 à 1945, des études démontrent la possibilité de production d'énergie à partir du fumier. Des recherches plus approfondies commencent avec Buswell en 1920 qui parvient à établir la stœchiométrie des réactions de dégradation en milieu anaérobie, les réactions de métabolismes et de conversions de l'azote en d'autres formes. Il s'ensuit la mise en place des biodigesteurs (Lusk, 1996). En 1953, le premier digesteur industriel fonctionnant en régime thermophile naît à Los Angeles avec des performances médiocres (temps de séjour long et production méthanogène faible).

A partir des années 1970, les chocs pétroliers conduisirent au développement de recherches sur la production et la valorisation du biogaz. Plusieurs installations de méthanisation vont par conséquent être construites. Ces installations s'intéressaient à la digestion des effluents industriels et agricoles. Le contre choc pétrolier qui surgit entraîna l'abandon et la fermeture de plusieurs de ces installations de digestion anaérobie.

Aujourd'hui les filières des énergies renouvelables suscitent un intérêt croissant soutenu par l'évolution du contexte réglementaire qui se concrétise par la construction d'un nombre exponentiel d'unités de méthanisation.

Au niveau mondial, les énergies fossiles, notamment le pétrole, suivi du gaz naturel et du charbon, représentent plus de 80 % de la demande (MIEEN, 2012). La consommation en énergie fossile a presque triplé entre 1970 et 2010 passant de 5 000 Mtep à 12 000 Mtep. Associée à la forte croissance démographique, une recrudescence des réserves en énergie fossile est notée tandis que les émissions des gaz à effet de serre exacerbent. La question de la durabilité de ces énergies fossiles commence dès lors à se poser avec acuité. De son côté, l'enjeu du changement climatique exige une réduction urgente et immédiate des émissions carbonées à l'échelle de la planète. Cet enjeu a fait l'objet d'un accord international « le protocole de Kyoto », réactualisé en 2012, visant à réduire les émissions mondiales de Gaz à Effet de Serre (GES). Cet accord s'est renforcé avec la Convention-Cadre des Nations Unies sur les changements climatiques dont les pays participants se rencontrent une fois par an depuis 1995. Des sommets sur le climat ont eu lieu à New York en 2014, à Paris en 2015 (COP 21), à Marrakech (Maroc) en 2016 (COP 22), et présentée comme "la COP des solutions" et "la COP de l'Afrique", à Berlin en 2017 (COP 23) et en Pologne en 2018 (COP 24) viennent donner un élan sur le recours aux énergies renouvelables et propres.

Au niveau européen, la dépendance des pays du continent européen en énergie et principalement en énergie fossile pose les mêmes questions de la durabilité de la ressource. L'Union européenne a mis en place en 2008 le Parquet énergie-climat, qui fixe des objectifs contraignants en termes de consommations énergétiques et d'émissions de GES à l'horizon 2020. Plusieurs pays de l'espace européen, tels que l'Allemagne, le Royaume-Uni, les Pays-Bas, le Danemark, la Suède se sont ainsi inscrits dans cette démarche en mettant en avant la méthanisation comme une solution en faveur du développement durable et une réponse aux enjeux énergétiques et climatiques. L'énergie produite à partir de ce procédé de méthanisation est utilisée pour le chauffage, la valorisation en chaudière et la production d'électricité.

A l'échelle africaine, les États membres de l'Union Africaine ont commencé à se positionner de façon collective pour la lutte contre le changement climatique en élaborant des positions de consensus dans les négociations à travers un mécanisme de coordination rationalisée impliquant la Conférence des Ministres Africains sur l'Environnement (CMAE), le Groupe des Négociateurs Africains (AGN) et le Comité des Chefs d'Etat et de gouvernement africain sur le Changement Climatique (CAHOSCC). Ces mécanismes devront à terme règlementé l'exploitation des énergies fossiles.

I.1.2. Contexte national

Le Togo s'est engagé depuis plusieurs années dans une stratégie volontariste de développement durable et de réduction des émissions des Gaz à Effet de Serre (GES). Les principaux axes sont entre autres la lutte contre les mauvaises pratiques de production dans les secteurs économiques, la non maîtrise de la démographie, l'incidence élevée de la pauvreté qui est accentuée par les impacts négatifs des changements climatiques, renforçant la vulnérabilité des secteurs productifs et la pression sur les ressources naturelles. Cette volonté politique a été rendue concrète par la mise en place de la Politique Nationale de l'Environnement (PNE-1987), du Plan national d'action pour l'environnement (PNAE-1998); de la Stratégie Nationale de Renforcement des Capacités pour la Gestion de l'Environnement (SNRCGE-2008) ; du Programme National de Réduction des Emissions des Gaz à Effet de Serre liées à la déforestation et à la dégradation des forêts (REDD+) 2010-2050, du Programme de Maitrise des Energies Traditionnelles et de Promotion des Energies Renouvelables au Togo (PMETPERT-2018) (Figure 1).

| PROGRAMME | • OBJECTIFS EN RELATION AVEC L'ENVIRONNEMENT |
|--------------------|---|
| PNE - 1987 | • Promouvoir la gestion rationnelle des ressources naturelles et de l'environnement |
| PNAE-1998 | • Prendre en compte les préoccupations environnementales dans la planification et la gestion du développement |
| SNRCGE-2008 | • Renforcer les capacités en matière des changements climatiques |
| REDD+ 2010-2050 | • Conserver et étendre les formations végétales et appuyer les initiatives de valorisation de bois ayant atteint la limite de stockage de carbone |
| PMETPERT-2018 | <ul style="list-style-type: none"> • Maîtriser les énergies traditionnelles au Togo par l'utilisation du gaz butane et des foyers améliorés de charbon de bois • Promouvoir les énergies renouvelables au Togo par de l'énergie solaire, l'énergie éolienne, le biogaz et les biocarburants |

Figure 1: Plans et programmes de gestion de l'environnement et de maîtrise de l'énergie

Les mesures d'atténuation des émissions des GES au Togo sont focalisées sur les secteurs prioritaires, que sont l'Energie, l'Agriculture et l'Utilisations des Terres/Changement d'Affectation des Terres et Foresterie (Tableau I).

Tableau I: Mésures d'atténuation des GES par secteur

| Secteur | Mesures | Gain |
|--|--|---|
| Energie | Promotion de la biomasse dans les ménages <ul style="list-style-type: none"> Mesures incitatives Appui à la formation des artisans Vulgarisation des foyers améliorés | Réduction de 20 à 60 % de l'utilisation du bois et de la fabrication du charbon de bois |
| | Promotion de l'électricité à base solaire <ul style="list-style-type: none"> Renforcement de capacité Introduction des équipements solaires | Non quantifié |
| | Transports routiers <ul style="list-style-type: none"> Amélioration du réseau routier Promotion du transport collectif Limitation de l'âge moyen des véhicules importés Promotion des moyens de transports actifs (vélos) | Réduction de 20 % de la consommation du carburant d'origine fossile |
| Agriculture | Elevage <ul style="list-style-type: none"> Introduction de fourrages en alimentation animale Appui à la promotion de races locales et de l'élevage extensif | |
| | Riziculture <ul style="list-style-type: none"> Recherche et la promotion des variétés de riz pluvial Appui-accompagnement à une utilisation adaptée de la MO dans les casiers rizicoles | |
| | Sols agricoles <ul style="list-style-type: none"> Caractérisation des sols agricoles par zone agro-écologique Recherche et appui sur les amendements organiques et synthétiques dégageant moins de GES Etude et promotion de la gestion optimale des déchets d'élevage et des résidus de récolte Promotion des pratiques d'aménagement des sols visant à améliorer la fixation du carbone | Non évalué |
| | Feux de brousses <ul style="list-style-type: none"> Réduction voire susension des feux de brousse | |
| Utilisation et Changement d'affectation des terres et foresterie | <ul style="list-style-type: none"> Promotion des reboisements privés, communautaires et étatiques par la création de plantations et la promotion de l'agroforesterie sur les terres cultivées Aménagement et protection durable des forêts à travers la gestion des feux de brousse, la régénération des sites dégradés ; Etude cartographique des zones géographiques à fort potentiel de développement des biocarburants. | Non évalué |

I.1.3. Typologie et situation de la filière de DA au niveau national

La filière de méthanisation ou du biogaz est en phase de développement sur le territoire national. Avant les années 2010, il existait que deux 5 micro-technologies au Togo. De 2010 à 2018, 10 microtechnologies et une macro technologie ont été construites (Figure 2).

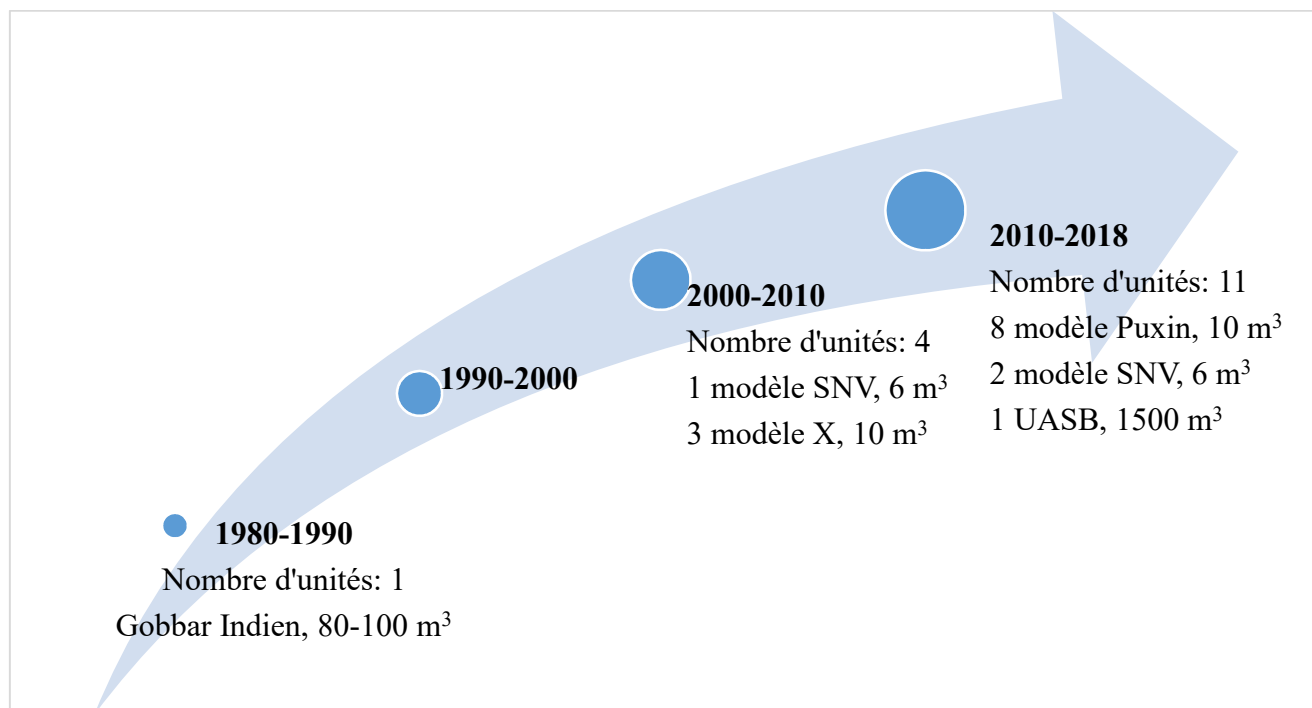


Figure 2: Evolution de la méthanisation au Togo

Suivant la localisation et le type de déchets traités, les unités de méthanisation au Togo se regroupent en trois catégories. La méthanisation à la ferme, la méthanisation industrielle et la méthanisation centralisée.

La méthanisation à la ferme concerne les installations exploitées par un seul agriculteur, ou par un groupement d'agriculteurs en nombre restreint. Ces installations traitent des résidus majoritairement agricoles, généralement en provenance de quelques exploitations. Trois unités de méthanisation existent. Le premier du modèle Gobbar indien a été construit dans les années 1980 au sein du centre de formation agricole de TAMI à Dapaong (Nord-Togo). Le gaz produit est utilisé pour la cuisine. Les digestats solides sont co-compostés puis valorisés en amendement agricole. Les digestats liquides sont utilisés pour accélérer la maturation des déchets agricoles (herbes, déchets de maïs, paille etc.). Les deux derniers ont une capacité de 6 m³. Ils sont construits respectivement en 2010 et 2017 aux seins de l'Institut National de Formation Agricole (INFA) de Tové à Kpalimé et de la ferme agropastorale Agbati à Tsévié. Ils servent à

la méthanisation des déchets d'élevage. Le biogaz est utilisé pour la cuisine et l'éclairage. Les digestats sont utilisés en agriculture.

La méthanisation industrielle regroupe les installations mises en place par des entreprises de production industrielle laitière, hospitalières, brasseries, abattoirs producteurs d'eaux usées à forte charge organique ou des industries de la papeterie. La production d'énergie varie d'un site industriel à l'autre, leur puissance électrique se situant entre 500 et 1 500 kWe. Une seule unité de méthanisation industrielle de 1500 m³ existe au Togo sur le site de la Brasserie BB de Lomé. L'unité a été mise en route en 2012. Elle traite les effluents par le procédé Upflow Anaerobic Sludge Blanket (UASB). La station se compose de deux tanks de 1500 m³ en acier, le premier sert de bassin tampon et le second est le réacteur. Ils sont suivis d'un digesteur aérobie de 700 m³ qui favorise l'élimination de l'azote et du phosphore et un tank de 500 m³ permet le stockage des boues. L'énergie récupérée est brûlée via une torchère avec pour objectif à l'avenir de procéder à la récupération du biogaz et sa valorisation au niveau de la chaudière.

La méthanisation centralisée ou méthanisation collective ou territoriale, rassemble les installations issues de la coopération de plusieurs entités : industriels, profession agricole ou collectivité. Une unité de méthanisation centralisée est généralement rattachée à une activité dédiée (exploitation agricole ou industrie) dont elle traite les résidus, en mélange d'autres substrats. La production énergétique de ces installations est ainsi largement supérieure à celle des unités à la ferme, avec une puissance électrique dépassant les 500 kWe. Ce type de méthanisation est le plus rencontré au Togo. Une unité de type SNV (Netherland Development Organization) existe à Lomé près du site de compostage des Déchets Ménagers et assimilés (DMA) géré par l'ONG ENPRO (Ecosystème Naturel PROpre). Construit en 2015, sa capacité est de 6 m³. Trois unités, aujourd'hui non fonctionnels se trouvent au sein de la prison civile de Lomé et sont destinés à la méthanisation des boues de vidange de la prison civile de Lomé. 8 autres unités ont été construites entre 2016-2017. Leur capacité est de 10 m³ et sont destinés à la digestion des déchets d'abattoirs. Ces derniers modèles sont des digesteurs de la technologie Puxin. Le gaz produit est utilisé pour l'équarrissage des bêtes. Cela nécessite donc une forte pression en sortie du biodigesteur. Des ballons de 10 m³ permettent de stocker l'excédent du biogaz et son utilisation à l'aide des compresseurs de 50 kPa. Une première extraction des digestats a été réalisée par l'ONG ENPRO pour le co-compostage avec les déchets ménagers et assimilés.

En plus de ces unités, des expérimentations peu concluantes de développement de la filière biogaz ont été réalisées par le laboratoire de l'énergie solaire et certaines ONG. Le laboratoire

de l'énergie solaire (Université de Lomé) a expérimenté des digesteurs de type continu et discontinu en utilisant du lisier de vaches, de moutons et de volailles. La coopération sino-togolaise a réalisé un projet pilote de biogaz à Avétonou et à Namiélé (TCN Etudes Vulnérabilités secteur de l'énergie); de même que l'ONG AFHON (Action en Faveur de l'Homme et de la Nature) avec le TMSU International réalisent des expérimentations avec un biodigester dans le Zio précisément à Kovié.

I.2. Potentiel de digestion des déchets de fruits et d'abattoir

Selon la loi cadre sur l'environnement au Togo, « un déchet est défini comme tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, tout matériau, tout produit ou plus généralement tout bien meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon ». La spécificité et les caractéristiques des déchets d'abattoirs leurs confèrent le nom de déchets dangereux ou toxiques considérés comme des « produits solides, liquides ou gazeux, qui présentent une menace sérieuse ou des risques particuliers, pour la santé, la sécurité des êtres vivants et la qualité de l'environnement ».

I.2.1. Gestion, composition et potentiel méthane des substrats d'abattoirs et de fruits

Les déchets d'abattoirs se composent de déchets solides (matières stercoraires, cornes, ongles, os, excréta des animaux, poils, soies, abats et viandes saisies par les services vétérinaires, les déchets biomédicaux etc.), de déchets liquides (eaux usées issues des lavages et sang) et de déchets gazeux. De ces déchets, seules les matières stercoraires très pauvres en lignine et la fraction liquide présentent un intérêt en digestion anaérobie.

Les déjections animales sont des sources idéales de bactéries fraîches et diversifiées et ont un fort pouvoir tampon et un potentiel méthanogène relativement faible. Les lisiers ont une teneur en matière organique faible contrairement aux fumiers (Tableau II). Ces déjections animales sont ainsi admises en méthanisation pour réduire les risques de pollutions environnementales, de contamination des eaux de surface et souterraines, des nuisances olfactives et pour leur conversion en biogaz, une source d'énergie renouvelable (Karim et *al.*, 2005). Au Togo, la production totale des déchets d'abattoirs s'élève à plus de 2100 tonnes/an avec une teneur en matière sèche de l'ordre de 12 à 20 %. Les gisements de déchets d'abattoirs méthanisables suivant les villes sont de 61 % à Lomé, 15 % à Dapaong, 9 % à Sokodé et 5% à Mango. Les déchets d'abattoirs produits sont déversés dans les rivières ou stockés sur les sites d'abattage.

Tableau II: Production indicative en méthane de déchets animaux

| Matières fraîches | % Matière sèche | % Matière organique | C/N | Volume en L _{CH₄} .kg ⁻¹ MO |
|---------------------------|-----------------|---------------------|--------|--|
| Lisier de bovin | 6-11 | 68-85 | 10 -17 | 200-260 |
| Fumier de bovin frais | 12-25 | 65-85 | 14-25 | 200-300 |
| Lisier de porcin | 2,5-9,7 | 60-85 | 5-10 | 260-450 |
| Fientes de poules diluées | 7-13,5 | 70-80 | | 250-450 |
| Fumier de mouton frais | 25-30 | 80 | 14 | 400-500 |
| Fumier d'équin frais | 28 | 75 | 18 | 300-400 |

Les résidus de fruits tout comme les matières végétales ont souvent de hauts potentiels méthanogènes et sont facilement assimilables par les bactéries. Cette assimilation est due aux hautes teneurs en pectines au niveau de leurs parois cellulaires et en acides organiques facilement biodégradables, leur conférant une cinétique de dégradation anaérobie relativement rapide (Chanakya *et al.*, 2009). La plupart de ces résidus, en particulier ceux des fruits et légumes, possèdent un caractère saisonnier souvent marqué par une surabondance sur des périodes relativement courtes, les rendant difficilement gérables et irrégulièrement disponibles dans le temps. Ils contiennent parfois de fortes proportions de lignine quand ils sont encore verts (fruits d'orange et d'ananas par exemple) et deviennent très facilement digérables à maturité (peau de bananes, tomate) (ADEME, 1999). Les études de Tchobanoglous *et al.*, 1993 montrent que les déchets de fruits et alimentaires contiennent respectivement : Carbone (48,5 et 48%), Hydrogène (6,2 et 6,4%), Oxygène (39,5 et 37,6%), azote (1,4 et 2,6%) et Soufre (0,2 et 0,4%). Les caractéristiques générales MS, MO et production volumique des déchets de fruits figurent Tableau III.

Tableau III: Production indicative en méthane de déchets agro-alimentaires

| Matières fraîches | % Matière sèche | % Matière organique | Ratio C/N | Volume de CH ₄ en L.kg ⁻¹ MO |
|---------------------------|-----------------|---------------------|-----------|--|
| Pulpes de pommes | 2-3,7 | 94-95 | 3 | 330 |
| Pulpes de pommes de terre | 12-15 | 90 | 3-9 | 250 |
| Fruits broyés | 40 -50 | 30-93 | 30-50 | 400 |
| Drêches de Brasseries | 15- 21 | 90 | 9-10 | 370-390 |
| Déchets de légumes | 5-20 | 76-90 | 12-27 | 600 |

Le pH des déchets d'ananas est voisin de 4 et le jus à un pH voisin de 3,5 (Rani et Nand, 2004). Ces substrats acides ne sont donc pas favorables à la digestion anaérobie. La teneur élevée en AGV de ces jus de fruits confirme ce pH acide. Les sucres majoritairement rencontrés sont le sucrose, le fructose et le glucose. Le ratio C/N est de l'ordre de 55 impliquant une faible teneur en azote dans les substrats d'ananas (Bartolomk et *al.*, 1995 ; Bardiya et *al.*, 1996) (Tableau IV).

Tableau IV: Caractéristiques bio-physico-chimique des substrats d'ananas

| pH | Sucrose (%MF) | Fructose (%MF) | Glucose (%MF) | AGV (g.L ⁻¹) | C/N | P (mg.L ⁻¹) | K (mg.L ⁻¹) | Protéine soluble (mg.100g ⁻¹ MF) |
|---------|---------------|----------------|---------------|--------------------------|-----|-------------------------|-------------------------|---|
| 3,4-4,7 | 4,5 | 1-3 | 0,2-1,5 | 0,6-1,4 | 55 | 9 | 150 | 10-30 |

L'ensilage des déchets d'ananas permet de convertir 55 % des carbohydrates en AGV et réduit de 91 % la demande chimique en oxygène. Le biogaz des déchets d'ananas ensilés à une teneur en méthane de 65 % comparé aux déchets d'ananas frais et séchés dont les teneurs en méthane sont respectivement de 51 et 41 % (Rani et Nand, 2004).

Au Togo, la production des fruits d'ananas a augmenté de 30 % les dix dernières années. En 2017, la production a été estimée à 1953 tonnes (FAOSTAT, 2018). Les déchets d'ananas font l'objet d'enfouissement dans les ISDND ou de rejet dans la nature. Ils ne sont ni valorisés en agriculture ni en compostage à cause de leur forte acidité à l'origine de l'inhibition du développement bactérien.

I.2.2. Aptitude à la digestion des constituants pariétaux des substrats

La caractérisation des substrats est possible via le fractionnement biochimique. Ce type de fractionnement permet de répartir les constituants d'un substrat en cellulose, hémicellulose, lignine, protéine, lipide (Roletto et *al.*, 1985 ; Diné et *al.*, 1996).

La cellulose est le constituant majoritaire dans les végétaux supérieurs (32 -42 %) (Mosier et *al.*, 2005, Taherzadek et Karimi, 2008) (Tableau V). C'est l'un des principaux producteurs de biogaz au cours des dernières phases de dégradation. Ainsi la teneur en cellulose et le potentiel méthanogène du déchet sont fortement corrélés.

L'hémicellulose représente 20 à 40% de la matière sèche (Tableau V). Les hémicelluloses sont les molécules présentant le moins de contraintes vis-à-vis de la dégradation. L'hémicellulose et

la cellulose représentent 91 % du potentiel méthanogène (Barlaz et *al.*, 1990). Ces substances ont donc une forte influence sur les cinétiques de méthanisation et la production de biogaz.

La lignine est un polymère qui représente 10 à 36% (Tableau V) de la masse sèche des angiospermes (Baucher et *al.*, 1998 ; Taherzadek et Karimi, 2008). La lignine est la molécule la plus réfractaire à la biodégradation (OECD, 2004). Les lignines sont insolubles quel que soit le pH. Ainsi, plus la teneur en lignine est élevée plus difficile est la biodégradation et plus faible est le rendement de production du biogaz.

Tableau V: Composition biochimique de quelques substrats

| Biomasse lignocellulosique | % Cellulose | % Lignine | % Hémicellulose |
|----------------------------|-------------|-----------|-----------------|
| Epi de maïs | 45 | 35 | 15 |
| Herbacés | 25-40 | 35-50 | 10-30 |
| Tiges de bois durs | 40-55 | 24-40 | 18-25 |
| Feuilles | 15-20 | 80-85 | 0 |
| Noix | 25-30 | 25-30 | 30-40 |
| Papiers | 85-99 | 0 | 0-15 |
| Tiges de bois tendres | 45-50 | 25-35 | 25-35 |
| Fumier de bétail solide | 1,6 – 4,7 | 1,4-3,3 | 2,7-5,7 |
| Substrats d'ananas | 9-20 | 9-11 | 4-7 |

Les lipides ont la propriété d'être solubles dans les solvants organiques (Kögel-Knaber, 1985). En digestion anaérobie, 1 kg de lipides conduit à la mise en place de 1535 L de biogaz avec un taux de méthane de 70%.

Les protéines sont des composés azotés d'origine animale ou végétale. Elles sont issues d'un assemblage d'acides aminés liés par des liaisons peptidiques. La digestion anaérobie de 1 kg de protéines conduit à la mise en place de 587 L de biogaz contenant 84 % de méthane.

I.2.3. Aptitude à la digestion des macromolécules organiques des substrats

La matière organique d'un substrat peut être répartie en fractions hydrophiles (HPI*), transphiliques (TPH*), hydrophobes (HPO*) et acides humiques (AH*) via le fractionnement selon le caractère hydrophobe. Ces fractions se démarquent par leurs productions quantitative et qualitative du biogaz (Figure 3). La technique de fractionnement à l'avantage d'être réalisée sur les composés hydro-bio-solubilisés par un substrat solide dans une phase liquide contrairement au fractionnement biochimique qui est conduit sur le substrat solide.

La fraction HPI* est composée de poly et oligosaccharides dérivés des plantes et des micro-organismes, des groupements carboxyliques ainsi que des protéines et peptides (Chefetz et *al.*, 1998 ; Provenzano et *al.*, 2006). Les études de Said-Pullicino et *al.*, (2007a) montrent que la fraction HPI* peut avoisiner 80 % du carbone organique dissous d'un milieu et surtout lors des premières phases de dégradation. Cela explique la forte corrélation entre cette fraction et le volume de biogaz ($R^2=0,83$). Malheureusement ce biogaz semble être très pauvre en méthane (Baccot et *al.*, 2017). Ainsi, une MOD trop fraîche contenant une forte part de composés hydrophiles, ne présente pas d'intérêt pour la digestion anaérobie, le but étant de produire un biogaz riche en méthane.

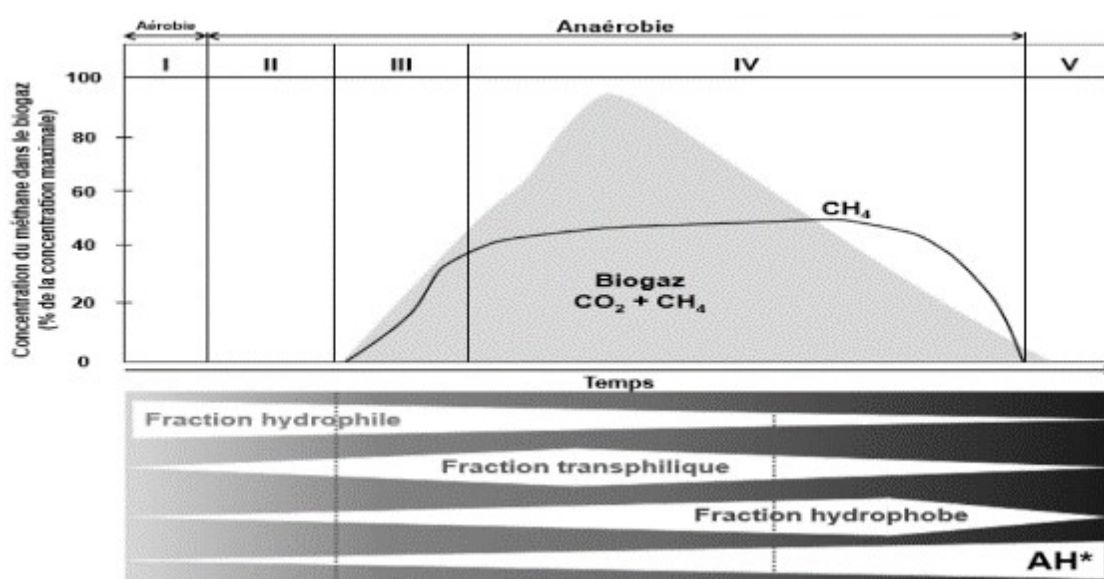


Figure 3: Relation entre les fractions organiques et la production méthanogène (Feuillade et *al.*, 2009)

La fraction transphillique (TPH*) est constituée de molécules ayant une polarité intermédiaire entre les molécules hydrophiles (HPI*) et hydrophobes (HPO*) (Labanowski et Feuillade, 2009). Le profil thermique ACD-TG, amène à considérer que cette fraction est composée de groupes carboxyliques, méthyles, méthylènes et de polysaccharides (Campanella et Tomassetti, 1990). Cette fraction semble être la fraction qui joue en faveur de la production d'un biogaz riche en méthane. Un accroissement de sa teneur dans un milieu de digestion améliore de façon significative la proportion en méthane. Baccot et *al.*, (2017) suite au doublement du ratio d'enrichissement en faveur de la fraction TPH* ($1\text{g COD fraction organique} \cdot \text{g}^{-1}\text{ COD lixiviat}$) a favorisé la production de méthane de l'ordre de +20,6%.

La fraction hydrophobe (HPO*) est composée de structures polymériques, aliphatiques, de tannins, de polyphénols, de polyphénols oxydés et de complexes lignocellulosiques (Provenzano et al., 2006 ; Said-Pullicino et al., 2007b). En digestion anaérobie cette fraction semble également favoriser la production d'un biogaz riche en méthane. Le doublement du ratio d'enrichissement en faveur de cette fraction HPO* entraîne une diminution de -2,7% du pourcentage de méthane (Baccot et al., 2017). Labouyrie-Rouiller, (1997) assimilent cette fraction aux résidus issus de la biodégradation de la cellulose et de la lignine ; cela expliquerait l'inhibition de la production en méthane dès lors que l'on augmente sa proportion dans un milieu de digestion.

La fraction humique (AH*) est préférée en amendement agricole plutôt qu'en digestion anaérobie.

I.3. Digestion anaérobie : aspects littéraires, biologiques et techniques

I.3.1. Aspects littéraires : intérêt de la digestion anaérobie

Aujourd'hui, avec les nouvelles données du développement durable, la méthanisation s'étend pour ses multiples avantages que sont (Chandra et al., 2012, Ueno et al., 2007) :

- la production d'énergie à partir de ressources renouvelables ;
- la réduction des émissions de gaz à effet de serre censés détruire la couche d'ozone ;
- la réduction des espaces consacrés à l'enfouissement des déchets et des volumes de déchets à enfouir ;
- la dépollution et l'assainissement des milieux.

A l'exception des substrats très ligneux, reconnus comme très réfractaires à la digestion anaérobie, la méthanisation peut s'appliquer à tous types de matériaux organiques comme :

- les effluents/déchets d'élevages (lisiers, fientes, fumiers, déchets d'abattoirs...) ;
- les déchets agroalimentaires (résidus ligno-cellulosiques, graisses, déchets de fruits) ;
- les déchets de collectivités (biodéchets, boues de STEP...) ;
- les cultures énergétiques (plante entière) ;

Suivant le type de substrat, la production en biogaz varie selon qu'il soit riche en MO organique facilement biodégradable. Les productions en biogaz des déchets animaux (fumier de bovin, soies de porc, matières stercoraires etc.) et de fruits (pulpes de carotte, pulpes d'oignon) sont indiquées (Figure 4). Ces divers substrats quel que soit leurs caractéristiques bio-physico-

chimiques subissent des phases identiques durant le processus de digestion anaérobie telles l'hydrolyse, l'acidogénèse, l'acétogénèse et la méthanogénèse en vue de leur conversion en gaz combustible, le biogaz.

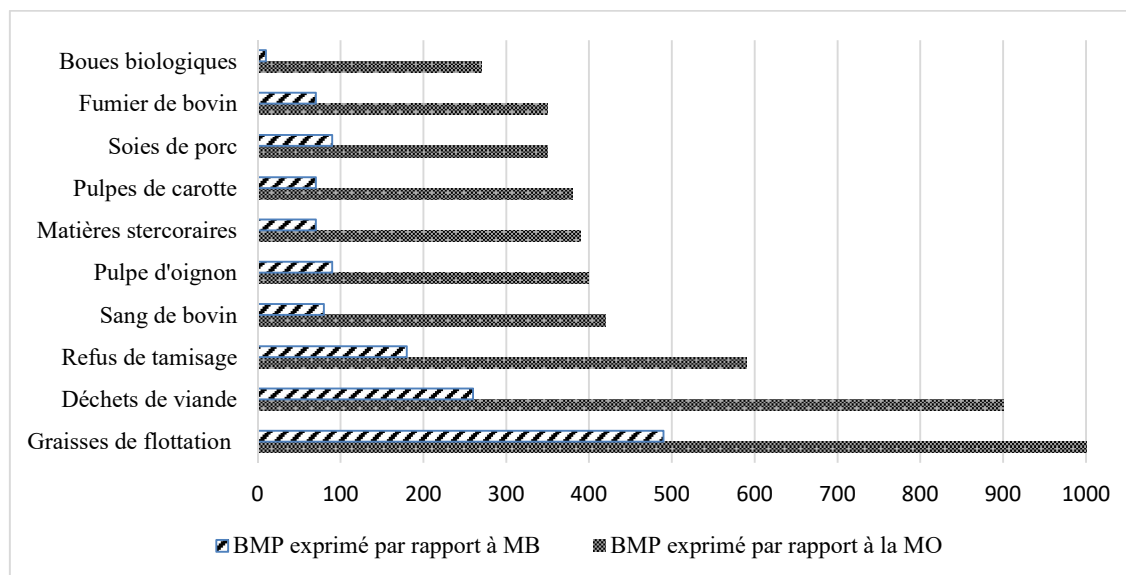


Figure 4 : Potentiel méthanogène de différents substrats méthanisables

I.3.2. Aspects biologiques

Les différentes étapes cataboliques (hydrolyse, acidogénèse, acétogénèse, méthanogénèse) conduisant à la mise en place du biogaz sont récapitulées Figure 5.

L'hydrolyse (I) est la première phase de conversion des substrats organiques en biogaz. Durant cette phase, les composés comme la cellulose, les protéines et les lipides sont hydrolysés en monomères (dont 34 % d'acides gras et 66 % de sucres simples et acides aminés) par des exoenzymes, les hydrolases produites par des bactéries anaérobies strictes et/ou facultatives (Christensen et Kjeldsen, 1989 ; Gerardi, 2003). Ces bactéries consomment ainsi l'oxygène dissous de l'eau pour réduire les composés organiques provoquant la baisse du potentiel redox (Eh). La dégradation du complexe lignine-cellulose est incomplète durant la phase d'hydrolyse (Deublein et Steinhauser, 2008) faisant de l'hydrolyse une des étapes limitantes du processus de la méthanogénèse. Le pH baisse par suite de la production d'acides gras volatiles et la charge organique augmente du fait de l'hydrobiosolubilisation des substrats (Figure 6). Durant l'acidogénèse (II), les monomères produits durant la phase d'hydrolyse sont dégradés par les bactéries anaérobies strictes et facultatives puis convertis en acides organiques de courtes chaînes (C_1 - C_5) tels que les acides acétique, butyrique, propionique, en alcools (éthanol,

glycérol ou méthanol), en gaz (H_2 , CO_2) et en cétones (Gerardi, 2003). La formation d'acides organiques est suivie d'une libération d'azote ammoniacal dans le cas d'une hydrolyse des protéines. Au cours de cette phase, l'augmentation de la pression partielle de l' H_2 , entraîne des chutes de production de méthane et de formation des composés réduits (ex : acétate). Le pH baisse davantage et la mobilisation des charges organique et métallique tend vers l'optimum (Figure 6). L'acidogénèse est généralement 30 à 40 fois plus rapide que l'hydrolyse (Chandra *et al.*, 2012).

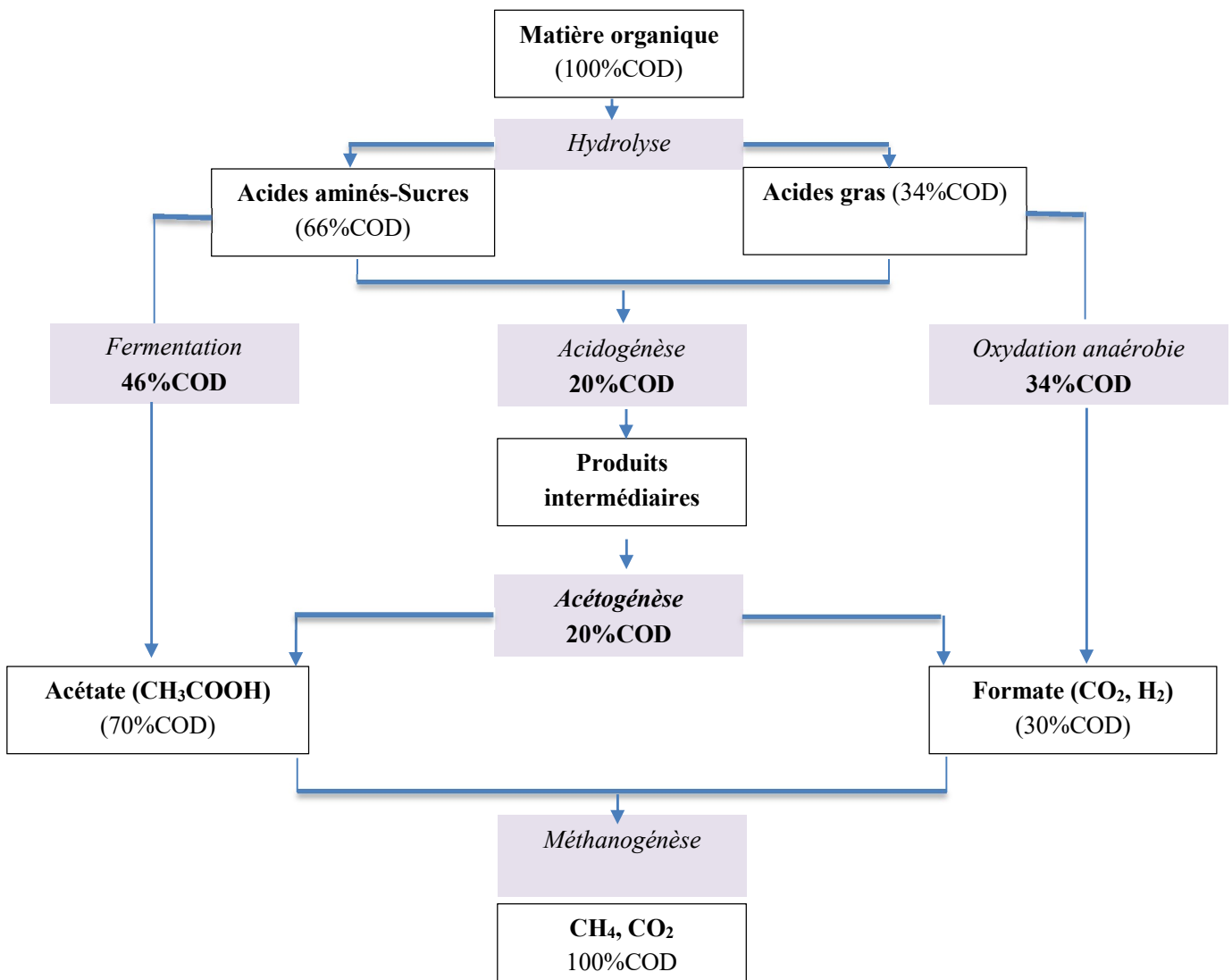


Figure 5: Différentes étapes de la digestion anaérobie et répartition de la fraction du carbone organique dissous (adapté de Lema *et al.*, 1988 et Williams, 1998)

Les produits de la phase d'acidogénèse servent de substrats pour les acétogènes. Cette phase, l'acétogénèse (III) est caractérisée par la constante réduction de l' H_2 et du CO_2 en acide acétique par les bactéries homoacétogènes. Durant cette phase, environ 70 % de la matière organique est dégradée en acétate. Les mobilisations organique et métallique atteignent leurs valeurs

optimales. Tout dysfonctionnement à ce niveau risque de se traduire par une accumulation d'hydrogène et d'AGV associée à une importante diminution de pH, entraînant l'inhibition de l'étape suivante, la méthanogenèse. Les bactéries acétogènes se subdivisent en deux grands groupes que sont les bactéries acétogènes productrices obligées d'hydrogène et les bactéries homo-acétogènes :

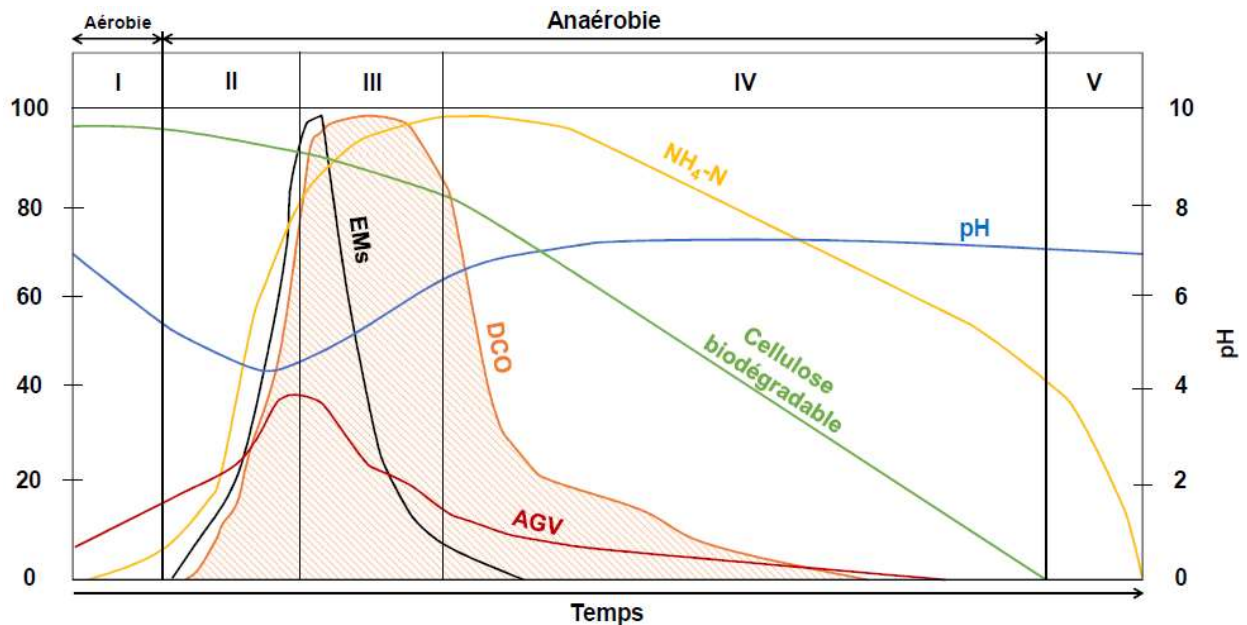


Figure 6: Evolution des paramètres physico-chimiques durant le processus de digestion anaérobie (adapté de Lema et al., 1988 et Williams, 1998)

Enfin, la phase à l'origine de la production du méthane, la méthanogenèse (IV) se déroule sous des conditions strictement anaérobies. Les bactéries méthanogènes peuvent être subdivisées en trois grands groupes ayant des rôles spécifiques.

- ✓ Les acétoclastes méthanogènes chargés de convertir l'acétate en CH₄ et en CO₂ ;
- ✓ Les hydrogenotrophes méthanogènes transforment l'H₂ et le CO₂ en CH₄ ;
- ✓ Les methylotrophes méthanogènes fabriquent l'ensemble CH₄ et CO₂ à partir du méthanol.

L'activité des bactéries permet d'éliminer l'hydrogène gazeux et de réguler la production d'AGV. En présence de sulfates dans un milieu très réducteur, les bactéries sulfato-réductrices transforment l'hydrogène en dioxyde de carbone et sulfure d'hydrogène (H₂S). L'H₂S ainsi produit a un effet néfaste sur les organismes méthanogènes en entrant en compétition pour la consommation des substrats tels que l'acide acétique, H₂ et CO₂. D'autres réactions peuvent également avoir lieu, faisant notamment intervenir l'azote. Celui-là serait à l'origine d'une production de l'ammoniaque aux effets similaires à l'H₂S entraînant la baisse de la charge

azotée. La charge en carbone également baisse du fait de la conversion du carbone en méthane et en dioxyde de carbone. Le pH se stabilise entre 6,5 et 7,5, gamme de pH favorable à une activité optimale des méthanogènes (Figure 6).

À l'issue de la phase de méthanisation, la fraction résiduelle (liquide ou solide) est du digestat. Ce digestat est utilisé en amendement agricole.

I.3.3. Aspects techniques : architecture générale et dimensionnement

I.3.3.1. Architecture générale

Les unités de méthanisation complètes se composent le plus souvent d'une préfosse, un digesteur, un post-digesteur, un gazomètre et une fosse de stockage des digestats (Figure 7).



Figure 7: Différents composants d'une installation de méthanisation

La préfosse sert de stockage des substrats. Elle est cylindrique ou rectangulaire en béton armé ou en acier. Cette unité concerne toutes les étapes et actions liées à la réception, au stockage et au prétraitement des matières premières qui vont entrer en méthanisation. Les paramètres à déterminer au niveau de la préfosse sont la quantité (volumes et tonnages) et la qualité (potentiels méthanogènes et compositions biochimiques des substrats) de la matière.

Le digesteur est le réacteur dans lequel se déroule la fermentation. C'est un réservoir généralement cylindrique en béton ou en acier inox. Il maintient un milieu favorable à la croissance des bactéries (absence d'oxygène, absence de lumière, température constante). Les matières y séjournent pendant 20 à 90 jours. Le digesteur doit être étanche aux gaz et aux liquides. Il peut être enterré ou hors sol. Les ajouts d'inoculum dans le digesteur peuvent lors du démarrage initial être effectués par apports successifs, à raison de 25% de la quantité prévue pour un volume proportionnel du digesteur, tous les 3 jours pendant les 6 premiers jours. Les 50% restants peuvent être ajoutés en 1 ou 2 apports, en proportion ou à la capacité utile du digesteur (Chanakya et al., 2005).

Le post-digesteur souvent isolé et éventuellement chauffé permet de terminer la digestion, et de récupérer la fraction de biogaz encore présente dans la matière digérée au niveau du digesteur. Cette production avoisine 20 % de la production totale en biogaz. Le post-digesteur est un

dispositif similaire au digesteur où se déroule la suite du processus de méthanisation et la récupération du biogaz.

Le Gazomètre est l'enceinte de stockage du biogaz. Le biogaz est en générale stocké à pression atmosphérique dans les parties supérieures des digesteurs ou dans des géomembranes fixées au-dessus des digesteurs. Il peut être également stocké séparément mais le coût d'une telle installation est élevé. La capacité de stockage étant très limitée, il convient d'utiliser ce biogaz au fur et à mesure qu'il est produit. Les premiers volumes de biogaz stockés dans le gazomètre doivent être vidés sans faire l'objet d'usage à cause des concentrations résiduelles d'oxygènes contenus dans le digesteur et dans le gazomètre pouvant engendrer des risques d'explosion.

La fosse de stockage du digestat en général couverte, elle est en béton. A ce niveau les digestats font l'objet d'échantillonnage et d'analyse juste avant l'épandage. Dans les pays en voie de développement les digestats sont stockés à l'air libre.

I.3.2.2. Bases de dimensionnement des unités de méthanisation

Le dimensionnement d'une installation de méthanisation dépend fortement de l'objectif visé, des moyens techniques et économiques, de l'environnement du milieu et de la législation du pays. Des modèles basés sur l'équilibre de masse, le transfert de masse et les cinétiques de Monod dans le cas de la méthanisation des effluents liquides, des boues activées, des lixiviats et des déjections animales existent (Lawrence et McCarty, 1969 ; Chen et Hashimoto, 1978 ; Lema et *al.*, 1988 ; Ishikawa et *al.*, 2005). D'autres modèles encore ont été développés pour le dimensionnement des digesteurs types batch chinois et Gobbar indien (Ortolani et *al.*, 1991 ; Florentino, 2003). Les principaux paramètres de dimensionnement sont :

- Volume utile et taux de charge organique : le volume utile est le plus souvent surestimé jusqu'à des valeurs de 50 %. Ce volume utile influe directement sur le taux de charge organique et inversement. Le volume utile est déterminé à partir du temps de rétention (TR) et du taux de charge organique (ORL) devant être compris entre 2 et 12 kg MO / m³/jour.

$$V_d = RT \times Q \quad \text{ou} \quad V_d = \frac{Q \times S_o}{ORL} \quad \text{Équation 1}$$

$\left\{ \begin{array}{l} V_d : \text{volume utile en } m^3 \\ RT : \text{temps de rétention en jour} \\ Q : \text{taux de charge volumique en } m^3/\text{jour} \\ S_o : \text{concentration du substrat en } m^3 \\ ORL : \text{charge organique (} m^3 / \text{jour)} \end{array} \right.$

- Temps de rétention : le temps de rétention intervient fortement dans le transfert d'un procédé à l'échelle industrielle en raison de son impact d'un point de vue technico-

économique. Ce paramètre varie proportionnellement avec le volume de digesteur. Un temps de rétention court permet la mise en place d'un digesteur de taille réduite, minimise les moyens financiers à déployer, et est d'une exploitation plus ou moins aisée (Yadvika et al., 2004). En milieu tropical (température élevée), il varie entre 20 et 50 jours. Cette variation est attribuable au taux de MS des substrats et de la température de digestion. Un substrat présentant un taux de MS élevé sera moins vite dégradé. Couplé à une basse température, le TR sera plus long.

- Production journalière de biogaz (G) : la production journalière du biogaz est déterminée sur la base de la production spécifique du biogaz par un substrat donné (G_y) et du taux de charge ou quantité (kg) d'apport journalière de ce substrat dans le digesteur (Q).

$$G = G_y \times Q \quad \text{Equation 2} \quad \left\{ \begin{array}{l} G \text{ en } m^3/\text{jour} \\ G_y \text{ en } m^3/\text{kg} \\ Q \text{ en } \text{kg}/\text{jour} \end{array} \right.$$

- Volume du gazomètre (V_g) : le gazomètre doit être conçu en prenant fortement en compte les pics de production de biogaz durant le processus de méthanisation (V_{g1}) et de l'accumulation du biogaz durant les périodes de non utilisation intense du biogaz (V_{g2}) afin d'éviter toute rupture du gazomètre ou d'agitation excessive de substrats par les forces générées par ce biogaz. Ainsi, le volume du gazomètre est déterminé comme suit :

$$V_g = (1,15 \pm 0,5) \times \max(V_{g1}, V_{g2}) \quad \text{Equation 3}$$

Avec $V_{g1} = g_{c_{\max}} \times t_{c_{\max}}$ et $V_{g2} = G_h \times t_{z_{\max}}$

$$\left\{ \begin{array}{l} g_{c_{\max}} : \text{le volume de biogaz exprimé en } m^3 \\ t_{c_{\max}} : \text{la durée de consommation maximale exprimé en heure} \\ G_h : \text{le volume de biogaz produit par heure exprimé en } m^3/\text{heure} \\ t_{z_{\max}} : \text{le temps de zéro consommation exprimé en heure} \end{array} \right.$$

- Ratio volume de digesteur (Vd) /volume de gazomètre (Vg) : Le ratio du volume du digesteur sur le volume du gazomètre varie entre 3/1 à 10 /1. Dans la littérature, des ratios de 5/1 et 6/1 sont plus rencontrés.

L'ensemble des différentes étapes de la digestion anaérobie aboutissent à la minéralisation de la matière organique et sa transformation en molécules permettant la production du méthane. La part refractaire constituera du produit organique valorisable en agriculture. En pratique, la distinction entre les différentes phases n'est pas aisée afin de repérer la fin du processus. Le suivi du processus est possible grâce à l'évolution i) des paramètres bio-physico-chimiques comme le pH, la charge organique azotée et carbonée, et ii) un dimensionnement adéquat des unités de méthanisation.

I.4. Produits de la digestion anaérobie : Caractéristiques-Traitements - Valorisations

I.4.1. Fraction gazeuse du processus de DA ou biogaz

Un des intérêts de la digestion anaérobie réside dans le biogaz produit. Ce biogaz est essentiellement composé de la forme la plus réduite du carbone, le méthane et de la forme la plus oxydée du carbone, le CO_2 . Ensuite viennent le sulfure d'hydrogène (H_2S), le diazote (N_2), voire le dihydrogène (H_2), les éléments métalliques et les composés volatils.

La teneur en méthane (CH_4) dans le biogaz peut varier de 50 à 80 %. Le méthane est le seul composé du biogaz qui soit énergétiquement intéressant et le pouvoir calorifique du mélange dépend uniquement de la pression partielle en méthane. Du méthane pur, présente un pouvoir calorifique de l'ordre de $35,85 \text{ MJ/Nm}^3$, et pour un biogaz contenant 55% de CH_4 , le pouvoir est de $21,5 \text{ MJ/Nm}^3$ (Murphy et Keogh., 2004 ; Verchin et Marchais, 2010). Les concentrations en méthane, en dioxyde de carbone et en sulfure d'hydrogène varient d'un substrat à un autre (Aubry, 2010 ; Abderezzak et *al.*, 2012) (Tableau VI).

Tableau VI: Composition du biogaz de divers substrats

| Substrats | CH_4 (%) | CO_2 (%) | H_2O (%) | H_2S (%) |
|---------------------------|------------|------------|------------|------------|
| Déchets ménagers | 55-60 | 40-45 | | 0-0,5 |
| Boues urbaines | 60-65 | 35-40 | | 0-1 |
| Effluents industriels | 55-75 | 25-45 | 2- 7 | 0-1 |
| Déchets agro-alimentaires | 60-70 | 30-40 | | 0-0,5 |
| Déchets agricoles | 50-55 | 45-50 | | 0-1 |
| Biogaz des ISDND | 40-50 | 25-40 | | 0-0,5 |

L'élimination des différents composés qui accompagnent le méthane dépend de l'utilisation faite du biogaz et cible l'eau, le CO_2 et le H_2S (Gaikwad et Katti, 2015). L'élimination de l'eau peut se faire par condensation. La condensation est faite en réfrigération plus poussée au moyen d'une source froide naturelle (cuve, source) ou artificielle (réfrigérateur, réactions chimiques...). Une autre alternative est d'assécher chimiquement le gaz par barbotage dans le glycol ($C_2H_6O_2$) ou par passage dans une colonne sèche remplie de chlorure de calcium ($CaCl_2$) en produisant de l'acide chlorhydrique et de la chaux éteinte. L'élimination de l'eau peut se faire également par passage du biogaz à travers des cristaux de gel de silice (Gaikwad et Katti,

2015). L'élimination du dioxyde de carbone se fait par lavage du gaz à l'eau en partant du fait que le gaz carbonique est très soluble ($878 \text{ m}^3 / \text{L}$ à 20°C) alors que le méthane l'est très peu. Le CO_2 peut aussi être piégé à l'aide de la chaux ou chaux éteinte ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) pour former de la calcite insoluble dans l'eau. En cas d'excès, la calcite peut se re-solubiliser. La désulfuration se fait par passage du biogaz à travers une masse ferrugineuse (hydroxyde de fer). Une fois saturée, le H_2S peut être éliminé de la masse ferrugineuse par exposition à l'air, cela suscite le départ de H_2S sous la forme de Soufre.

Le biogaz sert à la production d'électricité, de la chaleur, de gaz de cuisine et de biocarburant (Figure 8).

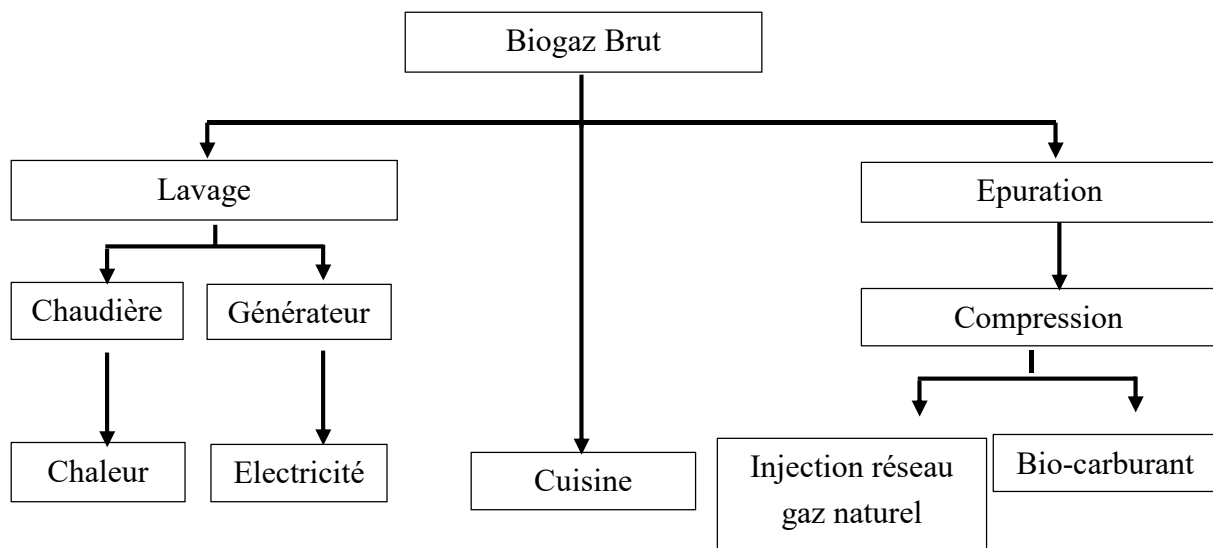


Figure 8: Différentes voies de valorisations du biogaz

Dans les PED et en Asie, le biogaz produit sert principalement à la cuisson dans les ménages. La chaleur produite sert essentiellement à la cuisson des aliments et la production d'électricité de façon séparée. Le volume de biogaz utilisé pour la cuisson varie selon les caractéristiques des instruments de cuisson entre $0,22$ et $1,1 \text{ m}^3$ par heure. Les lampes destinées à l'éclairage consomment $0,07$ à $0,14 \text{ m}^3$ de biogaz/heure. Dans les pays développés des applications plus avancées au sujet du biogaz sont mises au point. Ces applications consistent en la transformation du biogaz dans la production de l'électricité, de la chaleur, de l'eau chaude, des vapeurs et du bio-méthane. La cogénération est la production simultanée de l'électricité et de la chaleur. Cela consiste à brûler le biogaz dans un moteur thermique pour produire de

l'électricité et en parallèle de la chaleur est dégagée. Le rendement de l'ensemble avoisine 85 % (35 % pour l'électricité et 50 % pour la chaleur). De plus, des nouvelles techniques sont mises en place pour la purification du biogaz. Ces techniques permettent d'obtenir un biogaz, le biométhane qui contient en général plus de 95 % en méthane. Ainsi, il est utilisé comme du carburant ou du gaz naturel après une série de traitements complémentaires. Enfin, le biogaz peut être conditionné car il ne se liquéfie pas sous pression à la température ambiante. La température et la pression critiques sont respectivement de $-82,5^{\circ}\text{C}$ et 47,5 bars (Nallamotheu et *al.*, 2013). Le biogaz peut être compressé de 5 à 150 bars dans les cylindres conventionnels utilisés pour l'embouteillage des gaz butane et propane. Des systèmes de compression tri-étage permettent de compresser le biogaz à des pressions de 20000 kPa (Ilyas, 2006).

I.4.2. Fraction solide du processus de DA ou digestats

I.4.2.1. Digestat : définition, rôles, enjeux et caractéristiques

Le digestat se définit comme la fraction qui demeure visible après le processus de digestion anaérobie. Il se compose d'une fraction solide et d'une fraction liquide quel que soit le procédé mis en œuvre et représente entre 70 à 90 % de l'intrant (substrat d'entrée) en fonction de sa teneur en matière sèche et de sa biodégradabilité. Le type d'intrant et le procédé de digestion exercent une influence déterminante sur les caractéristiques des digestats (Albuquerque et *al.*, 2012a).

Le rôle du digestat est appréhendé *via* les teneurs en MO et nutriments. La MO est un composant essentiel des sols et permet de distinguer un sol minéral d'un sol organique. De nombreux sols agricoles présentent des bilans négatifs vis-à-vis de ce composant. Cela justifie l'intérêt d'un apport de MO exogène riche en éléments fertilisants. En effet, la MO accroît la stabilité des agrégats, qui lui-même est corrélé à la porosité, la capacité d'infiltration et la résistance à l'érosion. Elle contribue à augmenter l'humidité et la teneur en cations (Alvarez et *al.*, 1998). La matière organique a la capacité de complexer et d'immobiliser les micropolluants organiques, les pesticides et les éléments métalliques en formant des chélates (Robert, 1996). Une étude du Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le développement (CIRAD) confirme que l'application continue de produits organiques améliore les caractéristiques des sols; le pH augmente de 0,55 unité, la teneur en carbone organique et en azote d'un facteur 1,6 et 2 respectivement, avec comme conséquence une meilleure capacité d'échange cationique (Husson, 2013).

L'épandage sur sols agricoles des digestats constitue aujourd'hui la voie la plus connue de valorisation des digestats. Cependant trois enjeux principaux appellent à la réticence vis-à-vis de cette forme de valorisation des digestats :

- enjeu social : elle est liée à la crise ayant touché le monde agricole dans les années 90. L'être a ainsi développé une réticence vis-à-vis des digestats malgré les garanties d'innocuité (Lupton, 2000) ;
- aspect toxicologique et microbiologique : ce risque est lié à la présence de pathogènes et d'éléments toxiques sources de maladies aiguës ou chroniques ;
- enjeu technique : la diversité des digestats en fonction de leur origine, des conditions de traitement et de stockage induit des hétérogénéités affectant la biodisponibilité des éléments nutritifs que l'on souhaite ajuster dans le sol.

Au vu de ses enjeux, il convient de porter un regard sur les caractéristiques chimiques, toxicologiques et physiques des digestats en vue d'appréhender les risques liés à leur épandage, d'évaluer la part biodisponible des éléments nutritifs et les traitements qui peuvent réduire considérablement les pathogènes. Le Tableau VII présente les caractéristiques de quelques digestats montrant des variations considérables au sein d'un même type de digestat. Malgré cette importante variation, un digestat présente un pH et une teneur en ammonium plus élevés et un C/N plus faible comparativement à son substrat.

Tableau VII: Caractéristiques agronomiques des digestats (ADEME/RITTMO, 2011)

| Types de digestats | pH | C/N | % MS | g.kg ⁻¹ MS | | | |
|------------------------------------|------------|-------------|-------------|-----------------------|-------------------|-------------|-------------|
| | | | | NTK | N-NH ₄ | P | K |
| Déjections animales (DA) | 8 | 5,9 | 11,5 | 68 | 39 | 12 | 42,5 |
| | (7-9) | (4-7) | (1-42) | (20-160) | (1-120) | (1-50) | (3-110) |
| Boues urbaines | 8,7 | 26 | - | 55 | 6 | 21,2 | 3 |
| | (7-13) | (2-87) | | (4-22) | (0,5-37) | (2,9-55) | (0,2-21) |
| DA+ Sous-produits animaux | 7,6 | - | 13,5 | 58 | 40 | 9,4 | 19,4 |
| | (7-8) | | (4-27) | (20-94) | (23-53) | (5-18) | (5-71) |
| Déchets verts+Biodéchets | 7,8 | 18 | 26,5 | 24 | 7 | 4,4 | 16 |
| | (7-8) | (5-33) | (4-54) | (8-56) | (0-31) | (2-7,5) | (5-41) |
| Industries agroalimentaires | 7,7 | 10,1 | 18,3 | 52 | 26 | 12,4 | 20 |
| | (3-13) | (5-17) | (249) | (8-172) | (0,4-129) | (0,9-40) | (0,2-103) |
| Lisier/Fumier de bovins | 7,7 | 16,4 | 16,7 | 16 | 13 | 11,9 | 35 |
| | (6-9) | (3-34) | (4-34) | (1-65) | (0,2-32) | (2-25) | (10-81) |
| Lisier/Fumier de porcins | 7,7 | 2,1 | 8 | 75 | 35 | 20,2 | 145 |
| | (6-10) | (0,3-4) | (1-42) | (1-240) | (0,1-166) | (0,8-42) | (134-155) |

I.4.2.2. Traitements des digestats

Les digestats font l'objet de nombreux traitements subdivisés en deux catégories :

- Les traitements peu onéreux, très appliqués et adaptés à la situation des pays tropicaux : la séparation de phase, le séchage et le compostage (Moller et Muller, 2012) ;
- Les traitements coûteux dont la mise en œuvre reste fonction de la maturité du procédé de digestion et de la réglementation : la granulation, la déshydratation et l'extraction d'azote.

La séparation de phase est un traitement qui permet de séparer la fraction liquide de la fraction solide. Elle favorise une répartition spatiale de l'azote et du phosphore. L'azote et le potassium sont concentrés dans la fraction liquide contrairement au phosphore et au carbone retrouvés majoritairement dans la fraction solide (Mantovi et *al.*, 2010). Ainsi la fraction liquide s'apparente à un engrais minéral dont les caractéristiques sont similaires au lisier de porc (Le Bihan et *al.*, 2013).

Le séchage constitue un traitement simple et non coûteux du digestat semi-solide en région tropicale parce qu'il se fait naturellement. Dans les régions tempérées, le séchage thermique se substitue au séchage naturel. Le séchage thermique réalisé en aval d'une séparation mécanique est appliqué sur phase solide en vue d'évacuer l'eau résiduelle présente dans le digestat. La fraction séchée du digestat, constitue une source d'amendement, de litière, ou de combustible. Cependant quelque soit le séchage, naturel ou thermique, une volatilisation de l'ammonium est observée diminuant la valeur nutritive du digestat.

Le compostage est un procédé de transformation biologique qui a pour but la stabilisation aérobie du carbone récalcitrant de la fraction solide du digestat et l'élimination d'un maximum de micro-organismes pathogènes (Bustamante et *al.*, 2012 ; Tran et Palenzuela Rollon, 2012). Deux principaux phénomènes se succèdent dans un processus de compostage. Le premier est une dégradation aérobie intense qui porte les résidus de l'état frais à une haute température (50 à 70 °C) sous l'action de bactéries. Les pathogènes, parasites et semences de mauvaises herbes sont ainsi détruits, les mauvaises odeurs s'échappent, la décomposition du substrat s'accélère. Le second phénomène transforme le compost frais en un compost mûr grâce aux champignons, caractérisé par une biosynthèse accrue de composés humiques. Elle se déroule à une température de l'ordre de 35 à 45 °C.

En effet, la fraction solide du digestat extraite des unités de méthanisation n'est pas conforme à la réglementation en vigueur pour l'application sur sols agricoles (Bustamante et *al.*, 2012). D'où la nécessité de subir un post traitement tel le compostage ou une aération forcée (Teglia

et *al.*, 2011). Les ratios de mélange digestat humide/déchets secs couramment utilisés sont 1 :3 ou 1 :4 pour favoriser une hydiénisation efficace. Le compost issu du procédé est un produit facilement exportable, utilisable comme amendement, qui ne contient presque plus d'azote minéral.

La Figure 9 illustre les voies courantes traitement ou valorisation des digestats brutes.

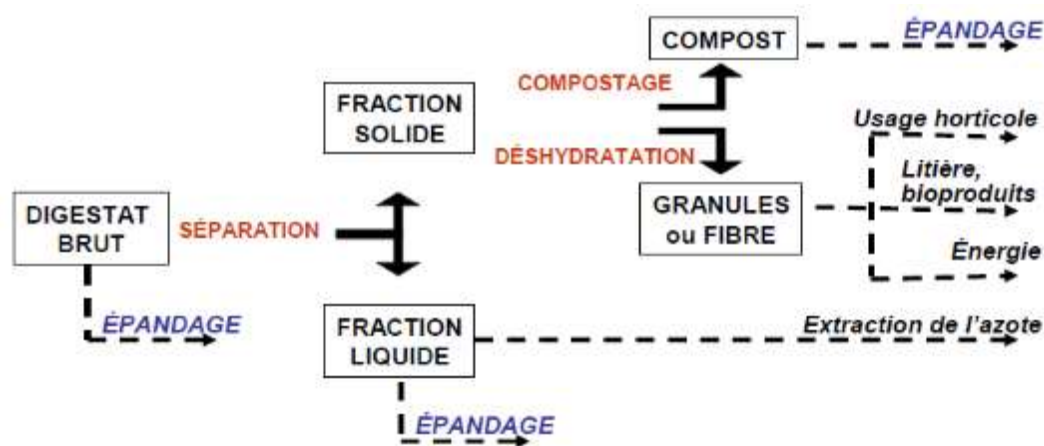


Figure 9: Synoptique des différentes voies de traitements ou valorisations du digestat (AGRINOVA, 2013)

I.4.2.3. Valorisation des digestats

La valorisation du digestat requiert un contrôle de sa qualité et de son efficacité. La qualité regroupe les paramètres tels l'innocuité, la présence d'éléments nutritifs et la stabilité ou biodégradabilité. L'efficacité désigne la valeur fertilisante de la fraction liquide et la valeur d'amendement de la fraction solide.

80 à 97 % des digestats produits en Europe sont utilisés en agriculture (Saveyn et Eder, 2014). En Italie, les digestats issus des substrats agricoles sont valorisés (épandage) sans traitement préalable. Au Pays Bas le compostage des digestats est exigé avant toute forme de valorisation agricole. L'Allemagne et la Suède, leaders des procédés de digestion anaérobie en Europe valorisent respectivement 94 % et 97 % des digestats sans post-traitement. Ainsi, les digestats suivant leurs caractéristiques font l'objet d'épandage sans traitement ou subissent un traitement par stabilisation aérobie avec modification éventuelle de pH, en vue de la restauration de la fertilité des sols. Il peut également subir des opérations de maturation aérobie pour être utilisé comme du compost ou encore faire l'objet de production de lombri-compost (Chanakya et *al.*, 2007). Les doses d'amendement du digestat solide recommandées pour l'épandage sont de 10 tonnes par hectare ou 5 tonnes par hectare respectivement pour un digestat humide ou un digestat séché. Selon Pivato et *al.*, (2016), les doses d'amendement de digestat utilisés par les

agriculteurs varient de 30 à 60 tonnes par hectare par an suivant les types de culture, les caractéristiques du sol et les limites d'épandage de la forme azotée. Les réglementations en Europe sur la dose de digestat à utiliser en agriculture repose sur les teneurs en azote et phosphore. En Finlande, par exemple les limites d'amendement sur les cultures céréalières sont fixées à 170 kg N_{org}.ha⁻¹, 130 à 250 kg N_{soluble}.ha⁻¹ et 4 à 52 kg P.ha⁻¹ en fonction du type de culture, du rendement, de la localisation géographique et des caractéristiques du sol (Tampio et al., 2016).

Des études comparatives entre les digestats et l'engrais minéral en amendement des sols montrent des effets et des rendements similaires (Riva et al., 2016). D'autres auteurs rapportent l'amélioration du taux de germination et la croissance des plantes avec les digestats (Maunuksela et al., 2012). Selon Tombone et al. (2010), le digestat aurait la même efficacité que le compost.

La fraction solide du digestat peut aussi être utilisée comme litière dans l'élevage après maturation en tas ou compostage (Alexander, 2012).

I.4.3. Fraction liquide du processus de DA ou lixiviat

Au sein des installations de digestion anaérobie, la genèse du lixiviat s'effectue suivant des processus biologique et physico-chimique complexes simultanément aérobie et anaérobie. Les composés rapidement solubles sont transférés vers la phase liquide qui se charge bactériologiquement et chimiquement de substances minérales et organiques. Le lixiviat se compose ainsi d'un mélange de matière organique et inorganique, des éléments métalliques et des micro-organismes pathogènes et non pathogènes (Koshy et al., 2007).

La caractéristique principale de la fraction liquide est sa teneur en potassium et surtout en azote. L'azote ammoniacal est la fraction de l'azote absorbable par les plantes. A des doses identiques, certains chercheurs ont révélé que l'efficacité des digestats liquides était similaire et parfois supérieure à celle des engrais minéraux (Ortenblad, 2000 ; Kapuinen et Regina, 2010 ; Tilvikienne et al., 2010 ; Odlare et al., 2011) et des lisiers de porcs (Loria et al., 2007 ; Chantigny et al., 2008 ; Gagnon et al., 2012). Cependant, des chutes de la productivité ont été soulignées.

Certaines études révèlent que la fraction liquide du digestat posséderait des propriétés comparables à celles des insecticides/pesticides et peut servir de ce fait à la lutte contre les insectes ravageurs des cultures annuelles (Chanakya et al., 2007). Elle est aussi utilisée pour le traitement des semences en vue de l'augmentation de leur pouvoir germinateur, leur résistance

aux maladies, l'augmentation du rendement, l'amélioration de la coloration, la saveur et la douceur des fruits. Au-delà de ces propriétés que possède la fraction liquide, elle peut également être utilisée comme des sources de nutriments en aquaculture. Toutefois les teneurs élevées en ammonium et en phosphore peuvent avoir des effets nocifs sur les feuilles des végétaux et les poissons. D'où la nécessité de diluer dans le cas échéant la fraction liquide dans un ratio fraction liquide/eau de 1 : 1,5 ou 1 : 2.

La fraction liquide du digestat peut servir d'inoculum en digestion anaérobie (Shahriari et *al.*, 2012). Cependant, il est recommandé que le volume de recirculation n'excède pas 50% du volume de la fraction liquide du digesteur afin de maintenir stable la production du méthane (Shahriari et *al.*, 2012).

I.5. Environnement réactionnel des technologies de méthanisation

I.5.1. Procédés de méthanisation

La classification des procédés de digestion anaérobie se base sur trois paramètres que sont la teneur en matière sèche, la température et les modes d'alimentation/extraction des substrats (Marcato, 2007).

I.5.1.1. Teneur en matière sèche

Suivant la teneur en matière sèche, on distingue deux procédés :

- *Procédés à voie humide* pour lesquels le pourcentage de matière sèche est inférieur à 15%. Ces procédés sont adaptés pour le traitement des déchets liquides (lisiers, boues, eaux usées). Dans le cas des déchets solides, ils doivent faire l'objet de dilution.
- *Procédés à voie sèche* où le pourcentage de matière sèche est compris entre 15 % et 40 %. Ils sont adaptés pour la méthanisation des déchets solides et plus spécifiquement des déchets agricoles.

I.5.1.2. Température de digestion

Suivant la température de digestion, on distingue trois procédés :

- *Digestion psychrophile* : ce type de procédé s'opère à des températures inférieures à 20°C. Le temps de séjour moyen est d'environ 70 jours.
- *Digestion mésophile* : il s'agit ici du procédé le plus utilisé au monde. Il s'opère à des températures comprises entre 25 et 40 °C avec pour optimum 37 °C. Le temps de séjour moyen est d'environ 21 jours.

- *Digestion thermophile* : ce procédé se déroule à des températures comprises entre 50 et 60 °C avec pour optimum 55 °C. Le temps de séjour moyen est d'environ 10 à 15 jours. Il est majoritairement mis en œuvre dans les pays développés.

I.5.1.3. Modes de circulation des substrats

Suivant le mode de circulation des substrats, on distingue quatre procédés :

- *Procédés continus* : l'introduction et l'extraction des substrats se font de façon continue. La quantité de substrat introduit est équivalente à la quantité de substrat extraite. La maintenance est facile. Ces procédés sont les plus utilisés au monde.
- *Procédés discontinus ou procédés batch* : l'extraction des substrats ne se fait que lorsque la digestion est complète où dès lors que le taux de production de biogaz devient nul ou décroît après une phase de production exponentielle puis constante. Ils sont plus adaptés pour les pays en voie de développement où le coût de la main d'œuvre est faible.
- *Procédés sémi-continus* : le digesteur est progressivement rempli par des charges successives convenablement réparties dans le temps. L'extraction est réalisée lorsque le volume utile du digesteur est atteint et que la production de biogaz n'est plus suffisante.
- *Procédés multi-étages* : les différentes étapes de la digestion (hydrolyse, acidogénèse, acétogénèse et méthanogénèse) se réalisent séparément.

I.5.2. Technologies de digestion existantes

I.5.2.1. Macro-technologies

De nombreuses macro-technologies existent, un regard est porté sur les procédés Valorga, Kompogas, Bekon, Dranco, Linde, Transpaille, Archae et Eisenmann/Schmack décrits Tableau VIII. Le Tableau IX met en lumière les différences entre la méthanisation voie sèche et la méthanisation voie liquide.

I.5.2.2. Micro-technologies

La majorité des micro-technologies sont d'origine asiatique. Les caractéristiques principales de ces modèles sont leur simplicité couplée à leurs dimensions réduites ne nécessitant ni chauffage ni brassage de substrat. Ce sont des technologies à voies humides généralement composées de trois unités que sont i) les fosses d'alimentation/extraction de substrat, ii) le cœur du digesteur et iii) l'unité de stockage de biogaz généralement incorporée au digesteur. Ces modèles peuvent être regroupés en quatre procédés suivant le mode de stockage du biogaz et de circulation des substrats présenté Tableau X.

Tableau VIII: Etude comparée de quelques macro-technologies de digestion anaérobie (Wawrzyniak et Viard, 2007)

| | THP | Linde | Kompogas | Dranco | Valorga | Bekon | Archae | Eisenmann/Schmack |
|----------------------------|---|--|--|---------------------------|---|---|------------------------|---|
| Pays | Norvège, 1995 | Allemagne, 1985 | Suisse, 1980 | Norvège | France, 1980 | Allemagne, 2003 | - | - |
| Procédé | Phase humide | Phases humide / sèche | Phases sèche et infiniment mélangé | | | Phase sèche | | |
| Capacité (m ³) | | 900 et 1600 | 1200 | 1200 | 1300 | 900 | | |
| Nombre d'étape | Multi | 1 | 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1 |
| Circulation substrats | Discontinu | Continu | Continu | Continu | Continu | Discontinu | Continu | Continu |
| Configuration | | Horizontal | Horizontal | Verticla | Vertical | Horizontal | | |
| Température | Mesophile | Thermophile ou mésophile | Thermophile | Thermophile ou mésophile | | Mésophile | Mésophile/ Thermophile | Digesteur horizontal : 40 - 55°C ; Infiniment mélangé:40°C |
| Chargement | - | 6-8 kg _{MV} /m ³ /jr | 6000kg _{MS} /m ³ /jr | 7 kg/m ³ /jr | - | - | - | - |
| Taux MS (%) | 10 | 15 - 45 | 25 - 35 | 45 - 50 | 30 | 50 | 40 | 32-35 |
| Temps de séjour (jours) | | 20 | 15 à 20 | 15 à 30 | 30 | 28 – 40 | 20-30 | 15-20 |
| Quantité et qualité biogaz | 125Nm ³ /tonne, CH ₄ : 65 % | 100Nm ³ /tonne | CH ₄ : 60 % | 150Nm ³ /tonne | 120Nm ³ /tonne, CH ₄ : 55 % | 125Nm ³ /tonne, CH ₄ : 80 % | | |

Tableau VIII: Etude comparée de quelques macro-technologies de digestion anaérobie (Wawrzyniak et Viard, 2007) (suite et fin)

| | THP | Linde | Kompogas | Dranco | Valorga | Bekon | Archae | Eisenmann/Schmack |
|---------------------------|--|--|--|------------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--|---|
| Prétraitement | Hydrolyse thermique (50 puis 97 puis 170 °C, 6 bars) | Ameublissement et compostage (45-50°C) substrat | Calibrage et préchauffage (55 °C) | Calibrage et chauffe avec digestat | Calibrage | Inoculation avec digestat | | Broyage |
| Alimentation | Automatisée | Continue par vis sans fin | Continue / piston | Automatisée | Automatisée | Batch | | Automatisée |
| Durée pré-compostage (jr) | Quelques heures | 2 - 3 | 2 - 3 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Injection liquide | Recirculation vapeur | Lixiviats de centrifugation/pressage du digestat | | Recirculation du digestat | | Inoculation avec percolat | | Recirculation digestat, circulation eau chaude |
| Avancée matière | Système piston | Système piston | | Gravité | Système piston | Mode batch | Système d'agitation sur axe horizontal | Système d'agitation sur axe horizontal ou Pâles transversales |
| Brassage du substrat | Injection biogaz | Grâce aux axes perpendiculaires à la progression | Pâles transversales au sens de progression | Néant | Injection biogaz | - | - | - |
| Equipement du digesteur | Chauffage parois | Chauffage parois | Chauffage parois | - | - | Chauffage parois | | Paroi chauffantes |
| Traitements digestats | Déshydratation et compostage | Déshydratation et compostage | Déshydratation et 42 jours de compostage | Compostage du digestat séché | Séchage, stabilisation et raffinage | Compostage 0-42 jours | - | - |

Tableau IX: Etude comparée de la méthanisation voie sèche et la méthanisation voie liquide (Wawrzyniak et Viard, 2007)

| CRITERES | PARAMÈTRES | VOIE SÈCHE | VOIE LIQUIDE |
|--------------|--|--|---|
| INSTALLATION | Taille des installations | Traitement minimum de 10 à 15 000 t de déchets par an. Fraction Fermentescible des Ordures Ménagères | Traitement de plus de 2 000 t de matière par an |
| | Maturité | Peu d'expériences (mais en forte croissance) | Plus de 25 ans d'expériences |
| TECHNOLOGIE | Type de matière | Matières solides. | Matières liquides et Matières solides dilués |
| | Consommation en eau | Uniquement en phase de démarrage. Pour les besoins du process, utilisation du percolât | Consommation d'eau en cas de digestion de matière sèche |
| | Présence de composés inertes dans la ration | Pas d'impact négatif en système discontinu Accumulation en fond de cuve en système continu | Accumulation au fond de digesteur Dommages sur les pompes, brasseurs |
| | Flottation | Apparition de court-circuit dans les flux entraînant la matière à dégrader trop rapidement vers la sortie. | Eventuelles flottations évités par une gestion appropriée du brassage au sein du digesteur. |
| | Stabilité du process | Une ration non équilibrée conduit à un défaut de production qui peut être rapidement pris en charge sans compromettre le fonctionnement de l'ensemble de l'installation. | Une ration « non équilibrée » peut provoquer des problèmes d'acidose et entraîner l'arrêt de l'installation. Dans ce cas, c'est l'ensemble de l'installation qui est mise en arrêt. Le temps de vidange et redémarrage peut prendre 2 à 3 mois. |
| | Temps de rétention | Temps de rétention complet fonction du temps de rétention par cycle de fermentation et du ratio matière fraîche/matière digérée. <ul style="list-style-type: none"> - 60 jours pour une ration de 50/50 et un cycle de fermentation 30 jours - 120 jours pour une ration de 25/75 et un cycle de fermentation de 30 jours | Temps de séjour : 30 et 80 jours suivant la composition de la matière |

Tableau X: Etude comparée de quelques micro-technologies de digestion anaérobie

| | Fixed dome digester | Floating dome digester | | | Plug flow digester ou Bag digester | | Digesteurs portables |
|--|--|---|---|----------------------------------|--|---|---|
| | Chinois/SNV | Gobar indien | Puxin | ARTI | Plastic bag digester | 3-zones plug flow/plug flow | Digesteurs préfabriqués |
| Origine/année | Chine, X ^e siècle | Inde, 1956 | Chine, 2000 | Inde, 1996 | Taiwane, 1960 | Inde | Chine, 1980 |
| Nombre d'unités | 27 millions | 5 millions | - | - | - | - | - |
| Configuration | Cylindrique, Béton Unités de 6 et 10 m ³ | Cylindrique, Sémi-sphérique, Béton ou briques | Cylindrique, Béton, Unités de 6, 10, 50 et 100 m ³ | PEHD (utilisation de polytaanks) | Cylindrique, PVC ou mélange bauxite et aluminium | Horizontale, Brique + béton armé + bâche souple | Cylindrique, verticale en PVC, PEHD, Verre, Unité de 6 m ³ |
| Substrat admis et taux MS | Déchets d'élevage, MS= 10 % | Bouses de vaches MS= 9 % | Effluents, paille, déchets élevage et alimenatire | Déchets de cuisine et de fruits | Lisiers de porc | Liquide, solide, substrats ligno-cellulosique | Déchets d'élevage et alimentaires /cuisine |
| Gazomètre | Dôme fixe | Cloche mobile en métal | Cloche mobile en fibre de verre | PEHD | Interne fixe | Bache/Dôme fixe | Dôme fixe |
| Débit (m³ biogaz/m³ digesteur/jr) | Variable 0,1 - 0,4 | Constante 0,65 - 0,8 | Constante 0,4 - 0,5 | Variable 250 g/kgMS | Variable - 0,6 | Moyenne 0,25 - 0,6 Moyenne ≈ 0,26- | - |
| Mode de circulation des substrats | Continu et Discontinu | Continu et Discontinu | Continu et Discontinu | Continu et Discontinu | - | Semi-continu | Continu et Discontinu |
| Durée construction | Mois | Mois | Quelques jours | 1 – 2 heures | 1 – 2 heures | Mois | Heures - jours |

Tableau X : Etude comparée de quelques micro-technologies de digestion anaérobie (suite et fin)

| | Fixed dome digester | Floating dome digester | | | Plug flow digester ou Bag digester | | Digesteurs portables |
|--|---|--|--|--|---|---|-------------------------|
| | Chinois/SNV | Gobar indien | Puxin | ARTI | Plastic bag digester | 3-zones plug flow/plug flow | Digesteurs préfabriqués |
| Durée de vie | > 20 ans | 5 - 15 ans | > 30 ans | - | < 5 ans | 5-15 ans | 5-25 ans |
| Forces et faiblesse de la technologie | Fuites de gaz Fluctuation élevée Disponibilité des matériaux de constructions en PED Près de 45 millions d'unités existantes | Digester partiellement enterré, Disponibilité du matériel limité en PED Cloche corrosive Près de 5 millions d'unités existantes | Fuites de gaz limitées Succès de construction élevé Durée de construction faible | Fuites de biogaz Inhibitions liées à une baisse de pH | Simple d'installation, Coût d'achat faible Structure vulnérable Difficulté de concevoir le dispositif en PED | Digestion matières flottantes Disponibilité des matériaux en PED Coût d'installation trop important | - |
| Coûts (hors main d'œuvre) | 700-1200 \$ | 800-1500 \$ | 500-1500 \$ | 125 – 200 \$ | 50 – 200 \$ | 5000-10000 \$ | 20 – 300 \$ |
| References | RECORD, 2009 ; Bond et Templeton, 2011 ; Thien Thu et al., 2012 ; Cheng et al., 2014 ; Garfi et al., 2016 | Cheng et al., 2014 ; Bond et Templeton, 2011 ; Moletta, 2008b ; de La Farge, 1995 ; | Arthur et al., 2011 | Cheng et al., 2014 | Garfi et al., 2016 | Chanakya et al., 2009 ; Lacour, 2012 | Cheng et al., 2014 |

L'analyse des différentes technologies de production du biogaz existantes en Afrique, en Europe, en Amérique et en Asie a permis de mettre en évidence plusieurs critères qui imposent le choix d'une filière pertinente adapté à la situation d'un PED. En effet, la nature des déchets à digérer, le pouvoir d'achat de la population, l'accessibilité sociale, la disponibilité des matériaux de construction, la taille et la localisation des digesteurs, la gestion technologique des digesteurs ou unités de méthanisation et surtout les retours d'expériences sur les projets de méthanisation permettent de sélectionner des prototypes de digesteurs comme le modèle Puxin pour une vulgarisation au Togo.

I.5.3. Paramètres physico-chimiques du milieu de digestion

Au sein des installations de digestion anaérobie, des paramètres permettent d'assurer un suivi efficace et d'optimiser les processus de bio-méthanisation, ainsi que la détection des anomalies de fonctionnement.

I.5.3.1. Paramètres opérationnels caractéristiques

Le temps de séjour, la charge organique, l'humidité, le rapport carbone/azote et la lumière sont les principaux paramètres opérationnels.

Le temps de séjour correspond à la durée moyenne de maintien des matières dans un digesteur (Equation 4). Dans le cas d'un réacteur de type liquide, il s'agit du temps de rétention hydraulique (TRH). Un temps de séjour optimal favorise une production optimale de biogaz et reste économiquement viable à l'échelle industrielle. Le temps de séjour varie d'une technologie à une autre allant de 3 à 80 jours avec pour moyenne 20 à 30 jours (Al Seadi *et al.*, 2008). Ce temps de séjour est plus élevé dans le cas des digestions psychrophiles (5 - 20 °C), en moyenne 70-80 jours et très court dans le cas des digestions thermophiles (55 °C), en moyenne 10-15 jours. Les digestions en mode sèche ont un temps de séjour relativement long, 3 à 5 fois supérieurs aux digestions par voie humide (environ 3 jours).

$$RT \text{ ou } TRH \text{ (en jour)} = \frac{V}{Q} \quad \text{Équation 4}$$

RT : Temps de rétention = TRH en jour

Q = Volume de substrat extrait par jour (m³/jr)

V : Volume utile digesteur en (m³)

La charge organique ou Organic Loading rate (ORL) est le débit d'alimentation d'un digesteur en matières fraîches. Elle permet d'évaluer la capacité et la vitesse des microorganismes à

dégrader les substrats. Les valeurs de référence de la charge organique dépendent du type de procédé à mettre en œuvre (sec ou humide ; mésophile ou thermophile). Dans tous les cas la charge organique devra être comprise entre 2 et 12 kg_{MV} .m⁻³.jour⁻¹. La charge organique moyenne pour les digesteurs agricoles de types CSTR (Continuously stirred tank reactor.) est de 3 kg_{MV} .m⁻³.jour⁻¹ en conditions mesophile (FNR, 2009).

$$ORL = Q \times \frac{S}{V} = \frac{S}{TRH} \quad \text{Équation 5}$$

ORL = Charge organique (kg substrat/m³ digesteur)

Q = Débit d'alimentation (m³)

S = Concentration du substrat (kg MV)

V = Volume du digesteur (m³)

TRH = Temps de séjour hydraulique (jours)

Le ratio carbone/azote (C/N) idéal est compris entre 20/1 et 30/1 (Mital, 1996) ; l'optimum est de 25/1 (Gerardi, 2003). Si le ratio C/N est très élevé, les bactéries méthanogènes auront tendance à consommer rapidement l'azote pour satisfaire leurs exigences en protéines. Dès lors, le carbone ne sera pas dégradé. Le taux de production du biogaz serait conséquemment faible (Rapport et *al.*, 2008 ; Chandra et *al.*, 2012). En revanche, si le ratio C/N est très faible, l'azote sera libéré et s'accumulera sous forme d'ammonium (NH₄⁺). La présence excessive de NH₄⁺ va engendrer l'augmentation du pH du réacteur. Au-delà de pH 8,5, les effets toxiques sur les bactéries méthanogènes apparaissent (Ren et *al.*, 2017). Ainsi, pour éviter de telles inhibitions, des co-digestions entre les déchets d'animaux de C/N < 24 et les résidus de végétaux de C/N >30 sont indispensables.

L'humidité est un paramètre vital de la croissance microbienne et une quantité d'eau minimale est nécessaire à la croissance des bactéries, leur mobilité et leur diffusion. Des études montrent que des taux d'humidité supérieurs à 60 % augmentent la production de gaz et selon les auteurs, le taux d'humidité doit être compris entre 40 et 80 % de la masse sèche (Yuen et *al.*, 1995 ; Purcell et *al.*, 1997 ; Gachet, 2005). La recirculation de la phase liquide du digestat constitue une alternative pour rehausser ce taux d'humidité et de renforcer la charge bactérienne afin d'accélérer la méthanisation des matières putrescibles et augmenter la production de biogaz. En méthanisation par voie liquide le taux d'humidité est supérieur à 18 % et par voie sèche, il est inférieur à 15 %.

La lumière n'est pas un facteur bactéricide pour la flore méthanogène. Cependant, elle affecte négativement leur métabolisme. Les différentes technologies basées sur la mise en place de

digesteurs dans le sous-sol, ou leur construction en béton armé ou en acier permettent de limiter totalement l'impact de la lumière sur cette flore microbienne.

I.5.3.2. Inhibiteurs pionniers du milieu de digestion

Les inhibiteurs du processus de digestion anaérobie sont la température, les acides gras volatiles et les éléments métalliques.

La température est responsable de la nature des populations microbiennes actives pendant la dégradation, contrôle les vitesses des réactions et détermine le temps de séjour des substrats. Sur le plan biologique, les méthanogènes sont le groupe bactérien le plus sensible aux variations de température. Au sein de ces méthanogènes se distinguent en fonction de la température de digestion trois sous-groupes de bactéries (Mital, 1996).

- Les méthanogènes psychrophiles (10 – 20 °C) : la quantité de substrats convertie par les méthanogènes psychrophiles reste quasiment faible au-delà de 20 °C (Mital, 1996). Ce type de digestion généralement réalisée à petite échelle (Tank Imhoff, lagunage) ;
- Les méthanogènes mésophiles (35 – 40 °C) sont responsables de la production maximale de biogaz dès lors que la température est maintenue à 35 °C (Zeeman et al., 1983) ;
- Les méthanogènes thermophiles (50 – 55 °C), contribuent à une réduction considérable des pathogènes et permettent une production élevée de biogaz et une bonne séparation des boues. Des températures comprises entre 40 et 50 °C sont mortelles pour ces méthanogènes (Deublein et Steinhauser, 2008). Une température supérieure à 70 °C bloque les processus de méthanogenèse (Ostrem, 2004 ; Bernet et Buffière, 2008).

Le contrôle de la température au sein du digesteur doit donc être précis, régulier et représentatif de l'ensemble du digesteur. Ce contrôle peut s'effectuer directement en ligne ou par des prélèvements périodiques.

Les acides gras volatiles constituent la principale cause d'acidification du milieu lors du processus de digestion anaérobie. Ils peuvent, sous la forme moléculaire ou à pH acide pénétrer dans les cellules bactériennes et engendrer une forte mortalité. A pH basique, les AGV sont sous forme ionisée et cela atténue leur effet inhibiteur (Buffière et al., 2007). Une concentration en AGV inférieure à 3 g.L⁻¹ a été suggérée par Farquhar en 1973 pour un bon fonctionnement des réacteurs. Cependant dans la digestion des déchets solides, et en particulier dans les digesteurs fonctionnant en voie sèche, des taux d'AGV supérieurs à 5 g.L⁻¹ peuvent être constatés, sans affecter le rendement de dégradation. Le seuil d'inhibition à ne pas dépasser diffère selon les auteurs mais se situe généralement entre 3 et 10 g.L⁻¹ (Aguilar et al., 1995 ;

Yuen *et al.*, 1995). Lorsque des valeurs importantes d'AGV sont notifiées (8 à 10 g.L⁻¹), il convient de suspendre l'alimentation des déchets à méthaniser dans le but de limiter leur production afin de réguler le pH (Buffière *et al.*, 2007).

Les éléments métalliques sont des substances essentielles à la croissance des microorganismes. Des concentrations élevées peuvent engendrer l'inhibition du processus digestion anaérobie. Le cuivre (> 40 mg.L⁻¹) et le cadmium (> 20 mg.L⁻¹) sont les éléments métalliques les plus inhibiteurs ; le zinc (> 150 mg.L⁻¹) et le chrome (> 100 mg.L⁻¹) sont moyennement inhibiteurs ; et le plomb (> 340 mg.L⁻¹) fait se retrouve parmi les éléments métalliques les moins inhibiteurs de la digestion anaérobie (Bischofsberger *et al.*, 2005).

I.5.3.3. Indicateurs de la stabilité de l'environnement réactionnel

Le premier indicateur de la stabilité de l'environnement réactionnel d'un milieu anaérobie est le potentiel d'hydrogène (pH). Un pH compris entre 4 et 9 favorise la croissance des microorganismes. Pour une activité optimale des méthanogènes et un bon fonctionnement des réacteurs, la stabilisation du pH entre 6,8 et 7,2 est essentielle (Fry, 1974 ; Gerardi, 2003). De toutes les bactéries du processus de digestion anaérobie, les bactéries méthanogènes sont les plus sensibles aux variations de pH. Un pH en dehors de la gamme 6 à 8,5 leur est toxique. Une étude rapporte un résultat intéressant, la méthanogenèse à partir de l'acide acétique en conditions acides (pH = 4,5) aurait un rendement de méthane de 30 % supérieur à celui obtenu en conditions neutres dans un réacteur mésophile (Deblein et Steinhauser, 2003). Pour éviter des variations anormales de pH, il est essentiel d'optimiser la charge organique en amont et de contrôler l'alcalinité (Bernet et Buffière, 2008). Lorsque le pH est trop bas (valeurs inférieures à 6,5), il est possible de le remonter en ajoutant de la chaux, des solutions de soude ou de suspendre immédiatement l'alimentation du digesteur évitant ainsi la conversion des substrats en AGV. Dans le cas de pH très élevé vers 9 à 11, des solutions d'acide sulfurique ou d'acide chlorhydrique peuvent être employées pour remédier momentanément au problème.

Le second paramètre définissant la stabilité est le potentiel d'oxydoréduction. Un potentiel redox de -300 à -500 mV (Vogels *et al.*, 1988) caractérise un milieu anaérobie. Les *Archaea* méthanogènes sont des microorganismes anaérobies stricts, et des traces d'oxygène suffisent à déclencher une forte mortalité. Pour initier leur croissance, elles exigent des potentiels redox très faibles inférieure à -330 mV (Demeyer *et al.*, 1981 ; Jee *et al.* 1988 ; Oremland, 1988).

Le Tableau XI présente une synoptique des valeurs limites des paramètres physico-chimiques en digestion anaérobie.

Tableau XI : Paramètres physico-chimiques de l'environnement réactionnel en digestion anaérobie

| Paramètres physico-chimiques | Valeur optimale | Valeur inhibitrice | Intérêt/Inconvénient | Références |
|------------------------------|---|---------------------------|---|---|
| Température | 10-20 °C 35-40 °C 50-55 °C | <10 °C >60 °C | Accroissement de l'activité bactérienne Augmentation de la production de biogaz | Mital, 1996 Ostrem, 2004 ; Bernet et Buffière, 2008 |
| Oxygène | - | - | Oxydation de la charge organique Limite ou empêche la méthanogenèse | Barlaz <i>et al.</i> , 1990 Aguilar-Juarez, 2000 |
| pH | 6,8 et 7,2 | <6 >8,5 | Modification des conditions chimiques du milieu Inhibition des bactéries | |
| Potentiel d'oxydoréduction | < -330 mV | > -200 mV | Modification des conditions chimiques du milieu Modification des phases de dégradation | Demeyer <i>et al.</i> , 1981 ; Oremland 1988 |
| Hydrogène | Pression partielle d'hydrogène pour l'acétogénèse inférieure à 10 ⁻⁶ atm | | Inhibition de l'acétogénèse | |
| Humidité | > 60 % | | Apport en éléments nutritifs Déséquilibre de l'activité biologique | Price et Cheremisinoff, 1981; |
| Charge organique | 2 et 12 kg MO/ m ³ /jour | | Acidification du milieu | |
| Nutriments (C, N, P) | C/N = 25/1 à 30/1 C/N/P = 100/4/1 MO/N/P=1250/5,5/1 | | Nutriments (C, N, P) | Agdag et Sponza, 2007 |
| AGV | <3 g.L ⁻¹ AGV/TAC <0,8 50 – 250 mg.L ⁻¹ | 3 et 10 g.L ⁻¹ | Inhibition de l'action des microorganismes | Farquhar, 1973 ; Yuen <i>et al.</i> , 1995) ; Ehrig, 1983, Ren <i>et al.</i> , 2017 |
| TAC | > 2 g/L | | Régulation du pouvoir tampon | Yuen <i>et al.</i> , 1995 |
| NH ₄ ⁺ | 50-200 mg.L ⁻¹ | | Apport de nutriments azotés pour les bactéries | Yuen <i>et al.</i> , 1995 ; Bischofsberger <i>et al.</i> (2005) |
| S | < 200 mg.L ⁻¹ | | Inhibition de la méthanogenèse (compétition avec les bactéries Sulfacto-réductrices) | Christensen & Kjelden (1989) |

I.6. Méthodes d'études et d'amélioration de la digestibilité des substrats

I.6.1. Procédés d'amélioration de la biodégradation des substrats

Ces procédés regroupent essentiellement, les prétraitements physico-thermiques, chimiques et biologiques.

I.6.1.1. Prétraitements physico-thermiques

Les prétraitements physiques (broyage) et thermiques (pyrolyse, traitement à la vapeur) regroupent l'ensemble des méthodes n'utilisant ni réactifs chimiques ni microorganismes. Ils sont basés essentiellement sur la réduction de la taille et l'hydrolyse de la lignine des substrats par des techniques de broyage et l'élévation de la température.

Le Broyage est un prétraitement physique qui assure la réduction de la taille des particules. La réduction de la taille des particules induit l'augmentation des aires spécifiques de contact, la réduction du degré de cristallinité et du degré de polymérisation de la cellulose (Buivid et *al.*, 1981 ; Sanders et Geerink, 2000). Une étude ayant méthaniser des substrats de taille différents 0,5 cm, 1cm et 2 cm rapporte que la taille 1 cm s'est avéré plus efficace (Sapci, 2013). Selon De la Rubia et *al.* (2011) les tailles comprises entre 1,4 et 2 mm sont optimales. La réduction de la taille des déchets n'augmente pas seulement le rendement méthane mais aussi accélère les cinétiques de digestion réduisant le temps de rétention des substrats. Toutefois, des réductions trop importantes peuvent induire une libération accrue d'AGV inhibant la production méthanogène.

La pyrolyse est une technique utilisée pour le prétraitement de la biomasse lignocellulosique. Elle consiste à élever graduellement la température au-delà de 300 °C. La pyrolyse provoque la carbonisation de la cellulose et par conséquent, leur transformation en produits gazeux (Fan et *al.*, 1987 ; Singh et *al.*, 2014).

Le traitement à la vapeur est un processus au cours de laquelle la biomasse est traitée avec de la vapeur à haute pression (entre 0,7 à 4,8 MPa) et à haute température, de 160 à 240 °C (Singh et *al.*, 2014).

I.6.1.2. Prétraitements chimiques : prétraitements alcalins et acides

Les prétraitements alcalins sont basés sur l'utilisation de l'hydroxyde de sodium (NaOH), l'hydroxyde de calcium (Ca(OH)₂), l'hydroxyde de potassium (KOH) et l'ammoniaque (NH₃) pour l'hydrolyse des hémicelluloses et des celluloses, la déstructuration de la lignine, afin de les exposer aux attaques microbiennes et enzymatiques (Sambusiti et *al.*, 2012).

Les études de He et al. (2009) et He et al. (2008) ont montré une augmentation du rendement de production de biogaz de 3,2 à 58 % suite à un traitement à l'aide de NaOH (4 à 10 %) (g.g⁻¹TS). Zhu et al. (2010) de leurs côtés ont révélé que des prétraitements à l'aide de NaOH 5% sur des tiges de maïs représentent l'optimum pour la production du biogaz. L'hydroxyde de potassium présente une efficacité quasi-similaire à celle du NaOH (Dong et al. 2009). Alqaralleh, (2012) révèle suite à des études que le KOH engendre une surproduction de biogaz de plus de 13 % par rapport au NaOH. Toutefois, le NaOH est plus utilisé à l'échelle industrielle car son coût reste moins élevé que celui du KOH (Zheng et al., 2010 ; Monlau et al., 2012).

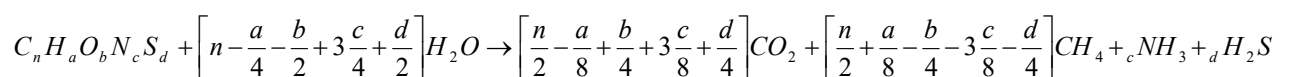
Les prétraitements acides se composent de deux types de procédés et ont pour objectif l'hydrolyse de la biomasse lignocellulosique. Les prétraitements en milieu acide dilué (0,1 – 1,5 %) sous l'effet de hautes températures (100 - 300 °C) et les prétraitements en milieu acide concentré (30 - 70%) à faibles températures (25 - 40°C). Des acides organiques (acides maléique et fumarique) et inorganiques sont couramment utilisés y compris les acides sulfurique (H₂SO₄), chlorhydrique (HCl), phosphorique (H₃PO₄), acétique (CH₃COOH) en milieu dilués. L'acide sulfurique est l'acide le plus utilisé pour les prétraitements (Zheng et al., 2014).

I.6.1.3. Prétraitements biologiques

Les prétraitements biologiques regroupent les prétraitements à l'aide d'enzymes, d'un consortium de micro-organismes ou de champignons. Cependant l'étape limitante du procédé réside dans la durée relativement longue du prétraitement empêchant le transfert de la technologie à l'échelle industrielle (Taherzadeh et Karimi, 2008).

I.6.2. Evaluation théorique de la production du biogaz

L'équation stoechiométrique de Buswell, 1920 est la référence pour l'estimation de la production maximale de biogaz d'un substrat quelconque dans des conditions anaérobies. Le substrat prenant en compte toutes les molécules intervenant dans la digestion est désigné sous la forme de $C_nH_aO_bN_cS_d$.



Équation 6

Cette estimation de la production est une surestimation de la production réelle ou pratique car les formes récalcitrantes à la biodégradation sont assimilées à des formes biodégradables dans

cette équation de Buswell. Dans cette estimation, la matière organique (MO ou MV) du substrat est assimilé à du glucose. Ainsi s'établit une correspondance entre la masse molaire du glucose considéré comme MV du substrat, la DCO de ce même substrat et la production théorique du biogaz du même substrat.

La relation entre la DCO et le glucose est illustré à partir de la formule ci-dessous :



Ainsi, 180g de glucose correspondent à 192 g de DCO

La correspondance entre les MV et le biogaz est évalué d'après la formule suivante :



Ainsi, 180g MV de glucose produit théoriquement 6 molécules de biogaz (3 molécules de méthane et 3 molécules de dioxyde de carbone) en négligeant :

- ✓ les éléments accompagnant la production du CH₄ et CO₂ ;
- ✓ la dissolution du dioxyde de carbone dans le milieu liquide ;
- ✓ la fraction de carbone consommée par la biomasse microbienne.

Grâce à la loi des gaz parfaits, la production théorique du biogaz est déterminée d'après l'équation :

$$P \times V_{th} = n \times R \times T \quad \text{Équation 9}$$

$\left\{ \begin{array}{l} P : \text{pression du gaz parfait en atm} \\ V : \text{volume du gaz à la même pression} \\ n : \text{nombre de mole du gaz} \\ R : \text{constante des gaz parfaits} \\ T : \text{température en } ^\circ\text{K} \end{array} \right.$

Dans les conditions normales de température et de pression, 1 kg de DCO est consommé par environ 938 g MV de glucose et correspond théoriquement à une production de 700 L de biogaz répartie équitablement entre le méthane (350 L) et le dioxyde de carbone (350 L).

Outre l'estimation de la production du biogaz à travers la molécule de glucose, le potentiel biogaz peut être estimé en considérant juste le carbone et en supposant qu'une mole de carbone organique minéralisée produit une mole de gaz. Ainsi , on peut écrire :

$$P_{biogaz} = \frac{22,4n}{12n+a+16b+14c+32d} \quad \text{Équation 10}$$

$$P_{CH_4} = \frac{22,4 \left[\frac{n}{2} + \frac{a}{8} - \frac{b}{4} - 3\frac{c}{8} - \frac{d}{4} \right]}{12n+a+16b+14c+32d} \quad \text{Équation 11}$$

$$P_{CO_2} = \frac{22,4 \left[\frac{n}{2} - \frac{a}{8} + \frac{b}{4} + 3\frac{c}{8} + \frac{d}{4} \right]}{12n+a+16b+14c+32d} \quad \text{Équation 12}$$

Sachant que le CO₂ se solubilise dans le milieu liquide, des facteurs empiriques ont été déterminés à travers les tests BMP afin de corriger ces solubilités (Shelton 1984, Shelton et Tiedje, 1984).

$$\text{Ainsi } P_{\text{biogaz}} = \frac{22,4n}{12n + a + 16b + 14c + 32d} \left[0,95 \times \left(\frac{n}{2} + \frac{a}{8} - \frac{b}{4} - 3\frac{c}{8} - \frac{d}{4} \right) + 0,35 \times \left(\frac{n}{2} - \frac{a}{8} + \frac{b}{4} + 3\frac{c}{8} + \frac{d}{4} \right) \right]$$

Équation 13

Cette évaluation amène les acteurs du domaine de la digestion anaérobie à entreprendre des analyses élémentaires sur les substrats dédiés à la méthanisation. Cette analyse élémentaire permet de déterminer la composition chimique des substrats en termes de C, H, N, O, S, P (Lacour, 2012).

I.6.3. Evaluation pratique de la production du biogaz

Les tests d'évaluation de la digestion anaérobie de substrats variés sont actuellement très utilisés en vue d'estimer le taux de production du biogaz, de comprendre les cinétiques de dégradation, de déterminer la production pratique du bio méthane et surtout d'améliorer les savoirs faire sur la digestion anaérobie (Rantala et al., 1994 ; Pohland, 1996 ; Carrère et al., 2010). Ces tests sont menés soit sur des déchets solides, soit sur des déchets liquides ou en mélange. Les volumes cumulés de biogaz produit sont en général exprimés en normo-litres (0 °C, 1013 mbar) par gramme de matière volatile (MV) ou de matière sèche (MS).

Le test GBn développé en Allemagne permet de procéder à l'évaluation pratique de la production de biogaz. Le Protocole expérimental complet est détaillé par Heerenklage et Stegmann (2001). Le ratio Solide/Liquide est de 1/1 (50 g de déchets broyé < 10 mm + 50 mL d'effluent de digesteur anaérobie). Le temps de rétention est supérieur 21 jours ;

Le test GSn mis en place par l'université de Vienne présente quelques différences avec le test GBn. Les études de Binner et Zach (1998) décrivent le protocole expérimental de ce test. Brièvement, la masse de déchet humide utilisée est de 1 kg broyés jusqu'à une taille inférieure à 20 mm. La digestion se réalise dans des bioréacteurs placés dans des thermostats à 40°C pendant 90 jours ;

Le test d'essai de la toxicité anaérobie (ATA) est un test développé pour déterminer une éventuelle inhibition de la production du méthane par un substrat quelconque. La durée de ce test est d'environ 3 à 5 jours.

Le test BMP permet la détermination expérimentale de la quantité maximale de méthane pouvant être produit par un substrat. La norme ISO 11734, 1998 fournit les conditions expérimentales pour la mise en place de ce test. Elle est adaptée pour la biodégradation des composés organiques. Ce test est réalisé dans des conditions optimales pour éviter toute sorte d'inhibition ; l'essentiel des nutriments sont fournis, à l'idée d'obtenir la quantité maximale de méthane pouvant être produite. Plusieurs études et laboratoires l'ont étendu aux déchets solides (Pohland, 1996 ; Carrère et *al.*, 2010).

Les réacteurs BMP sont en général des flacons en verre munis de septums étanches aux gaz contenant une masse de déchet en suspension dans un milieu nutritif. Une suspension de microorganismes est ensuite ajoutée (eaux usées d'abattoirs, boues de STEP, lixiviats, suspension de microorganismes reconstituée). La digestion s'opère en température mésophile et suivant les modalités en conditions psychrophiles ou thermophiles. Le suivi de la production du biogaz est effectué soit à l'aide d'une seringue (déplacement du piston), soit avec un manomètre électronique. L'analyse du biogaz (CH₄ et CO₂) est généralement effectuée par Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG). Les principaux paramètres à surveiller sont le type de substrat, la température, le pH, la fréquence d'agitation, la taille des substrats, le ratio substrat-liquide et la mesure de la qualité du biogaz produit. Le volume des réacteurs varie de 0,1L à 120 L. La majorité des réacteurs destinés à la réalisation des tests BMP ont un volume inférieur à 1L.

Plusieurs conditions régissent les tests BMP et plus particulièrement la nature de l'inoculum, les conditions environnementales et la concentration en substrats.

- Types de substrats : les tests BMP se réalisent à la fois sur des substrats solides ou liquides purs ou mixtes ou en co-digestion. Dans la co-digestion, l'objectif visé est d'évaluer l'effet d'un substrat sur l'autre en vue d'une amélioration des performances de la digestion anaérobie (Rantala et *al.*, 1994 ; Pohland, 1996 ; Carrère et *al.*, 2010).
- Stabilisation de la température : la température de digestion est un des paramètres qui affecte considérablement le processus de bio méthanisation. Pour éviter sa variation lors des tests BMP, il est vivement recommandé de placer les flacons ou réacteurs BMP dans des bains maries à la température de digestion ou dans des étuves munies d'un thermomètre pour le contrôle de la température (35 ± 2 °C, 55 ± 2 °C).

- Gamme de pH : les tests BMP doivent se réaliser à des pH voisins de la neutralité (7,0 à 7,8). Pour cela, il est souhaitable de rajouter dans les flacons du bicarbonate de sodium ou de l'hydroxyde de soude ou du carbonate de sodium ou du sulfure de sodium ou encore des acides minéraux (Owen *et al.*, 1979 ; Esposito *et al.*, 2011) afin de réajuster le pH à la neutralité ($7,0 \pm 0,2$).
- Types, fréquence d'agitation et durée du test BMP : une agitation convenable est nécessaire pour optimiser le contact entre les microorganismes et le substrat. Cette agitation peut se réaliser manuellement une, deux ou trois fois par jour ou encore à l'aide d'un agitateur magnétique ou par un système d'agitation externe à 30 ou 45 tours par minutes (Owen *et al.*, 1979 ; Del Borghi *et al.*, 1999 ; Chae *et al.*, 2008 ; Forster-Carneiro *et al.*, 2008 ; Angelidaki *et al.*, 2009 ; Raposo *et al.*, 2011). La durée du test BMP est largement discutée dans la littérature. Elle varie de 7 jours (Raposo *et al.*, 2011) à 365 jours (Lopes *et al.*, 2004). Owen *et al.* (1979) propose 30 jours pour une dégradation complète pour la majorité des substrats. Hansen *et al.* (2004) en recommande presque le double (50 jours) pour les substrats difficilement biodégradables bien qu'il ait été reporté qu'environ 80-90 % de la production méthanogène soit obtenue durant les 10 premiers jours d'incubation.
- Taille des particules du substrat et ratio Inoculum /Substrat (I/S): la taille des particules de substrats affecte significativement le test BMP (Barlaz, 1990 ; Vavilin et Angelidaki, 2005 ; Esposito *et al.*, 2011) en influant sur le ratio entre la surface et le volume de chaque particule organique. La granulométrie du déchet à méthaniser doit être réduite à une taille < 10 mm (VDI 4630, 2006). De nombreuses investigations ont étudié l'influence du rapport I/S avec des ratios croissants de 0,1 à 10. Celles de Liu *et al.* (2009) montrent une diminution du rendement de production du biogaz pour des rapports inoculum/substrat décroissants entre 0,6 et 0,2 et inversement. Raposo *et al.*, (2009) en étudiant des gammes de ratio plus élevées signalent des instabilités du BMP pour des rapports inoculum/substrat supérieure à 2 par suite de l'accumulation des acides gras volatils (AGV) alors que la norme allemande VDI 4630 de 2006 recommande un ratio $I/S \geq 2$. Lacour, (2012) ne décèle pas de différences significatives de production méthanogène entre des ratios variant de 0,5 à 10, mais affirme qu'avec les déchets animaux, les productions méthanogènes sont plus importantes. Toutefois, il conviendra de maintenir ce ratio entre 0,4 et 2 g_{MV} substrat/ g_{MV} inoculum pour

s'affranchir des risques d'inhibition liés à certains substrats à hautes teneurs en lignine (Neves et al., 2004). La mise à jeûn de l'inoculum entre 5 à 15 jours avant le démarrage des essais BMP précédé d'une élimination des matières en suspension par centrifugation ou filtration est recommandée (EN 11734). La mise à jeûn de l'inoculum permet de réduire la production en biogaz due à l'inoculum et les étapes de centrifugation/filtration permettent de rendre homogène l'inoculum destiné aux expériences. Le stockage de l'inoculum doit être réalisé entre des températures comprises entre 35-38 °C. Des stockages d'inoculum sur de longues périodes ne sont pas souhaités. Les sources d'inoculum utilisées proviennent des déchets animaux, des ISDND, des STEP etc. La quantité d'inoculum influe sur les tests BMP de par son impact sur le taux de biodégradation des substrats. Il est établi que plus cette quantité est importante, plus important est la conversion du substrat en biogaz, et mieux encore est la réduction de la durée du test. Dans la littérature, les concentrations d'inoculum régulièrement employées varient de 2,1 à 37,2 g_{MV}.L⁻¹) (El-Mashad et Zhang, 2010 ; Rincon et al., 2010) et la norme VDI recommande des concentrations comprises entre 15 et 20 g_{MV}.L⁻¹.

Les Tableau XII et Tableau XIII présentent la diversité des conditions opératoires rencontrées dans la littérature et les normes/directives en circulation pour l'évaluation du potentiel biométhanogène de différents substrats.

Les prétraitements des déchets lignocellulosiques sont efficaces pour augmenter le potentiel méthane ainsi que les vitesses de digestion des substrats. Ces prétraitements peuvent se révéler bénéfiques, inutiles ou parfois désavantageux. Le but ultime doit viser l'augmentation des surfaces spécifiques des substrats et mieux encore l'altération ou la solubilisation du compartiment lignocellulosique. Ces prétraitements doivent être économiques et respectueuses de la santé environnementale et humaine. Pour cela l'identification de substances portant le statut de déchets comme les cendres pourraient constituer des substances idéales pour substituer les bases afin de favoriser une meilleure hydrolyse des substrats d'ananas de la présente étude et de contrer efficacement leur acidité. Un broyage des substrats d'ananas par hachage en amont du prétraitement à la cendre permettrait d'augmenter les surfaces de contact contribuant à l'accélération de l'étape de prétraitement.

Tableau XII : Diversité des conditions expérimentales dans la mise en œuvre des tests BMP

| Substrats | Inoculum | | | Paramètres physiques | | | | | | Paramètres chimiques | | | Références |
|---------------------------|----------------------|--------|----------------|----------------------|--------------------|-----------------------|-----------|------------|-------|--|-------------------------------|-----------|---------------------------|
| | Origine | MV (%) | C ₀ | Capacité (L) | | Température+Agitation | | Durée (jr) | | Degazage | Tampon | Ratio I/S | |
| | | | | V _{total} | V _{actif} | T°C | Type | Durée | | | | | |
| Paille de riz Aliments | Bouses de vaches | 79 | 13,3gVS/L | 2 | 1,5 | 35 | Batch | 1/jr | 150 | N ₂ | NaHCO ₃ | | Lehtomäki et al., 2008 |
| | Excréments | | | 5 | 4 | 37 | Batch | 2min/3h | 56 | | Ca(OH) ₂ | | Sharma et al., 1988 |
| | MWTP | | | 1 | 0,6 | 35 | Batch | 1/jr | 25 | He | | 0,2-0,6 | Liu et al., 2009 |
| | Panses bovins | | | 20 | | | | | 365 | | | 0-0,17 | Lopes et al., 2004 |
| Orange | MWTP | 51 | | 1 | 0,5 | 50 | Batch | 2/jr | 28 | He | | 0,4-0,6 | Zhang et al., 2007 |
| | Mélange de déchets | | | | 3,5 | 55 | | | 15-22 | N ₂ -CO ₂ 75-25 % | | 1,3-2 | Buffière et al., 2007 |
| Ananas | Déchets végétaux | | | 0,135 | 0,075 | 35 | | | 100 | N ₂ -CO ₂ 70-30 % | | 2 | Gunaseelan, 2004 |
| Orange | MSW | 53 | 10gVS/L | 0,12 | 0,06 | 55 | | | 122 | N ₂ -CO ₂ 80-20 % | NaHCO ₃ | 3,2 | Kaparaju et Rintala, 2006 |
| Eaux usées | MWTP | | 20gVS/L | 0,5 | 0,25 | 35 | | 100rpm | 28 | N ₂ | NaHCO ₃ | 10 | Lee et al., 2009 |
| Déchets de cuisine | Excréments | | 10gVS/L | 0,1 | 0,05 | 35 | Batch | 2/jr | 70 | N ₂ | NaOH | 0,5 | Mahamat et al., 1989 |
| | Brasserie (UASB) | 65 | | 0,16 | | 37 | 150 rpm | | 100 | | NaHCO ₃ | 0,43 TS | Neves et al., 2006 |
| | Excréments de vaches | | | 0,16 | | 37 | 150 rpm | | | | NaHCO ₃ | 0,74 | Neves et al., 2008 |
| | | | | 1 | 0,2 | 30 | Agitateur | | 30 | N ₂ | PO ₄ ³⁻ | 1,5 | Nzila et al., 2010 |

Tableau XIII : Normes et directives en circulation pour la mise en place des tests BMP

| Normes Années | VDI 4630 2006 | ISO 14853 2005 | ISO 15985 2004 | ISO 11734 1995 | ASTM D 5511 1994 | ASTM D 5250 1992 | DIN 38414 TL8 1985 |
|---|---|------------------------------------|--|-------------------------------------|---|--|---|
| Paramètres critiques à évaluer | Biogaz | Biogaz, COD, COT, CID | Biogaz, COT | Biogaz, CID | Biogaz | Biogaz, COS | Biogaz |
| Volume de test (L) | 0,5 - 2 | 0,25 | > 0,75 | 0,1 - 1 | 1 | 0,1 | 0,5 |
| Substrats préconisés | Substrat organique | Substrat organique insoluble | Substrat organique à haute teneur MS | Substrat organique soluble | Plastiques | Plastiques | - |
| Température de digestion en °C | 35-39 ou 54-56 | 33-37 | 50- 54 | 33 - 37 | 50 - 54 | 33 - 37 | 34-36 |
| Durée du test | Infinie jusqu'à production < 1% production totale | 60 jrs | 15 jrs | 60 jrs | Dégradation jusqu'à 70 % de la substance de référence | - | 20 – 40 jrs |
| Milieu de culture | - | Tampon phosphates ou sels minéraux | - | Tampon phosphates ou sels minéraux | - | Tampon phosphates, carbonates ou sels minéraux | NH ₄ Cl ou NaH ₂ PO ₄ pour un ratio C:N:P de 100:6:1 |
| Vitamines | - | Facultatif | - | - | - | - | - |
| Eléments traces | - | Facultatif | - | Facultatif | - | Présence | - |
| Origine + Prédigestion inoculum | Boues STEP ou agricoles Mise à jeûne : 07jr | Boues STEP Lavage au Tampon | Boues STEP thermophile Mise à jeûne | Boues STEP Lavage + mise à jeûne | Boues STEP thermophile 07 jrs | Boues STEP 07 - 14 jrs | Boues STEP - |
| Méthode de quantification du biogaz produit | Manométrique ou Volumétrique | Manométrique ou Volumétrique | Volumétrique | Manométrique ou Volumétrique | Volumétrique | Manométrique ou Volumétrique | Volumétrique |

I.7. Outils d'évaluation de l'éco-intégration des digestats au cycle biogéochimique

I.7.1. Rappel des caractéristiques pédo-chimiques des sols de la Région de la Kara

Dans la région de la Kara, les processus pédogénétiques sont très diversifiés. Il s'agit de la ferrallitisation, la ferruginisation, la brunification, la vertisolisation, l'hydromorphie donnant lieu à plusieurs types de sols. Les sols les plus rencontrés sont les sols ferrugineux suivis des sols ferrallitiques et hydromorphes (Lamouroux, 1969).

Les sols à sesquioxyde de fer et de manganèse occupent plus de 2/3 du socle granito-gneissique. Ces sols sont sableux ou sablo-argileux ou sablo-graveleux en surface. Les horizons de profondeur peuvent être gravillonnaires avec une matrice sablo-argileuse ou argilo-sableuse. Ces sols sont rencontrés dans la Binah.

Les sols ferrallitiques sont de profondeur moyenne et présentent une valeur agricole élevée du fait de la présence d'une matière organique évoluée. Dans la partie méridionale du pays, plus de 10 % de la population du Togo vit des rendements de ces sols. Les principales contraintes de ces sols sont la faible teneur en matière organique, en éléments minéraux et aux risques de dessèchement des horizons de surface. Ce type de sol peut être localisé à Défalé dans la préfecture de Doufelgou.

Les sols hydromorphes sont des sols caractérisés par un engorgement temporaire ou permanent d'une partie ou de la totalité du profil. L'hydromorphie se traduit, selon les conditions d'anaérobiose, par une accumulation de matière organique. La principale culture est le riz associé parfois au maraîchage. Ces sols de texture limono-sableux à argileux présentent un horizon de surface relativement humifère (2 à 5 % de MO) et moyennement acide (pH 5,5 - 6,0).

I.7.2. Interaction entre les amendements et les sols à vocation agricole

I.7.2.1. Impact des résidus de cultures et des amendements sur la fertilité du sol

De nombreuses pratiques agricoles (gestion de l'eau, préparations des sols, rotation des cultures, application des produits chimiques et organiques) affectent le pH et le potentiel redox (Eh) des sols qui contrôlent ensuite l'essentiel des processus biophysico-chimiques. Les amendements à base de MO et de chaux sont utilisés pour modifier le pH et le Eh du sol (Brady et Weil, 2010 ; Whalen et *al.*, 2000). La chaux est utilisée pour corriger le pH et contrer l'acidité aluminique (Dietzel et *al.*, 2009). Les espèces végétales cultivées sur les sols imposent un pH et un Eh au sol pour trois raisons : i) les espèces végétales sont associées à des microorganismes

spécifiques jouant un rôle majeur dans la modification des propriétés physico-chimiques du sol ; ii) le retour au sol de la biomasse des espèces végétales influence les propriétés du sol par la richesse organique apportée et iii) certaines espèces végétales sont exigeantes en produits chimiques et insecticides. Dans la région de la Kara, la principale source d'apport de MO naturelle dans les sols agricoles sont les résidus de culture. L'application des engrais minéraux et des cendres font également l'objet d'application sur sols pour des cultures exigeantes en éléments minéraux.

I.7.2.2. Interaction entre les constituants du sol, les éléments chimiques et les végétaux

La teneur en argiles, le pH, la CEC, la teneur en matière organique, en carbonate, en phosphate et en oxydes de Fe et Al sont couramment considérés comme les principaux paramètres pédo-chimiques (Sparks, 2003 ; Shtangeeva, 2005) qui influent sur les sols. Les argiles peuvent fixer les composés organiques par adsorption sur leurs feuillets par l'intermédiaire des oxyhydroxydes d'Al et de Fe. Les teneurs les plus élevées en éléments métalliques se retrouvent dans les sols argileux. Ainsi, leur teneur totale est en relation avec les groupes texturaux : argiles > loams argileux > loams > sables (Giroux et *al.*, 1992). L'aluminium sous sa forme trivalente hydratée constitue avec les oxyhydroxydes de fer (goethite et hématite) les principaux éléments chimiques qui assurent les liaisons entre les particules argileuses et la MO (humus) à l'origine du complexe argilo-humique mesurable via la détermination de la CEC. Plus ce dernier est élevé, plus le sol peut absorber et désorber les cations/nutriments qui sont mis à disposition des racines. Les sols argileux présentent des CEC et des pH plus élevées que les sols sableux.

Les interactions entre les végétaux et les autres paramètres organo-physico-chimique du sol sont fortement impacté par le pH. Une meilleure production des cultures est conditionnée par un pH situé dans la zone de neutralité. Husson, (2013) révèle que l'interprétation des effets du pH sur les milieux et les végétaux est fortement corrélée et modifiée par le potentiel redox. La croissance de nombreux végétaux est favorisée par une gamme interne Eh-pH spécifique. Les végétaux modifient ces paramètres dans la rhizosphère pour assurer l'homéostasie dans leurs cellules. Le pH du sol favorable à la croissance des végétaux fluctue entre 5,5 et 8 avec comme optimum 6,5 et 7. Le potentiel d'oxydoréduction optimal est de l'ordre de 400 à 450 mV. Cependant la limite maximale de Eh est difficile à déterminer. Les valeurs optimales de Eh et pH évoqués plus haut correspondent à la transition entre les deux formes principales de l'azote dans le sol, NO_3^- et NH_4^+ , et à une bonne disponibilité des éléments nutritifs et des oligoéléments, avec un minimum de risque de toxicité (Husson, 2013). Ils influencent le

comportement des ETM, en imposant une capacité maximale de fixation ou en contrôlant leur distribution entre phases particulaire et dissoute.

I.7.3. Outils d'évaluations des impacts des amendements sur les sols

Les outils les plus pertinents regroupent les tests de lixiviation en batch, les tests de percolation en colonne et les tests de phytotoxicité.

I.7.3.1. Tests de lixiviation en batch

Le test de lixiviation en batch permet d'évaluer la lixiviation (relargage) et la stabilité du déchet. Les paramètres d'intérêt sont la nature et la granulométrie de l'échantillon solide, la nature et le pH de la solution, les conditions opératoires en termes de ratio liquide/solide (L/S), la température, le temps de contact, le nombre d'extractions, le mode d'agitation et l'atmosphère du milieu (système ouvert ou fermé).

La norme française X31-210 propose de mettre en contact 100 ± 5 g de déchet, de granulométrie inférieure à 4 mm avec un litre d'eau déminéralisée (rapport liquide/solide = 10), sous agitation permanente à 20°C, pendant trois fois 16h ou une fois 24h. Toutefois, les masses d'échantillon brut ou sec varient de 50 à 150 g et sont utilisés bruts ou broyés à une granulométrie de 9,5 mm. Ils sont mis en contact dans des béchers ou des flacons avec un volume allant de 10 à 100 fois la masse de l'échantillon. La norme américaine TCLP suggère une durée de contact de 18h à plusieurs semaines avec des renouvellements de solution. Les solutions d'éluion utilisées sont l'eau déminéralisée (extraction de la fraction hydrosoluble des polluants), les solutions salines comme les nitrates de sodium, chlorures de calcium et de magnésium (détermination de la fraction mobile), l'eau de pluie, les solutions acides (extraction de certaines fractions de polluants solubilisables en milieu acide), les solutions organiques (solubilisation des polluants hydrophobes pour évaluer leur toxicité), les agents complexant comme l'EDTA (Juspin *et al.*, 2002). L'eau déminéralisée et la solution de CaCl_2 sont les solutions les plus utilisées (Tchatthom, 2014 ; Baccot, 2016). Des lixiviations successives avec renouvellement de solution peuvent être réalisées donnant accès à la capacité maximale de relargage. Il a été établi que les échanges entre les phases solide et liquide sont favorisés avec l'utilisation d'un ratio L/S de 10 (François *et al.*, 2006). Des rapports plus faibles sont utilisés pour concentrer les composés extraits dans la phase soluble (effets de saturation).

Ainsi, les conditions opératoires ne sont pas toujours définies de façon univoque. La réduction granulométrique, la vitesse et le mode d'agitation ou encore la température ne sont pas toujours

précisément définis. D'autre part, l'effet du séchage préalable des échantillons sur la cinétique et sur les mécanismes d'extraction est mal connu. Or, son effet est important sur l'état de la MO et sur les propriétés des interfaces entre liquide et solide. Enfin, les tests en batch permettent d'évaluer de façon répétable le comportement d'un système mais en aucun cas ils ne reproduisent ou ne quantifient fidèlement les phénomènes intervenant dans le milieu naturel.

I.7.3.2. Tests de percolation en colonne

Le test en colonne est un test dynamique développé pour l'évaluation de la capacité de lixiviation. Les ratios L/S (Liquide/Solide) utilisés varient en générale de 0,1 à 10. Avec un ratio de L/S de 10, le relargage correspond à la quantité maximum qui élue sur une période de 60 à 100 ans (exprimée en $\text{mg.kg}^{-1}\text{MS}$). Le test a été initialement développé pour des applications géotechniques et de pollutions environnementales et peut être effectué sur les sols, les déchets, les matériaux de construction. Aujourd'hui, leur application est transposée pour évaluer les interactions sols-MO en permettant de disposer et de compacter le sol de façon à être le plus proche de son état naturel (Tcha-thom, 2014 ; Baccot, 2016). Le test de percolation en colonne est le test le mieux placé pour reproduire les conditions naturelles de l'effet d'un amendement en laboratoire. Il permet de déterminer la proportion des éléments retenus dans le sol et la part de la fraction en mesure d'échapper au processus d'adsorption. Les paramètres sur lesquelles l'on doit porter un regard précis sont la nature et la granulométrie de l'échantillon solide, la nature et le pH de la solution, le débit, la température, le temps de contact et la direction du flux.

La mise en œuvre du test comprend trois étapes : (i) le matériau à étudier doit être séché et tamisé à une granulométrie inférieure à 2mm ; ii) la colonne est remplie en couches avec des quantités préalablement pesées du substrat, puis compacté statiquement avec ou sans vibrations de façon à éviter les phénomènes de dislocation ; iii) le substrat est saturé en eau (eau déminéralisée, eau à force ionique définie) par un flux ascendant. L'obtention d'un degré de saturation élevée est nécessaire pour éviter des sources de biais. D'autres études saturent le matériau par un flux descendant, ce qui peut être à l'origine de la création de chemins préférentiels (Chapius et *al.*, 2006) et donc entraînerait l'inaccessibilité de l'information contenue dans les zones restées à l'écart du flux de solution percolant, l'obtention de résultats erronés en raison d'éventuelles différences de composition minéralogique entre les zones soumises à la lixiviation et les zones qui en seraient isolées, le développement de phénomènes biologiques (EPA, 1989), l'interprétation irréaliste du régime hydrodynamique dans le matériau

à cause des degrés différents de contact solide/liquide. Afin d'éviter les effets de paroi (flux préférentiel entre le sol et la paroi intérieure), il est préférable de choisir un diamètre de colonne au moins 10 fois supérieur à la taille des particules. Bergström (2000) suggère que les colonnes de sol aient une section transversale d'au moins 0,05 m² correspondant à un diamètre de 25 cm. Une synthèse du BRGM propose un diamètre égal à 10 fois la granulométrie maximale et une hauteur égale à 4 fois le diamètre. L'Organisation de coopération et de Développement Economique (OCDE) préconise que les colonnes soient en verre, en acier inoxydable, en aluminium, en téflon ou en PVC avec un diamètre interne d'au moins 4 cm sur 35 cm de haut.

Au-delà de l'objectif visé par le test, il est pertinent de suivre l'évolution des paramètres tels que le pH, le Eh, la conductivité car le pH peut accentuer ou empêcher le relargage des éléments métalliques, le Eh renseigne sur le changement du comportement du milieu et la conductivité permet d'évaluer le niveau d'hydrosolubilité/lessivage des éléments minéraux.

I.7.3.3. Tests d'évaluation de la toxicité

L'utilisation des digestats en agriculture est limitée lorsque les ETM y sont présent sous leur forme labile (Giroux et *al.*, 2005 ; Deschênes et *al.*, 2006). La détermination des concentrations du milieu récepteur ayant reçu l'amendement et la part transférée dans les végétaux permet d'estimer le risque. Cette estimation du risque peut être rendue complète via une démarche logique en trois étapes (Deschênes et *al.*, 2006) :

- Détermination de la disponibilité potentielle des ETM en rapport aux teneurs naturelles ;
- Quantification des différentes fractions des ETM que sont la fraction échangeable, la fraction organique et la fraction oxydes libres. Dans le cas d'une solubilité exorbitante et d'un enrichissement important en fraction organique et oxydes libres, le sol ne pourra pas immobiliser les ETM ;
- Des tests écotoxicologiques et enzymatiques permettent d'évaluer le niveau de toxicité pour les organismes du sol, les végétaux, les animaux, le milieu aquatique et par conséquent pour la chaîne alimentaire. Ces tests permettent de conclure sur la toxicité des ETM dans les sols.

Dans le cas des tests portant sur les végétaux, plusieurs espèces très sensibles à la toxicité et recommandées par la norme NF X 31-201 (laitue : *Lactuca sativa Linnaeus*, lentille : *Lens culinaris Medikus*, Orge : *Hordeum vulgare Linnaeus*, s.l.) et peu sensibles (maïs : *Zea mays Linnaeus*, carotte : *Daucus carota Linnaeus*, tomate : *Lycopersicon lycopersicum Linnaeus* etc.) sont utilisées. Les semences destinées aux essais sont préalablement désinfectées par des

solutions (HgCl_2 , 0,1 % ; NaOCl 5% ou 10% ; Ethanol, etc.) pendant des durées comprises entre 1 et 15 min, puis rincées généralement à l'eau ultrapure afin d'éviter les infections dues aux champignons et aux bactéries (Li et al., 2007 ; Benmahioul et al., 2009 ; Maraghni et al., 2010 ; Yingli et al., 2010 ; Lamhamdi et al., 2011). La même norme suggère un témoin et au moins quatre concentrations de la substance expérimentée dans le sol (par exemple 1, 5, 25 et 125 mg de substance par kg de sol sec) sans toutefois excéder une concentration de l'ordre de 1000 mg.kg^{-1} . Dans le cas des digestats, Pivato et al., 2016, emploient des doses d'amendement allant de 0 % pour le control, 2,5 % - 5 % - 7,5 % - 10 % - 15 % - 20 % - 40 % - 70 % et 100 % (m/m, matière sèche). Pour des concentrations inférieures à 20 %, Pivot rapporte qu'il n'existe pas d'effets négatifs sur les espèces testées. La dose de 341 mg de digestats sec /kg de sol ne présente pas non plus d'effet perturbateur pour les microorganismes du sol.

Les expériences de germination sont conduites soit dans des enceintes à des températures comprises entre 20 et 26 °C et exposées à une lumière artificielle de façon à obtenir un éclairage lumineux de 4000 à 7000 lux à la surface des pots avec une photopériode de 16h d'éclairage et 8h d'obscurité (NF X 31-202, 1986) ; soit sous serre, soit dans la nature (simulation des conditions naturelles) tout en respectant un minimum de luminosité (12 à 16h de lumière et 8 à 12h d'obscurité) (Lamhamdi et al., 2011, Tcha-thom, 2014 ; Baccot, 2016). Un des paramètres important est l'apport d'eau pour maintenir un taux d'humidité de 10% convenable à la croissance des espèces en tenant compte de l'humidité résiduelle tout en évitant les fuites de lixiviat qui implique une perte de la substance à tester.

Les durées des essais varient d'une espèce à une autre et suivant l'objectif du test (test de germination, test de croissance ou d'un suivi de la germination à la récolte). Dans le cas de la tomate le test de germination est mené sur 18 à 21 jours pour la germination et sur 7 jours dans le cas du maïs. Des tests plus longs communément appelés test en champ peuvent s'étaler sur des périodes allant de 30 jours jusqu'à la récolte.

Les paramètres de suivi de l'effet d'une inhibition sont la vitesse de germination correspondant à la durée au bout de laquelle 50 % des espèces parviennent à germer, la capacité germinative correspondant au nombre total de graines germé durant toute la période d'expérimentation, le développement aérien (hauteur, surface occupée, couleur, signes de manifestation de maladies parasitaires, matières fraîches et sèches, teneur en chlorophylle, teneur en proline), le développement racinaire (longueur de la racine principale, nombre de ramifications, matières fraîches et sèches) et la concentration qui inhibe 50 % des espèces en expérimentation (CI 50).

I.8. Conclusion de la synthèse bibliographique

La digestion anaérobie est de nos jours âprement soutenue à l'échiquier international. C'est un procédé de digestion intégrant les principes du développement durable et adapté pour la digestion des substrats d'élevages et de fruits. La digestion des substrats d'élevage est bien industrialisée. Celle des substrats de fruits offrant de fortes potentialités pour une production en biogaz présente malheureusement des lacunes scientifiques empêchant leur digestion au niveau industriel. Les micro-technologies de digestion anaérobie sont les seules qui présentent des avantages pour une vulgarisation dans les pays en voie de développement et pour la méthanisation à la ferme. Les verrous techniques entachant ces micro-technologies de digestion sont très peu étudiés. Les produits issus du processus de digestion anaérobie (biogaz et digestats) trouvent mal encore des issues de valorisations adéquates. Les digestats, plus particulièrement sont mal perçus par les populations eu-égards à leur forte hétérogénéité et leur proportion en éléments indésirables voire toxiques.

Le présent travail de recherche se propose ainsi de procéder à la compréhension des mécanismes qui gouvernent l'environnement réactionnel des biodigesteurs de taille moyenne tout en accordant une importance sur l'optimisation d'une filière de digestion anaérobie. Il sera question également durant cette étude d'observer in fine le transfert des éléments chimiques des digestats vers leur principal milieu récepteur, le sol.

PARTIE II : APPROCHE METHODOLOGIQUE

II.1. Présentation des sites d'études et méthodologie générale

Deux régions du Togo sont concernées par la présente étude. La région maritime (Sud-Togo) productrice d'important gisement de déchets méthanisables, et la région de la Kara (Nord-Togo) dont les sols majoritairement agricoles manifestent un besoin accru en matière organique en partie remédiable grâce aux résidus de méthanisation (Figure 10).

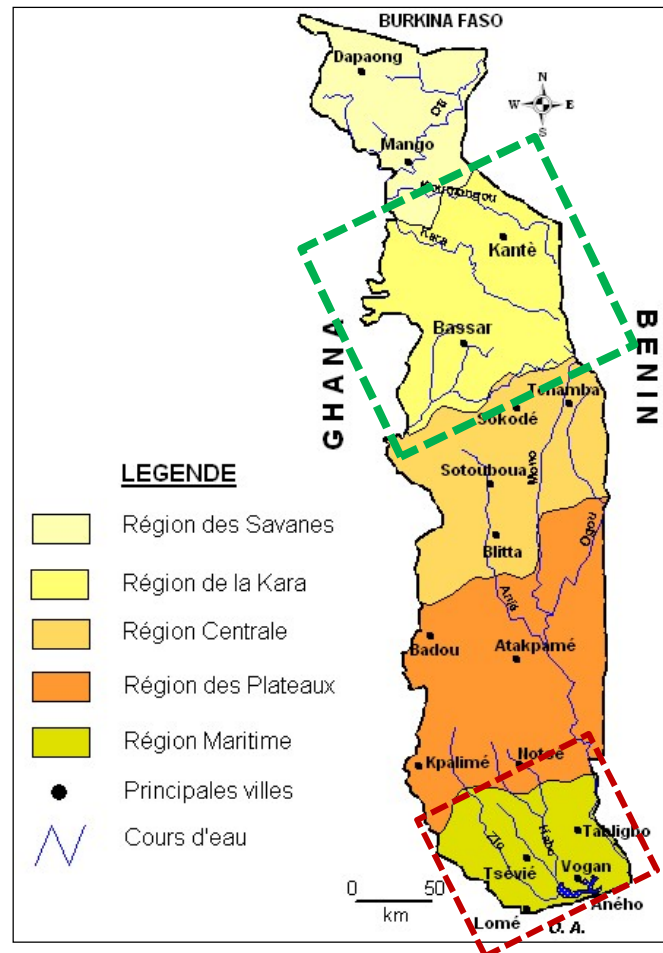


Figure 10: Localisation des zones d'études à l'échelle nationale

II.1.1. Région maritime : présentation et productions des déchets d'abattoirs et de fruits

La région maritime représente 10,7 % de la superficie nationale et concentre 41,7 % de la population togolaise selon le quatrième recensement général de la population et de l'habitat en date de Novembre 2010. La ville de Lomé, la capitale du pays présente une densité de 9 305 hbts/km² et constitue la partie de la région maritime productrice d'importants gisements de déchets organiques. Elle est située entre le 06°07 latitude Nord et 01°11 longitude Est. Le système de collecte des déchets à Lomé est organisé en trois phases que sont la pré-collecte réalisée par les associations de quartiers, la post-collecte organisée à partir des centres de transit par les entreprises privées sous la supervision de la mairie et le stockage dans le Centre

d'Enfouissement Technique (CET) d'Aképé. Le processus de méthanisation ne s'intéressant qu'aux déchets organiques biodégradables, la présente étude a donc ciblé pour digestion les substrats d'élevage et de fruits : les substrats d'élevage se composent des déchets produits par les abattoirs et les bouses de vache tandis que les substrats de fruits sont essentiellement des déchets d'ananas de la société Tropic-Bio.

Au sein des abattoirs relevant de la responsabilité d'une institution publique, l'ONAF, les effluents produits sont stockés dans des puisards de 3 m de profondeur. Ces effluents sont ensuite aspirés trimestriellement puis déversés sur les sites naturels du quartier d'Attigou où se pratiquent les activités de maraîchage. Les substrats solides du site sont évacués mensuellement vers le CET d'Aképé ou déversés dans des zones humides ou dans le lit majeur des eaux de surface. Les abattoirs manifestent un besoin réel en énergie pour l'équarrissage des bêtes et des peaux de bêtes. Les bêtes qui font l'objet d'équarrissage représentent respectivement 16,4 % et 80 % aux abattoirs de Agoe et de Gbossimé. Les combustibles utilisés sont les pneus de voitures (99 %), les troncs d'arbres, le charbon de bois et le pétrole. Le risque encouru est l'exposition directe aux fumées produites qui contiendraient des dioxines et des furanes. La méthanisation des déchets présenterait de multiples avantages pour ces abattoirs. Elle permettrait de limiter les nuisances olfactives générées par les déchets, d'assainir les sites et les aires d'abattage, de fournir une source d'énergie propre pour l'équarrissage des bêtes, de supprimer l'exploitation des troncs d'arbres, de réduire les coûts liés à l'évacuation des déchets d'abattoirs et de fournir une viande saine pour la consommation humaine.

Au sein du marché de Gbossimé, les bouses de vache sont quelques rares fois convoyées vers la plateforme de compostage ou remis aux maraîchers accompagné d'une indemnité de transport. En l'absence de ce type de collecte, les bouses sont évacuées vers l'unique décharge.

Au sein de la société de production de déchets de fruits, les déchets sont repartis en deux catégories que sont les « épiluchures » et « déchets fruits internes ». L'étape productrice de ces déchets est fonctionnelle 7 des 12 mois de l'année. Ces déchets font l'objet de stockage source de nuisances olfactives puis évacués vers la décharge. En effet, la société utilise régulièrement de l'énergie pour le séchage de fruits d'ananas qui sont ensuite ensachés puis commercialisés. Une des alternatives serait alors d'exploiter les parts énergétique et agronomique que leur offre leurs propres déchets. Ainsi, à travers la digestion anaérobie, du biogaz peut être produit pour le séchage des fruits ; le substrat réfractaire à la digestion anaérobie constitue une source d'éléments fertilisants pour les champs de cultures d'ananas. Cela permettrait de réduire ou de supprimer les achats en gaz butane, les coûts inhérents à

l'évacuation des déchets d'ananas et les nuisances olfactives entraînées par le stockage de ces déchets.

II.1.2. Région de la Kara : présentation et qualité des sols




La région de la Kara, a été créée par la loi n° 81/9 du 23 juin 1981. Elle est située entre 9°25 et 10°10 de latitude Nord et 0°15 et 1°30 de longitude Est (Figure 19b). Sa superficie représente 20,5 % du territoire national. Le climat suit un rythme soudanien tropical avec une saison pluvieuse qui va de mai à octobre et une saison sèche de novembre à mars. Les précipitations sont plus abondantes entre juillet et septembre avec une hauteur d'eau qui varie de 1000 à 1600 mm par an et une température qui oscille entre 24 °C et 40 °C.

La région se caractérise par une morphologie irrégulière parsemée de larges plaines (Kara, Binah), de vastes pénéplaines (Kara, Kéran), de vallées et de plateaux (Pagouda, Ketao, Niamtougou, Siou), dominés par de vieux massifs accidentés aux aspects contrastés, le plus souvent dénudés de végétation. Les pentes y sont faibles et estimés à 3 % sur des distances de 6 km et avoisinent les 5 % à l'approche des versants de l'Oti. Le profil pédologique de la région de la Kara met en évidence une forte diversification de ses sols avec comme caractéristique principale, une forte présence d'éléments ferrugineux (60 à 70 %). Selon le classement de la FAO, les sols rencontrés se composent des luvisols pinthique, des lithosols, des luvisols ferrique, des nitosols eutrique et des litho-luvi-drystique-regosols. La nature imperméable de la roche-mère et la fracturation, ne favorisent pas le stockage de l'eau. Les sols contiennent de faibles teneurs en matière organique (MO) comprises entre 0,5 et 1 % surtout quand elles sont exploitées. La fertilité chimique des sols de la région est très évolutive car elle dépend de la nature de la roche mère (plus faibles sur leucocrates), des processus d'évolution fondamentaux des sols (forte lixiviation en bases) et de la nature des argiles. Le couvert végétal est très dégradé avec des espèces ligneuses arborées en quantités inférieures à un individu par hectare et où le renouvellement du stock organique n'est plus dépendant que de la végétation exclusivement herbacée dont la matière sèche est pauvre en composés azotés. Cette végétation herbacée est mise à feu chaque année réduisant son action régénératrice lors des jachères. Ainsi, l'apport des résidus de méthanisation riches en composés azotés et en acides humiques permettrait de restaurer la fertilité organique et chimique de ces sols de la région de la Kara.

II.2. Méthodologie générale, échantillonnage et caractérisation des substrats



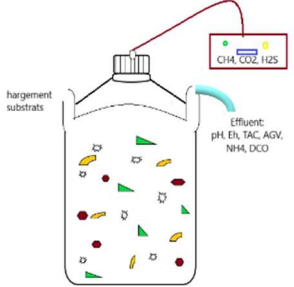
La démarche expérimentale globale de l'étude est présentée Figure 11.

1 – Présentation et caractérisation globale des déchets étudiés

| | | |
|---|--|--|
| <p>Déchets ananas pH=3-4 Substrat acide</p>  | <p>Déchets abattoirs pH=7 Riches en plastiques</p>  | <p>Bouses de vaches pH=8-9 Riche en sables</p>  |
|---|--|--|

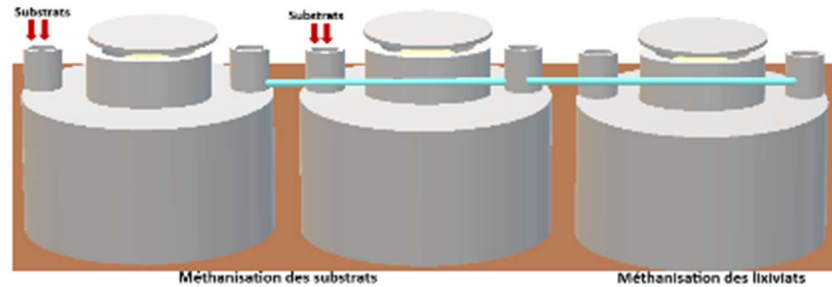
Caractérisation physico-chimique : pH, MS, MO, conductivité
Caractérisation biologique : C_{org} -NTK – C/N

2- Evaluation de l'aptitude des substrats à la digestion anaérobie

| | | |
|--|--|--|
| <p>a - Test de potentiel biométhane</p>  | <p>b - Test de lixiviation par renouvellement de solution</p>  | <p>c - Test de lixiviation par rechargement</p>  |
|--|--|--|

3- Installation d'une filière durable de digestion anaérobie

Suivi : T°-pH-Eh-débit biogaz, qualité biogaz, valorisation biogaz



4- Etude de l'impact des résidus de méthanisation sur les sols agricoles


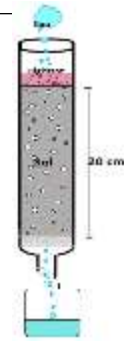

| | | |
|---|--|--|
| <p>1-Test de lixiviation par renouvellement de solution</p>  | <p>2 - Test en colonne</p>  | <p>3 - Test de germination et de croissance</p>  |
|---|--|--|

Figure 11: Démarche expérimentale globale

Les déchets organiques sont les déchets préférentiellement admis en digestion anaérobie. L'ADEME (1999) classe ces déchets organiques en trois catégories : les résidus de cultures, les résidus de fruits et légumes et les résidus d'élevage. Leurs caractéristiques physico-chimiques attribuent une autre classification suivant leur niveau de biodégradabilité : les résidus facilement biodégradables ou résidus herbacés/assimilés et les résidus difficilement biodégradables ou résidus ligno-cellulosiques. Sur ces bases de classification, trois catégories de substrats (substrats d'abattoirs, bouses de vache, déchets de fruits d'ananas) sont choisies pour représenter les trois classes de déchets suivant la classification de l'ADEME (Tableau XIV).

Tableau XIV: Caractéristiques des gisements des substrats d'études

| <i>Substrats</i> | Déchets d'abattoirs | Bouses de vache | Déchets de fruits | Cendre |
|-------------------------|----------------------------|------------------------|--------------------------|---------------|
| | A | B | F | C |
| pH | 6 - 8 | > 8 | < 6 | 11 - 13 |
| Catégorie de substrats | Résidus de cultures | Résidus d'élevage | Résidus de fruits | Minéral |
| Matériaux inertes | Riches en plastique | Riches en sable | - | - |
| Gisements (tonnes/mois) | 23,2 | 22 | 11,7 | - |

L'échantillonnage des substrats est effectué au sein de quatre sites, entre les mois d'octobre et décembre 2015 par quartage sur une masse de substrat humide de 1 tonne afin que les échantillons soient représentatifs des gisements produits. Le substrat final obtenu est séché à la température naturelle.

II.2.1. Déchets d'abattoir de caprins

Les déchets d'abattoir A₁ et A₂ sont prélevés respectivement au sein des abattoirs d'Agoe et de Gbossimé (Figure 12). Ce sont des substrats issus des panses de petits ruminants (moutons et chèvres) déjà en phase de dégradation anaérobie au pH neutre et très facile à méthaniser. Visuellement, ces déchets se caractérisent par la présence de paille et d'herbes broyées de couleur verdâtre. Deux catégories de substrats sont considérées : les substrats provenant directement des panses animales (A₁) et les substrats ayant été stockés pendant un et deux mois (A₂) disponibles que sur le site de l'abattoir de Gbossimé. Ces deux types de déchets sont choisis afin d'évaluer l'impact du stockage sur la digestion anaérobie dans un contexte où les substrats ne sont pas toujours directement introduits dans les biodigesteurs. La production

mensuelle des déchets d'abattoirs est estimée à 6,2 et 17 tonnes respectivement dans les abattoirs d'Agoe et de Gbossimé (Tableau XIV). Cette production est évaluée sur une période de 9 mois en considérant le nombre de caprins abattus quotidiennement multiplié par la masse moyenne de déchet de panses des caprins. Le volume de déchets liquides (eaux usées, graisses, sang) généré est estimé à 5175 et 11744 m³ respectivement pour les abattoirs d'Agoe et de Gbossimé.

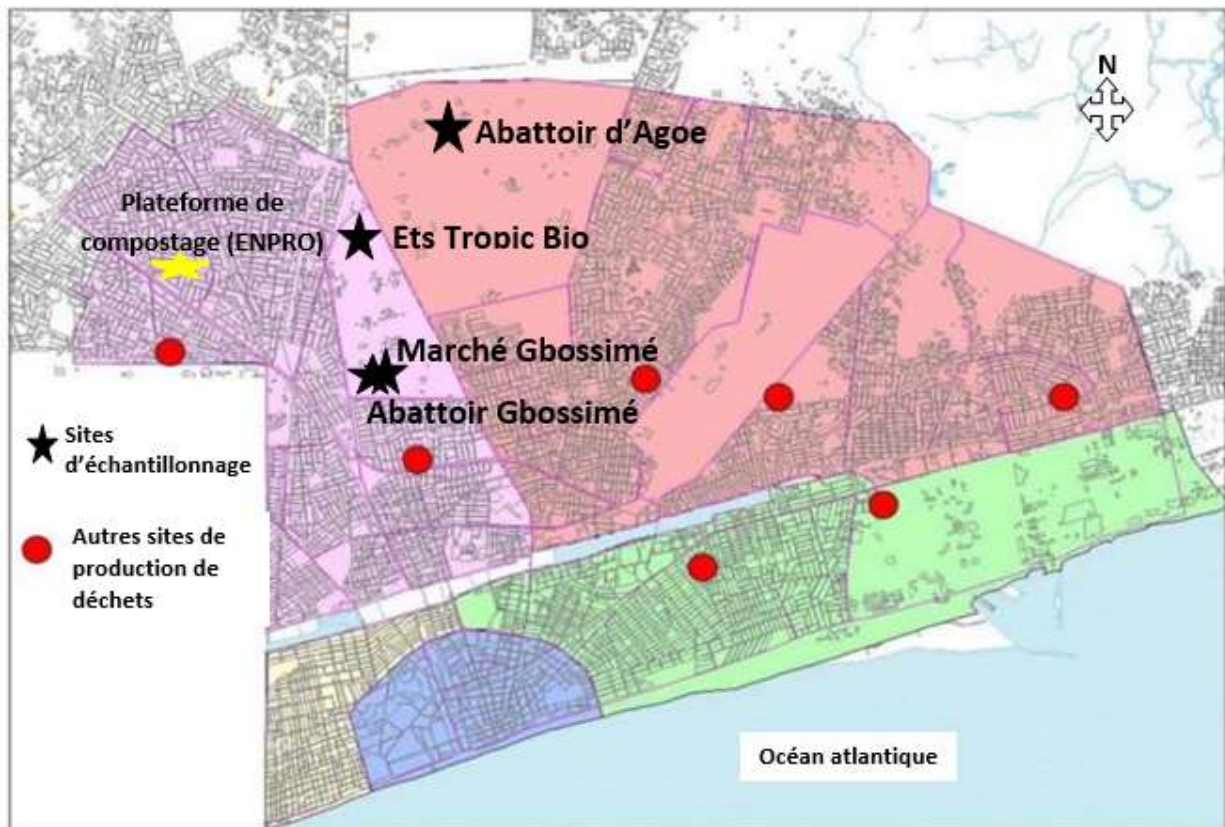


Figure 12: Localisation des sites d'échantillonnage des substrats

II.2.2. Déchets de bouses de vache

Les bouses de vache (B) sont échantillonnées au sein du marché de Gbossimé (Figure 12). Ce sont des déchets de pH généralement basique et facilement méthanisable. La production mensuelle moyenne est estimée à 22 tonnes (Tableau XIV). Cette production est estimée sur une période de 4 semaines par simple comptage du nombre de têtes de vache gardées dans les enclos et en considérant la masse moyenne journalière de bouses éjectée par tête de vache.

II.2.3. Déchets de fruits d'ananas

Les déchets de fruits d'ananas (épluchures : F₁ et fruits : F₂) sont échantillonnés au sein de la société Tropic-Bio, productrice de jus de fruits d'ananas (Figure 12). Ces déchets sont de pH

acide et difficile à méthaniser. Elles appartiennent à la classe des substrats ligno-céllulosiques. La production moyenne mensuelle est de 11,7 tonnes de déchets (Tableau XIV). Cette production est estimée par simple pesage des substrats.

Enfin, les cendres ne sont pas des résidus méthanisables. Elles sont incluses dans cette étude pour jouer le rôle de régulateur de pH en cas d'acidité excessive lors de la digestion des substrats méthanisables. Ces cendres résultent de la combustion des résidus d'agriculture (sorgho et gousses d'haricot). Elles sont prélevées auprès des agriculteurs de la région de la Kara (Niamtougou).

Les déchets de bouses de vache, les déchets d'abattoirs et les déchets de fruits d'ananas sont caractérisés en termes de pH, conductivité, MS, MO, C_{org} et NTK suivant les méthodes indiquées Tableau XV.

Tableau XV: Méthodes et appareillages utilisés pour la caractérisation des phases solides

| Paramètres | Unité | Granulométrie | Normes ou références | Méthodes/Appareillages | Précision et/ou limite de détection | Intérêt du paramètre pour la présente étude |
|--|------------------------|---------------|----------------------|--|-------------------------------------|--|
| Potentiel hydrogène - $pH_{eau} - pH_{KCl}$ | unité pH | 2 mm | NF ISO 10390 (1994) | pH-mètre : Multi 9430 Inolab-IDS-WTW ; Electrode Sentix 980 (compléments : voir tableau précédent) | $\pm 0,01$ unité pH | Connaissance de l'acidité réelle (pH_{eau}), totale (pH_{KCl}) |
| Potentiel redox (Eh) | mV | | NF ISO 10390 (1994) | Potentiomètre : Multi 9430 Inolab-IDS-WTW ; Electrode Sentix ORP 900 (compléments : voir tableau précédent) | $\pm 0,01$ mV | Nature du substrat : oxydant ou réducteur |
| Matière sèche (MS) | % | | NF ISO 11465 (1994) | Etuve : Firlabo – Méthode : séchage Température : $105 \pm 2^\circ C$ | - | Permet d'exprimer les résultats en matière sèche |
| Matière organique | % | - | - | Four : SNOL 4011200. Méthode : Perte au feu Température : $550^\circ C$ pendant 4h | - | Evaluation du pool organique volatile |
| Carbone organique : Corg | $g_C.kg^{-1}_{MS}$ | <0,1 μm | NF ISO 14235 (1998) | Technique : Oxydation à chaud C_{org} par $K_2Cr_2O_7$ en milieu acide. Masse de la prise d'essai = 0,5 g. Mesure de l'absorbance à $\lambda = 585$ nm. Appareil : Spectrophotomètre « Shimadzu UV-1700 » | $\pm 0,005$ unité DO | Permet de déterminer la charge en carbone organique du substrat |
| Azote Kjeldhal modifié : NTK | $g_{NTK.kg^{-1}_{MS}}$ | | NF EN 13342-1 (2002) | Technique : Minéralisation de Norg en milieu H_2SO_4 a chaud en présence d'un catalyseur ($K_2SO_4 + Se$) puis distillation. Titration avec NaOH 0,1M. Minéralisateur : Selecta RAT-2 Distillateur Tecator 2200 Kjeltex | - | Permet d'évaluer le degré d'évolution du sol et l'activité biologique + la charge azotée organique |
| Capacité d'échange cationique : CEC | $meq.kg^{-1}_{MS}$ | 2 mm | NF X 31-130 (1999) | Technique : Echange entre les cations retenus par un sol et les ions cobalthexammine d'une solution aqueuse sous agitation pendant 1h. Masse de la prise d'essai = 2,5 à 10g. Mesure de l'absorbance à $\lambda = 475$ et 380 nm. Appareillage : Spectrophotomètre « Shimadzu UV-1700 ». | $\pm 0,005$ unité DO | Permet de connaître la quantité d'ions susceptibles d'être cédés à une plante pour sa croissance |
| Granulométrie | % | | X 31-107 (2003) | Tamis : Retsch ISO 3310 Tamisage humide de la fraction > 50 μm et sédimentation de la fraction < 50 μm . Utilisation d'une solution de citrate de trisodium (20 g/L) comme solution dispersante à la place d'hexametaphosphate de sodium (25 g/L). | 100 ± 5 % | Permet de connaître la teneur en argiles du sol |

II.3. Evaluation de l'aptitude des substrats à la digestion anaérobie

Trois différents tests sont mis en place afin d'évaluer l'aptitude des substrats à la digestion anaérobie (Tableau XIV) :

- un Test de Lixiviation par reNouvellement de solution (TLN) ;
- un Test de Lixiviation par reChargement de substrat (TLC) ;

Ces tests sont mis en œuvre afin d'évaluer le comportement des substrats en lixiviation. En effet, la phase d'hydrolyse constitue l'une des premières phases du processus de digestion anaérobie durant laquelle le substrat mobilise ses espèces organiques et minérales dans une phase liquide à l'origine de la production du biogaz. Le test de lixiviation représente un outil majeur dans l'étude des espèces organiques et minérales mobilisées et dissoutes et aidera donc à la compréhension de cette phase du processus de DA.

- un test de potentiel bio-méthanogène (BMP) permettant une évaluation quantitative et qualitative de la production du biogaz d'un substrat.

Tableau XVI : Différents tests appliqués sur les substrats

| Substrats | | Tests | | |
|--|----------------|-------|-----|-----|
| | | TLN | TLC | BMP |
| Déchets d'abattoirs non stockés | A ₁ | x | x | x |
| Déchets d'abattoirs stockés | A ₂ | x | x | x |
| Bouses de vache | B | x | x | x |
| Déchets de fruits d'ananas épluchures | F ₁ | x | x | x |
| Déchets de fruits d'ananas interne | F ₂ | x | x | x |
| Cendres | C | x | x | x |
| F (F ₁ +F ₂) | | x | x | x |
| F _{90%} | | x | x | x |
| B _{10%} | | | x | x |
| C _{10%} | | | x | x |
| F _{90%} + B _{10%} | | x | x | x |
| F _{90%} + C _{10%} | | x | x | x |
| F _{90%} + B _{10%} + C _{10%} | | x | x | x |

II.3.1. Conditions opératoires du test de Potentiel Bio-Méthanogène (BMP)

Le test BMP, schématisé Figure 13, est le test de référence permettant d'évaluer la production méthanogène d'un substrat. Des boues digérées par voie anaérobie de la station de traitement des eaux usées de la ville de Limoges (France) sont utilisées comme inoculum en raison de la charge microbienne adaptée, du pouvoir tampon, d'un pH proche de la neutralité ($7,2 \pm 0,1$), d'un ratio C/N optimal et d'une concentration initiale en MV ($C_0=24,1 \pm 0,3 \text{ g}_{MV} \cdot \text{L}^{-1}$) conforme aux directives de la norme VDI 4630. Ces boues sont mises à jeun pendant 8 jours dans le but de réduire la charge organique conformément à la norme VDI 4630.

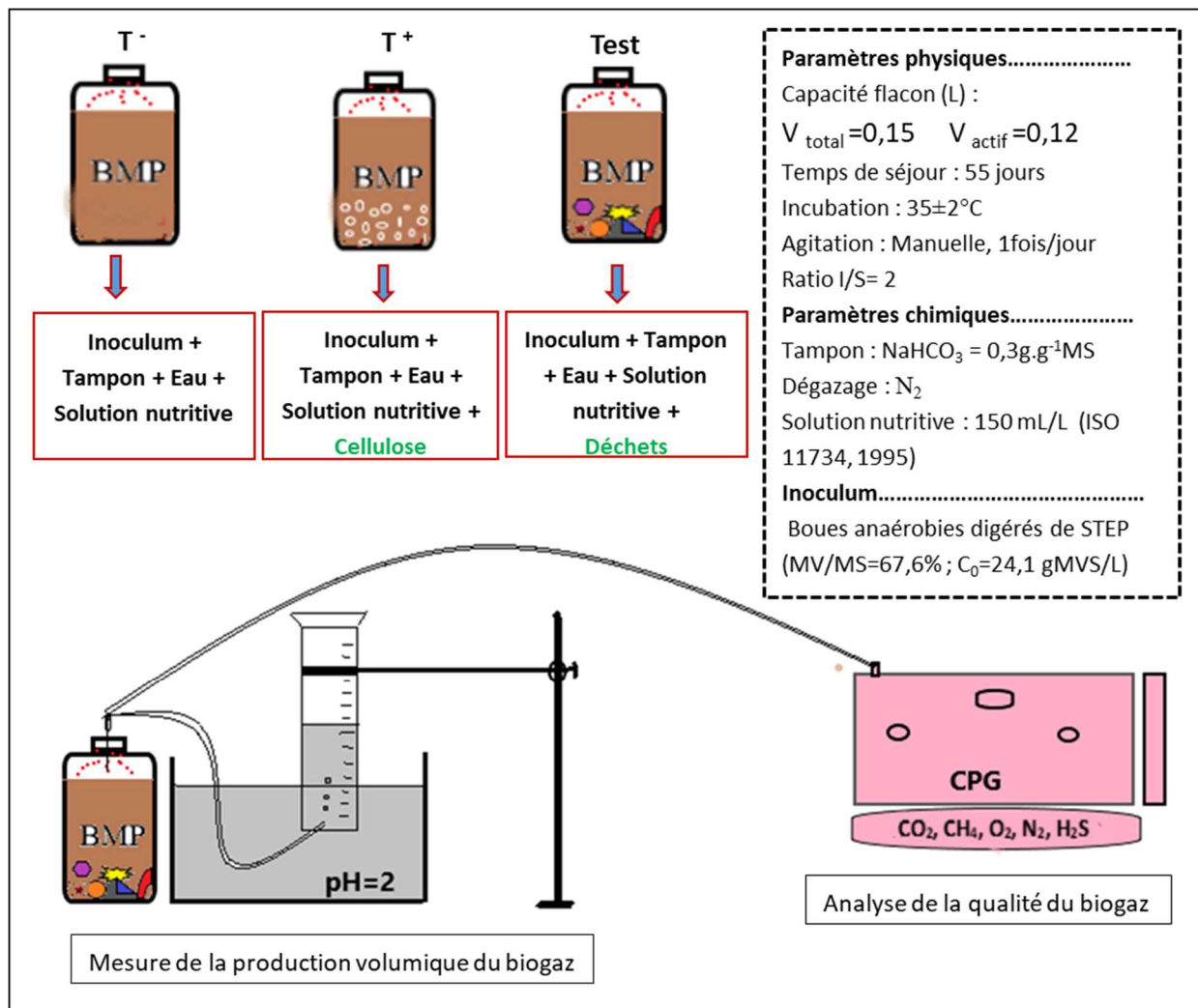


Figure 13 : Protocole expérimental du test BMP mis en œuvre

Un ratio Inoculum/Substrat (I/S) de 2 ($0,4 \text{ g}_{MV}$ inoculum correspondant à $16,3 \text{ mL}$ et $0,2 \text{ g}_{MV}$ de substrat) est choisi de manière à optimiser l'activité microbienne et réduire la durée du test BMP. Ce ratio est également recommandé par la norme VDI 4630. La digestion est réalisée en conditions mésophile afin de se rapprocher d'une température en milieu tropicale ($27-40^\circ\text{C}$).

Trois types de tests sont réalisés : un témoin négatif (T-) constitué de l'inoculum, un témoin positif (T+) constitué de l'inoculum et de cellulose, substrat de référence, et de 13 tests (T) (Figure 13, Tableau XVI). Une agitation manuelle permet la remise en suspension des substrats avec les bactéries. La production du biogaz est mesurée par déplacement d'une solution d'eau acidifiée à pH 2 grâce à une éprouvette renversée (Figure 13). L'utilisation d'eau acidifiée permet d'éviter la dissolution du CO₂ du biogaz. La composition du biogaz produit est déterminée grâce à une micro-CPG AGILENT couplée d'un détecteur à conductivité thermique. La calibration est effectuée avec un mélange standard de gaz (CH₄, O₂, H₂, CO₂ et N₂) certifié DIN EN ISO 6141.

II.3.2. Conditions opératoires du test de lixiviation avec renouvellement de solution (TLN)

Le TLN permet d'estimer la capacité maximale de mobilisation du contenu d'un substrat dans un milieu non saturé, l'eau distillée (Figure 14). Un ratio L/S de 10 est choisi car défini comme le ratio optimal favorisant la mobilisation des espèces minérales et organiques (François et *al.*, 2006).

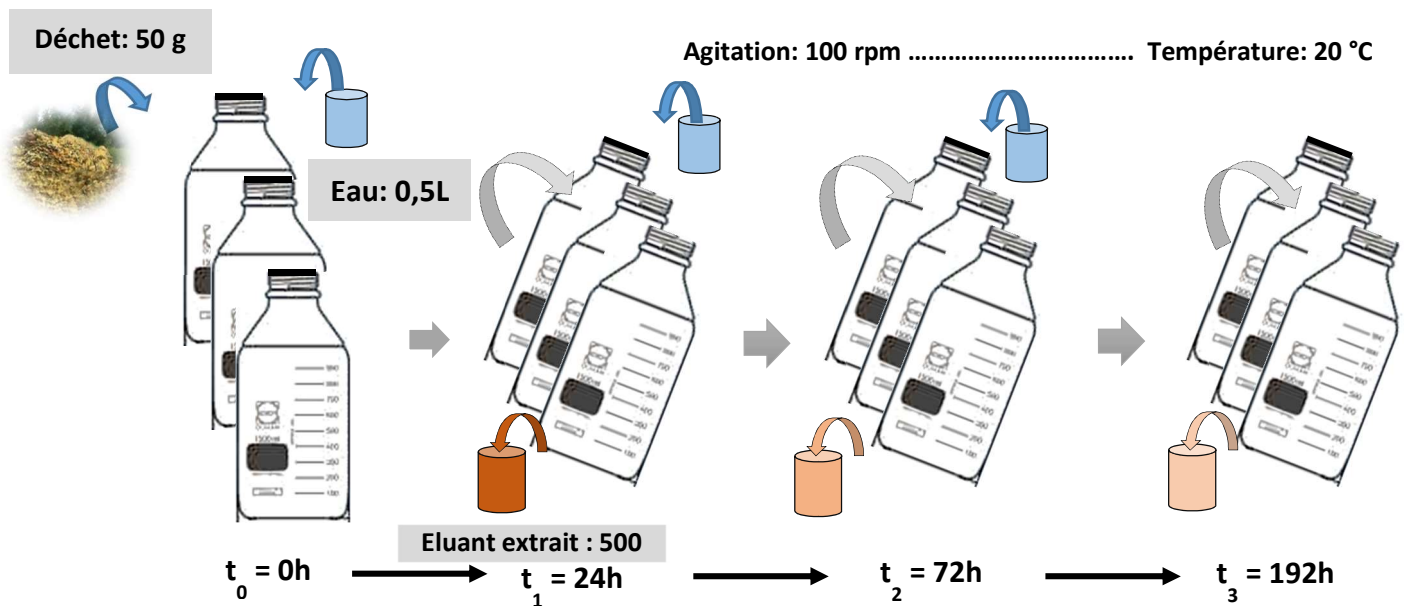


Figure 14 : Protocole expérimental du test de lixiviation avec renouvellement de solution

La norme française EN 12457/1-4 propose un test de lixiviation applicable aux déchets ménagers sur une durée de 24h. Cependant, ce protocole semble insuffisant pour répondre aux problématiques de la digestion anaérobie caractérisée par un long temps de contact entre les

substrats solides et la phase liquide. Des tests adaptés sont donc développés et proposent des durées de lixiviation supérieures afin de se rapprocher du temps de séjour d'un substrat au sein d'un biodigester. Ainsi, le TLN est réalisé sur 8 jours (192h) divisés en trois tranches (0-24h, 24-72h et 72-192h) durant lesquels l'éluant en contact avec le déchet est récupéré et remplacé par l'éluant initial, dans le même volume. Les mobilisations durant ce type de test sont majoritairement dues à l'hydrosolubilité et aux forces physiques générées par l'agitation (Parodi et *al.*, 2011).

Les caractérisations quantitative et qualitative de l'éluant extrait (pH, TAC, conductivité, azote total, ammonium, phosphore total, DCO, AGV, carbone organique dissous, DBO₅, fractionnement selon le caractère hydrophobe, SUVA) suivent les protocoles présentés Tableau XVII.

II.3.3. Conditions opératoires du test de lixiviation par rechargement de substrat (TLC)

Le TLC est réalisé sur une durée de 20 jours. En effet, après 20 jours, 90 % de la charge organique dédiée à la production du biogaz est convertie effectivement en biogaz. Le résidu restant est réfractaire à la dégradation. Ce test est mis en œuvre pour évaluer l'impact de la charge d'alimentation journalière et l'intérêt d'une inoculation de résidus alcalins (Cendres) en milieu de digestion acide. Le but visé par un tel test est de simuler le comportement des déchets au sein d'un bio-digester et de mettre en exergue les potentiels phénomènes d'inhibition et la capacité des micro-organismes à supporter l'augmentation graduelle de la charge organique des substrats (Figure 15)

Deux types de tests sont réalisés :

- Un test à faible charge X1 : il correspond à une inoculation initiale de 8 g_{MS}.L⁻¹ suivi d'une recharge quotidienne de 1/100 de la charge initiale. Ce test simule la digestion *in-situ*.
- Un test à forte charge X5 : il correspond à une inoculation initiale de 8 g_{MS}.L⁻¹ suivi d'une recharge quotidienne de 1/20 de la charge initiale. La forte charge se distingue de la faible charge par une recharge 5 fois plus importante et permet ainsi d'appréhender les phénomènes d'inhibition liés à une surcharge organique.

Un second test de lixiviation par rechargement de substrat est conduit pour améliorer la méthanisation des substrats de fruits d'ananas en raison des contraintes à la digestion anaérobie identifiées lors du premier test de lixiviation par rechargement de substrat. Ce second test se distingue du premier par l'interruption de l'alimentation en substrats au 20^{ème} jour de suivi et le

maintien de la quantification du biogaz produit jusqu'au 60^{ème} jour. Les essais sont menés à faible charge X1 suite aux résultats du test de lixiviation par rechargement de substrat.

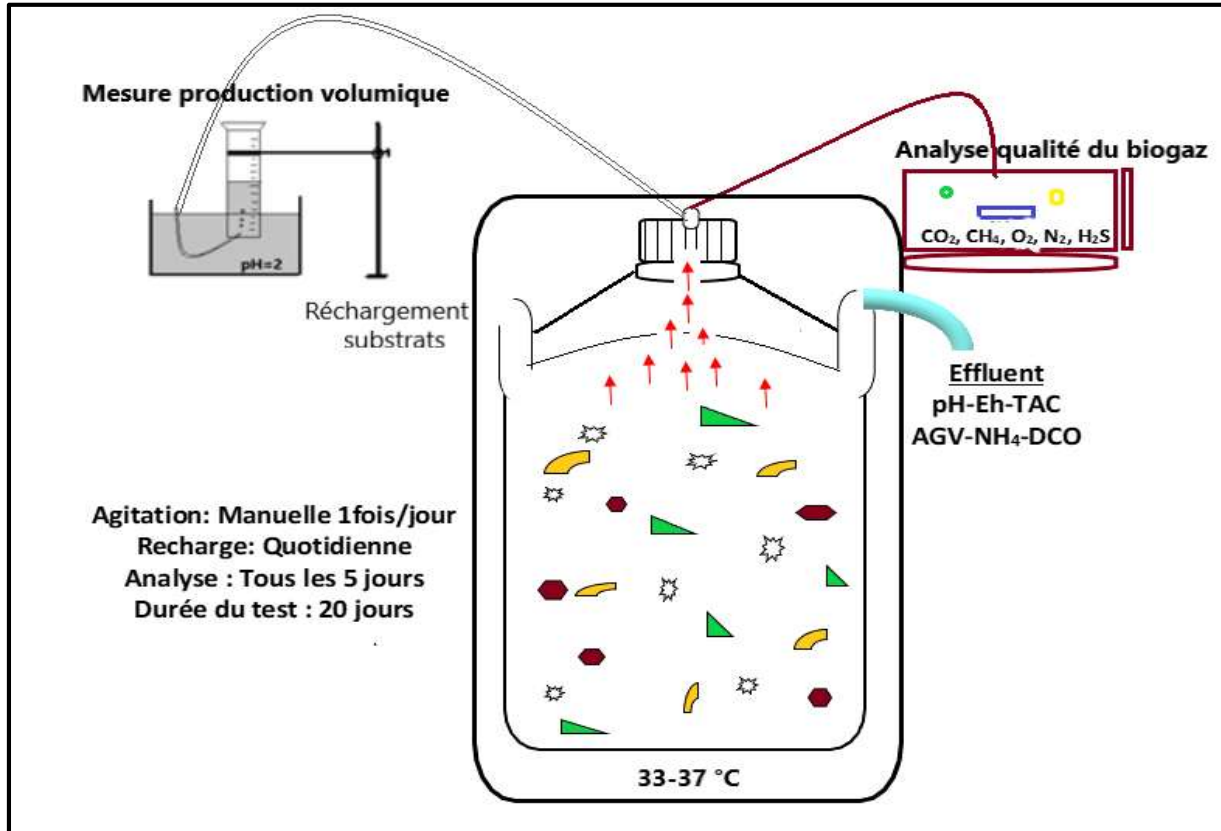


Figure 15 : Protocole expérimental du test de lixiviation par rechargement de substrat

Les paramètres quantifiés lors du test de lixiviation par renouvellement de solution sont les éléments inhibiteurs (AGV, NH₄⁺), les paramètres de stabilité (pH, Eh), les productions quantitatives et qualitatives de biogaz et la charge organique (DCO) selon les méthodes présentées Tableau XVII.

Tableau XVII : Méthodes et appareillages utilisées pour la caractérisation de la phase liquide

| Paramètres | Unité | Seuil de coupure | Norme ou références | Méthodes/Appareillages | Précision et/ou limite de détection | Intérêt |
|--|-------------------------------------|---|------------------------|--|--|--|
| Potentiel hydrogène : pH | upH | Centrifugation 4000 g pendant 10 minutes Puis filtration à 0,45 µm à 18 °C | NF T90-008 | pH-mètre : Multi 9430 Inolab-IDS-WTW ; Electrode combinée WTW Sentix 980 · Electrode de mesure : membrane de verre ; Electrode de référence : Ag/AgCl ; Electrolyte de référence : KCl 3M sans Ag ⁺ ; Etalonnage : tampons 4, 7 et 10 | ± 0,01 unité pH | Connaissance du statut acido-basique |
| Potentiel redox (Eh) | mV | | NF T90-008 | Potentiomètre : Multi 9430 Inolab-IDS-WTW ; Electrode Sentix ORP 900 | ± 0,01 mV | Evaluation du caractère réducteur ou oxydant des substances |
| Conductivité | µS.cm ⁻¹ | | NF EN 27888 (T90-031), | Marque : WTW – Modèle : LF 538 Cellule de mesure : Tetracon 325 | erreur max = 0,5%. | Teneurs en sels dissous (salinité) |
| Carbone Organique Dissous et Azote total | mg.L ⁻¹ | | – | Marque : SHIMADZU –Modèle : TOC-L Technique : Oxydation thermique dans un four à 720 °C ; détection infrarouge du CO ₂ formé après acidification par HCl 1M et bullage à l'air synthétique de qualité 5.0 | 0,1-20 mgC.L ⁻¹ LD : 50 µg.L ⁻¹ | Evaluation de la matière organique carbonée et azotée |
| Phosphore Total | | | EN ISO 6878 | Technique : Kit d'analyse rapide ; Marque : Dr Lange® LCK LCK 349, PO ₄ ³⁻ : 0,05 – 1,5 mg.L ⁻¹ / LCK 339, NO ₃ ⁻ : 0,23-13,5 mg.L ⁻¹ / LCK 332, NO ₂ ⁻ : 0,6-6 mg.L ⁻¹ / LCK 303, NH ₄ ⁺ : 2-47 mg.L ⁻¹ , Spectrophotomètre DR-2800 | - | Suivi de l'évolution du phosphore, NO ₃ ⁻ et NO ₂ ⁻ , NH ₄ ⁺ |
| NO ₃ ⁻ , NO ₂ ⁻ , NH ₄ ⁺ | | | Dr Lange LCK | | | |
| Absorbance à 254 nm | cm ⁻¹ | | – | Berthe et al., 2008, Labanowski et Feuillade, 2011 | Technique : spectrophotomètre UV – visible Marque : Shimatzu UV 1700 PharmasPec double faisceau – cuve quartz 1cm | ± 0,005 unité DO |
| Acides humiques | % | Précipitation à pH 2 par HCl 37 % | | | ± 3% | Quantification et identification des AH, des AF et du carbone organique hydrophile |
| Fractionnement selon le caractère hydrophobe | % | Colonne : acier inox –Volume échantillon : 306 mL Volume résine : 5 mL - k' : 50 - Débit : 50 mL/h | | | ± 3% | |
| SUVA | L.cm ⁻¹ .g ⁻¹ | Rapport Absorbance/COD | | | - | Indicateur de la prédominance ou non des noyaux aromatiques |
| TA, TAC, AGV | mg.L ⁻¹ | | Segbeaya, 2012 | Titrimétrie, H ₂ SO ₄ et NaOH (1N et 0,1N) | | Pouvoir tampon/ molécules organiques |
| DCO | mg/L ⁻¹ | Brute/0,45 | Dr Lange LCK | Technique : Kit d'analyse rapide ; Marque : Dr Lange® LCK 0 – 10 g.L ⁻¹ ; Spectrophotomètre DR-2800 , | | Evaluation de la charge organique et du niveau de biodégradabilité |
| DBO ₅ | | Brute | Oxitop | Technique: Oxitop® | | |

II.4. Installation d'une filière durable de digestion anaérobie

II.4.1. Présentation et justification du choix de la technologie

Le modèle de digesteur Puxin a été développé par la firme Shenzhen créée en 2001 en Chine. Il se compose d'unités de taille familiale (6 et 10 m³) et industrielle (50 à 200 m³) caractérisées par des réacteurs de forme cylindrique, verticale en une section et construites généralement en béton grâce à des moules préconçues. Il a été développé essentiellement pour la digestion des effluents d'élevage, des excréments humains, des eaux usées, de la paille et des déchets alimentaires. Le choix de la technologie Puxin dans le cadre de cette étude est motivé par les avantages indiqués Tableau XVIII.

Tableau XVIII : Raisons du choix de la technologie Puxin

| | Technique | Economique | Social |
|---------------------|--|-----------------------------------|--|
| General | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Forte productivité ▪ Durée de vie >30ans ▪ Bonne dégradation des substrats | Taux de retour sur investissement | Retours d'expérience |
| Niveau local | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Reproductibilité du système ▪ Type de substrats entrants ▪ Temps journaliers de gestion du système ▪ Facilité de construction ▪ Durée de construction relativement courte ▪ Forte pression hydraulique ▪ Ventilation efficace réduisant tout risque de suffocation ▪ Facilité d'évacuation des digestats ▪ Auto-évacuation du surplus de biogaz ▪ Possibilité de construction en milieu inondable ▪ Cloche en fibre de verre | Pouvoir d'achat de la population | Absence d'exigence d'un niveau d'étude élevé pour les opérateurs |

La durée de vie des digesteurs Puxin est estimée à plus de 30 ans, hormis la cloche qui doit être remplacée tous les 10 ans. La durée de construction des digesteurs Puxin de 6 et 10 m³ varie d'une à deux journées. La production volumique du biogaz est de 0,4 à 0,5 m³/m³ de digesteur/jour. Les substrats sont introduits manuellement *via* la fosse d'alimentation qui se situe sur le côté supérieur du digesteur pour rejoindre le milieu de digestion dans lequel se trouve un volume d'eau équivalent au volume du digesteur. Les substrats sont dilués dans des rapports 25/75 ou 50/50 (eau/substrat : V/V). L'alimentation des substrats entraîne un déplacement de l'équivalent en volume de la phase liquide vers un bassin de traitement dédié. La phase solide séjourne 4 à 6 mois dans le digesteur bénéficiant ainsi d'un taux de dégradation

plus important que les intrants en digesteurs infiniment mélangés. Le digesteur Puxin est dépourvu de système d'agitation, de suivi en continu et de chauffage. L'agitation est opérée par le biogaz produit par les substrats qui en rejoignant la cloche force les substrats à céder le passage induisant des mouvements dans le milieu réactionnel. La digestion se réalise par voie humide en une seule étape. Le biogaz produit est stocké dans la cloche mobile en fibre de verre de 30 kg. La cloche est interne au biodigesteur et à une capacité de stockage maximal de 1,2 m³ de biogaz.

II.4.2. Choix du site, dimensionnement, installation et alimentation des unités de méthanisation

Le site d'installation des unités de méthanisation est choisi en tenant compte de la disponibilité constante et suffisante des substrats biodégradables, les besoins en énergie à satisfaire, la disponibilité et la forte motivation du bénéficiaire à assurer le fonctionnement de l'installation (nécessité d'un temps minimum de 30 minutes par jour pour l'approvisionnement du substrat et l'alimentation du digesteur). Les critères ayant permis de définir l'emplacement des biodigesteurs dans le cadre de cette étude sont la proximité de la source d'utilisation du biogaz et de la source de matière première. La distance de sécurité entre les espèces végétales et le site d'implantation est supérieure à 50 m levant toute suspicion de fragilisation ou d'écroulement des biodigesteurs du fait d'un développement racinaire avéré. Par ailleurs, le niveau piézométrique, l'abstraction de construction dans les zones inondables, la distance de sécurité de 30 m eu-égards aux puits et aux eaux de surface, la situation aval des biodigesteurs par rapport à l'écoulement des eaux souterraines n'ont pas été jugés importants lors des installations. Une rupture des biodigesteurs pourrait alors constituer des sources éventuelles de pollution.

Dans le cas des digesteurs Puxin, les dimensions et le volume des digesteurs sont prédéfinis (6, 10, 50, 100, 200 m³). Le besoin en énergie et/ou la disponibilité des substrats permettent à eux seuls de définir le type de digesteur ou le nombre de digesteur à construire (Tableau XIX).

Les digesteurs de 10 m³ sont retenus et 8 biodigesteurs sont installés. L'installation est caractérisée par une étape d'implantation suivie de la construction. L'implantation consiste à la localisation et la délimitation de l'espace de construction d'un biodigesteur. Elle est suivie des opérations de fouille permettant de réaliser une fosse de 3m de profondeur et de 4m de diamètre. Un traitement du sous-sol est mis en place en milieu argileux, du fait de leur gonflement et rétraction en fonction des saisons, source de fragilisation et d'écroulement des biodigesteurs.

Le traitement du sous-sol est fait suite à la construction d'un premier digesteur et consiste à la pose d'une couche de sable d'une épaisseur de 10 cm pour s'affranchir des éventuelles fissures sur la face postérieure de la base des digesteurs.

Tableau XIX : Méthode de calcul pour le dimensionnement des unités de méthanisation

| Determination du temps de séjour : RT (jr) | Production journalière de déchets : Pj (kg _{MB}) | Charge organique journalière (ORL) ORL = Volume du digesteur/RT | Nombre de digesteurs de 10 m ³ (N) N=Pj/ORL ₁ |
|---|---|---|--|
| RT= 66 Déterminé par rapport à la température de digestion (25-30°C) et de la charge en MS substrat (16 % _{MB}) via les données du constructeur (retour d'expériences) | Abattoir Agoe Pj = 208 Abattoir de Gbossimé Pj = 566 | Hypothèse 1 : V _{digesteur} = 10 m ³ =10 000 dm ³ ORL ₁ =10 000/66= 151 kg.jr ⁻¹ Hypothèse 2 : V _{digesteur} = 50 m ³ ORL ₂ =50 000/66= 758 kg.jr ⁻¹ Conclusion : Par comparaison aux valeurs de Pj, un digesteur de 50 m ³ serait sous-alimenté. Un digesteur de 10 m ³ serait sur-alimenté. Mais des digesteurs de 10 m ³ en serie seraient adaptés. | Abattoir d'Agoe N= 208/151= 1,4≈2 Abattoir de Gbossimé N= 566/151= 3,7≈4 NB : Pour chaque installation 1 digesteur de plus est construit pour digérer l'excédent de la phase liquide. |

La construction des biodigesteurs repose sur l'assemblage des moules (corps, voûtes, collier, goupilles) dans une fosse préalablement réalisée (Figure 16 : étapes 1 et 2).

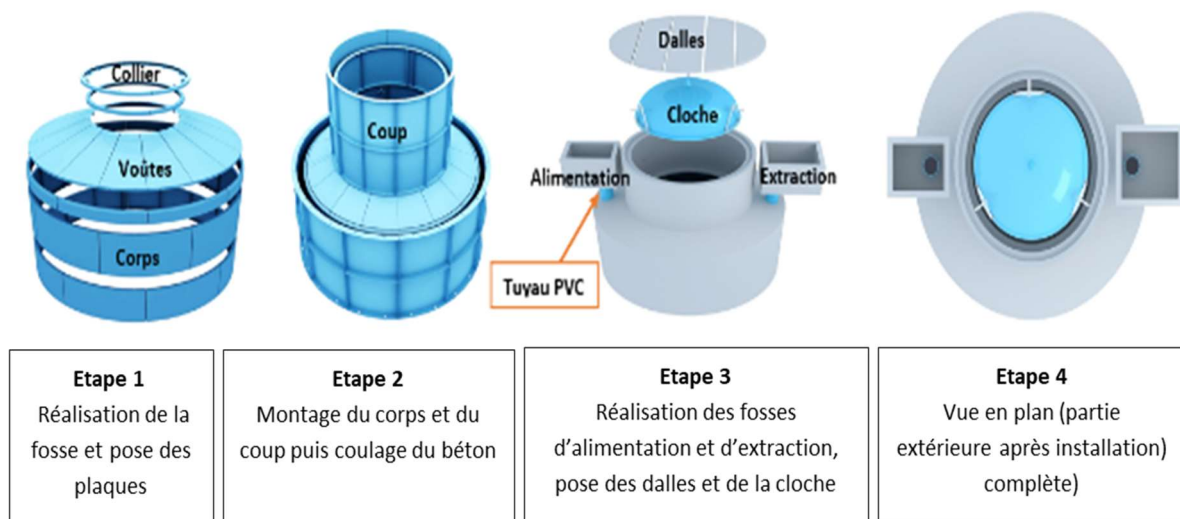


Figure 16 : Processus de construction d'un digesteur Puxin

Du béton obtenu à partir d'un mélange de 50 kg de ciment, 60 L de sable, 130 L de graviers et 25 L d'eau est coulé à la base sur laquelle repose l'assemblage des moules et entre les plaques. Les moules intérieures sont retirées en 24h, les moules extérieures en 48h pour éviter leur accrochage au béton. Les fosses d'extraction et d'alimentation sont construites à l'aide de parpaings traversés par des tuyaux PVC 160 de longueur 1,25 m constituant le canal par lequel les substrats sont introduits. Les tuyaux PVC 160 sont inclinés à 45° et leur limite inférieure située à 50 cm de la base du digesteur. La cloche est ensuite posée et des dalles de protection en béton permettent de la protéger des éventuels risques extérieurs ou sa projection de son emprise à cause de la pression induite par le biogaz (Figure 16 : étape 3).

Des conduites en polyéthylène (d= 9 mm) relient la cloche à la source de consommation du biogaz (Figure 17).



Figure 17 : Montage de récupération et de transfert du biogaz vers la source de consommation

Sur ces conduites sont placées des manomètres (jauges à pression) de pression maximale de 16 kPa, qui servent à détecter les fuites suite à des baisses inopportunes de pression et à estimer le volume de gaz produit à partir de la pression, connaissant la température ambiante. A la suite des jauges à pression se trouve un piège à eau d'un volume de 0,5 L dont le rôle est de retenir l'eau formé lors du refroidissement du biogaz empêchant toute obstruction du passage du biogaz. Les filtres à soufre contenant de la limaille de fer épurent le biogaz du soufre. Un compteur à gaz de débit maximal de $6 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et de pression maximale de 10 kPa, permet de mesurer la production volumique de biogaz. Enfin, se trouvent des cuisinières à biogaz et des chalumeaux, pour l'utilisation éventuelle du biogaz comme combustible (Figure 18).

Les tests d'étanchéité à l'eau et à l'air sont mis en oeuvre pour vérifier respectivement l'étanchéité du digesteur et de la tuyauterie/cloche. Les tests d'étanchéité à l'eau sont faits par remplissage de l'eau dans le digesteur et la mesure des pertes au bout de 24 et 48 h. Les tests d'étanchéité à l'air sont faits à base du biogaz et de l'eau. Du biogaz est remplie via toute la

tuyauterie qui est ensuite plongée dans de l'eau. Les fuites sont repérées par la formation de bulles d'air.

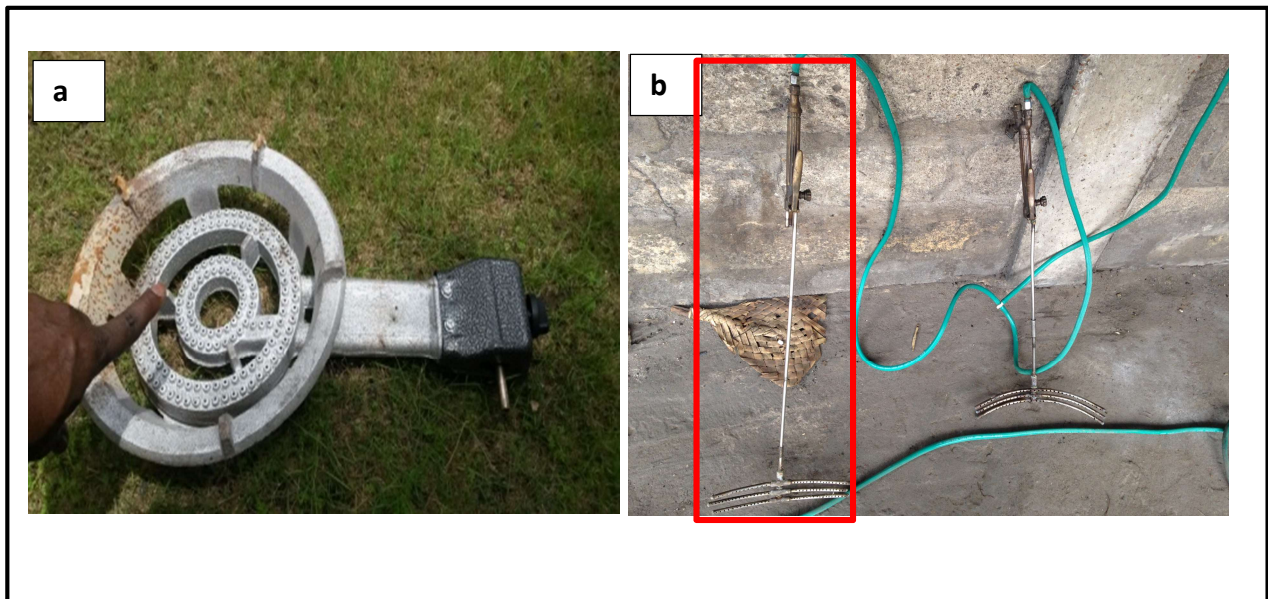


Figure 18 : Outils utilisés pour la valorisation du biogaz : cuisinière à gaz (a) et chalumeau (b)

La charge organique initiale est de $16,5 \text{ kg MV} \cdot \text{m}^{-3}$. L'alimentation journalière des biodigesteurs en substrats bruts fluctue entre 100 et 150 kg, correspondant à une charge organique moyenne de $2,1 \text{ kg MV} \cdot \text{m}^{-3}$.

II.4.3. Caractérisation de l'inoculum et suivi des paramètres physico-chimiques des digesteurs

Seuls les substrats d'abattoirs et les substrats de bouses de vache sont digérés sur site Tableau XX. Les substrats d'ananas nécessitent une optimisation qui est faite à l'échelle de laboratoire.

Tableau XX : Substrats méthanisés sur site

| | Substrats d'abattoirs : Agoe et Gbossimé | Bouses de vache de Gbossimé | Déchets d'ananas de Tropic-Bio |
|---------------------------------|---|--------------------------------|-----------------------------------|
| Digestion anaérobie sur site | ✓ | ✓ | X |

Du fait des difficultés de suivi de tous les sites de méthanisation, le suivi et l'optimisation est faite sur les biodigesteurs de l'abattoir d'Agoe. Ainsi, la caractérisation de l'inoculum servant lui-même de substrat d'alimentation est évaluée au travers de la matière sèche et de la matière

organique. Le suivi sur site se limite à l'analyse de la phase liquide quotidiennement transférée des biodigesteurs vers le bassin de traitement aérobie. Le pH, le potentiel redox, la température et le débit en biogaz des digesteurs Puxin installés sont considérés comme des indicateurs déterminants de suivi du processus de digestion anaérobie. Ces paramètres sont suivis sur une période de 1 mois via des mesures quotidiennes. La quantification et la qualification de la charge organique (DCO, DBO₅, AGV, NTK) permettent d'évaluer l'état d'avancement de la dégradation des molécules organiques. La charge minérale traduite par la conductivité ; la charge organique exprimée par la DCO et les AGV ; le pouvoir tampon caractérisé par le TAC et le NTK sont mesurés durant les deux premiers mois de la mise en route du digesteur.

Le matériel utilisé pour la caractérisation est présenté Tableau XXI.

Tableau XXI : Matériel utilisé pour le suivi de la digestion anaérobie dans les digesteurs

| Paramètres | Matériel/Méthodes | Gamme de mesure/ Précision |
|--|---|----------------------------------|
| <i>Caractérisation de la phase liquide</i> | | |
| pH | Sonde multi paramètres PHT-027, Electrode Ag/AgCl, Etalonnage : tampons 4,01 ; 6,86 et 9,18 | (0 -14)±0,1 unité pH |
| Eh | Sonde redox ORP | (0-1999 mV)±0,1% |
| Conductivité | Sonde conductimètre | (0-19990µS.cm ⁻¹)±2% |
| Température | Sonde thermomètre vici TM803 | (-50 à +70)±1°C |
| Débit volumique | Testeur de Compteur Débit de Gaz | - |
| DBO ₅ | Système DBO AL606 model Aqua-Lytic, Methode oxytop | - |
| DCO | Bloc digest 6, model SELECTA, Méthode : Minéralisation au dichromate de potassium | - |
| NTK | Bloc digest 6, model SELECTA. Minéralisation +distillation | - |
| AGV/TAC | Titimétrie H ₂ SO ₄ /NaOH | - |
| <i>Caractérisation de la phase solide</i> | | |
| MS | Etuve Interlabs Instruments DP1-I Méthode : séchage 105°C – 24h | ±1°C |
| MO | Four Model SNOL 40I1200 Méthode : Calcination 550°C – 4h | ±1°C |

La pression du biogaz en sortie des biodigesteurs est déterminée grâce à des manomètres. Une pompe à compression de 50 kpa est utilisée pour amplifier la pression du biogaz sortant du ballon stockant l'excédent du biogaz produit. La teneur en méthane est déterminée par

prélèvement du biogaz à l'aide d'une seringue et sa mesure volumétrique par déplacement du liquide. Le premier liquide est une solution d'eau distillé acidifié à pH 2 à l'aide du HCl et mesure le volume total de biogaz et le second est une solution de KOH de pH 11-13 obtenu à l'aide des cendres de cette étude et mesure le volume de méthane du biogaz.

II.5. Etude de l'impact des résidus de méthanisation sur les sols agricoles

II.5.1. Echantillonnage des sols agricoles et des digestats

- Echantillonnage et caractérisation des sols agricoles

La région de la Kara présente une forte hétérogénéité texturale des sols à l'image de la région ouest africaine. 15 points d'échantillonnage sont choisis dans l'objectif de réunir les sols des différentes catégories géochimiques existants dans la région de la Kara (Figure 19b).

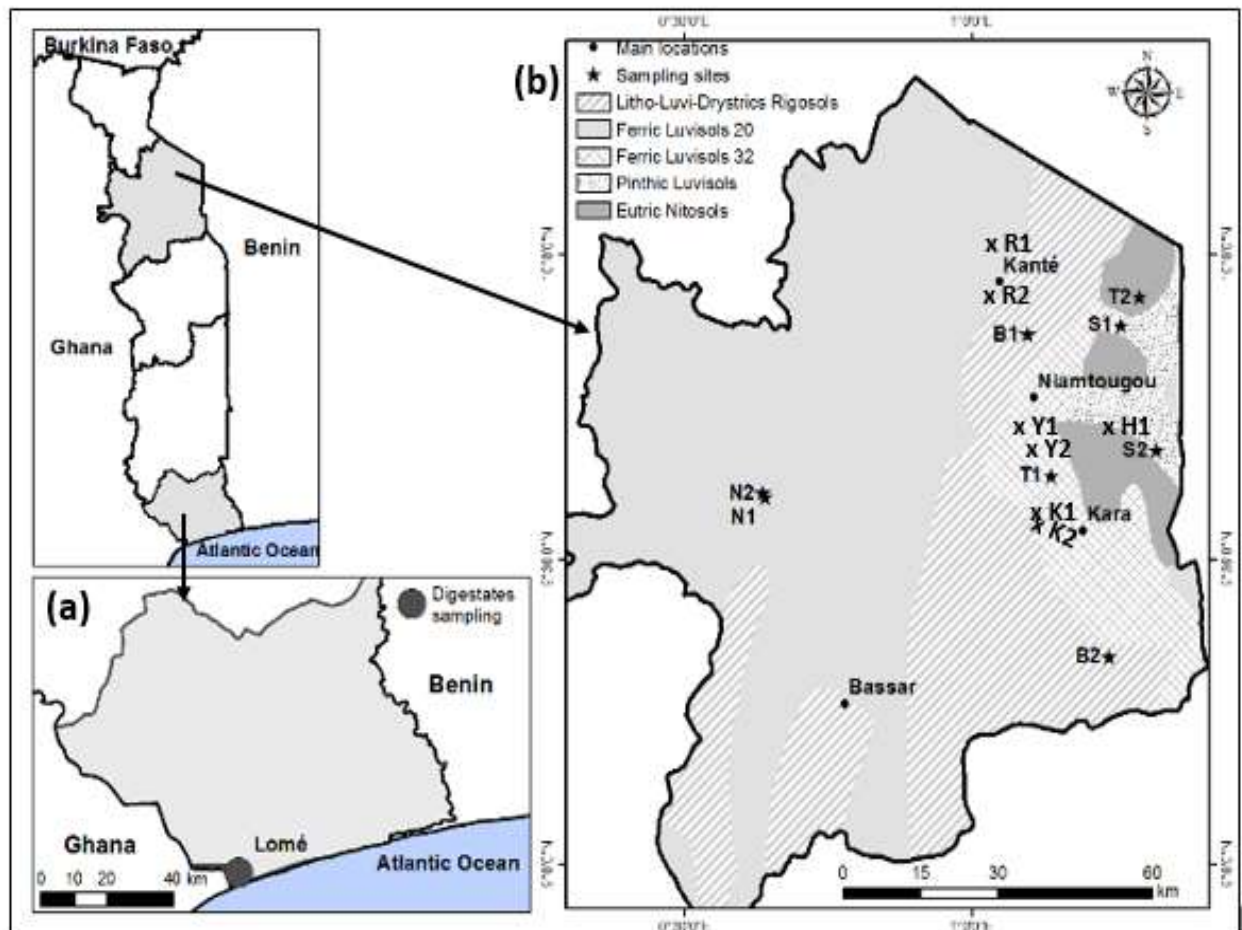


Figure 19 : Cartographie des sites d'échantillonnage des digestats (a) et des sols (b)

Une carte pédologique du Togo au 1/1.000.000 (Lamouroux, 1969) a été utilisée. Sur cette carte les points de collecte de chaque type de sol sont choisis puis les coordonnées GPS des points

des diverses catégories de sols sont extraites à partir du Logiciel Quantum GIS (Tableau XXII). L'identification sur le terrain est faite à l'aide d'un GPS type Garmin. Un espace carré de 50 x 50 m est ensuite réalisé autour du point repère suivi d'un prélèvement de 15 carottages de sol en diagonale à l'aide d'une tarière. Ce mode de prélèvement est recommandé pour les reliquats azotés, le suivi de la zone prélevée et dans le cadre de la reconstitution d'un échantillon représentatif (NF X 31 100). Les sols prélevés sont homogénéisés dans des seaux plastiques en polyéthylène puis 25 kg de sol sont récupérés pour représenter le point de prélèvement. La profondeur de prélèvement est fixée à 15 cm correspondant à la profondeur de labour. Le prélèvement est fait durant la période pré-récolte pour éviter un prélèvement de sols trop humide ou des sols ayant reçu un apport minéral récent.

Tableau XXII : Coordonnées géographiques des points de prélèvements des sols

| Sols | | Type de sol | Coordonnées géographiques | | Sols | | Type de sol | Coordonnées géographiques | |
|------|---------------|-------------|---------------------------|-------------------------|------|-----------------|-------------|---------------------------|------------------------|
| 1 | Naware | N1 | Sols ferrugineux | 0,6364 N 9,6086 E | 9 | Kanté Rizière | R1 | 0°59601 N 10°00,285 E | |
| 2 | Naware Témoin | N2/N | | 0,63983 N 9,601310 E | 10 | Kanté Ferme | R2 | 0°59265 N 10°00,642 E | |
| 3 | Tchitchao | T1 | Sols à Mull | 1,13833 N 9,63663 E | 11 | Niamtougou-Yaka | Y1 | 1,11469 N 9,73827 E | |
| 4 | Massedena | T2 | | 1,29319 N 9,92974 E | 12 | Niamtougou-UK | Y2 | 1,12526 N 9,70586 E | |
| 5 | Siou | S1 | Sols ferrallitiques | 1,22845 N 9,85111 E | 13 | Kara | K1 | 1,17461 N 9,5633 E | |
| 6 | Ketao | S2 | | 1,3121 N 9,64765 E | 14 | Kara Témoin | K2/K | 1,1744 N 9,5633 E | |
| 7 | Defalé | B1 | Lithosols | 1,09705 N 9,86861 E | 15 | Tcharè | H1 | Sol ferrallitique | 1,18399 N 9,66487 E |
| 8 | Bafilo | B2 | | 1,23998 N 9,34049 E | | | | | |

Tous les sols sont caractérisés en termes de pH_{eau} , pH_{KCl} , Eh, conductivité, MO, CEC, C_{org} et NTK suivant les méthodes mentionnées Tableau XV. En plus de ces paramètres, la granulométrie est déterminée en externe au sein du laboratoire des eaux de la ville de Limoges (France) selon la méthode indiquée Tableau XV, les teneurs des sols en Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , NO_3^- et NH_4^+ sont évaluées en externe au sein du laboratoire INRA-Narbonne suivant la méthode INRA. Ces dernières caractérisations sont évaluées que sur les sols témoins N2/N et K2/K destinés aux essais en colonne.

▪ **Echantillonnage, traitement et caractérisation des digestats**

Deux types de digestats sont échantillonnés à Lomé (Figure 19a). Les digestats de déchets de caprins des biodigesteurs installés au sein de l'abattoir d'Agoe et les digestats de bouses de vache du biodigesteur installé au sein de la plateforme de compostage de DMA (site d'ENPRO). Les digestats de caprins et les digestats de bouses de vache sont extraits respectivement au bout de 8 et 12 mois de digestion anaérobie. Les différents traitements appliqués sur ces digestats sont présentés Tableau XXIII. Deux séchages sont effectués, le séchage au soleil et le séchage à l'ombre afin d'évaluer les modifications d'ordre physico-chimique.

Tableau XXIII : Différents traitements appliqués aux digestats

| Traitements | Digestats d'abattoir de déchets de caprins | Digestats de bouses de vache |
|---|--|------------------------------|
| Séchage au soleil | | |
| Phase solide séché | D ₀ | V ₀ |
| Phase solide+2 mois de compostage puis séchage | D ₂ | - |
| Phase solide+3 mois compostage puis séchage | D ₃ | - |
| Séchage à l'ombre | | |
| Phase solide | D ₀ ' | V ₀ ' |
| Phase solide+2 mois compostage puis séchage | D ₂ ' | - |
| Phase solide+3 mois compostage puis séchage | D ₃ ' | - |
| Co-compostage | | |
| Co-compostage avec déchets ménagers et assimilés pendant 3 mois | C _{50/50} | - |

Le compostage des digestats est effectué sur la plateforme de compostage des déchets ménagers et assimilés de Lomé (ONG ENPRO). Une masse de 200 kg de déchets sont compostés. L'aération est faite par retournements des tas durant la phase biooxidative caractérisée par une température élevée. L'humidité est contrôlée chaque semaine afin de la maintenir au-delà de 40 % (Bustamante et *al.*, 2012). La température est déterminée grâce à une sonde « RCYAGO 4 ». Les mesures sont faites à trois niveaux sur le tas, le haut, le milieu et la base et une moyenne est calculée (Zeng et *al.*, 2016). Au bout de trois mois de compostage, les digestats compostés sont tamisés grâce à un tamis de maille 6 mm afin d'éliminer les résidus comme les plastiques, les roches, les verres et le bois.

La teneur en MS et MV, le C_{org} et le NTK sont déterminés sur l'ensemble des digestats. Le test de lixiviation par renouvellement de solution (TLN) est appliqué sur les digestats séchés au soleil (D_0 , D_2 , D_3 , V_0) et le digestat co-composté ($C_{50/50}$) ; la phase liquide résultante est caractérisée en termes de pH, Eh, conductivité, DCO, DBO_5 , Azote, phosphore et AGV.

II.5.2. Conditions opératoires des tests de percolation en colonne

Le test de percolation en colonne constitue l'outil le plus pertinent d'étude de l'impact d'un amendement de digestats sur un sol agricole à l'échelle du laboratoire. Le système expérimental est composé d'une colonne en verre avec un verre fritté pour empêcher les fuites de la matrice solide introduite. Les caractéristiques de la colonne utilisées ainsi que la démarche expérimentale sont inspirées de la norme OCDE (Avril 2004, N°312) et schématisé Figure 20.

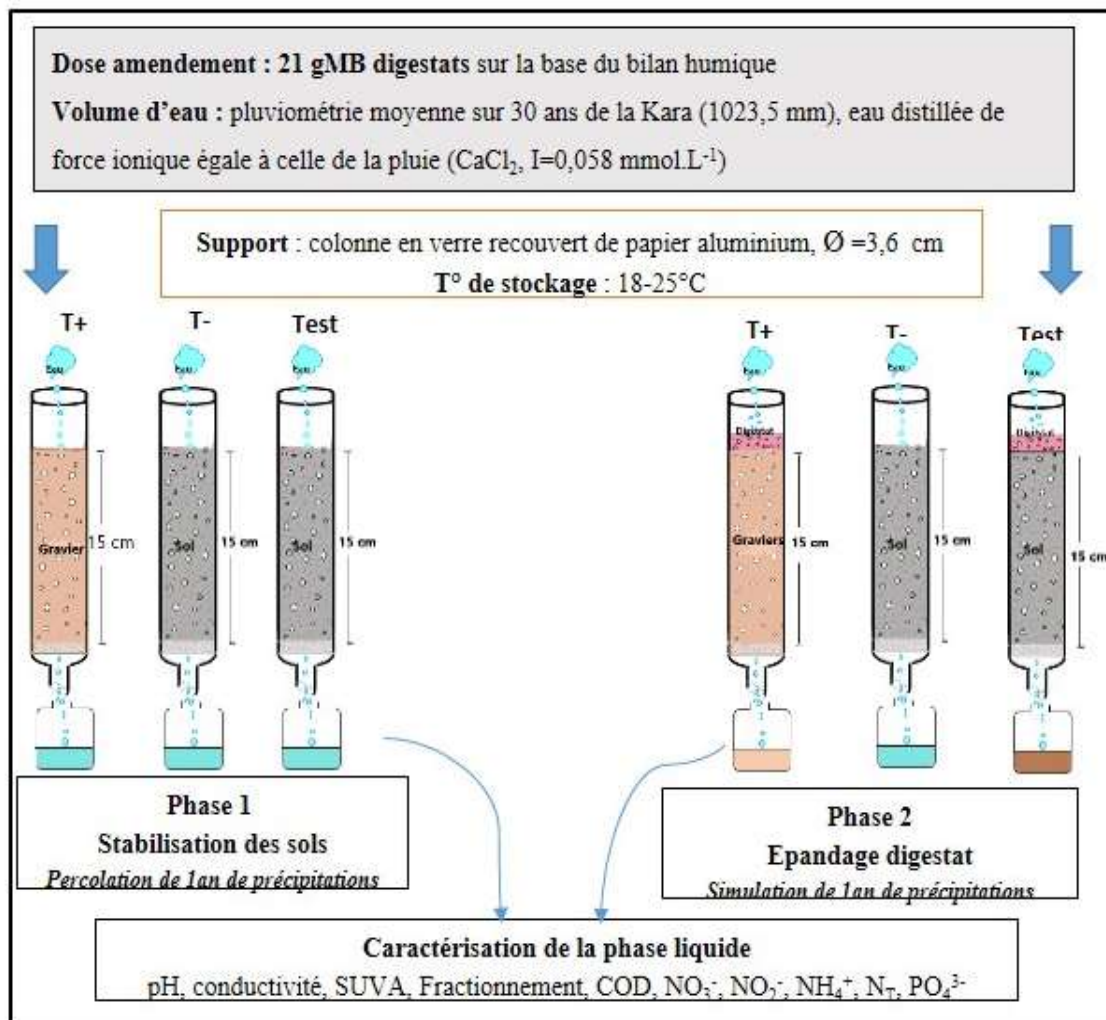








Figure 20 : Protocole expérimental des tests de percolation en colonne

La couche de sol utilisée dans les pratiques agricoles (0-15 cm) est introduite dans une colonne de sol sur une hauteur de 15 cm. Trois types de tests de percolation sont menés en duplicats : un Témoin⁺ (T⁺ : graviers + digestat) pour lequel la couche de sol est substituée par une couche de graviers afin de qualifier la fraction soluble du digestat suite à la percolation de l'eau de pluie, un Témoin⁻ (T⁻ : sol sans digestat) pour lequel aucun amendement n'est réalisé, et un Test (T : sol+digestats) avec amendement. Afin d'éviter l'interaction d'une matière organique anthropique, 2 sols n'ayant pas été utilisés en agriculture durant au moins 5 années sont étudiés.

Le remplissage des colonnes utilise la fraction de sol inférieure à 2 mm. Le tassement permet ensuite une bonne cohésion entre les particules du sol. Une humidification ascendante du sol est réalisée à partir d'une pluie artificielle de CaCl₂ (I= 0,058 mmol.L⁻¹) afin de chasser les vides d'air et éliminer les chemins préférentiels qu'auraient pu entraîner une humidification gravitaire. L'application d'un faible débit (1 goutte/minute) sur les colonnes de sols entraîne une accumulation de la pluie artificielle en tête de colonne. Ainsi, la solution de pluie artificielle est appliquée directement en tête de colonne. Le volume injecté est déterminé à partir de la pluviométrie moyenne annuelle sur 30 ans, soit 1023,5 mm. Rapporté aux caractéristiques de la colonne, un volume de 522 mL de CaCl₂ (I= 0,058 mmol.L⁻¹) est injecté en tête de colonne, suite à la déduction des parts de ruissellement et d'évaporation, estimées à 50 %. Ainsi, 87 mL de CaCl₂ sont introduits en tête de colonne à chaque injection. 6 injections correspondant aux 6 mois de pluies de l'année sont effectuées pour porter les colonnes à un état de stabilisation proche du milieu naturel (Tableau XXIV). Dans cet état le transfert des espèces minérales et organiques de la phase solide vers la phase liquide est quasi-négligeable; les paramètres physico-chimiques tels le pH, la conductivité, l'azote, et le carbone organique dissous des percolats se stabilisent.








Tableau XXIV : Indication des apports de pluies en phase de stabilisation



| Injections durant la phase de stabilisation | | | | | | | | | | | |
|---|---------|------|-------|---|---|---|---|---|---|----------|----------|
| Janvier | Fevrier | Mars | Avril | Mai | Juin | Juillet | Août | Septembre | Octobre | Novembre | Decembre |
| | | | |  |  |  |  |  |  | | |

Dès l'atteinte de la stabilisation, une masse de 21 gMB de digestat est introduite en tête des colonnes des sols test et témoin positif. La détermination de la dose d'amendement s'appuie sur le bilan humique et les caractéristiques de la colonne que sont la surface et la hauteur considérée (Annexe 3). 6 autres injections de CaCl₂, espacées chacune de 48 h viennent marquer la fin des

pluies et correspondent aux 6 mois de pluie dans la région de la Kara (Tableau XXV). Cette phase correspond à la phase d'amendement.

Tableau XXV : Indication des apports de pluies et de digestats en phase d'amendement

| Injections durant la phase d'amendement | | | | | | | | | | | |
|---|---------|------|-------|---|---|---|---|---|---|----------|----------|
| Janvier | Fevrier | Mars | Avril | Mai | Juin | Juillet | Août | Septembre | Octobre | Novembre | Decembre |
| | | | |  |  |  |  |  |  | | |
| | | | |  | | | | | | | |

 Pluie  Apport de digestats

II.5.3. Etude de l'impact des digestats sur la germination et la croissance de *Zea mays*

Les tests de germination et de croissance développés sont inspirés des normes de l'association française de normalisation NF X 31-201 et NF X 31-202 relatives respectivement à l'inhibition de la germination des semences et à l'inhibition de la croissance de végétaux. Le pouvoir germinatif des graines n'étant pas pris en compte par les normes précédentes, la norme International Seed Testing Association (ISTA, 1999) est associée. L'objectif visé par l'utilisation de ces normes est d'évaluer l'inhibition de la germination des semences et de la croissance des plants mis en contact avec des sols amendés en digestats. Les essais sont réalisés sur 9 sols regroupés en trois catégories (Tableau XXVI) :

- **un milieu sans MO et sans argiles** : sable rincé avec du HCl 1M puis 4 fois avec de l'eau distillée afin d'éliminer toutes les traces de MO et HCl 1M. Trois types de digestats (digestats de bouses de vaches : V₀, digestats d'abattoirs de déchets de caprins : D₀ et digestats d'abattoirs co-compostés avec les DMA dans un ratio 50/50 : C_{50/50}) sont appliqués sur ce milieu. Ces essais permettent d'appréhender la toxicité effective des digestats vis-à-vis de la germination des graines et de la croissance des plants.
- **un milieu à MO naturelle** : sol prélevé en zone de forêt, dans les ménages ou dans les champs non amendés. Seul le digestat D₀ qui a présenté plus d'effet négatif sur la germination et la croissance des plants suite aux premiers résultats sur l'essai en milieu sans MO et sans argiles est appliqué sur le milieu à MO naturelle.
- **un milieu à MO anthropique** : sols agricoles sur lesquels des fertilisants ou déchets d'animaux ont été apportés. Seul le digestat D₀ est également appliqué sur ce milieu.

Les essais sur sols agricoles permettent d'étudier l'impact du digestat en présence d'une matière organique naturelle ou anthropique.

Tableau XXVI : Caractéristiques physico-chimiques des milieux amendés de digestats

| | Milieu sans MO et sans argiles | Milieu à MO naturelle | | | | | Milieu à MO anthropique | | |
|--------------------|--------------------------------|-----------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-------------------------|----------------|----------------|
| | | Sable | T ₂ | N ₂ | S ₁ | S ₂ | B ₂ | N ₁ | T ₁ |
| pH | 7 | 7,1 | 6,1 | 6,2 | 6,8 | 6,7 | 7,0 | 6,1 | 5,9 |
| % OM | 0 | 4,5 | 1,4 | 0,6 | 2,9 | 4,2 | 3,8 | 4,3 | 2,2 |
| V ₀ | ✓ | | | | | | | | |
| C _{50/50} | ✓ | | | | | | | | |
| D ₀ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ | ✓ |

Les essais sont réalisés en serre tropicale (12 h de lumière, 12 h d'obscurité) sous une fluctuation de 25 à 35°C de la température afin de se rapprocher des conditions de culture du milieu naturel. 10 concentrations différentes de digestats sont testées sur le sable (0-25-50-75-100-150-250-500-750-1000 g.kg⁻¹) (Pivato et al., 2016). Les conclusions des essais sur sable ont permis de réduire à 6 les concentrations testées sur les sols agricoles (0-50-250-500-750-1000 g.kg⁻¹).

Les semences de *Zea mays* obtenus auprès des agriculteurs de la région de la Kara sont mises à germer dans des pots plastiques (Ø = 8 cm ; hauteur = 15 cm) à raison de 8 graines/pot. Chaque pot contient 500 g de substrat et chaque condition est répétée 3 fois. La capacité au champ est maintenue avec un apport quotidien de 25 ml d'eau distillée. Le nombre de graines germées est enregistré toutes les six heures durant les 14 jours de l'expérimentation (NF X 31-202). Les conditions expérimentales des essais de germination et de croissance sont schématisées Figure 21.

L'interprétation se base sur la capacité germinative (TG) et la vitesse de germination (T₅₀) suivant les Equations 14 et 15 (Farooq et al., 2005 ; Bae et al., 2016) respectivement.

$$T_{50} = t_i + \left[\frac{N}{2} - n_i \right] (t_i - t_j) / (n_i - n_j) \quad \text{Equation 14}$$

N : nombre total de graines germées durant les 14 jours ;

n_i, n_j : nombres cumulés de graines germées aux temps respectifs t_i et t_j mesurés en heures avec n_i < N/2 < n_j.

$$TG = 100 (N / \text{Nombre total de grains} : 8) \text{ Equation 15}$$

La capacité germinative correspond au nombre total de graines qui parviennent à germer durant la phase de l'expérimentation et la vitesse de germination, exprimée en heures, correspond au temps nécessaire à la germination de 50 % des graines mises en germination. Une graine est considérée comme germée dès la première émergence de sa radicule du sol.

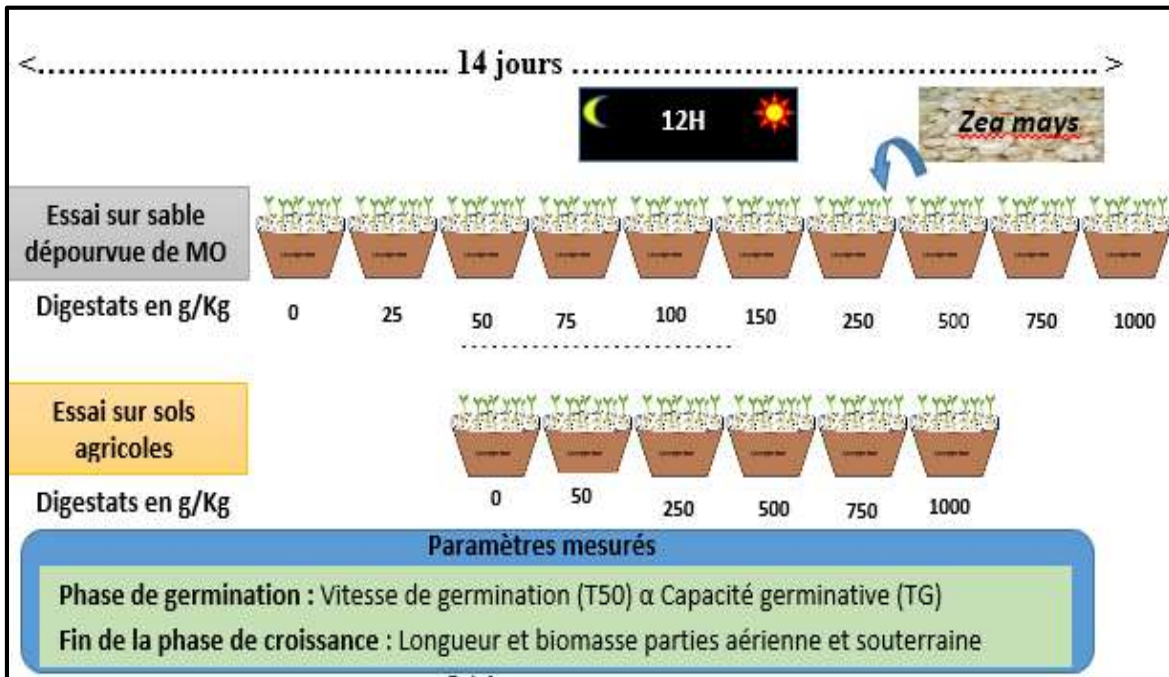


Figure 21 : Protocole expérimental des tests de germination et de croissance

Après 14 jours de croissance sous serre, les plants sont récoltés. Les masses fraîches et les longueurs des parties aériennes et souterraines de chaque plant sont déterminées. Les plants sont ensuite séchés à 70°C pendant 24h afin d'évaluer leur teneur en eau.

PARTIE III : RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Caractérisations bio-physico-chimiques des substrats

III.1.1. Caractérisations organo-physico-chimiques des substrats

L'évaluation des paramètres bio-physico-chimiques des substrats en terme de pH, du taux de MS, de MV et du ratio C/N permet de mettre en lumière les caractéristiques premières des substrats à digérer et d'identifier les alternatives qui peuvent orienter la phase ultérieure de l'étude des substrats. Les résultats de ces paramètres globaux sont consignés Tableau XXVII.

Tableau XXVII : Caractéristiques globales des substrats

| | Substrats abattoir non stockés | Substrats abattoir stockés | Bouses de vache | Epluchures d'ananas | Fruits interne d'ananas |
|--|-----------------------------------|-------------------------------|--------------------|------------------------|----------------------------|
| | A ₁ | A ₂ | B | F ₁ | F ₂ |
| pH | 7,7 ± 0,5 | 7,7 ± 0,6 | 8,5 ± 0,5 | 4,10 ± 0,01 | 4,42 ± 0,01 |
| χ ($\mu\text{S.cm}^{-1}$) | 3318 ± 249 | 3770 ± 278 | 7500 ± 450 | 5155 ± 163 | 1557 ± 24 |
| MS (% _{MB}) | 16,8 ± 3,4 | 17,3 ± 3 | 26-44 | 11,5 ± 0,1 | 13,72 ± 0,03 |
| MV (% _{MB}) | 16,5 ± 0,4 | 16,8 ± 0,3 | 18-31 | 11,0 ± 0,1 | 13,6 ± 0,1 |
| MV (% _{MS}) | 98 ± 2 | 97 ± 2 | 71 ± 4 | 96 ± 1 | 99 ± 1 |
| C _{org} (g.kg ⁻¹ _{MS}) | 246 ± 20 | 244 ± 45 | 310 ± 15 | 342 ± 10 | 370 ± 4 |
| NTK(g.kg ⁻¹ _{MS}) | 25,3 ± 0,3 | 13 ± 1 | 18,2 ± 0,5 | 7,9 ± 0,4 | 5,0 ± 0,3 |
| Ratio C/N | 9,7 ± 0,6 | 19 ± 2 | 17 ± 1 | 43,3 ± 0,7 | 74 ± 5 |

La connaissance du pH permet de souligner trois caractéristiques distinctes de substrats tel qu'envisagé dans l'objectif premier de la présente étude qui consiste à étudier des substrats de pH basique, neutre et acide. Ainsi, les substrats d'abattoir provenant des panses de petits ruminants (A₁, A₂) sont de pH neutre (7,7 ± 0,5) et seront facilement digérables, les bouses de vache (B) de pH basique (8,5 ± 0,5) et les substrats de fruits d'ananas (F₁, F₂) de pH très acide (4,1±0,1) révèlent à *a priori* des contraintes vis-à-vis de la digestion biologique. Rani et Nand (2004) rapportent des pH compris entre 4,0 et 4,7 pour les substrats d'ananas ensilés et frais/secs. Ce pH est également voisin de celui de la bagasse et du chou estimés respectivement à 3,5 et 4,2 (Lacour, 2012). Celui des substrats de bouse est identique au pH des bouses rapporté par Lacour (2012).

Les taux de MS sont supérieurs à 16 % pour les substrats d'élevage et inférieurs à 14 % pour les substrats d'ananas. C'est dire que les substrats d'ananas ont des teneurs en eau élevées. L'évaluation des teneurs en MV étant très pratique dans la mise en place des tests de potentiel méthanogène, sa détermination a permis de situer ses teneurs entre 71 %_{MS} (substrat B) et 99

$\%_{MS}$ (substrat F₂). Ces taux sont compris entre les valeurs rapportées par Lacour (2012). Les faibles valeurs en C_{org} des substrats d'abattoirs comparativement à la teneur en MV seraient liées à la forte teneur en plastiques de ces déchets, source de carbone inorganique qui n'est pas pris en compte dans la détermination du C_{org} contrairement aux MV.

Les substrats d'élevage présentent un C/N compris entre 10 et 20 soulignant un excédent d'azote alors que les substrats d'ananas ont un C/N > 40 mettant en évidence un déficit en azote. Le ratio C/N idéal à la méthanisation doit être compris entre 20 et 30, valeurs extrêmes pour assurer la stabilité biologique du système (Gunaseelan, 2007). En effet, si le ratio C/N est très élevé, les bactéries méthanogènes auront tendance à consommer rapidement l'azote pour satisfaire leurs exigences en protéines. Dès lors, le carbone ne sera pas dégradé. Le taux de production du biogaz serait conséquemment faible (Chandra et al., 2012). A l'inverse, si le ratio C/N est très faible, l'azote sera libéré et s'accumulera sous forme d'ammonium (NH₄⁺). La formation excessive de NH₄⁺ engendre l'augmentation du pH du milieu à travers la formation de la forme NH₃. Au-delà d'un pH de 8,5, les effets toxiques sur les bactéries méthanogènes apparaissent (Chandra et al., 2012 ; Akindele et Sartaj, 2017). La production du biogaz baisse. Les substrats étudiés présentent un ratio C/N non convenable à la digestion anaérobie.

Les caractérisations de la matrice solide permettent d'entreprendre une co-digestion afin de réabsorber les contraintes que présentent les substrats (Jabeen et al., 2015). Cependant, la pertinence d'une méthanisation de ce type de substrat doit être évaluée au travers de leur production volumique maximale via les tests BMP.

III.1.2. Etude du potentiel bio-méthane des substrats

L'objectif de cette série expérimentale est de déterminer les potentiels bio-méthane de trois catégories de déchets d'élevage de caractéristiques distinctes (les bouses de bovins : B, les déchets d'abattoirs non stockés : A₁ et les déchets d'abattoirs stockés : A₂) et des substrats d'ananas composés de la fraction épiluchure (F₁) de granulométrie supérieure à 2 mm, de la fraction du fruit non consommé (F₂) et d'un mélange de fruits et des épiluchures de granulométrie inférieure à 2 mm (F). Mais, en prélude à cette série expérimentale, l'activité de l'inoculum et l'aptitude à la biodégradation d'un substrat de référence sont étudiées.

▪ Evaluation de l'efficacité de l'inoculum et de la réponse du substrat de référence

La mise en œuvre des expériences des tests BMP a été précédée par celle de l'inoculum pur (boues digérées de STEP) communément désigné sous le nom de Témoin négatif ou endogène et d'un substrat de référence (inoculum + cellulose) désigné sous le nom de Témoin positif

(Figure 22). Ces tests permettent d’apprécier l’efficacité de la flore microbienne potentiellement disponible au sein de l’inoculum pour la digestion anaérobie et sa capacité à dégrader un substrat quelconque.

La production volumique du témoin endogène est évaluée à $0,158 \text{ m}^3_{\text{biogaz}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{Mvboves}}$ avec une teneur en méthane de 38,5 % au bout de 55 jours (Figure 22a). Cette production est identique à celle rapportée par Baccot, (2016) au bout de 55 jours avec une teneur légèrement plus élevée en méthane de l’ordre de 45 % au jour 35. Baccot, (2016) souligne qu’une production d’un biogaz riche en méthane couplée à l’absence d’une phase de latence du témoin endogène est caractéristique d’une boue appropriée à la digestion anaérobie. Au regard de la similitude entre les résultats du témoin endogène de la présente étude et ceux de Baccot, (2016), l’on peut attester que la présente boue digérée est adaptée à la digestion anaérobie. Quant à la production quantitative et qualitative du témoin positif (Figure 22b), elle se chiffre respectivement à $0,75 \text{ m}^3_{\text{biogaz}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{Mvcellulose}}$ et $0,32 \text{ m}^3_{\text{methane}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{Mvcellulose}}$ tandis que celle de Baccot, (2016) varie de $0,54$ à $0,71 \text{ m}^3_{\text{biogaz}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{Mvcellulose}}$ et $0,34$ à $0,45 \text{ m}^3_{\text{methane}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{Mvcellulose}}$. Au regard des données obtenues, la boue digérée est apte à dégrader les substrats.

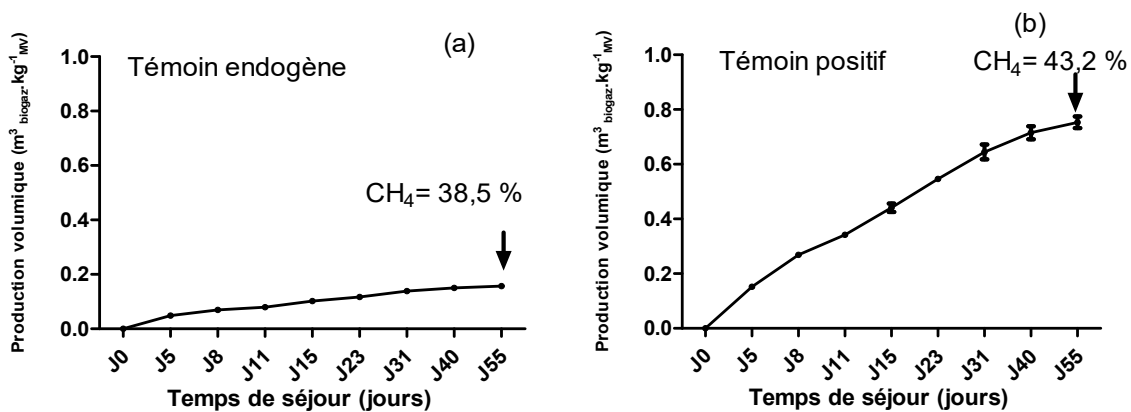


Figure 22 : Production quantitative et qualitative du biogaz du témoin endogène (a) et du témoin positif (b)

▪ **Evaluation du potentiel méthanogène des substrats**

Les cinétiques moyennes de production du biogaz permettent d’apprécier le temps au bout duquel la quantité maximale de biogaz est produite. La contribution de l’activité endogène de l’inoculum a été retranchée lors du tracé des courbes. Au bout de 55 jours d’incubation anaérobie, les moyennes des productions cumulées de biogaz pour les substrats d’élevage et les substrats d’ananas sont respectivement inférieures et supérieures à $0,5 \text{ m}^3_{\text{biogaz}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ (Figure

23 a,b). Les faibles écarts observés entre les triplicats mettent en évidence, une stabilité des essais BMP pour tous les types de substrats.

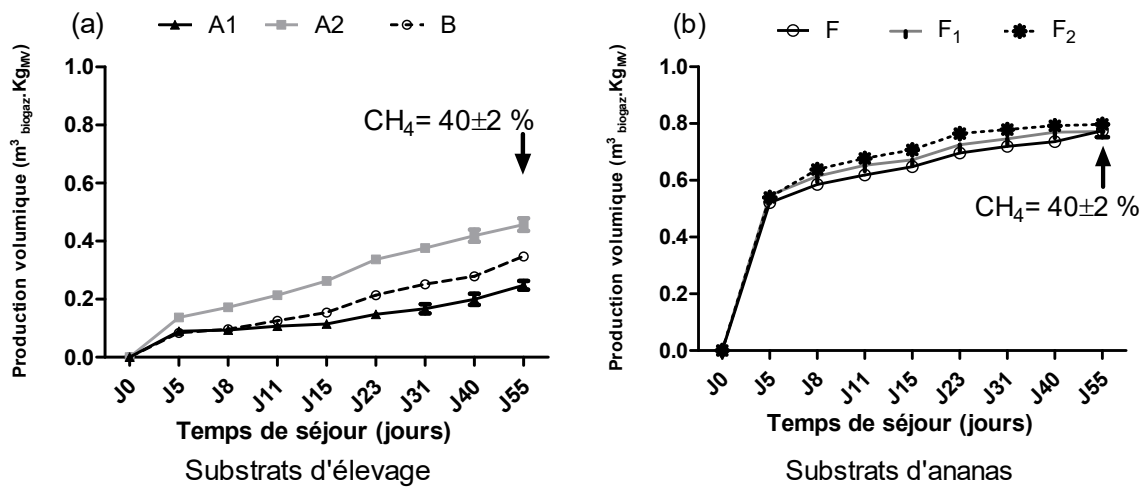


Figure 23 : Evaluation des productions quantitative et qualitative du biogaz des substrats d'élevage (a) et d'ananas (b)

La concentration en méthane pour l'ensemble des substrats mesurée au bout de 55 jours est de $40 \pm 2 \%$ comparables à ceux obtenus par Rani et Nand, (2004) sur les substrats d'ananas situés entre 31 et 50 %.

La production volumique du biogaz des différentes catégories de substrats d'ananas est de $0,78 \pm 0,02 \text{ m}^3_{\text{biogaz}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$. Cette production volumique est plus élevée avec les substrats de fruits (F₁) suivi des épiluchures (F₂) de granulométrie compris entre 0,5 et 1 cm et du mélange de substrats d'ananas épiluchures et fruits de granulométrie inférieure à 2 mm désigné par « substrat F ». Cette relative différence n'est pas significative. La réduction de la taille n'a pas affecté la production du biogaz et probablement en raison d'une réduction pas trop importante. Carrère et al. (2010) ont montré que la réduction de taille améliorerait le processus de dégradation biologique des substrats en raison d'une plus grande disponibilité des surfaces de contact entre les substrats et les bactéries. En revanche, Izumi et al. (2010) relève que le broyage peut induire un effet négatif sur la dégradation des déchets en favorisant une hydrolyse initiale excessive et la formation d'acides qui bloquent la méthanogénèse.

Les productions volumiques de biogaz des substrats d'élevage sont relativement espacées. Les substrats d'abattoirs stockés (A₂) accusent une production de $0,46 \pm 0,4 \text{ m}^3_{\text{biogaz}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ ou $0,18 \text{ m}^3_{\text{methane}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ suivi des bouses de bovins (B) avec une production de $0,35 \pm 0,02 \text{ m}^3_{\text{biogaz}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ ou $0,14 \text{ m}^3_{\text{methane}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ et enfin des substrats non stockés pour une production de $0,25 \pm 0,02 \text{ m}^3_{\text{biogaz}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ ou $0,1 \text{ m}^3_{\text{methane}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$. Ces différences de production de biogaz laissent

penser que le stockage d'un substrat permet de rendre plus disponible la matière organique qui la compose. Cu et *al.*, (2015) rapportent des productions respectives en méthane de bouses de vache et des substrats d'abattoirs de $0,22 \text{ m}^3_{\text{méthane}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ et $0,15 \text{ m}^3_{\text{méthane}} \cdot \text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ comparables aux valeurs de cette étude.

▪ Caractérisation des digestats du test BMP

A l'issu du test BMP, les substrats ont été récupérés pour analyse. Le pH, le Eh, la conductivité, les phosphates, l'ammonium et la DCO sont réalisés sur la phase liquide afin d'appréhender le comportement des substrats lors de l'incubation anaérobie avec comparaison systématique avec l'inoculum incubé (Tableau XXVIII).

Tableau XXVIII : Caractéristiques du substrat résiduel après le test BMP

| | A ₁ | A ₂ | B | F | Ino ⁻ |
|--|----------------|----------------|---------|---------|------------------|
| pH | 7,6±0,1 | 7,6±0,01 | 7,6±0,1 | 7,6±0,1 | 7,7±0,1 |
| Eh (mV) | -324±4 | -280±77 | -342±12 | -305±12 | -304±14 |
| X (µS.cm⁻¹) | 845±3 | 972±40 | 860±33 | 771±41 | 728±17 |
| PO₄³⁻ (mg.L⁻¹) | 87±1 | 88±2 | 84±2 | 83±0 | 80±2 |
| NH₄⁺ (mg.L⁻¹) | 357±1 | 387±4 | 366±3 | 354±3 | 348±3 |
| DCO (mg.L⁻¹) | 709±43 | 557±18 | 639±16 | 549±13 | 628±27 |

Le pH des substrats pour l'ensemble des essais BMP est inférieur au pH obtenu du test BMP contenant uniquement l'inoculum (témoin négatif : Ino⁻) de 0,1 unité pH malgré le fort pouvoir tampon qui y réside ; tous les pH sont quasiment situés dans la zone de pH neutre. La charge minérale traduite par la conductivité des essais BMP est supérieure à celle du témoin négatif (Ino⁻) traduisant une minéralisation supplémentaire apportée par les substrats digérés. Toutes les conductivités sont largement en dessous de la valeur limite inhibitrice pour les végétaux qui est de $2 \text{ mS} \cdot \text{cm}^{-1}$ (Boluda et *al.*, 2011 ; Fernández-Torquemada et Sánchez-Lizaso, 2013).

Cette charge minérale est confirmée et corrélée aux teneurs en ions phosphate et ammonium des essais supérieurs à ceux du témoin négatif. Les fortes valeurs de DCO des substrats A₁, A₂ supérieures à celle de l'inoculum (Ino⁻) mettent en évidence une forte proportion de la fraction organique réfractaire à la biodégradation.

En dépit du fait que l'inoculum et le tampon apportent une quantité considérable d'espèces minérales rendant difficile la quantification de la part liée au substrat étudié (Parodi et *al.*, 2011 ; Baccot, 2016), une comparaison entre les valeurs du témoin négatif et des essais mettent en évidence la présence d'un substrat qui a été digéré.

III.1.3. Evaluation des transferts organique et minérale du solide en solution

L'évaluation de la mobilisation des fractions organique et minérale du solide vers la solution s'effectue par le biais des tests de lixiviation. Le test de lixiviation par renouvellement de solution est choisi afin d'estimer la capacité maximale de mobilisation des composés contenus dans un substrat. Dans ce cas de figure, la mobilisation due aux forces physiques l'emporte sur celle due à l'action des micro-organismes et les composés mobilisés correspondent à la fraction dite hydrosoluble.

▪ Potentiel d'hydrogène, TAC et charge minérale

La Figure 24a permet de mettre en évidence trois catégories de substrats. Les substrats d'abattoir non stockés (A_1) et de bouses de vache (B) sont de pH basique ; les substrats d'abattoir stockés (A_2) présentent un pH neutre et enfin les substrats de fruits d'ananas (F_1, F_2) sont acide (pH <5).

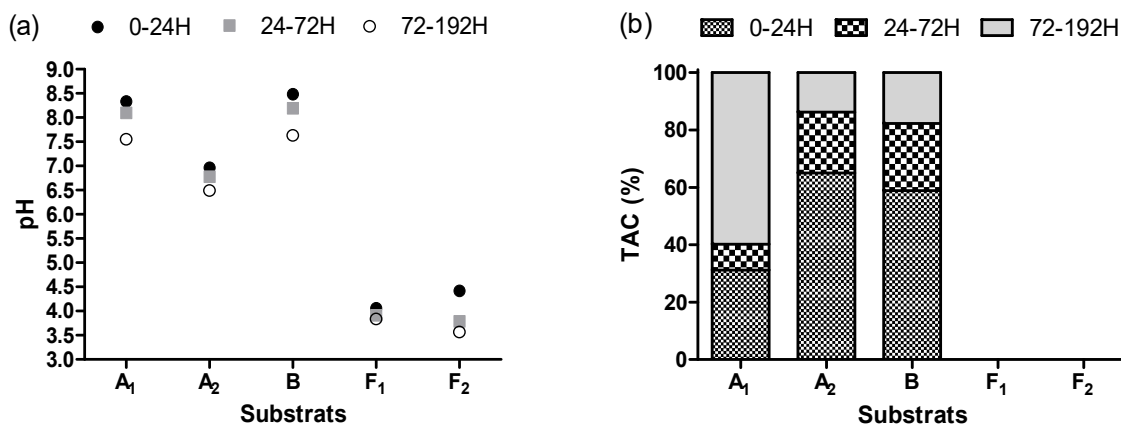


Figure 24 : Evolution du pH (a) et du TAC (b) lors des phases de lixiviation successives

Le pH des substrats d'abattoir stockés (A_2) et des épiluchures d'ananas (F_1) n'évoluent pas significativement durant les trois phases de lixiviation. En revanche, le pH des substrats B, A_1 , F_2 chute de 0,2 et 0,8 unité pH respectivement entre la première à la deuxième lixiviation et la première à la troisième lixiviation. La baisse de pH notifiée sur les substrats d'élevage est logique dans la mesure où l'éluant (eau distillée) utilisé a un pH voisin de 5,8, son renouvellement entraîne l'extraction et l'épuisement des molécules du substrat et donc le pH final se rapproche du pH de l'éluant. Par contre, la baisse continue de pH avec les substrats acides en dessous du pH de l'éluant montre que les déchets d'ananas disposent d'une réserve d'acidité très élevée. L'alcalinité (TAC) des substrats d'ananas est nulle et est en adéquation avec leur pH acide (Figure 24b). En revanche, l'alcalinité est de $0,28 \pm 0,02 \text{ g CaCO}_3 \cdot \text{kg}^{-1} \text{MS}$ sur les substrats d'élevage (A_1, A_2, B). Cette alcalinité est fortement mobilisée en 24 h sauf dans le

cas du substrat A₁ où elle est fortement mobilisée durant la dernière phase de lixiviation. Les valeurs de pH élevées des substrats d'élevage sont donc facilitées par l'alcalinité de ces substrats.

Par ailleurs, les conductivités des substrats A₁, A₂, B, F₁, F₂ sont respectivement de 6,2 ; 3,5 ; 7,6 ; 5,8 et 1,5 mS.cm⁻¹ en 24 h de lixiviation. Cette conductivité suit la même évolution que le pH car le renouvellement de solution ne fait qu'épuiser les substances minérales. A la troisième phase de lixiviation, la charge minérale est < 1,5 mS.cm⁻¹ quel que soit le substrat.

▪ **Comportement du pool organique azoté en lixiviation**

Les composés minéraux azotés (NO₃⁻, NO₂⁻) n'ont pas été suivis à cause de leur quasi-absence des substrats et lors d'une lixiviation de courte durée (Parodi, 2010). L'étude est focalisée sur l'azote total et l'ammonium, l'inhibiteur premier des processus de digestion. L'azote total extrait en 192 h sur les substrats d'élevage A₁, A₂ et B est respectivement de 15,5 ± 0,2; 7,2 ± 0,2 et 9,8 ± 0,2 g N.kg⁻¹ MS. Cette teneur est au moins 7 fois plus importante par rapport à la quantité extraite sur les substrats de fruits d'ananas estimée respectivement à 1,09 ± 0,01 et 0,46 ± 0,01 pour F₁ et F₂. La quantité d'azote extraite en 24 h de lixiviation est d'environ 92 ± 3 % et de 63 ± 6 % respectivement sur les substrats d'élevage et les substrats de fruits d'ananas (Figure 25a). Les teneurs en azote total baissent en fonction du temps en lixiviation par renouvellement de solution comme attendu.

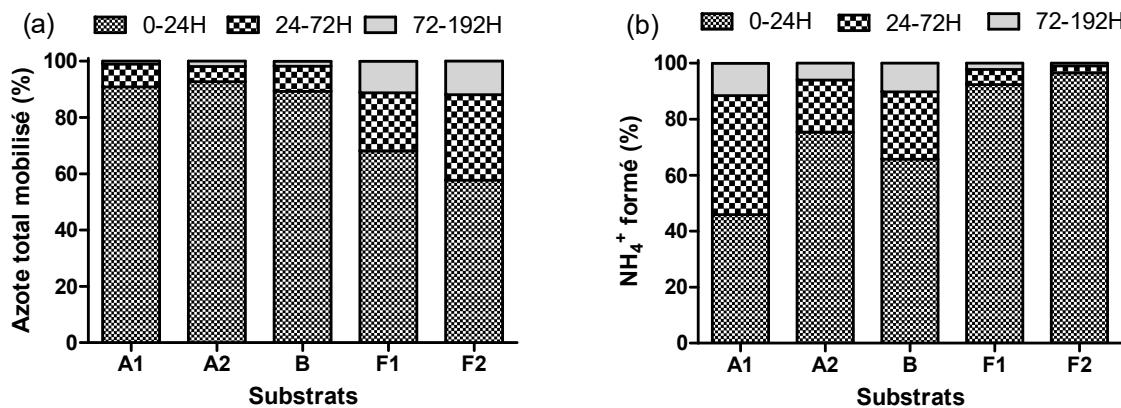


Figure 25 : Evolution de l'azote total (a) et de l'ammonium (b) lors des phases de lixiviation successives

L'ammonium en général n'est pas directement mobilisé par un substrat, mais résulterait de la conversion de l'azote organique par ammonification. L'ammonium formé en 192 h par les substrats d'élevage et les substrats de fruits d'ananas est respectivement de 1 ± 0,2 et 0,12 ± 0,03 g N.kg⁻¹ MS. En 24 h, 40 à 75 et 94 ± 4 % de cet ammonium est quantifié respectivement

sur les substrats d'élevage et les substrats d'ananas (Figure 25b). Qualitativement, l'ammonium formé en 24 h est donc plus important sur les substrats de fruits d'ananas que sur les substrats d'élevage. Les teneurs en ammonium mobilisé en 24 h de lixiviation par les substrats d'élevage sont situées entre les valeurs optimales extrêmes 0,5 et 2 g_N.kg⁻¹_{MS} correspondant à 50 et 200 mg.L⁻¹ souhaitées en digestion anaérobie (Yuen et *al.*, 1995) contrairement à ceux des substrats d'ananas dont les valeurs sont 3 fois inférieures à la valeur optimale inférieure qui est de 50 mg.L⁻¹ soit 0,5 g_N.kg⁻¹_{MS}.

Le ratio NH₄⁺/N_T croit de 6 à 70 % entre 24 et 192 h sur les déchets d'élevage, alors qu'il décroît de 40 à 0,5 % sur les substrats de fruits. En 24 h de lixiviation, l'ammonium mobilisé représente moins de 10 % de l'azote total au niveau des substrats d'élevage et plus de 15 % sur les substrats de fruits. Au-delà de 72 h de lixiviation, l'ammonium tend à être majoritaire dans la phase liquide (40 -70 % de l'azote total en phase liquide) au niveau des substrats d'élevage et moins de 5 % sur les substrats de fruits.

L'augmentation exponentielle de l'ammonium avec la durée permet d'avancer qu'il est le fruit d'une biotransformation bactérienne au niveau des substrats d'élevage. En revanche, la baisse cruciale de l'ammonium sur les substrats acides de fruits peut être expliquée par leur faible proportion en composés azotés et le milieu acide qui limite le développement des micro-organismes à l'origine de la biotransformation de l'azote organique dissoute en ammonium. Toutefois, les concentrations en ammonium obtenues n'atteignent guère la concentration inhibitrice située entre 1500 et 7000 mg.L⁻¹ (Yuen et *al.*, 1995 ; Ren et *al.*, 2017).

▪ Comportement du phosphore en lixiviation

Le cumul en masse du phosphore mobilisé en 192 h par les substrats d'ananas et d'élevage est respectivement inférieur et supérieur à 1 g PO₄³⁻.kg⁻¹_{MS}. Le phosphore extrait est de 1,13 ± 0,02 g PO₄³⁻.kg⁻¹_{MS} pour les bouses de vache (B) et 2,4 ± 0,1 g PO₄³⁻.kg⁻¹_{MS} pour les substrats d'abattoirs (A₁, A₂). Sur les substrats de fruits d'ananas F₁ et F₂, les concentrations totales mobilisées sont respectivement de 0,071 ± 0,002 et 0,002 g PO₄³⁻.kg⁻¹_{MS}. La mobilisation demeure quasi constante (33 ± 4 %) durant les trois phases de lixiviation sur les substrats d'élevage (Figure 26). En revanche sur les substrats d'ananas, la mobilisation n'est pas constante ; elle est importante durant la troisième lixiviation pour le substrat F₁ et la première lixiviation pour le substrat F₂. La fraction fruit (F₂) libère donc plus rapidement son phosphore que la fraction épluchure (F₁). Les faibles teneurs en phosphore mobilisé par les substrats d'ananas seraient la conséquence de leur faible proportion dans le substrat solide.

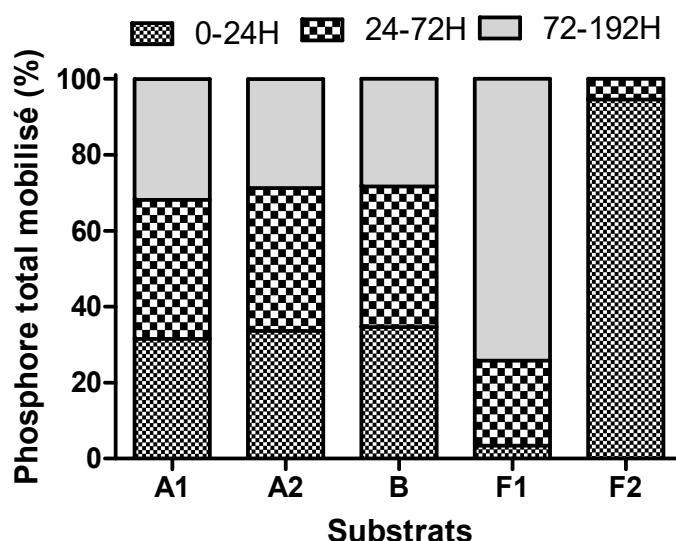


Figure 26 : Evolution de la concentration en phosphore lors des phases successives de lixiviation

Dans le cas des substrats d'élevage, les études soulignent que le phosphore n'est mobilisé que par les substrats frais et qu'aucune mobilisation n'est observée avec des déchets vieux (François *et al.*, 2006 ; Berthe *et al.*, 2008 ; Parodi, 2010). Cela corrobore avec les résultats de la présente étude. En effet, les bouses de vache (B) ayant subi une digestion complète dans le tractus animal, mobilisent des teneurs en phosphore de l'ordre de $1,1 \text{ g PO}_4^{3-} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MS}$. Ces teneurs sont deux fois plus faibles que les teneurs ($2,4 \text{ g PO}_4^{3-} \cdot \text{kg}^{-1} \text{ MS}$) mobilisés par les substrats d'abattoirs A1 et A2 qui proviennent des panses animales en cours de digestion. Banks *et al.*, (2011) soulignent que 80 % du phosphore existent sous forme de précipité solide dans les excréments d'animaux. Cet état du phosphore est facilité par les teneurs élevées en calcium et magnésium dont la solubilisation est accentuée par les baisses de pH et l'augmentation de la pression partielle du CO_2 . Ces éléments minéraux (calcium et magnésium) peuvent ainsi retenir les phosphates en phase liquide sous la forme de précipités de struvite ($\text{NH}_4\text{MgPO}_4, 6\text{H}_2\text{O}$) permettant ainsi de maintenir constante la mobilisation des phosphates dans la phase liquide observée durant nos expériences sur les substrats d'élevage.

▪ Comportement des composés de carbone

Les déchets destinés à la digestion anaérobie séjournent sur des périodes relativement longues au sein des biodigesteurs en vue de la conversion de la part du carbone biodégradable en méthane. La matière organique relarguée par les substrats peut être examinée via la DCO et les AGV.

Les substrats d'élevage A₁, A₂ et B mobilisent respectivement $11,4 \pm 0,3$; $6,01 \pm 0,04$ et $9,6 \pm 0,1$ g C .kg⁻¹ MS. Cette teneur est 20 fois plus élevée pour les substrats de fruits et estimée respectivement à 235 ± 2 et 367 ± 4 g C .kg⁻¹ MS pour F₁ et F₂. Quel que soit le type de substrat, le relargage du COD est de 77 ± 3 % en 24 h de lixiviation et de $15,6 \pm 0,4$ % durant la deuxième phase de lixiviation (24-72 h) (Figure 27a).

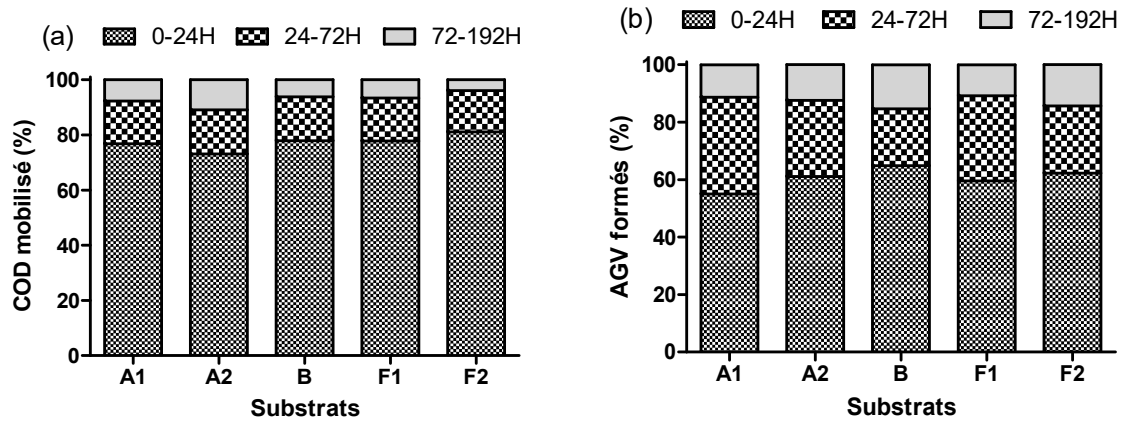


Figure 27 : Evolution du COD (a) et des AGV (b) mobilisés par les substrats lors des phases successives de lixiviation

Les quantités d'AGV formé en 192 h de lixiviation sont respectivement de $9,9 \pm 0,1$; $5,7 \pm 0,0$ et $4,55 \pm 0,02$ g CH₃COOH .kg⁻¹MS pour les substrats d'élevage A₁, A₂ et B. Ces teneurs sont largement inférieures à celles quantifiées dans la phase liquide des substrats de fruits estimées respectivement à 53 ± 1 et $17,4 \pm 0,3$ pour F₁ et F₂. Qualitativement, les mobilisations en AGV sont semblables quel que soit le substrat (Figure 27b) ; elles sont respectivement de 61 ± 3 ; 27 ± 5 et 13 ± 2 durant 0-24 h, 24-72 h et 72-192 h. Au moins 50 % du COD et des AGV sont mobilisés en 24 h de lixiviation. Les substrats de fruits mobilisent plus de COD et d'AGV que les substrats d'élevage. Cela pourrait s'expliquer par le fait que les substrats animaux ont déjà subi une minéralisation dans le tractus animal des animaux et semblent avoir un niveau de stabilisation plus important alors que les substrats d'ananas sont constitués essentiellement de sucres facilement hydrosolubles.

La concentration en AGV des substrats d'élevage fluctue entre 2 et 6 g CH₃COOH .kg⁻¹ MS soit entre 0,2 et 0,6 g.L⁻¹ à la première lixiviation (0-24h). La valeur optimale d'AGV pour assurer la stabilité d'un système anaérobie est comprise entre 0,05 et 0,25 g.L⁻¹ (Ren et al., 2017). La teneur cumulée en AGV de ces substrats d'élevage durant les trois phases de lixiviation varie de 4 et 10 g CH₃COOH .kg⁻¹ MS soit 0,4 et 1 g.L⁻¹ loin de la valeur inhibitrice située entre 3 et 10 g.L⁻¹ (Farquhar, 1973 ; Xu et al., 2014). Cependant, Franke-Whittle et al., (2014) souligne que

les inhibitions sont quasi-absentes dans le cas de la digestion des substrats d'élevage telles les bouses de vache même à des concentrations de l'ordre $2,3 \text{ g Acetate.L}^{-1}$ et de $8,7 \text{ g Propionate.L}^{-1}$. Les déchets d'ananas ont des teneurs en AGV de plus de $10 \text{ g CH}_3\text{COOH.kg}^{-1} \text{ MS}$ soit 1 g.L^{-1} durant la première phase de lixiviation. La teneur cumulée en AGV durant les trois phases de lixiviation est de $53 \text{ g CH}_3\text{COOH.kg}^{-1} \text{ MS}$ pour les épluchures et $17 \text{ g CH}_3\text{COOH.kg}^{-1} \text{ MS}$ pour les fruits d'ananas. Cette forte aptitude à mobiliser les AGV peut limiter la production du biogaz.

L'hydrobio-solubilité des composés organiques à caractère acide (acides acétique, propionique, butyrique...) contenus dans les substrats est évaluée via le rapport AGV/COD durant les tests de lixiviation. En effet, le COD à lui seul donne une idée du carbone organique qui est dissous dans la phase liquide mais ne renseigne pas sur la part qui entre en conversion vers les formes gazeuses que sont les CO_2 , H_2 , CH_4 . Ainsi, le ratio AGV/COD est indispensable dans la mesure où une valeur élevée indique une conversion accrue du COD en acides gras volatils, précurseurs des formes CO_2 , H_2 , CH_4 . Le Tableau XXIX montre que les AGV ne représentent pas plus de 15 % du COD. Sur les substrats d'élevage, les AGV représentent 6 à 12 % du COD et 0,6 à 2,7 % sur les substrats d'ananas en 24 h de lixiviation. La fraction des AGV du COD diminue lors du renouvellement de solution quel que soit le type de substrat.

Tableau XXIX : Ratios AGV/COD et HPI*/AGV de différents substrats

| | AGV/COD (%) | | | | | HPI*/AGV (%) | | | | |
|---------|----------------|----------------|-----|----------------|----------------|----------------|----------------|------|----------------|----------------|
| | A ₁ | A ₂ | B | F ₁ | F ₂ | A ₁ | A ₂ | B | F ₁ | F ₂ |
| 24H | 9,5 | 11,6 | 6,1 | 2,7 | 0,6 | 6,8 | 6,1 | 11,4 | 51,5 | ND |
| 24-72H | 5,8 | 5,1 | 1,9 | 1,3 | 0,2 | 1,5 | 2,9 | 4,6 | 8,4 | ND |
| 72-192H | 2 | 2,4 | 1,5 | 0,5 | 0,14 | 2,0 | 1,4 | 2,8 | 20,5 | ND |

ND : Non déterminé

Le fractionnement suivant le caractère hydrophobe appliqué sur la phase liquide des substrats lixiviés a permis d'analyser *in fine* la nature et la proportion des fractions de carbone mobilisé durant les différentes phases de lixiviation (Figure 28). Quel que soit le substrat étudié et le temps de lixiviation, la mobilisation conjointe des fractions $\text{AH}^* + \text{HPO}^*$ n'excède pas 70 % de la masse totale de carbone mobilisé. La fraction HPI* constitue la fraction la plus extraite durant la première étape de lixiviation (0-24 h). Cette fraction varie entre 70 et 90 % sur les substrats d'ananas durant toutes les phases de lixiviation sauf entre 24-72 h où la fraction AH^* mobilisé en proportion importante dénote d'une précipitation des molécules en raison de l'acidité du milieu (pH 3-4) (Figure 28 d₁, e₁).

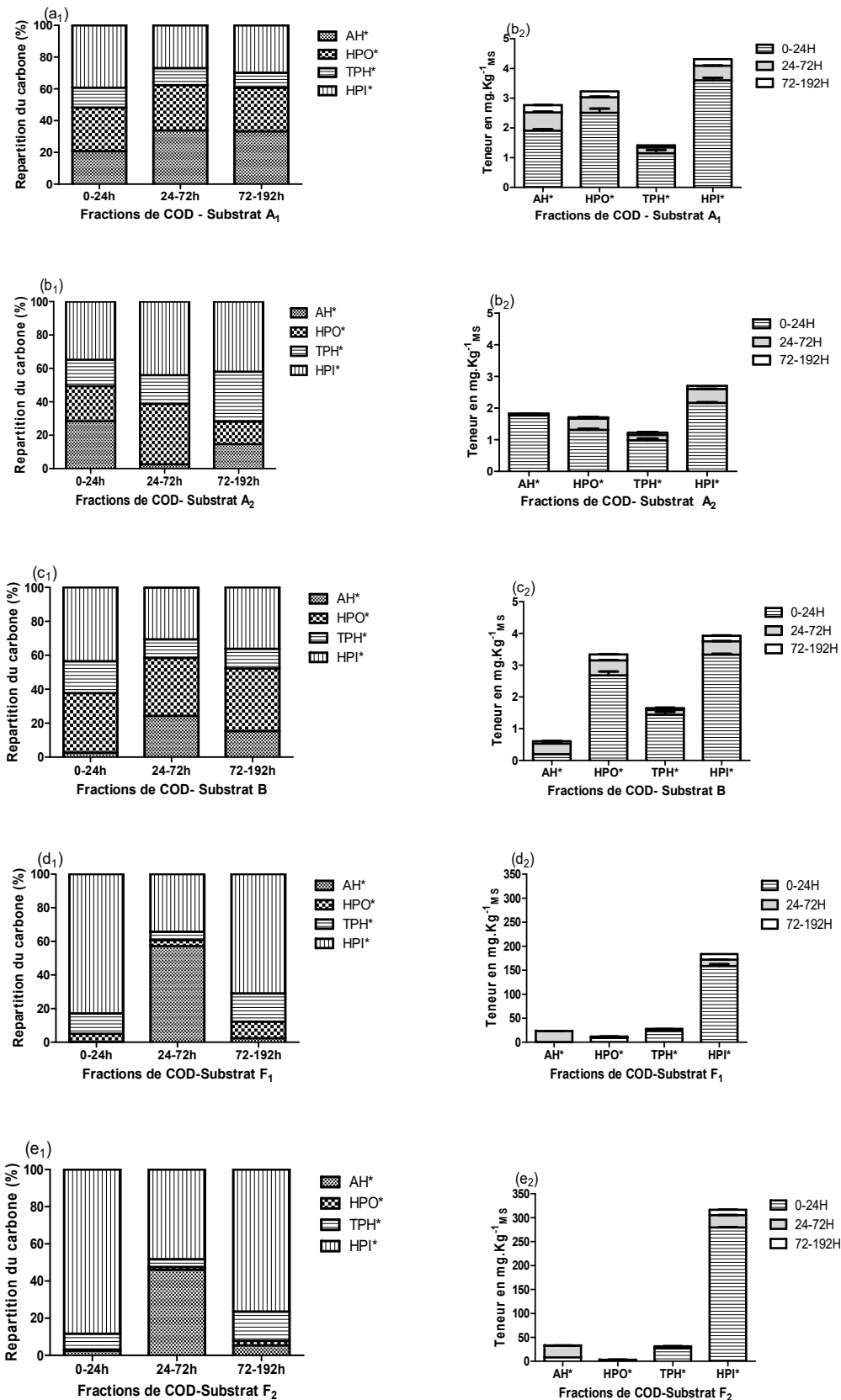


Figure 28: Quantification des fractions de carbone des substrats d'élevage (a,b,c) et des substrats d'ananas (d,e) lors des phases successives de lixiviation

Au-delà de 24 h de lixiviation, les fractions AH* et HPO* semblent plus extraites sur les substrats d'élevage (A₁ et B), alors que la fraction HPI* demeure plus extraite sur les substrats de fruits d'ananas (F₁, F₂). Sur le substrat d'élevage (A₂), la fraction AH* est mobilisée en quantité importante dès la première étape de lixiviation. Cela serait due au fait que ce substrat durant son stockage sous les pluies aurait plus facilement perdu la fraction HPI* et la fraction AH* était prête à être mobilisée quand les substrats ont été échantillonnés. Les premiers précurseurs de la production d'un biogaz riche en méthane, les fractions HPO* et TPH* sont $\geq 40\%$ sur les substrats d'élevage et $\leq 25\%$ sur les substrats d'ananas durant toutes les phases de mobilisations.

En conclusion, sur les substrats d'élevage, $AH^*+HPO^* \geq HPI^*$ amène à classer ses déchets à un stade d'évolution plus marqué contrairement aux déchets de fruits où $AH^*+HPO^*+TPH^* < HPI^*$.

▪ Ratio HPI*/AGV

Les fractions HPI* tout comme les AGV sont assimilés aux molécules de faible taille. Le ratio HPI*/AGV trouve dès lors son intérêt (Tableau XXIX) et révèle que la fraction hydrophile du carbone représente moins de 15 % des AGV mobilisés par les substrats d'élevage. Quant aux substrats d'ananas, la fraction hydrophile représente plus de 50 % des AGV lors de la première étape de lixiviation puis baisse avec le renouvellement de solution. Les AGV des substrats seraient donc composés majoritairement de la fraction hydrophile du carbone que sur les substrats de fruits essentiellement constitués de sucres.

▪ Evolution du SUVA

Le SUVA des substrats d'élevage (A₁) s'élève de 40 à 60 L.g⁻¹.cm⁻¹ ; celui des bouses de vache (B) est quasi-constant (35 ± 2 L.g⁻¹.cm⁻¹) et celui du substrat A₂ compris entre 10 et 20 L.g⁻¹.cm⁻¹ croit entre la première et la deuxième lixiviation puis décroît entre la deuxième et la troisième lixiviation (Figure 29a). Quant aux substrats d'ananas, le SUVA de F₁ est de 10,3 L.g⁻¹.cm⁻¹ lors de la première phase de lixiviation puis décroît pour se stabiliser à $1,5 \pm 0,2$ L.g⁻¹.cm⁻¹ alors qu'il est de $0,23 \pm 0,08$ L.g⁻¹.cm⁻¹ sur la fraction fruit (F₂) des substrats d'ananas durant les trois phases de lixiviation (Figure 29b). Les fractions de carbone des substrats d'élevage semblent avoir un caractère aromatique plus marqué que les substrats d'ananas frais. Le faible SUVA des substrats d'ananas est corrélable avec leur forte teneur en fractions HPI* et la valeur plus élevée du SUVA des substrats d'élevage est conforme à leurs teneurs élevées en fractions AH*+HPO*.

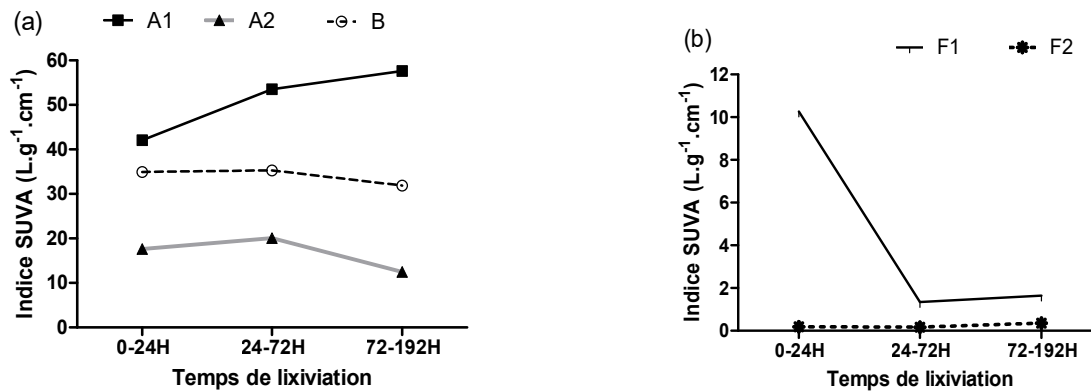


Figure 29: Evolution de l'indice SUVA sur les substrats d'élevage (a) et d'ananas (b) lors des phases successives de lixiviation

▪ **Ratios DCO/COD et DBO/DCO**

De tels ratios sont fréquemment utilisés dans la littérature pour évaluer la biodégradabilité des substrats en digestion anaérobie. L'exploitation du ratio DCO/COD permet de mettre en exergue la quantité en carbone organique convertible en source d'énergie par les microorganismes. Son utilisation permet d'apprécier également l'état de dégradation d'un déchet. Plus ce ratio est faible et plus l'état de dégradation est avancé (Millot, 1986). Chian et De Walle, (1976) considère un lixiviat comme jeune dès lors que son ratio est proche de 3. Parodi, (2010) trouve des ratios compris entre 1,8 et 4 ne permettant pas d'apprécier significativement l'état de dégradation des substrats. Les ratios obtenus sur les substrats durant ce présent travail sont compris entre 4 et 6,2 pour les substrats d'élevage ; entre 2,8 et 3,5 pour les substrats d'ananas traduisant le fort potentiel de ces substrats à être méthanisés (Figure 30a).

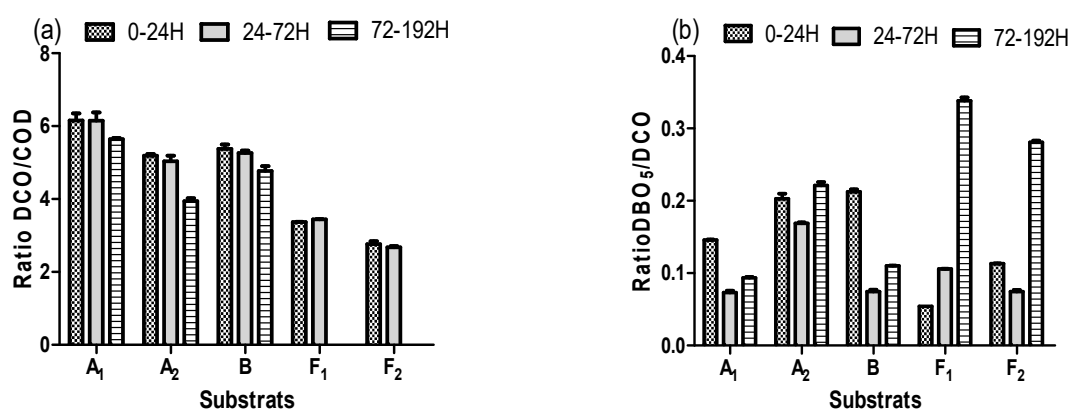


Figure 30: Evolution des ratios DCO/COD (a) et DBO₅/DCO (b) des différents substrats lors des phases successives de lixiviation

Toutefois, une observation est faite dans la diminution du ratio sur l'ensemble des substrats qui voient leur ratio s'abaisser durant la lixiviation amenant donc à conclure sur l'avancement de la

dégradation des substrats. Cependant, le faible ratio observé sur les substrats frais d'ananas comparé aux déchets d'élevage ne traduit pas forcément l'état de dégradation avancée des substrats d'ananas. C'est dire que le ratio DCO/COD est spécifique d'un déchet à un autre.

Le ratio DBO_5/DCO ne permet pas d'avancer une conclusion pertinente quant à l'évolution des substrats (Figure 30b). Cela peut être lié au fait que ce ratio ne prenne pas en compte la matière organique difficilement biodégradable qui constitue l'essentiel de la MO d'un substrat déjà bien évoluée comme les substrats d'élevage (Parodi, 2010) ou qui subisse un processus de fermentation et de précipitation (substrat de fruits d'ananas).

▪ Ratio COD/N_T

Ce ratio caractérise la disponibilité de l'azote par rapport à la matière organique dissoute. Il peut être appréhendé au travers du ratio COD/NTK de la phase liquide. En digestion anaérobie le ratio COD/N_T est un paramètre fournissant plus d'information par rapport au ratio C/N obtenu lors de la caractérisation de la phase solide d'un substrat. La lixiviation en 24 h permet d'observer que le ratio COD/N_T de la phase liquide des substrats d'animaux est compris entre 0,6 et 0,9 (Figure 31a). Ce ratio augmente après 24 h de lixiviation sans dépasser la valeur 10 traduisant une tendance à l'épuisement des molécules azotées confirmée par la mesure de l'azote total en phase liquide en fonction de la durée de lixiviation. Sur les substrats d'ananas (Figure 31b), ce ratio est quasiment ≥ 250 caractéristique d'une carence en azote au sein des substrats. Après 24 h de lixiviation, ce ratio diminue sur les substrats d'ananas en restant toutefois > 100 . Cela est conforme à la quasi-absence du NTK notifiée lors de la caractérisation de la phase solide des substrats d'ananas. Ainsi, on peut en déduire qu'un ratio COD/N_T proche de 1 indique un équilibre idéal entre le carbone et l'azote favorable à la méthanisation.

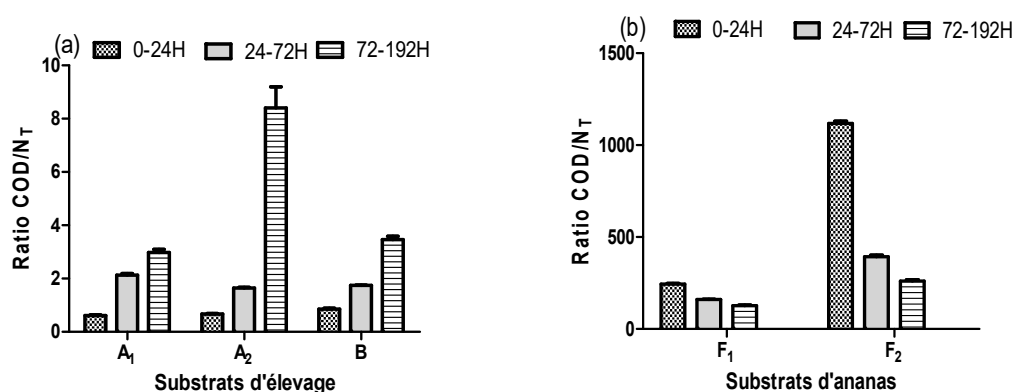


Figure 31: Evolution du rapport COD/N_T sur les substrats d'élevage (a) et d'ananas (b) lors des phases successives de lixiviation

▪ **Rapport C/N avant lixiviation et C/N après lixiviation**

L'utilisation du ratio $(C/N)_{av}/(C/N)_{ap}$ des substrats solides permet de comprendre le scénario de mobilisation du COD et de l'azote de la phase liquide obtenu lors des essais de lixiviation. Un ratio proche de 1 comme dans le cas du substrat d'ananas (F_2) signifie que le COD et l'azote sont mobilisés dans un équilibre fonction de la teneur en carbone et azote contenu dans le substrat solide (Tableau XXX). Des valeurs supérieures à 1, indiquent une mobilisation prédominante du carbone dans la phase liquide (substrat A_2) qui ayant subi un stockage aurait subi une perte importante des composés d'azote, la lixiviation d'un tel substrat conduit alors à une mobilisation prédominée par les composés de carbone. Le reste des substrats (A_1 , B, F_1) ont des valeurs inférieures à 1, cela met en évidence une mobilisation majoritaire des composés d'azote.

Tableau XXX: Evaluation du rapport C/N avant et après lixiviation

| | A ₁ | A ₂ | B | F ₁ | F ₂ |
|-------------------------|----------------|----------------|--------|----------------|----------------|
| * $(C/N)_{av}$ | 9,7 ± 0,6 | 19 ± 2 | 17 ± 1 | 43 ± 1 | 74 ± 5 |
| * $(C/N)_{ap}$ | 19 ± 1 | 15 ± 1 | 27 ± 1 | 55 ± 1 | 60 ± 1 |
| $(C/N)_{av}/(C/N)_{ap}$ | 0,5 | 1,2 | 0,6 | 0,8 | 1,1 |

* $(C/N)_{av}$: ratio C/N du solide avant lixiviation ; $(C/N)_{ap}$: ratio C/N du résidu solide après lixiviation

▪ **Bilan matière du carbone et de l'azote des substrats**

Le bilan matière du carbone et de l'azote est effectué après 192 h de lixiviation pour quantifier la part de la fraction hydrosoluble mobilisée dans la phase liquide de celle dite non hydrosoluble demeurant dans le substrat solide. Le carbone organique du solide est faible alors que l'azote (NTK du solide) est plus important sur les substrats d'élevage (A_1 , A_2 , A_3) contrairement aux substrats de fruits (F_1 , F_2) (Figure 32a).

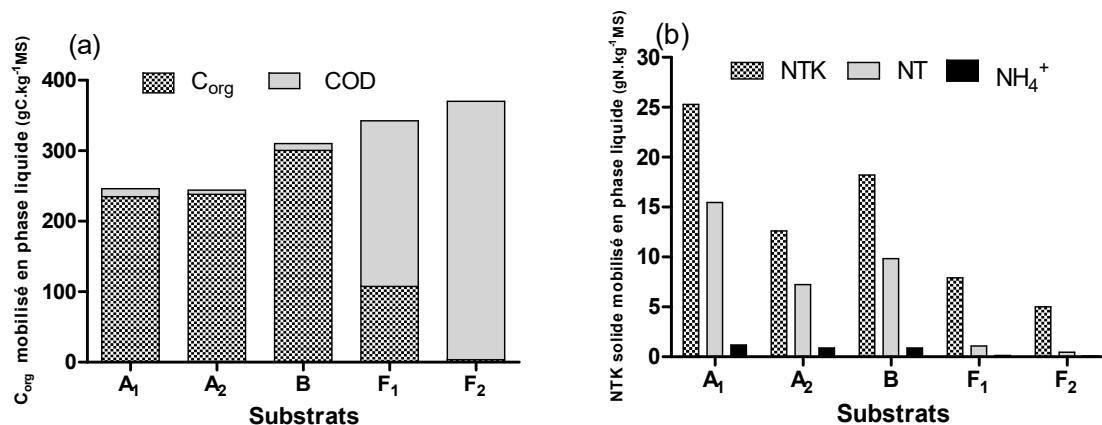


Figure 32: Bilan matière carbone (a) et azote (b) des substrats

La fraction hydrosoluble du carbone du solide varie de 2 à 5 % pour les déchets d'élevage et 68 à 99,1 % pour les substrats de fruits d'ananas. La forte mobilisation du carbone par les substrats d'ananas est due aux sucres facilement hydrosolubles que contiennent ces substrats.

Au sujet du bilan azoté (Figure 32b), la fraction NH_4^+ mobilisée dans la phase liquide représente $6,1 \pm 0,9$ % du NTK solide sur les substrats d'élevage et $2,3 \pm 0,2$ % sur les substrats de fruits. L'azote total mobilisé dans l'éluant varie de 57 à 79,5 % pour les substrats d'élevage contre 11,6 à 17,6 % pour les substrats d'ananas. Les taux de mobilisation d'azote des substrats d'ananas sont proches de ceux des déchets ménagers et assimilés compris entre 11 et 13 % (Parodi, 2010). Le faible taux de mobilisation de l'azote total et le faible taux de formation de l'ammonium notifié sur les substrats d'ananas résulteraient de la faible charge microbienne certainement à cause du pH acide du milieu. En revanche, les fortes mobilisations rencontrées avec les substrats d'élevage auraient été facilitées par le pH voisin de 7 et de la forte charge microbienne que contiennent généralement les substrats d'élevage.

La teneur en carbone mobilisé en phase liquide est le plus faible sur le substrat A₂ et s'expliquerait par le stockage de ce type de substrat.

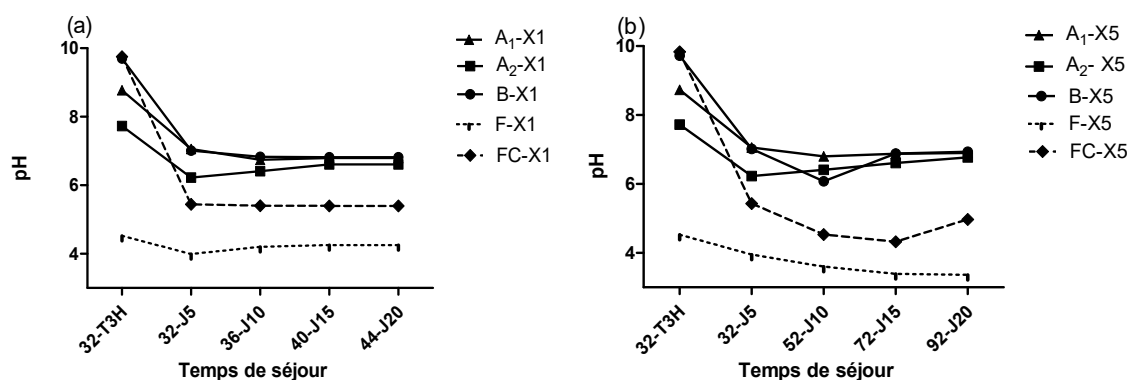
III.2. Impact de la charge et de l'inoculation des résidus alcalins sur la performance de la DA

L'évaluation de l'impact de la charge d'alimentation journalière et de l'intérêt d'une inoculation de résidus alcalins (substrat C) sont appréhendés *via* les tests de lixiviation par rechargement. Le but visé par un tel test est de simuler le comportement des déchets au sein d'un bio-digesteur et de mettre en exergue les potentiels phénomènes d'inhibition et la capacité des micro-organismes à supporter l'augmentation graduelle de la charge organique des substrats.

III.2.1. Impact de la charge et des cendres sur la stabilité de la DA et les éléments inhibiteurs

Quelle que soit la charge, le pH reste stable dans la gamme de digestion et proche de 7 pour les déchets animaux probablement grâce au fort pouvoir tampon que présentent ces substrats (Figure 33). Un léger écart est observé avec les déchets stockés (A₂) mais cela peut être imputé au lessivage de sa capacité tampon suite aux pluies. Le pH des substrats d'ananas (F) est voisin de 4. De faibles taux de recharge (Figure 33a) n'influent pas sur le pH (F-X1), cependant des forts taux de recharge (Figure 33b) induisent une baisse considérable de près de 0,5 unité pH du pH (F-X5). L'absence d'un pouvoir tampon au sein de ce type de déchet et la conversion continue du carbone en AGV peuvent être avancées pour expliquer cette diminution de pH.

L'addition de 10 g de cendres au substrat d'ananas (FC-X1 et FC-X5) permet de remonter le pH vers la gamme de digestion sans toutefois atteindre la valeur optimale de digestion. A faible charge sur substrat d'ananas (FC-X1), le pH est maintenu stable à 5,5 alors qu'à forte charge, la masse de cendres rajoutée ne parvient pas à stabiliser le pH (FC-X5).



FC : substrat de Fruit d'ananas + Cendre ; X1 : faible recharge ; X5 : forte recharge, 5fois plus important

Figure 33: Effet du rechargement des substrats sur la variation du pH à faible (a) et à forte charge (b)

Les baisses de pH durant les premiers jours d'incubation sont la conséquence de la mobilisation des AGV et du dégagement accru de CO₂. Ensuite les ré-augmentations du pH et sa stabilisation se justifie par une surconsommation des AGV pour la production du biogaz (Ruth *et al.*, 1997). Les remontées de pH notifiées sur les substrats acides d'ananas après l'addition des cendres s'expliqueraient par leur faible teneur en MO (faibles mobilisations des AGV), leur pH basique ($13 \pm 0,4$) et leur forte teneur en matière minérale (97 %) source d'effet tampon avéré grâce aux carbonates de calcium en mesure de former les bicarbonates.

Le potentiel redox est un paramètre incontournable dans le processus de la digestion anaérobie. Il permet de s'assurer de la mise en place des conditions réductrices dans le milieu, favorable à la digestion anaérobie et à l'identification des différentes phases de cette digestion. La valeur de Eh minimale souhaitée pour une digestion anaérobie optimale est de -250 mV. Une valeur supérieure ou une moindre fluctuation peut interrompre la production du méthane. Les déchets d'abattoirs (A₁, A₂) et la bouse (B) atteignent rapidement un potentiel de -300 mV lors des expériences indépendamment de la charge organique (Figure 34). Cependant, les substrats acides (F-X1) (Figure 34a) tardent à atteindre la valeur de -250 mV et l'augmentation de la charge (F-X5) (Figure 34b) engendre sa remontée à des valeurs supérieures à la valeur maximale souhaitée. La non atteinte de la valeur minimale de -250 mV est bien corrélée à l'absence de méthane notifié lors de la mesure de la qualité du biogaz produit par les substrats

d'ananas. Pour tous les substrats, une baisse importante du potentiel redox est notée de 32-T3H à 32-J5 comme conséquence de l'oxydation de la MO par l'O₂ présent dans le milieu lors de la mise en place du test. A partir de 32-J5 le potentiel se stabilise à des valeurs favorables à la digestion anaérobie. En revanche pour le substrat F-X5 le potentiel redox se stabilise aux environs de -150 mV.

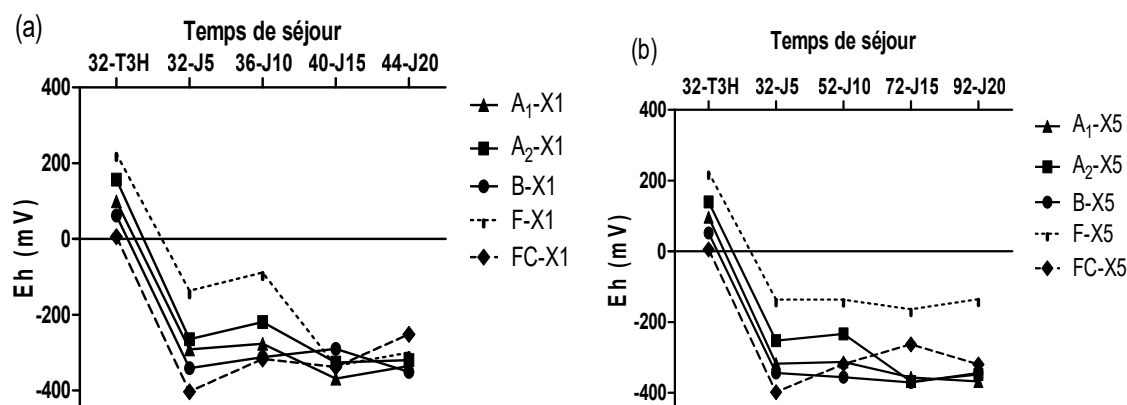


Figure 34: Effet du rechargement des substrats sur la variation du Eh à faible (a) et à forte charge (b)

L'introduction initiale de 10 g de cendres lors de l'inoculation des substrats d'ananas (32-T3H) a permis de maintenir les substrats à une valeur de Eh fluctuante tout en dessous de -200mV durant toute la phase du rechargement (FC-X1 et X5). Ainsi, l'on peut avancer avec certitude que l'inoculation des substrats acides d'ananas accompagnée toujours des cendres pourrait donc être une alternative pour limiter les fluctuations notifiées. Toutefois, les fluctuations de Eh notifiées seraient dues à l'entrée de l'oxygène dans les flacons lors des ouvertures des différentes phases de rechargement des substrats et aux variations de pH observées.

L'ammonium est un élément critique de suivi lors des processus de digestion anaérobie. Il empêche la dégradation du carbone à l'origine de la production du méthane lorsqu'il est identifié comme un facteur limitant et présente un effet toxique pour les bactéries méthanogènes lorsqu'il est en quantité excessive (Chandra et al., 2012). Les substrats d'ananas (F-X1 et F-X5) quelle que soit la charge, présentent de très faibles teneurs en ammonium (<10 mg.L⁻¹) dans leur milieu de digestion, conséquence de la faible proportion en azote de leur fraction solide (C/N > 55) ; la DA de tels substrats ne présentera pas une inhibition à l'ammonium (Figure 35). En revanche, la production en ammonium des substrats d'élevage à faible charge se stabilise à 60 ± 2 mg.L⁻¹ (A₁, A₂) et à 46 ± 1 mg.L⁻¹ (B) à partir de 36-J10 (Figure 35a). L'augmentation de la charge (X5) entraîne une production importante de l'ammonium comprise

entre 100 et 150 mg.L⁻¹ en 20 jours (Figure 35b). Si cette production demeure ascendante telle que notifiée, l'ammonium bloquera les processus de digestion au bout de 200 jours car la concentration en ammonium atteindra la valeur inhibitrice de 1500 mg.L⁻¹.

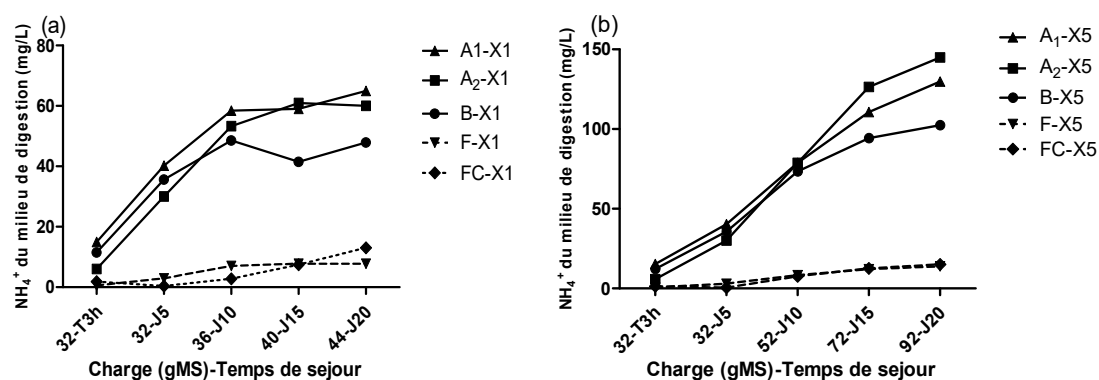


Figure 35: Evaluation de l'inhibition de la DA par l'ammonium à faible (a) et à forte charge (b)

Ainsi, pour éviter une telle inhibition à l'ammonium, les digesteurs devront être vidangés au bout de 200 jours (06 mois) dans le cadre de la digestion des substrats d'élevage.

Par ailleurs, des équations du premier degré de la forme ax+b ont été établies à partir de la concentration de la charge d'alimentation en vue de prédire la production de l'ammonium (Tableau XXXI).

Tableau XXXI: Corrélation entre la charge organique et la production de NH₄⁺

| | Faible charge X1 | | Forte charge X5 | | |
|--|------------------|-------------------|-----------------|-------------------|----------------|
| | Substrats | Equation linéaire | r ² | Equation linéaire | r ² |
| NH ₄ ⁺ (mg.L ⁻¹) | A ₁ | 43,63x-213,5 | 0,84 | 22,01x-104,6 | 0,98 |
| | A ₂ | 86,82x-263,5 | 0,85 | 46,82x-147,5 | 0,97 |
| | B | 28,08x-136 | 0,66 | 17,07x-79,78 | 0,95 |
| | F | 5,005x-37,19 | 0,85 | 1,859x-13,96 | 0,97 |
| | FC | 7,618x-59,45 | 0,81 | 2,056x-16,36 | 0,91 |

A faible charge, symbolisée par l'indice X1, tous les substrats présentent un coefficient de régression linéaire r² qui varie de 0,66 à 0,85 pour l'ammonium alors qu'à forte charge, symbolisée par l'indice X5, le r² est plus significatif et fluctue entre 0,91 et 0,99. L'inoculation de la cendre aux substrats d'ananas réduit légèrement le coefficient de régression linéaire aux charges 1 et 5 dans le cas de l'ammonium. Les fortes corrélations notifiées entre la charge organique et la production de l'ammonium lors du présent test de rechargement mettent en

évidence la possibilité d'établir des équations similaires *in situ* afin de les utiliser dans la prédiction des teneurs en ammonium.

Contrairement à l'ammonium dont les concentrations sont faibles sur les substrats d'ananas et élevées sur les substrats d'élevage, la mobilisation des AGV est plus importante sur les substrats d'ananas que sur les substrats d'élevage ($AGV < 1 \text{ g CH}_3\text{CHOOH} \cdot \text{L}^{-1}$) durant toute la phase du test de rechargement (Figure 36). Les AGV ne constituent donc pas une source d'inhibition de la DA pour les substrats d'élevage quelle que soit la charge. En revanche, les substrats d'ananas mobilisent des AGV qui atteignent rapidement la valeur inhibitrice de $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ à faible charge (F- X1 et FC-X1) (Figure 36a). A forte charge (F- X5 et FC-X5) (Figure 36b) la charge minimale inhibitrice en AGV augmente d'un facteur > 2 . Cela démontre que les AGV constituent une source d'inhibition du processus de DA des substrats d'ananas. Cependant, le fait que les AGV soient convertis en biogaz durant le processus de DA, un contrôle accru de leur production permettra d'éviter une inhibition. La co-inoculation de la cendre avec les substrats d'ananas (FC-X1, X5) permet de favoriser leurs fortes mobilisation et conversion en biogaz. Cette approche, si elle est mieux contrôlée permettra de lever l'inhibition due aux AGV.

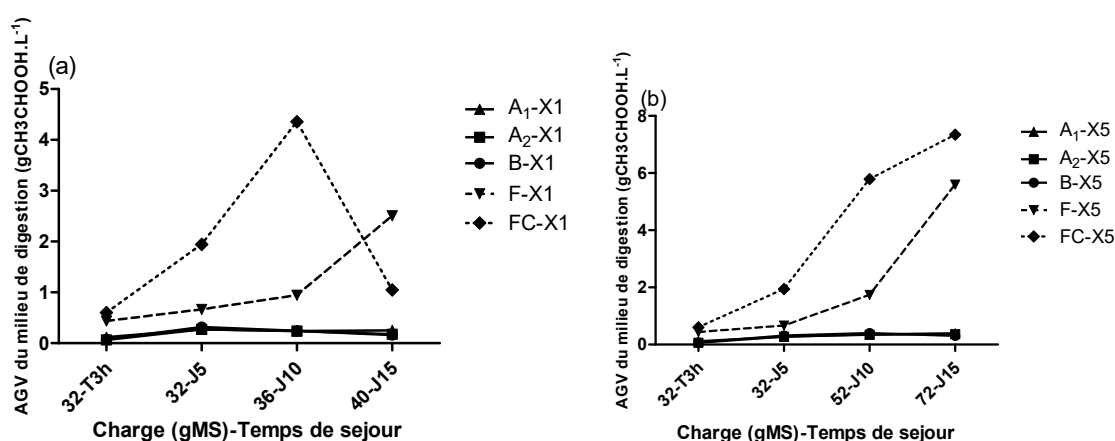


Figure 36: Evaluation de l'inhibition de la DA par les AGV à faible (a) et à forte charge (b)

III.2.2. Impact de la charge et des cendres sur les mobilisations organique et minérale

La conductivité et la DCO permettent d'évaluer respectivement la charge minérale et la charge organique mobilisées par des substrats dans une phase liquide. Durant les essais de lixiviation par rechargement, une mobilisation croissante et continue des espèces minérales est mise en évidence (Figure 37). Sur les substrats d'élevage, la conductivité maximale atteinte à faible charge est comprise entre 250 et $600 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ (Figure 37a) et évolue à forte charge entre 600 et $1250 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ (Figure 37b). Les substrats A₂ et B accusent respectivement la plus faible et la

plus forte conductivité. Sur les substrats d’ananas, la conductivité est quasi-constante à faible charge (F-X1 : $284 \pm 35 \mu\text{S.cm}^{-1}$) et passe de 200 à $700 \mu\text{S.cm}^{-1}$ (F-X5) entre le début jusqu’à la fin de l’expérience à forte charge (Figure 37c). Cette forme de mobilisation est facilitée par l’état non saturé de la phase liquide et l’abattement de la charge organique transformée en biogaz. Cela amène à s’interroger sur le seuil inhibiteur des éléments minéraux qui se concentrent dans la phase liquide et d’optimiser la charge organique. L’ajout des cendres qui sont des résidus minéraux (FC-X1 et FC-X5) élève cette conductivité.

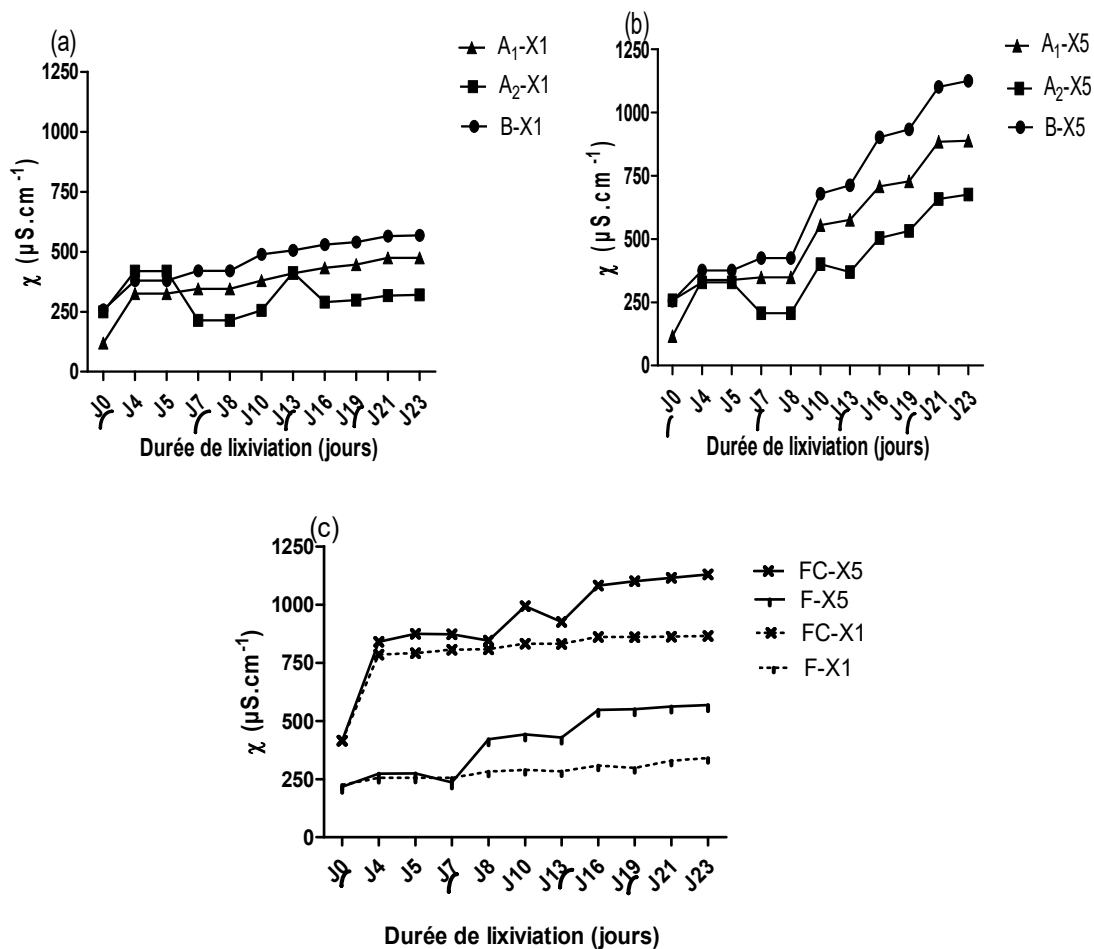


Figure 37: Effet du rechargement des substrats d’élevage (a,b) et des substrats d’ananas (c) sur l’évolution de la charge minérale à faible et à forte charge

La DCO des substrats évolue différemment à faible et à forte charge (Figure 38). A faible charge la DCO devient constante à partir de 36-J10 (A₁-X1, A₂-X1, B-X1) (Figure 38a) et n’évolue pas significativement durant toute la phase de digestion (F-X1 et FC-X1) (Figure 38c), impliquant une mobilisation organique supportable par la flore microbienne qui la bio transforme. En revanche, à forte charge, la mobilisation exponentiellement ascendante témoigne d’une surcharge organique par rapport à la population microbienne (Figure 38b, d).

La DCO des substrats d'élevage (500 à 3000 mg.L⁻¹) est beaucoup moins importante que celle des substrats d'ananas (12000 à 30000 mg.L⁻¹). L'inoculation de la cendre avec les substrats d'ananas (FC-X1 et X5) permet d'obtenir une DCO encore plus élevée.

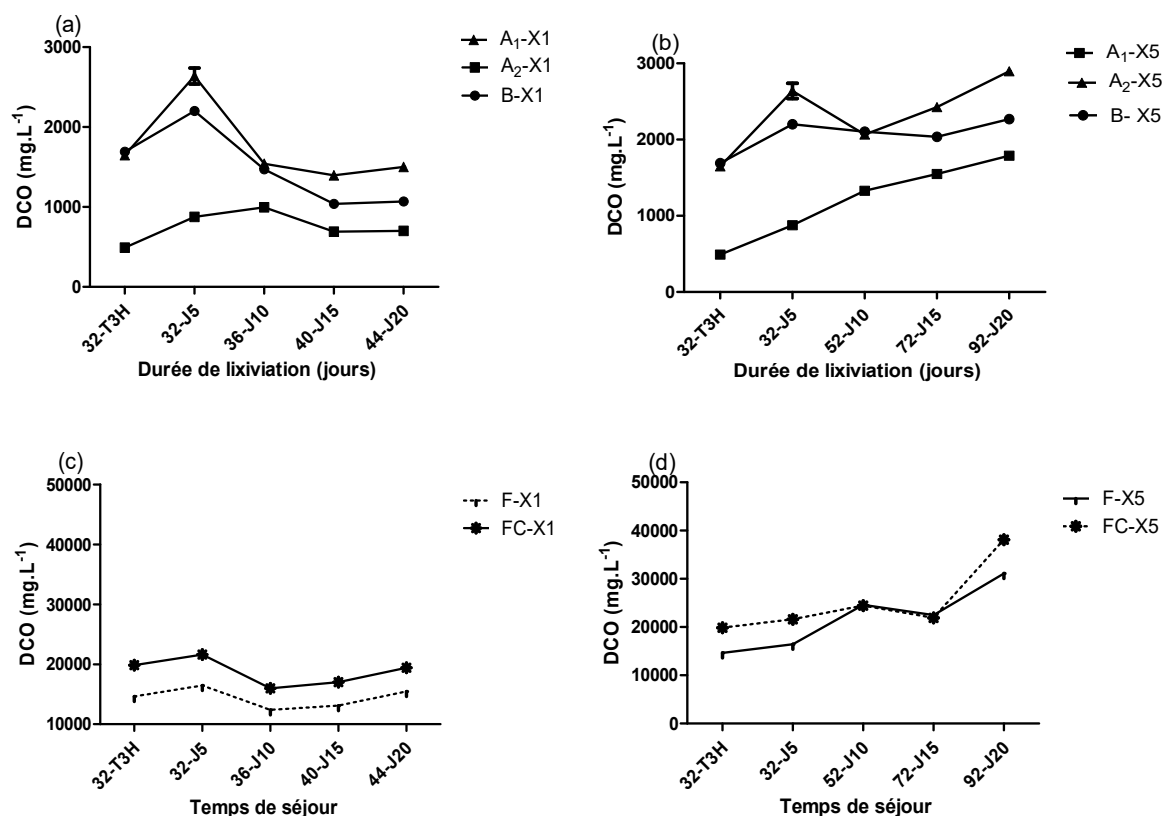


Figure 38: Effet du rechargement des substrats d'élevage (a,b) et des substrats d'ananas (c,d) sur l'évolution de la charge organique à faible et à forte charge

La fraction de DCO du solide mobilisée dans la phase liquide dénommée DCO soluble (fraction de DCO mesurée sur phase liquide + fraction de DCO transformée en biogaz) évolue de 2,4 à 60,9 % sur les substrats d'élevage, de 39,4 à 64,3 % sur les substrats d'ananas et de 51,6 à 88,3 % sur les substrats d'ananas inoculés avec les résidus de cendre (Figure 39 et Figure 40). Les niveaux de solubilisation sont identiques à faible et à forte charge sauf avec le substrat B. Sur ce dernier, la fraction de DCO solubilisée décroît de 8,3 à 4,3 % à faible charge et croît de 6,4 à 40,5 % à forte charge au fur et à mesure du rechargement du substrat. Le taux moyen de solubilisation de la DCO sur les substrats d'abattoirs A₁, A₂ est de 30 ± 3 % quel que soit la charge et se chiffre à 50 ± 2 % pour la catégorie F et 70 ± 4 % pour la catégorie FC (addition de cendre) indifféremment de la charge. Les substrats d'ananas se solubilisent mieux que les substrats d'élevage ; l'addition de la cendre au substrat d'ananas parvient à le sur-solubiliser de +20 % comparativement au substrat d'ananas seul.

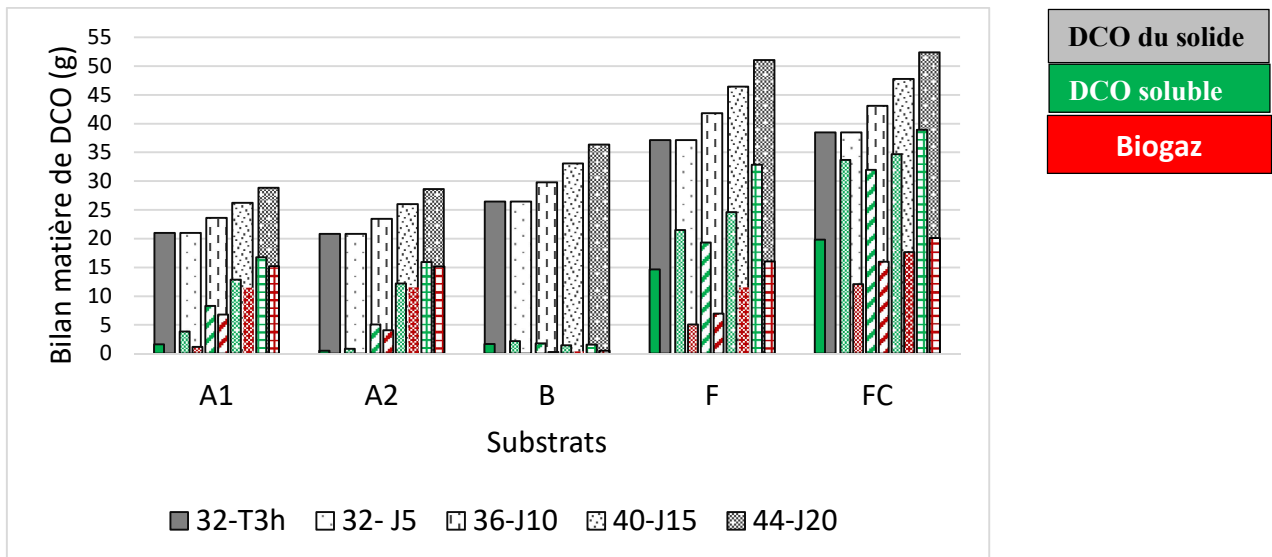


Figure 39: Bilan matière des substrats en termes de DCO (g) à faible charge

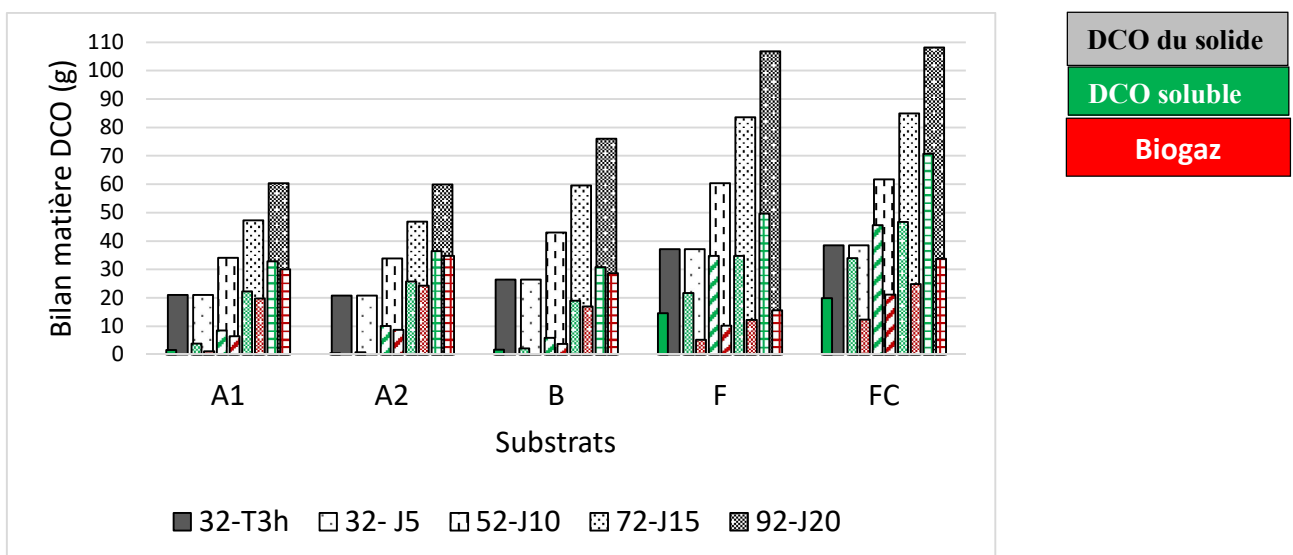


Figure 40: Bilan matière des substrats en termes de DCO (g) à forte charge

La production en biogaz accuse un temps de latence approximatif de 8 jours sur les substrats d'élevage contre 1 jour sur les substrats d'ananas. Ainsi, dès le démarrage de la production, la fraction de DCO solubilisée transformée en biogaz évolue de 16,7 à 33,8 % sur le substrat B à faible charge et boostée à forte charge en évoluant de 64,2 à 93,1 % ; alors que sur les substrats A₁, A₂, la fraction transformée en biogaz varie respectivement entre 80- 95 et 31- 91 %. Les faibles niveaux de solubilisation et de production volumique du biogaz à partir du substrat B à faible charge démontrent que le milieu paraît dilué et l'activité de la flore microbienne tarde à démarrer ; l'augmentation de la charge permet de remédier à ces problèmes. Quant aux substrats

d'abattoirs (A_1 , A_2), les mêmes niveaux de solubilisation et de production en biogaz à faible et à forte charge montrent que la digestion peut se faire à ces deux charges sans risque d'inhibition.

La fraction de DCO solubilisée convertie en biogaz sur les substrats d'ananas est 2 fois moins importante que celle obtenue sur les substrats d'élevage. Pour la catégorie F, la DCO solubilisée convertie en biogaz décroît en moyenne de 38,8 % (faible charge) à 30,1 % (forte charge). Cela témoigne d'une surcharge organique, qui entraîne une baisse importante de pH à 3,5 sur les essais à forte charge inhibant l'activité de la flore microbienne à l'origine de la conversion de DCO en biogaz. En revanche, pour la catégorie FC, la fraction transformée en biogaz est constante (47 ± 1 %) à faible charge et à forte charge. Cela se justifierait par le rôle de la cendre dans la régulation du pH qui a maintenu le $\text{pH} > 4$, pH auquel de nombreux microorganismes survivent encore et aptes à bio transformer les substrats.

Ainsi, la charge organique pour une digestion optimale des substrats d'élevage semble être la charge X5 qui correspond à une inoculation initiale de 8 g MS.L^{-1} suivie d'une recharge quotidienne de 1/20 de la charge initiale. Pour les substrats d'ananas, la charge convenable est la charge X1 correspondant à une inoculation de 8 g MS.L^{-1} suivie d'une recharge quotidienne de 1/100 de la charge initiale.

III.2.3. Impact de la charge et des cendres sur les productions quantitative et qualitative du biogaz

Durant le test de lixiviation par rechargement de substrat, un regard est porté sur la relation entre la charge et la qualité du biogaz produit au 23^e jour d'expérience ainsi que l'impact d'une co-inoculation de la cendre au substrat d'ananas.

Les substrats d'élevage indépendamment du type de substrat accusent une production maximale en biogaz de l'ordre de $0,06 \text{ m}^3_{\text{biogaz}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ (Figure 41). Cette production est améliorée par l'augmentation de la charge d'alimentation sur le substrat B alors que, la production n'est pas significativement différente à faible charge et à forte charge sur les substrats d'abattoirs A_1 , A_2 . Les teneurs en méthane du biogaz des différents substrats ont évolué de 21 ± 1 % à faible charge à 33 ± 3 % à forte charge. En revanche, la production volumique des substrats d'ananas (F) est inhibée par l'augmentation de la charge d'alimentation en passant de 0,1 (F-X1) à $0,045 \text{ m}^3_{\text{biogaz}}.\text{kg}^{-1}_{\text{MV}}$ (FC-X5), soit une réduction de 50 % de la production. Une augmentation de 20 % de la production est favorisée par l'inoculation de 10g de cendre (FC-X1). L'augmentation de la charge de X1 à X5 entraîne une importante réduction de la production en biogaz. Cette inhibition est de 55 % dans le cas du substrat F et de 25 % dans le cas du substrat FC. L'addition de la cendre hydrolyserait davantage la MO des substrats d'ananas favorable à une production

plus importante du biogaz. L'analyse de la composition du biogaz révèle malheureusement l'absence du méthane au sein dudit biogaz probablement à cause des pH acides des milieux de digestion des substrats F (pH 3 - 4) et FC (pH 5 - 6) ne favorisant pas le développement de la flore microbienne méthanogène.

Par ailleurs, la proportion du diazote dans le biogaz varie significativement d'un substrat à l'autre et inversement corrélable à la teneur en méthane. Les concentrations en oxygène, dioxyde de carbone et hydrogène sont respectivement de $25 \pm 3 \%$, $15 \pm 3 \%$ et $< 0,05 \%$ toutes charges confondues. Les faibles teneurs en méthane obtenues pour l'ensemble des substrats seraient dues à une contamination de l'air extérieur suite aux ouvertures des flacons en vue du rechargement des substrats.

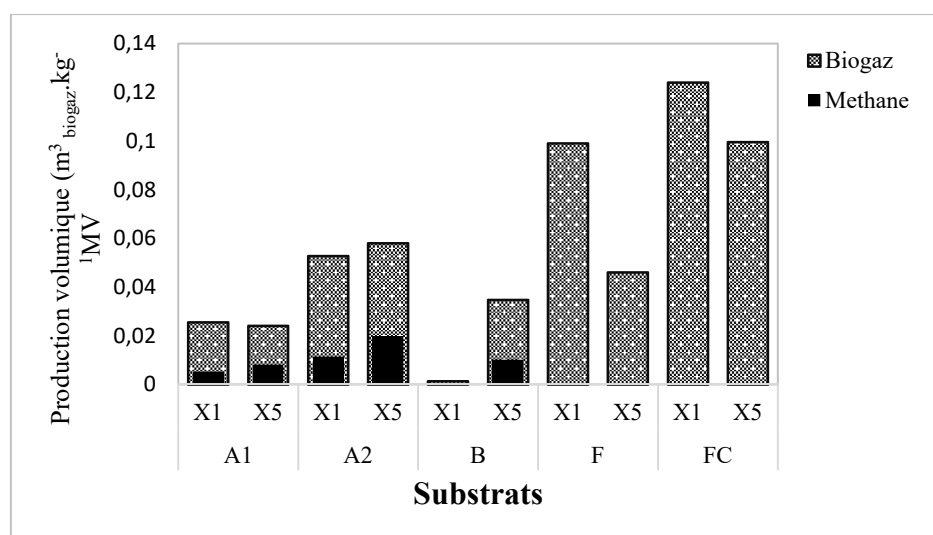


Figure 41: Effet de l'inoculation des cendres sur la qualité du biogaz lors des essais de rechargement des substrats à faible et à forte charge

Conclusion partielle Partie III.1 et III.2

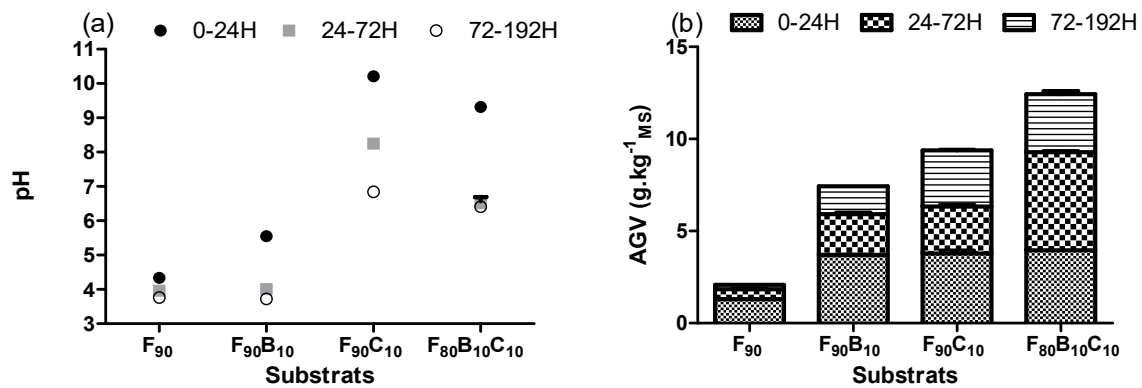
Les caractérisations de la matrice solide permettent d'une part de mettre en lumière les contraintes intrinsèques des substrats en DA. D'autre part, les essais de lixiviation ont permis de suivre le mode de relargage des composés suivant leur caractéristique. Pour la plupart des substrats l'azote est plus mobilisé comparativement au carbone. Les substrats d'élevage peuvent être méthanisés dans leur état. En revanche, une co-digestion est nécessaire pour une production du méthane à partir des substrats acides d'ananas. Cette co-digestion devrait permettre d'apporter des co-substrats en mesure de contrer l'acidité, combler le déficit en azote et fournir une flore microbienne adéquate.

III.3. Vers une digestion anaérobie réussie des substrats acides d’ananas

Les expériences sont essentiellement réalisées en aérobie (Test de lixiviation par renouvellement de solution : TLN), en anaérobie (Test de lixiviation par rechargement de substrat : TLC) et complétées par les tests BMP. Le comportement des substrats en aérobie est systématiquement comparé à celui du milieu anaérobie.

III.3.1. Evolution du pH, du Eh et des AGV durant les lixiviations

L’effet du pH sur la mobilisation des AGV et inversement est appréhendé *via* le TLN et lors des expériences développées avec le TLC. Les essais de lixiviation avec le renouvellement de solution sur les substrats en mono-digestion (substrat F₉₀) et en co-digestion (substrats F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀, F₈₀B₁₀C₁₀) montrent une chute de pH au fur et à mesure de la lixiviation (Figure 42a).



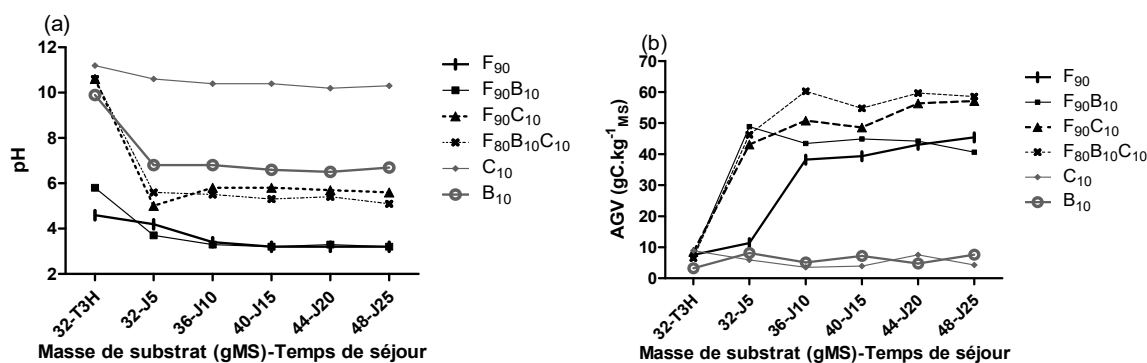
F₉₀=Ananas ; F₉₀B₁₀ (90% Ananas+10% Bouse) ; F₉₀C₁₀ (90 % Ananas+10% Cendre) ; F₈₀B₁₀C₁₀ (80 % Ananas+10% Bouse + 10% Cendre)

Figure 42: Evolution du pH (a) et des AGV(b) en TLN

La baisse en pH entre la première et la troisième lixiviation est inférieure à 1 unité pH en mono-digestion (substrat F₉₀). En co-digestion (F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀), cette baisse en pH est supérieure à 1 unité pH à cause des écarts relativement élevés de pH entre les co-substrats et le lessivage rapide des capacités tampon des substrats de bouse et de cendre. Le pH des milieux de digestion des substrats F₉₀, F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀, F₈₀B₁₀C₁₀ ont évolué respectivement entre 4,6-3,5; 5,6-3,5; 10,5-6,5 ; 9,5-6,0 avec pour mobilisations des AGV totaux de 2,4 ; 7,4 ; 9,4 et 12,4 g c.kg⁻¹MS (Figure 42b). De 0-24 h, les mobilisations des AGV sont quasi-identiques 3,8 ± 0,2 g c.kg⁻¹MS sur les substrats F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ de pH respectifs 5,6 ; 10,2 et 9,3. Dans le cas du substrat F₉₀C₁₀, la chute du pH à 8,3 ± 0,1 entre 24-72 h réduit la mobilisation des AGV et lorsque le pH s’approche de la zone neutre 6,8 ± 0,1 durant la troisième phase de lixiviation, une reaugmentation de la teneur en AGV est observée. Dans le cas du substrat F₈₀B₁₀C₁₀, la forte mobilisation en AGV est obtenue durant la deuxième phase de lixiviation

(24-72 h) lorsque le pH avoisine la zone de pH neutre $6,4 \pm 0,3$. Enfin, sur le substrat F₉₀B₁₀, la concentration en AGV baisse graduellement en fonction de la diminution du pH en dessous de 5 durant les phases suivantes de la lixiviation. Des études de Kim *et al.*, (2004) puis Xu *et al.*, (2012) sur la digestion anaérobie soutiennent que la solubilisation en AGV n'est favorable qu'aux pH voisin de la neutralité plutôt qu'aux pH acides. Babel *et al.* (2004) ont étudié la mobilisation en AGV des substrats d'ananas pour des pH allant de 5 à 8 en phase d'acidogenèse et ont révélé que le pH 7 était favorable à une production importante en AGV de l'ordre de 21 g.L⁻¹ puis réduit de moitié au-delà du pH 7. En effet, la synthèse accrue des AGV dans un milieu de digestion se reflète par la baisse de pH à cause du caractère acide de ces AGV. Cette baisse de pH est d'autant plus facilitée par la mobilisation des formes non dissociées d'AGV solubilisés plutôt que de la concentration totale en AGV. Ainsi, les milieux de digestion acides des substrats F₉₀ et F₉₀B₁₀ seraient constitués en majorité de la fraction non dissociée des AGV disposant d'une capacité à traverser les membranes des cellules bactériennes entraînant leur lyse et limitant de ce fait la bio-solubilisation des molécules des substrats. En revanche, les milieux de digestion des substrats F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ seraient prédominés par les formes dissociées des AGV facilité par le pH neutre à basique où s'effectuent l'hydro-solubilisation et la bio-solubilisation. L'ajout des bouses à hauteur de 10 % (source de bactéries et de pouvoir tampon, substrat F₉₀B₁₀) permet d'augmenter la concentration totale en AGV de +208 % et de maintenir le pH de +1 unité pH par rapport au substrat pur d'ananas (F₉₀). Le remplacement de la bouse par la cendre améliore cette mobilisation en la portant à + 291 % accompagné de la stabilisation du pH à 6,5. L'addition simultanée de 10 % de bouse et de 10 % de cendre booste cette mobilisation ; l'augmentation de la mobilisation en AGV est de + 417 % et le pH se stabilise entre 6,5 et 7,0.

Les essais ont été réalisés en milieu anaérobie (TLC) pour simuler la digestion *in situ*. Les résultats de l'évolution du pH et de la mobilisation des AGV sont présentés (Figure 43a). Toutes les modalités étudiées dénotent d'une stabilisation de pH. Le pH des co-substrats B₁₀ et C₁₀ sont les plus élevés, respectivement 7 ± 1 et $10,5 \pm 0,4$. Le pH du milieu de digestion du substrat F₉₀ est de $3,3 \pm 0,1$, semblable à celui du milieu de digestion du substrat d'ananas co-digéré avec de la bouse (F₉₀B₁₀). La cinétique de mobilisation des AGV dans le milieu de digestion du substrat F₉₀B₁₀ est plus rapide que celui de F₉₀, cependant, les concentrations totales en AGV à partir du 10^e jour de digestion sont similaires (42 ± 3 gC.kg⁻¹MS) (Figure 43b).



F₉₀=Ananas ; F₉₀B₁₀ (90% Ananas+10% Bouse) ; F₉₀C₁₀ (90 % Ananas+10% Cendre) ; F₈₀B₁₀C₁₀ (80 % Ananas+10% Bouse + 10% Cendre)

Figure 43: Evolution du pH (a) et des AGV (b) en TLC

L'addition de la bouse à hauteur de 10 % ne favorise ni l'augmentation du pH en faveur d'une digestion anaérobie ni une meilleure mobilisation des AGV. L'inoculation de 10 % de cendres avec les substrats d'ananas permet de rehausser le pH à $5,5 \pm 0,3$ pour F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀, par conséquent la mobilisation en AGV atteint 58 ± 2 gC.kg⁻¹MS soit une augmentation de 38 %. Cela confirme ainsi les conclusions soulignées durant le test de lixiviation par renouvellement de solution selon lesquelles la mobilisation des AGV devenait plus importante lorsqu'on se rapproche de la neutralité. La teneur des AGV (58 gC.kg⁻¹MS) mobilisés en TLC est quatre fois plus élevée que celle mobilisée en TLN estimée à 12,4 gC.kg⁻¹MS. Cela est en concordance avec les études de Parodi et *al.* (2011) qui ont mis en évidence une plus forte mobilisation de DCO et de COD durant un test sans renouvellement de solution comparativement à un test avec renouvellement de solution. La mobilisation des molécules est plus faible durant le TLN car ce type de test extrait uniquement la charge hydrosoluble contrairement au TLC qui extrait à la fois la charge hydrosoluble et hydrobiosoluble.

Le suivi de l'évolution du potentiel redox durant le processus de digestion anaérobie est d'une importance capitale car la moindre augmentation au-delà de la valeur maximale souhaitée (-250 mV) altère ou interrompt la production du méthane. En dehors du potentiel redox positif du substrat F₉₀, tous les autres substrats présentent durant la première phase de lixiviation (0-24 h) un potentiel redox négatif (Figure 44a). Les potentiels redox des milieux de digestion des substrats F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ atteignent les valeurs optimales (< -250 mV). Durant les phases suivantes de lixiviation, le potentiel redox du milieu de digestion du substrat F₉₀ baisse à une valeur < -200 mV puis ré-augmente légèrement. On note également une ré-augmentation du potentiel redox sur tous les co-substrats (F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀) durant la deuxième phase de lixiviation (24-72 h). Il est admis que l'évolution du pH est contraire à celui du Eh. Des pH

acides induisent une augmentation du Eh alors que des pH basiques sont à l'origine des Eh faibles. Cela s'observe sur les expériences du TLN où les substrats F₉₀ et F₉₀B₁₀ de pH situés entre 3 et 5 ont des potentiels redox situés entre 150 et -350 mV alors que les substrats F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ aux pH compris entre 7 et 11 présentent des potentiels redox plus bas allant de -150 à -450 mV (Figure 44a).

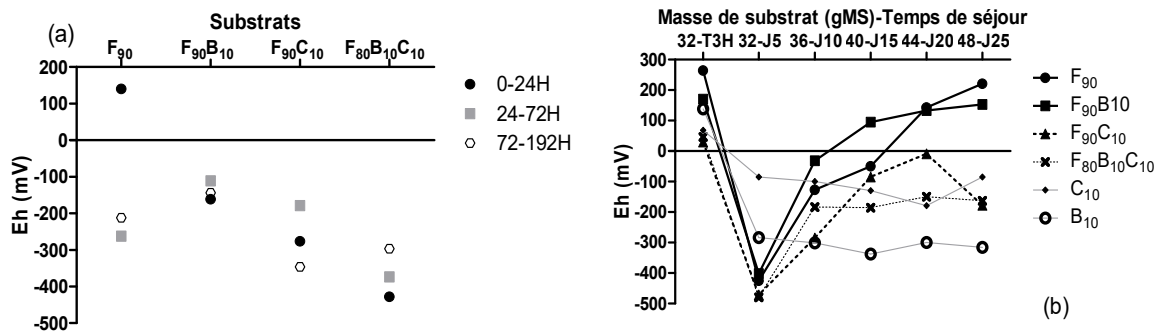


Figure 44: Etude comparée de l'évolution du potentiel redox en TLN (a) et en TLC (b)

Lors du TLC, le potentiel redox aux premières heures de mise en contact des substrats avec l'éluant est positif (32-T_{3H}). Ce potentiel chute brutalement à des valeurs négatives au cinquième jour après incubation anaérobie (32-J₅) (Figure 44b). Au fur et à mesure du rechargement, les potentiels redox des co-substrats B₁₀ et C₁₀ se stabilisent respectivement à -308 ± 20 et -116 ± 40 mV. Les potentiels redox des substrats F₉₀ et F₉₀B₁₀ de pH $3,3 \pm 0,1$ ré-augmentent au-delà de +200 mV alors que les substrats F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ de pH $5,5 \pm 0,3$ ont des Eh en dessous de 0 mV et celui de F₈₀B₁₀C₁₀ plus particulièrement se stabilise à un Eh voisin de -200 mV, Eh voisin du Eh approprié pour une digestion anaérobie optimale. La diminution rapide du potentiel redox après incubation anaérobie est la conséquence de l'oxydation de la matière organique et de la consommation de l'oxygène. La ré-augmentation du potentiel redox s'explique par les introductions d'oxygène lors des phases de rechargement et surtout par suite de la lyse des microorganismes par faute de quantité de substrat suffisant à leur développement. Cette lyse entraîne la libération de métabolites présentant des pouvoirs oxydatifs. Les stabilisations observées à la suite de l'augmentation du potentiel redox sont la conséquence de l'acclimatation des microorganismes. Cette acclimatation est observée sur les substrats co-digérés avec de la bouse de vache, source de microorganismes (F₉₀B₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀). Cependant, le niveau de stabilisation de Eh favorable à la digestion anaérobie est observé que sur le substrat F₈₀B₁₀C₁₀. Les substrats co-digérés avec de la cendre (F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀) de pH proche de la zone de neutralité ont présenté un potentiel redox négatif durant toute la phase d'incubation anaérobie alors que les substrats F₉₀ et F₉₀B₁₀ de pH très acide ont présenté un potentiel redox

positif respectivement après 20 et 15 jours d'incubation anaérobie. Cela met encore en évidence une relation étroite entre le pH et le potentiel redox.

III.3.2. Evaluation de la charge minérale et de la charge organique

Les charges minérale et organique au cours de la lixiviation ont été estimées *via* des mesures de la conductivité électrique et de la DCO au sein de la phase liquide. La conductivité donne une indication sur la quantité d'espèces minérales mobilisées et la DCO exprime la charge organique rélarguée. Les différentes mobilisations sont comparées durant les lixiviations par renouvellement de solution et par rechargement de substrat (Figure 45).

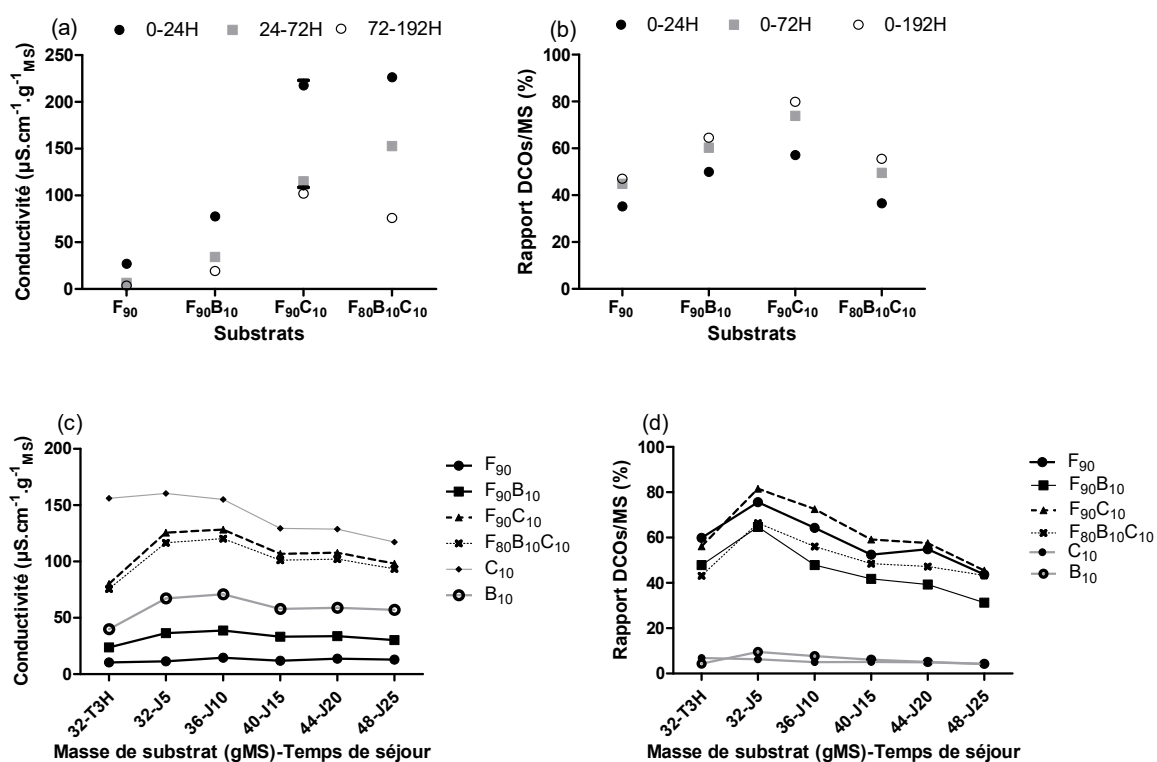


Figure 45: Etude comparée de l'évolution de la conductivité et de la DCO soluble en TLN (a et b) et TLC (c et d)

L'évolution de la conductivité, montre que la dissolution est faible avec le substrat F₉₀ (<50 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{MS}$) et plus forte avec les substrats F₉₀C₁₀ et F₉₀B₁₀C₁₀ (>200 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{MS}$) et suit l'ordre croissant suivant F₉₀< F₉₀B₁₀< F₉₀C₁₀< F₈₀B₁₀C₁₀ dans le cas du TLN durant 0-24h (Figure 45a). En effet, les composés majoritaires des substrats d'ananas sont les AGV prédominés par l'acide acétique ayant une faible conductivité molaire de l'ordre de 4,1 $\text{mS}\cdot\text{m}^2\cdot\text{mol}^{-1}$ expliquant ainsi la faible conductivité notifiée au niveau du substrat F₉₀. L'addition de la bouse élève cette conductivité car la bouse résulte d'un processus de digestion/minéralisation dans le tractus animal et dispose de ce fait d'une conductivité plus

importante. En revanche, au sein des substrats $F_{90}C_{10}$ et $F_{80}B_{10}C_{10}$ l'addition de la cendre amplifie la conductivité de part sa quantité et de part les ions Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Fe^{3+} , OH^- qu'elle contient. Ces ions présentent de fortes conductivités molaires et contribuent à l'augmentation de cette conductivité.

En dehors du substrat $F_{80}B_{10}C_{10}$, l'évolution de la conductivité est positivement corrélée avec la charge de DCO solubilisée qui reflète la somme des charges minérale et organique. Le plus faible niveau de solubilisation de DCO est notifié avec le substrat F_{90} et est de l'ordre de 50 % rapport à la matière sèche ou de 60% par rapport à la matière organique (Figure 45b). L'ajout du co-substrat de bouses à hauteur de 10% porte la solubilisation à 70 % ($g\ O_2.g^{-1}\ MS$) ou 90 % en termes de $gO_2.g^{-1}MO$ alors que la cendre la maximise à 80 % ($gO_2.g^{-1}MS$) soit 100% en termes de $gO_2.g^{-1}MO$. L'ajout simultané des bouses et des cendres réduit le niveau de solubilisation à 60 % ($gO_2.g^{-1}MS$) soit 80 % en termes de $gO_2.g^{-1}MO$. Cette baisse de solubilisation au niveau du substrat $F_{80}B_{10}C_{10}$ s'explique par la faible solubilisation des bouses et l'incapacité des cendres à hydrolyser complètement les bouses qui contiennent encore des résidus de paille. La teneur en bouses couplée à la proportion de cendres explique la faible solubilisation notifiée dans le cas du substrat $F_{80}B_{10}C_{10}$.

En TLC, les substrats présentent des conductivités moyennes de 13 ± 1 (F_{90}), 35 ± 3 ($F_{90}B_{10}$), $110 \pm 5\ \mu S.cm^{-1}.g^{-1}MS$ ($F_{90}C_{10}$ et $F_{80}B_{10}C_{10}$). Les valeurs élevées de conductivité pour les trois derniers substrats s'expliquent par les fortes conductivités des co-substrats B_{10} et C_{10} qui sont respectivement de 62 ± 6 et $139 \pm 19\ \mu S.cm^{-1}.g^{-1}MS$ (Figure 45c). Les résultats de la conductivité obtenus durant les expériences en TLC comparés à ceux du TLN, montrent un faible relargage et légèrement décroissant des ions durant la recharge. La charge minérale mobilisée en TLC est inférieure à celle du TLN d'un facteur supérieur à 2 quel que soit le substrat, en raison de l'agitation opérée durant le test de lixiviation par renouvellement et de la non saturation de la phase liquide qui est renouvelée.

Les niveaux de solubilisation de DCO par rapport à la matière sèche en rechargement sont compris entre 40 et 80 % en début du test de lixiviation et baissent jusqu'à des niveaux de 30 à 40 % au fur et à mesure du rechargement (Figure 45d) sauf dans le cas des co-substrats B_{10} et C_{10} . Les faibles solubilisations sont notifiées dans le cas du substrat $F_{90}B_{10}$. La DCO solubilisée décroît plus rapidement que la conductivité ; cela est due au fait qu'une fraction de la DCO ; la DCO biodégradable sert à la production du biogaz contrairement à la conductivité traduite par les ions qui ne sont pas consommés. L'évolution de la DCO lors du TLC permet de remarquer que les niveaux de solubilisations de tous les substrats au bout de 5 jours (32-J₅) en anaérobiose

sont légèrement plus élevés comparativement au TLN au bout de 8 jours (192 h). Cela est bien corrélé aux résultats précédents sur la mobilisation des AGV et les études de Parodi *et al.* (2011) montrant que la mobilisation est limitée durant le test de lixiviation par renouvellement de solution. Le maintien d'une alimentation par rechargement du substrat entrainerait une baisse des niveaux de solubilisation en raison de l'augmentation de la viscosité de la phase liquide limitant la solubilité.

La cinétique de conversion de la DCO soluble (DCOs) en biogaz est très rapide avec le co-substrat de cendre (C₁₀) et toute la DCOs est convertie en biogaz (Figure 46).

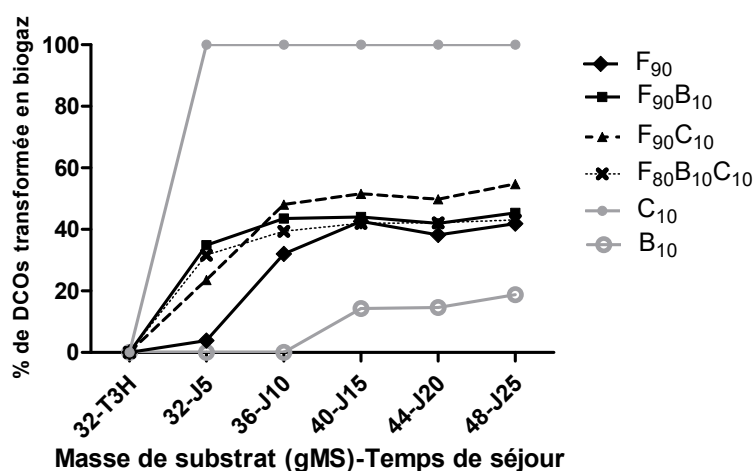


Figure 46: Evaluation des proportions de la DCO solubilisée convertie en biogaz en TLC

En revanche, le co-substrat de bouse (B₁₀) accuse un temps de latence de 10 jours et le taux de conversion de la DCOs en biogaz est de 16 ± 3 %. Les cinétiques de conversion de la DCOs en biogaz du substrat F₉₀ sont lentes comparativement aux substrats co-digérés (F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀). Les taux de conversion de la DCOs en biogaz sont similaires (41 ± 3 %) pour les substrats F₉₀, F₉₀B₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ et plus élevé avec le substrat F₉₀C₁₀ (51 ± 3 %) à partir du 10^{ème} jour d'incubation anaérobie.

En renouvellement de solution (TLN), l'observation des composés de la phase liquide montre que la fraction hydrophile (HPI*) est mobilisée majoritairement par les substrats F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ durant la première phase de lixiviation (0-24 h). En revanche, sur le substrat F₉₀ les fractions HPI* et TPH* sont prépondérantes (Figure 47a). Les phases suivantes de la lixiviation montrent une mobilisation de plus en plus importante de la fraction hydrophobe (HPO*) qui parvient à des teneurs de plus de 80 %. Dans le cas du substrat pur d'ananas (F₉₀), et le substrat F₈₀B₁₀C₁₀, la fraction HPO* apparaît tardivement lors de la troisième phase de lixiviation alors qu'elle apparaît à la deuxième phase de lixiviation dans le cas des substrats

F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀. La mobilisation des fractions de MO par le substrat F₈₀B₁₀C₁₀ devrait être semblable à ceux des substrats F₉₀B₁₀ et F₉₀C₁₀ à cause de l'effet engendrée par les co-substrats. Le substrat F₈₀B₁₀C₁₀ tardant à mobiliser rapidement la fraction HPO* tout comme le substrat pur d'ananas F₉₀, laisse conclure que la cendre et la bouse rajoutées simultanément auraient des effets antagonistes l'un envers l'autre et cet effet antagoniste serait dû à l'inhibition de la flore microbienne de la bouse par la cendre réduisant la mobilisation due à la flore microbienne.

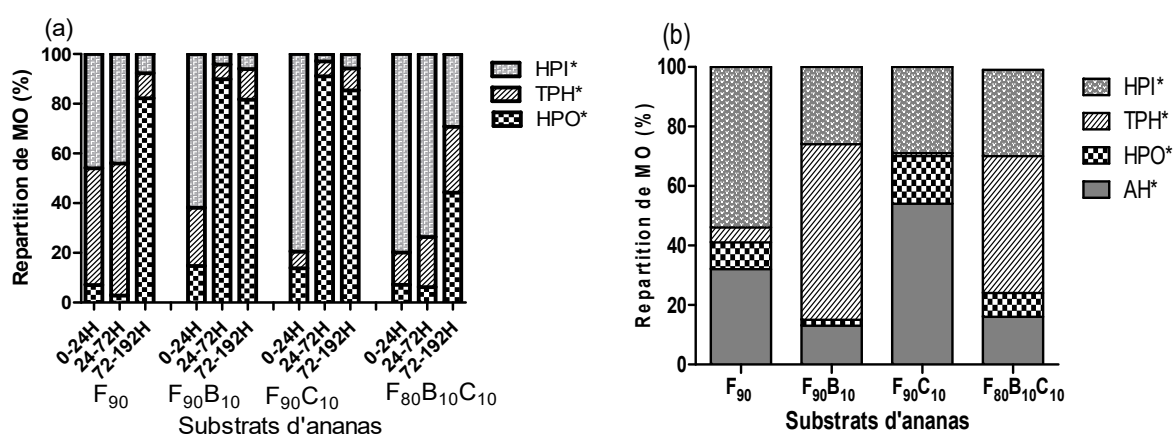


Figure 47: Composition et évolution de la MO lors des TLN (a) et TLC au 60^{ème} jour de digestion (b)

Au bout de 60 jours (test de lixiviation par rechargement de substrat : TLC, Figure 47b), la MO dissoute contenue dans le milieu de digestion des substrats F₉₀ et F₉₀C₁₀ est constituée de 85 ± 2 % des fractions hydrophile et humique (HPI* et AH*) sans intérêt en production du méthane. La fraction HPI* représente 54 % sur le substrat F₉₀ alors que sur le substrat F₉₀C₁₀ la fraction AH* est la plus importante (54 %). Les fractions précurseurs de la production du méthane, HPO*+TPH* constituent moins de 20 % avec une prédominance de la fraction HPO*.

En revanche, au sein du milieu de digestion des substrats F₉₀B₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀, les fractions précurseurs de la production du méthane (HPO*+TPH*) représentent 58 ± 5 % avec une forte prédominance de la fraction TPH* (> 45 %). Baccot et *al.*, (2016) ont montré une forte corrélation entre la fraction HPI* et la production volumique du biogaz ($R^2 = 0,83$) qui malheureusement semble être très pauvre en méthane alors que les fractions HPO* et TPH* amélioreraient significativement la proportion en méthane du biogaz. Cependant, Baccot et *al.*, (2016) ont souligné qu'il existait un seuil en HPO* qu'il ne faudrait pas dépasser si l'on désire optimiser la production en méthane sans toutefois préciser ce seuil ; ainsi, les faibles proportions de la fraction HPO* par rapport à la fraction TPH* est bénéfique pour la production du méthane. Quant à la fraction AH*, elle ne jouerait pas en faveur de la production du biogaz et même du

méthane. La forte teneur de la fraction TPH* sur les substrats F₉₀B₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ au bout de 60 jours de digestion (Figure 47b), comparativement aux substrats initiaux qui en contiennent en faibles teneurs (Figure 47a), laisse penser à une possible transformation de la fraction HPI* en TPH* sous l'action des bactéries apportées par l'addition de la bouse. Les fortes teneurs de la fraction AH* au sein du milieu de digestion des substrats F₉₀ et F₉₀C₁₀ avec respectivement 32 et 53 % pourrait donc informer sur l'état d'avancement de la dégradation des substrats et supporterait l'hypothèse selon laquelle le substrat F₉₀C₁₀ aurait subi la plus forte dégradation suivie de la fraction F₉₀ et ensuite des fractions F₉₀B₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀. Cette hypothèse est vérifiée par deux résultats de cette étude : le substrat F₉₀C₁₀ subi le plus d'hydrolyse et induit la plus forte production volumique du biogaz ; le substrat F₈₀B₁₀C₁₀ n'a entamé une forte production volumique qu'à partir du jour 45 après l'interruption de l'alimentation témoignant du démarrage du processus de dégradation des substrats.

III.3.3. Evaluation des productions quantitative et qualitative du biogaz en co-digestion

▪ Evaluation de la production volumique : entre test BMP et TLC

La mise en œuvre des expériences des tests BMP est accompagné du témoin négatif (inoculum seul : Ino⁻) et du témoin positif (inoculum + cellulose : Ino⁺) qui représente le substrat de référence (Figure 48a). La mise en œuvre de Ino⁻ et Ino⁺ permet d'apprécier l'efficacité de la flore microbienne potentiellement disponible au sein de l'inoculum pour la digestion anaérobie et sa capacité à dégrader un substrat quelconque. La production volumique cumulée en biogaz du témoin positif (Ino⁺) a été de 0,687 m³_{biogaz}.kg⁻¹_{MV}. Cette valeur est identique à celle rapportée par Baccot et al. (2017) estimée à 0,623 ± 0,1 m³_{biogaz}.kg⁻¹_{MV} avec une teneur en méthane d'environ 64%. L'ajout de la cendre sur de l'inoculum (C₁₀) a entraîné un pic d'inhibition de production du biogaz de l'ordre de 0,023 m³_{biogaz}.kg⁻¹_{MV} par rapport à l'inoculum pur, soit une diminution de production de l'ordre de 18,8 %. Cette diminution en production est réduite à 5,3 % au bout de 55 jours, conséquence de l'adaptation de la flore microbienne vis-à-vis de la cendre. Pendant ce temps l'addition de 10 % de bouses (B₁₀) à l'inoculum favorise une surproduction de l'ordre de 30 ± 3 % durant toutes les phases de production. La cinétique moyenne de production du biogaz du substrat pur d'ananas (F₁₀₀) est de 0,78 m³_{biogaz}.kg⁻¹_{MV}. Les productions cumulées de biogaz par co-digestion en BMP des substrats F₉₀B₁₀, F₉₀C₁₀, F₈₀B₁₀C₁₀ sont respectivement de 0,503 ± 0,003 ; 0,52 ± 0,06 ; 0,44 ± 0,02 m³_{biogaz}.kg⁻¹_{MV}. La production est diminuée de 4 % dans le cas du substrat F₉₀B₁₀ et de 18 % pour le substrat F₈₀B₁₀C₁₀ comparativement à la production du substrat F₉₀C₁₀, lui même diminué de 33 % par

rapport à la production du substrat d'ananas (F_{100}). Les importantes réductions de productions en co-digestion s'expliquent par les faibles productions voire négatives des co-substrats (B_{10} et C_{10}). Ces faibles productions sont dues à la faible biodegradabilité de la MO contenue dans la bouse et le caractère minéral de la cendre. En plus, les expériences ont montré que la cendre inhibait la production volumique en affectant négativement l'activité de la flore microbienne.

Les productions volumiques obtenues lors des tests BMP comparées à celles obtenues du test de lixiviation par rechargement de substrat (Figure 48b) simulant les conditions de digestion *in situ* montrent une importante réduction de production.

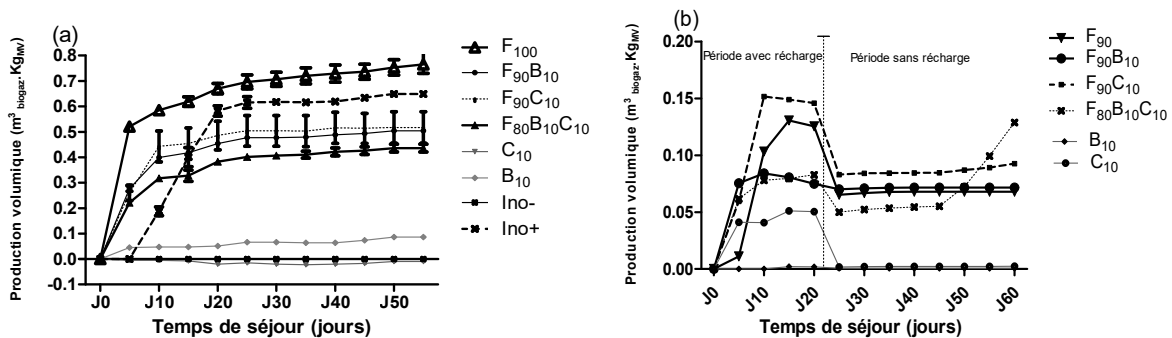


Figure 48: Etude comparée de la production volumique du test BMP (a) et TLC (b)

De J_0 à J_{20} , l'alimentation en substrat favorise une forte production en biogaz qui se stabilise à J_5 pour les substrats C_{10} , $F_{80}B_{10}C_{10}$ et $F_{90}B_{10}$, à J_{10} pour le substrat $F_{90}C_{10}$ et à J_{15} pour le substrat F_{90} (Figure 48b). Durant la phase de stabilisation, les plus fortes productions en biogaz ont été enregistrées sur les substrats F_{90} et $F_{90}C_{10}$ variant entre 0,1 à 0,15 m³ biogaz.kg⁻¹MV. De J_{25} à J_{45} , l'interruption de l'alimentation est accompagnée d'une réduction de la production qui se stabilise entre 0,05 et 0,10 m³ biogaz.kg⁻¹MV hormis les co-substrats B_{10} et C_{10} qui affichent une production nulle.

La plus forte et la plus faible production sont mesurées respectivement sur les substrats $F_{90}C_{10}$ et $F_{80}B_{10}C_{10}$. Les productions volumiques des substrats F_{90} et $F_{90}B_{10}$ restent quasi similaires. A partir de J_{45} , une production passant de 0,05 à 0,15 m³ biogaz.kg⁻¹MV est observée dans le cas du substrat $F_{80}B_{10}C_{10}$ alors que les productions en biogaz des substrats F_{90} , $F_{90}B_{10}$ et $F_{90}C_{10}$ du biogaz demeurent constantes. La surproduction en biogaz du substrat $F_{80}B_{10}C_{10}$ a été facilitée par une stabilisation optimale du pH et du Eh (pH =7 et Eh = -371 mV). Cette stabilisation a été plus optimale que celle des conditions optimisées en BMP (Tableau XXXII). L'évolution des paramètres physico-chimiques vers les valeurs optimales aurait stimulé et favorisé la mise en place et la croissance de l'ensemble des microorganismes responsables des différentes étapes

de la dégradation boostant ainsi la production volumique. La relance de la production n'est pas observée sur les substrats F₉₀, F₉₀B₁₀ et F₉₀C₁₀ du fait de leur pH acide ou encore de leur potentiel redox positif.

Tableau XXXII: Comparaison des paramètres de stabilité de l'environnement réactionnel en condition optimale (BMP) et TLC

| | pH | | Eh (mV) | |
|---|-----|------|---------|------|
| | BMP | TLC | BMP | TLC |
| F ₉₀ | 7,0 | 3,1 | -288 | +62 |
| F ₉₀ B ₁₀ | 7,0 | 3,2 | -286 | +135 |
| F ₉₀ C ₁₀ | 7,1 | 5,4 | -291 | -216 |
| F ₈₀ B ₁₀ C ₁₀ | 7,1 | 7,0 | -277 | -371 |
| B ₁₀ | 7,7 | 6,5 | -312 | -291 |
| C ₁₀ | 8,1 | 10,1 | -291 | -180 |

▪ **Evaluation de la qualité du biogaz : entre test BMP et TLC**

La fiabilité des essais BMP est conditionnée par la vérification des réponses des essais témoins que sont l'inoculum (Ino⁻) et le substrat de référence (Ino⁺) lors de l'évaluation des productions quantitative et qualitative du biogaz produit par un substrat quelconque (Raposo et al., 2011 ; Baccot, 2016). Les teneurs en méthane du biogaz au sein de l'inoculum (Ino⁻) et du substrat de référence (Ino⁺) sont respectivement de 36,5 % et de 64,5 % (Figure 49a) correspondant respectivement à ceux trouvés par Rani et Nand, (2004) et Baccot, (2016). Ceux des substrats d'ananas présentent des teneurs en méthane allant de 52 à 67 % et suivant l'ordre F₁₀₀<F₉₀B₁₀<F₉₀C₁₀<F₈₀B₁₀C₁₀ durant les essais optimisés en BMP.

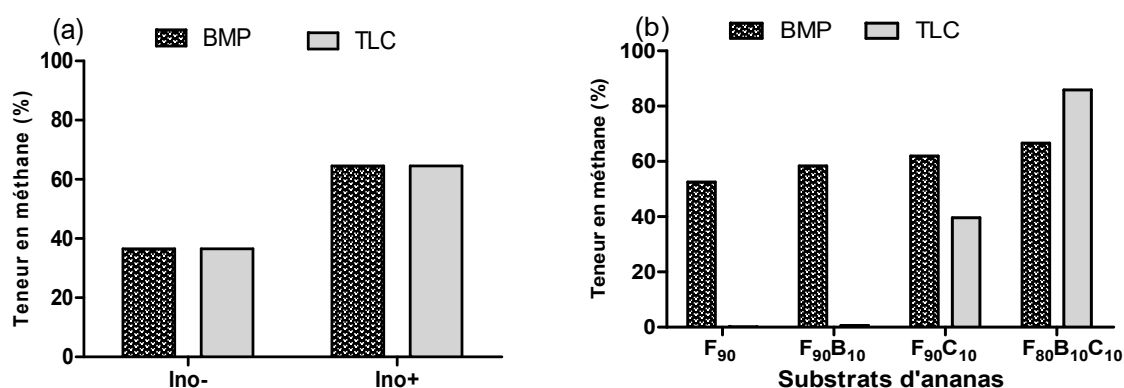


Figure 49: Etude comparée de la teneur en méthane du biogaz en BMP et TLC (b) avec comparaison systématique aux essais témoins (a)

Lors du TLC, aucune production de méthane n'est quasiment mesurée dans le cas des substrats F₉₀ (0 %_{CH₄}) et F₉₀B₁₀ (0,7 %_{CH₄}) (Figure 49b). En revanche, les substrats F₉₀C₁₀ et F₈₀B₁₀C₁₀ ont présenté respectivement des teneurs en méthane de 40 et 87 %. L'addition de la cendre au substrat d'ananas (substrat F₉₀C₁₀) stimule la production du méthane alors que cette teneur est boostée avec l'addition simultanée de la bouse et de la cendre (substrat F₈₀B₁₀C₁₀). La présence du méthane dans le biogaz quel que soit le substrat dans le cas des tests BMP est due aux conditions opératoires optimisées où l'ensemble des paramètres bio-physico-chimiques sont à leurs valeurs optimales favorisant ainsi la formation du méthane. Cependant, lors du test de lixiviation par rechargement, le substrat est mis en digestion afin d'évaluer sa capacité à réunir des conditions optimales. L'atteinte à ces conditions optimisées est perçue grâce à la production du méthane. L'absence de méthane au sein du biogaz produit par les substrats F₉₀ et F₉₀B₁₀ s'explique par le pH acide ($3,1 \pm 0,2$) de leur milieu réactionnel tel que souligné par Chulalaksananukul et al. (2012) et les valeurs positives du potentiel redox (Eh = 62 à 132 mV) évoquées plus haut. Ces milieux n'ont pas favorisé le développement de la flore méthanogène qui ne survit qu'aux pH situés dans la zone de neutralité et aux Eh très négatifs inférieurs à -250 mV.

La production de méthane de 40 % dans le cas du substrat F₉₀C₁₀ montre la possibilité de faire de la méthanisation à pH 5,4. La forte teneur en méthane (87 %) obtenue avec le substrat F₈₀B₁₀C₁₀ a été favorisée par les conditions optimales de pH (7,0), de Eh (-371 mV) et de l'importante proportion de la fraction TPH* notifiée dans le milieu de digestion au 60^{ème} jour de digestion qui semble jouer en faveur de la production d'un biogaz riche en méthane (Baccot et al., 2016). Cette forte teneur en méthane obtenue avec le substrat F₈₀B₁₀C₁₀ comparée au substrat F₉₀C₁₀ peut s'expliquer également par le fait qu'au sein du substrat F₉₀C₁₀, la cendre permet de réguler le pH favorisant le développement des méthanogènes. Cependant les expériences en BMP ont montré que la cendre avait un léger effet inhibiteur sur la flore microbienne. Ainsi, lorsqu'on rajoute de la bouse (substrat F₈₀B₁₀C₁₀), l'on apporte une source importante de bactéries qui de surcroît est très diversifiée favorisant ainsi une meilleure concentration en méthane. Les fortes teneurs en méthane sont également justifiées par la capacité de la cendre à piéger le CO₂ augmentant ainsi la pureté du biogaz.

La teneur en méthane du substrat F₈₀B₁₀C₁₀ en TLC est plus élevée que celle en BMP de 20 %. Cela peut être expliqué par le fait qu'en BMP la masse du substrat est négligeable devant celle de l'inoculum qui présente une teneur en méthane relativement faible (36,5 %).

Conclusion partielle Partie III.3

Les substrats d'ananas purs mobilisent une faible teneur d'AGV qui serait constitué majoritairement de molécules non dissociées en mesure de limiter les réactions chimiques et biologiques se déroulant en phase d'acidogenèse. En parallèle, l'ajout d'un co-substrat de bouse et/ou de cendre lèverait cette inhibition et amplifierait la mobilisation des AGV. Cette mobilisation est plus faible en milieu acide, moyenne en milieu basique et forte en milieu neutre. Les substrats présentant des valeurs de pH, Eh et AGV potentiellement convenables à une digestion anaérobie sont les substrats digérés avec de la cendre et ceux digérés simultanément avec la bouse et la cendre. La co-digestion des substrats d'ananas avec les cendres ou avec les cendres et les bouses permet de contrer l'acidité des ananas rendant le milieu favorable à une amélioration du Eh, pH et des productions quantitative et qualitative du biogaz.

III.4. Déploiement de la technologie de digestion anaérobie Puxin

III.4.1. Investissement technique et humain de la construction des digesteurs

Les quantités de matériaux utilisés pour le traitement du sous-sol, la construction et la finition d'un digesteur sont indiquées Tableau XXXIII.

Tableau XXXIII: Besoin en matériaux pour la construction d'un biodigesteur

| Matériaux | Unité | Quantité par digesteur |
|---|----------------|------------------------|
| Ciment | kg | 1600-1800 |
| Sable | m ³ | 4-4,5 |
| Gravier | m ³ | 6 |
| Barre de 6/8 de 12m | unité | 4-5 |
| Tuyau PVC 160 | m | 1,25 x 2 |
| Briques | unité | 100 |
| Bobine fil de fer | unité | 01 |
| Enduit | unité | 01 |
| Huile de vidange (graissage des moules) | L | 3 |

L'enduit est appliqué sur la façade intérieure des biodigesteurs pour renforcer l'étanchéité. Chaque biodigesteur est construit sous 48 h moyennant une main d'œuvre de 4 personnes et une bétonnière. Comparativement aux digesteurs de types Gobarr indien, SNV, chinois, des durées plus longues allant de 15 à 60 jours sont nécessaires avec une main d'œuvre similaire. Les installations des unités de méthanisation, le cas de Gbossimé est présenté Figure 50.

L'eau est utilisée en premier pour détecter les éventuelles fuites du système. Un volume d'eau équivalent au volume du biodigesteur, déversé dans le biodigesteur et observé au bout de 24 h puis au bout de 48 h a permis de noter une perte d'une hauteur comprise entre 1,2 et 1,8 cm, synonyme de digesteurs non étanches. Ces pertes en hauteur correspondent à des pertes en volume comprises entre 300 et 500 L correspondant au 1/35 au 1/20 du volume total d'un biodigesteur. Ces pertes ont été adossées à l'absorption de l'eau par le béton et l'évaporation dans un milieu où l'ensoleillement est avéré. Une seconde vérification de la hauteur d'eau évaluée au second jour a permis de conclure de la parfaite étanchéité attestée par une perte inférieure à 0,5 cm. Cette technique de vérification de l'étanchéité à l'eau se rapproche de celle définie par Chanakya et *al.*, (2005) qui suggère de remplir le digesteur graduellement d'eau et d'évaluer les pertes pendant 2 à 4 jours.



Figure 50: Illustration d'une installation de méthanisation

Lacour, (2012) souligne que les tests d'étanchéité sont recommandés pour trois raisons majeures que sont i) l'éradication de la pollution des nappes phréatiques, ii) la réduction des pertes d'eau des digesteurs et iii) la réduction des fuites de gaz entravant la mise sous pression du biodigesteur.

A la suite de l'étanchéité à l'eau, un test de fuite de gaz est mis en œuvre à la fois sur la cloche en fibre stockant le biogaz au sein du biodigesteur et la tuyauterie servant à acheminer le gaz à la source de consommation. Un excès d'eau est rempli jusqu'à la limite supérieure de la cloche. L'absence des bulles d'air a témoigné d'une étanchéité parfaite de la cloche. Quant à la tuyauterie, le biodigesteur est d'abord alimenté pour une production en excès du biogaz. La source de consommation est fermée et la tuyauterie rattachée à la cloche dans laquelle le biogaz est stocké. Le biogaz passe dans la tuyauterie et reste sous pression. L'immersion de la tuyauterie dans l'eau a permis d'attester de l'absence de fuite du fait de l'absence de bulles d'air. La technique développée par Chanakya et *al.*, (2005) pour la vérification de l'étanchéité aux gaz exige d'injecter de l'air dans le système à une pression différentielle de 50 mbar et de vérifier la stabilité au bout de 2 h. Cette technique semble coûteuse en matériel puisqu'elle exige de disposer de manomètres pour le contrôle de la pression différentielle.

III.4.2. Mise en route des digesteurs et évaluation de la stabilité de la digestion anaérobie des substrats

La mise en route des biodigesteurs est subdivisée en trois grandes étapes :

- i) Détermination de la teneur en matière sèche et en matière volatile des substrats ;
- ii) Introduction de 10 m³ d'eau, préparation et introduction de 1m³ d'inoculum représentant 1/10 du volume du biodigesteur ;
- iii) Suivi et observation des premières productions de biogaz par l'inoculum puis démarrage de l'alimentation.

Les substrats provenant des panses de petits ruminants abattus sont utilisés pour servir simultanément d'inoculum et ultérieurement de substrats à méthaniser eu-égards à leur forte concentration en flore bactérienne et au fort pouvoir tampon connus. La matière volatile de l'inoculum est de 98 ± 2 % MS et la matière sèche est de 17 ± 3 % MB. Le pH ($7,1 \pm 0,5$) est convenable à la digestion anaérobie et la charge minérale traduite par la conductivité est d'environ 3317 ± 210 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Les eaux utilisées dans la zone d'implantation étant salées, la mesure de la teneur en sodium a été jugée pertinente et oscille entre 1 et 2 % MS.

Comparativement aux digesteurs conventionnels caractérisés par une inoculation en deux ou trois étapes (Lacour, 2012), l'inoculation des digesteurs de la présente étude à partir des déchets d'élevage est effectuée en une étape en introduisant 1 m³ d'inoculum dans une phase liquide de 10 m³ d'eau. Cette particularité d'inoculation rencontrée dans la technologie Puxin permet de lever toute inhibition instantanée et d'obtenir une colonisation progressive du milieu de digestion. La production du biogaz (> 1 m³) a été obtenue en moins de 12 h. Compte tenu des contraintes matérielles, la quantité de méthane est estimée de façon très grossière. Cette estimation est faite à partir du moment où les tests d'inflammabilité ont été positives avec une flamme bleue, traduisant une activité méthanogène efficace, permettant donc de conclure que la teneur en méthane est supérieure à 40 %.

Les trois premiers paramètres (pH, Eh, T°C) ont été suivis afin de s'assurer de la stabilité de fonctionnement alors que le débit en biogaz a été mesuré afin d'évaluer la performance du digesteur à fournir un débit en biogaz permettant de réaliser l'équarrissage des bêtes. L'évolution de la température au sein du biodigesteur varie entre 29 et 33 °C avec une moyenne de 31±1 °C, soit un déficit de l'ordre de 4 °C par rapport à la température optimale en digestion mésophile (Figure 51a). Gerardi (2003) recommande une fluctuation comprise entre 2 et 3 °C de la température pour assurer la stabilité du processus en conditions mesophile. La température externe a fluctué entre 28 et 40°C durant la phase des expériences montrant donc que la température mesurée au sein du biodigesteur n'était pas fonction de la température externe mais plutôt fonction de l'intensité de dégradation de la charge organique donc de l'activité bactérienne. Les variations de température notifiées au sein des biodigesteurs au Togo sont plus élevées que celles mesurées en Haïti qui oscillent entre 24 et 31 °C, avec une moyenne de 27,4 °C, et des conditions environnementales de température évoluant entre 4 et 13°C (Lacour, 2012). La température externe impacterait très faiblement sur la température interne du milieu réactionnel des digesteurs. Les faibles températures de digestion au sein des biodigesteurs comparativement à la température de digestion optimale en digestion mésophile, pourrait influencer négativement sur la performance de la digestion anaérobie avec pour conséquence, une diminution du niveau de dégradation et de la production qualitative du méthane et un faible niveau d'hygiénisation des digestats.

Le pH est resté quasi-stable entre 6,5 et 7,8 avec une moyenne de 7,1 ± 0,3 situé dans la gamme adéquate pour une digestion optimale (Figure 51b). Les fortes valeurs de pH ont été obtenues du côté de la fosse d'extraction et lors des épisodes d'interruption de l'alimentation des substrats alors que les faibles valeurs sont obtenues du côté de la fosse d'alimentation. Lacour, (2012)

met en évidence des évolutions de pH en biodigester de 6,3 et 8,7. L'activité optimale des méthanogènes est favorisée par un pH compris entre 6,8 et 7,2 (Gerardi, 2003).

Le potentiel redox a rapidement atteint l'optimum pour une digestion anaérobie réussie dans les 10 h suivant l'alimentation pour ensuite se stabiliser entre -250 et -315 mV (Figure 51c).

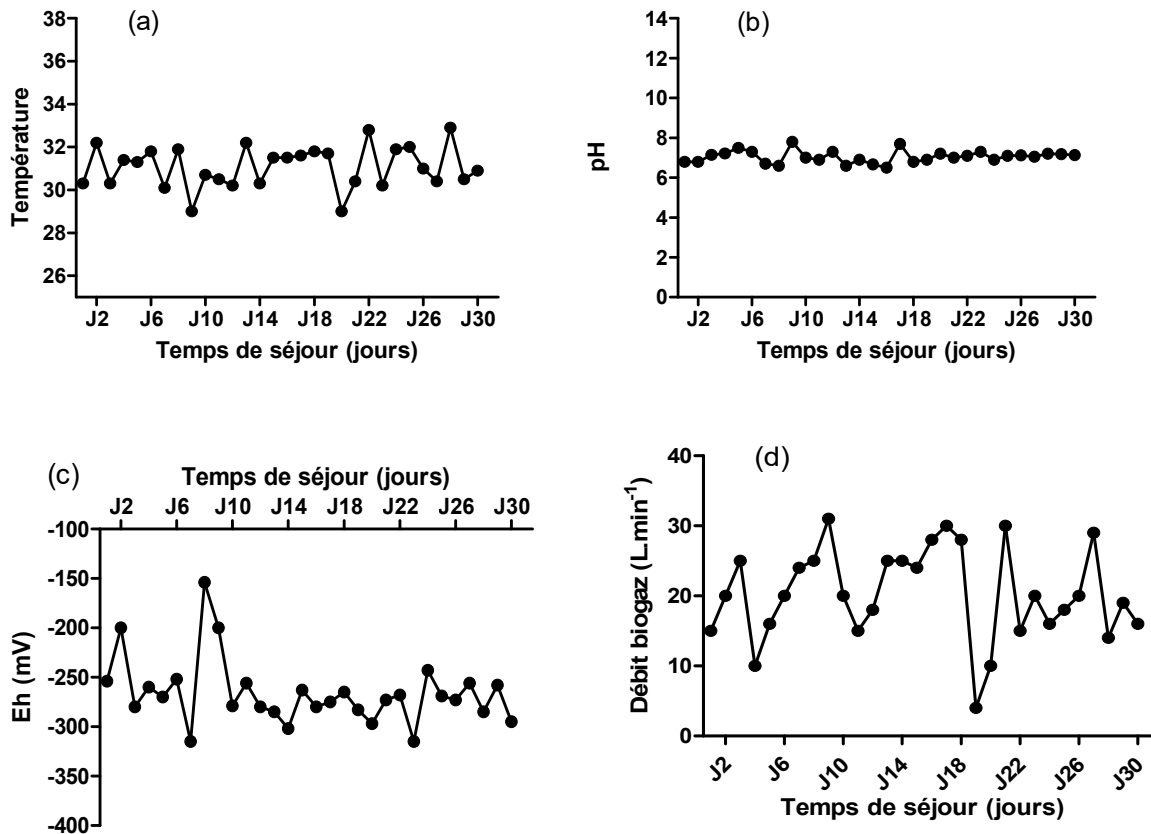


Figure 51: Evolution paramètres physico-chimiques au sein du biodigester

Le débit en biogaz généré par le biodigester varie entre 3 et 33 $L_{\text{biogaz}} \cdot \text{min}^{-1}$. Ce débit équivaut à une pression générée de l'ordre de 0 à 6 kPa. Les forts débits sont obtenus lorsque le biodigester est continuellement alimenté. La valeur moyenne du débit du biogaz est de 20 $L_{\text{biogaz}} \cdot \text{min}^{-1}$ (Figure 51d).

La teneur en méthane mesurée est située entre 45 et 64,5 %. Lacour, (2012) rapporte des teneurs sur site de l'ordre de 58,1 % en moyenne.

La charge minérale traduite par la conductivité, la charge organique exprimée par la DCO et les AGV, et le pouvoir tampon caractérisé par le TAC ont été déterminés durant les deux premiers mois de la mise en route du digesteur. Ces paramètres sont déterminés sur la phase liquide qui est quotidiennement transférée des biodigesteurs recevant les substrats solides vers le biodigester chargé de digérer les effluents. La charge minérale est passée de 500 à 5500 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Le NTK, la DCO et les AGV ont passé respectivement de 50 à 400 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$, 250 à 4150 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ et de 0,08 à 0,99 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$. La DBO_5 comptait pour 54 à 89 % de la DCO montrant une forte biodégradabilité des eaux usées d'abattoir. Le TAC a rapidement atteint la valeur minimale souhaitée qui est de 3 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$. Le ratio AGV/TAC n'a pas excédé le ratio limite qui est de 0,8. Ce ratio AGV/TAC s'est situé dans la plage de 0,09 et 0,4.

III.4.3. Optimisations structurelle et fonctionnelle des biodigesteurs

- **Proposition de construction des biodigesteurs sans les plaques extérieures**

L'utilisation des plaques externes et internes pour la construction des biodigesteurs Puxin est un avantage certain. Cependant, les plaques extérieures ont tendance à céder facilement par rapport aux plaques intérieures (reliés aux voûtes) à cause du bris des écrous les joignants. Les conséquences sont la perte importante du béton, des troubles psychologiques des ouvriers, des accidents de travail, la déformation majeure des plaques intérieures et extérieures, la durée de construction augmente d'un facteur 2, le coût de rémunération des ouvriers est multiplié par 2, le coût de location d'un certain nombre de matériel est également multiplié par 2. Ainsi, dans le cas d'un milieu non inondable, la non utilisation des plaques extérieures du corps a été envisagé. La face intérieure de la fosse sert de plaques extérieures évitant les problèmes sus-évoqués. Cette amélioration permet de réduire le temps de réalisation d'une fosse et de construction d'un biodigester.

- **Relèvement des biodigesteurs en milieu inondable**

Les digesteurs Puxin sont conçus pour s'implanter en milieux inondables. Ainsi, les installations sont construites dans des milieux où les eaux affleurent à moins de 2 m de profondeur. Néanmoins, les fosses ont été réalisées à 3 m de profondeur. Durant la saison pluvieuse, les eaux entrent dans la fosse continuellement entraînant avec elles des substances inertes et toxiques. Le milieu de digestion est dilué et la tuyauterie à gaz bouchée par les eaux. Par conséquent, la production volumique du biogaz baisse ainsi que sa qualité, et l'on note l'absence complète de biogaz à la source de consommation à cause de l'eau présente dans la

tuyauterie à biogaz. La construction semi-enterrée des biodigesteurs (relèvement à 2 m de profondeur) a constitué une alternative efficace et fructueuse.

▪ **Utilisation des chalumeaux à la place des cuisinières à gaz pour l'équarrissage**

Les cuisinières à gaz sont les premiers instruments employés pour l'utilisation du biogaz. Les pores des cuisinières à gaz importées pour l'équarrissage sont de 2,5 mm. Leurs utilisations étaient loin d'être adaptées à l'utilisation prévue. De ce fait, elles ont été rendues mobiles sur un plancher pour faciliter l'équarrissage des bêtes. L'équarrissage entraînait le bouchage récurrent des pores et la nécessité de retourner les bêtes en vue de fumer toutes les faces. Des traces (rayures) s'observaient sur les bêtes traitées, un aspect qui amenait les utilisateurs du biogaz à renoncer à son utilisation. Ces traces étaient considérées comme un manquement aux règles d'hygiène. Ce qui a laissé préférer les chalumeaux.

Le chalumeau se présente sous la forme d'une tige au bout de laquelle se trouve une tête poreuse. La longueur de la tige est fixée à 1m et la masse du chalumeau compris entre 2 - 5 kg pour que l'utilisateur soit suffisamment distant de la flamme et le chalumeau facilement manipulable. La tête du chalumeau a été conçue sous la forme d'un « quart de cercle » pour permettre une adhésion parfaite entre la sortie de la flamme et toutes les faces d'une bête. Deux types de chalumeaux ont été fabriqués et se distinguent par le diamètre des pores, l'un aux pores de diamètre 2,5 mm conformément aux pores des cuisinières à gaz et l'autre de 1,5 mm dans l'objectif de voir si la réduction des pores pourrait réduire la consommation énergétique et en même temps produire une meilleure hauteur de flamme. La réduction du diamètre des pores des chalumeaux a permis de rehausser cette hauteur de 2 cm maximum à la source de consommation.

▪ **Amplification de la pression grâce aux supprimeurs**

Les pressions, les hauteurs de flamme et les temps d'équarrissage des différents essais menés pour améliorer la pression sont consignés Tableau XXXIV.

Le biogaz produit directement du biodigesteur sort à une pression de 4 à 6 kPa. Les hauteurs de flamme induites varient entre 8 et 12 cm avec les chalumeaux. Cette hauteur de flamme est favorable pour le fumage des bêtes et nécessite 1 h 30' et 3 h par bête comparativement au bois de feu qui nécessite 20 à 30 min.

Le biogaz stocké dans le ballon de 10 m³ sort à une pression inférieure à 0,1 kPa et ne permet pas de faire la combustion. De ce fait, des essais de recherche d'une pression convenable sont conduits.

Tableau XXXIV: Comparaison des formes de fumage à l'aide du biogaz et le bois de feu

| | Pression (kPa) | Hauteur de flamme (cm) | Temps d'équarissage (min) |
|--|----------------|------------------------|---------------------------|
| Biogaz sortant directement du biodigester | 4 - 6 | 8 - 12 | 90 - 180 |
| Biogaz sortant directement du ballon | < 0,1 | 0 | - |
| Biogaz sortant du ballon supportant des charges de 50 - 200 kg | 0,1-0,5 | 1-4 | > 200 |
| Biogaz sortant du ballon connecté à un suppresseur | 0-50 | 20 -50 | 30 - 50 |
| Bois de feu | - | 20 -50 | 20 - 30 |

Des poses de masses allant de 50 à 200 kg sur le ballon de stockage de l'excédent du biogaz ont permis d'obtenir une pression variant entre 0,1 à 0,5 kPa générant une hauteur de flamme de 1- 4 cm. Cette hauteur de flamme est convenable pour la cuisine et non pour l'équarissage des bêtes.

L'emploi du suppresseur fonctionnant à base du courant électrique génère une hauteur de flamme conséquente (20 à 50 cm) et une pression réglable en fonction de l'utilisation qui varie de 0 à 50 kPa. Cette pression permet de réaliser l'équarissage des bêtes de démarrer un groupe électrogène permettant la production de l'électricité. Le temps d'équarissage varie de 30 à 50 min par bête suivant l'aire de la surface à équarir. En évitant d'équarir les pattes des bêtes, le temps de fumage est comparable à celui du bois de feu. Toutefois des suppresseurs générant des pressions de l'ordre de 100 kPa et plus existent et permettront d'améliorer significativement les hauteurs des flammes afin de réduire davantage le temps d'équarissage des bêtes.

Par ailleurs, le biogaz peut également être épuré à l'aide des solutions de KOH afin d'augmenter son pouvoir calorifique et de permettre une réduction significative du temps d'équarissage. Les solutions de KOH peuvent être obtenues à partir des cendres issues de l'équarissage des bêtes.

Une enquête est menée auprès des utilisateurs du biogaz et des agents du site afin de mesurer qualitativement leur niveau de satisfaction. Ces derniers ont mis en évidence, l'absence de fumée comme notifiée dans le cas du bois de feu et des pneus de voitures, une peau des bêtes propre sans tâches ni dépôts noirs après équarissage à l'aide du biogaz, l'absence d'éternuements, de toussotement et de larmoiements des personnes responsables des travaux d'équarissage, et l'adoption d'une position confortable pour l'équarissage des bêtes à l'aide du biogaz évitant les courbatures.

Les résultats et illustrations des flammes générées par les différents essais réalisés pour améliorer la pression sont illustrés Figure 52.



Figure 52: Illustrations des flammes induites: biodigester direct (a), pose de 200 kg sur le ballon (b), utilisation d'un suppresseur (c) et bois de feu (d)

▪ Evacuation automatique de l'eau par relèvement de la tuyauterie

Durant, le fonctionnement des biodigesteurs, l'absence de biogaz à la source de consommation a été signalée trois fois en six mois. Cela était lié au non-respect des fréquences mensuelles d'évacuation des gouttelettes d'eau formée lors du refroidissement du gaz dans la tuyauterie empêchant le biogaz d'être acheminé vers la source de consommation. Des essais d'évacuation de l'eau de la tuyauterie ont permis d'évaluer le temps de vidange à 1h par 2 personnes pour 03 biodigesteurs. Cependant, les exploitants trouvent cette opération très fastidieuse. Au préalable la tuyauterie était horizontale et de même niveau que le niveau supérieur de la cloche. Ainsi, le rehaussement de la tuyauterie et sa disposition oblique a permis de remédier au problème. Cela entraîne le retour gravitaire de l'eau au sein du biodigesteur sans action extérieure et de ce fait la présence régulière du biogaz à la source de consommation.

Conclusion Partie III.4

La technologie Puxin a été identifiée comme l'une des technologies pertinente pour la digestion anaérobie eu-égards à la forte pression hydraulique et la facilité de construction. Les déchets d'abattoirs ont été les seuls substrats digérés in situ car les substrats de fruits nécessitaient une optimisation et n'ont été digérés avec succès que lors du test de lixiviation par rechargement de substrat. Pour s'intégrer au mieux au milieu local, des optimisations structurelle et fonctionnelle notamment sur la technique de construction et la fluidité de production du biogaz ont été identifiées et appliquées. Les paramètres physico-chimiques ont été suivis. La température moyenne de digestion a été de 31 ± 1 °C. Cette température est bien loin de l'optimum qui se situe entre 35 et 37 °C en conditions mésophiles. La quantité de méthane au sein du biogaz produit a été évaluée à entre 45 et 64,5 %. Le biogaz produit a été adapté à l'utilisation prévue qui consistait à l'équarrissage des animaux nécessitant de hautes flammes qui sont obtenues grâce à l'utilisation d'un compresseur generant une pression de 50 kPa. Toutefois des compresseurs de 100 kPa existent et peuvent permettre d'améliorer significativement la pression du biogaz à la source de consommation.

III.5. Essais d'inhibition de croissance et évaluation du potentiel agronomique des digestats

III.5.1. Traitement, caractérisations physico-chimique et agronomique des digestats

- Evolution de la température et de la MO durant le processus de compostage

Le monitoring de la température est essentiel pour attester du bon déroulement des différentes phases d'un compostage. La variation de la température est toujours corrélée à l'intensité de l'activité biologique et la vitesse de dégradation de la matrice organique (Pagans *et al.*, 2006). Pendant les essais de compostage, la température des digestats bruts compostés (D₂, D₃, D₂' , D₃') est restée quasiment constante (29 ± 2 °C) pendant toute la durée du procédé de compostage. En revanche, une augmentation rapide de la température > 50 °C est observée durant la première semaine sur le tas du digestat brut co-composté avec les déchets ménagers et assimilés (C_{50/50}). La valeur optimale souhaitée lors du processus de compostage se situe entre 60 et 70 °C pour une bonne hygiénisation des substrats. La température optimale n'est pas atteinte du fait que l'expérience est menée sur de petits volumes de substrats. Néanmoins, le co-compostage des digestats avec les DMA montre l'aptitude des substrats à monter en température. Cette augmentation de la température serait due à l'apport de la matière organique fraîche contenue dans les DMA, caractéristique d'une MO non stabilisée en mesure d'être biodégradée. Les tas compostés avec des digestats bruts (D₂, D₃, D₂' , D₃') accusent une température constante, conséquence de la prépondérance des molécules organiques déjà stabilisées. La présence de molécules stabilisées dans un milieu est signe d'une faible activité bactérienne et donc d'une très faible production d'énergie (Tambone *et al.*, 2015). L'excès de l'eau dans la fraction brute du digestat est un facteur qui limite également la montée en température durant les processus de compostage (Zeng *et al.*, 2016).

La teneur en MO des digestats évolue de 14 ± 1 à 56 ± 1 %_{MB} (Tableau XXXV). La communauté européenne recommande une teneur minimale en MO de 15 % pour un digestat de bonne qualité organique (Saveyn et Eder, 2014). Les digestats de bouses de vache (V₀ =séchés au soleil, V₀'=séchés à l'ombre) affichent les plus faibles teneurs en MO à cause de la forte teneur en sables de leur intrant. La forte teneur en MO (56 %) est observée sur les digestats bruts d'abattoir (D₀) non compostés et séchés au soleil. Une perte de 17,8 % en MO est enregistrée lorsque les digestats sont séchés à l'ombre (D₀'). Cette perte serait probablement due à la consommation de la MO par la flore microbienne dont l'activité est réduite durant le séchage au soleil. Une réduction importante en MO est quantifiée au bout de deux mois (D₂) et trois mois (D₃) de compostage et se chiffre respectivement à 31,3 %_{MS} et 53,7 %_{MS}. Le co-

compostage des digestats d'abattoir avec les déchets ménagers (DMA) accuse une teneur en MO de 18 %_{MB} voisin de celle obtenue avec D₃'. Les DMA n'ont donc pas eu un impact significatif sur la teneur en MO des composts préparés.

Tableau XXXV: Caractérisation des digestats sous l'influence de divers traitements

| | D ₀ | D ₂ | D ₃ | D ₀ ' | D ₂ ' | D ₃ ' | C _{50/50} | V ₀ | V ₀ ' |
|---|----------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|--------------------|----------------|------------------|
| MS (% _{MB}) | 89±1 | 83±0 | 85±2 | 78±2 | 64±1 | 45±1 | 66±1 | 95±0 | 91±0 |
| MV (% _{MB}) | 56±1 | 40±1 | 35±1 | 46±1 | 32±0 | 21±0 | 18±0 | 15±1 | 14±1 |
| MV/MS (%) | 63 | 48 | 41 | 59 | 50 | 47 | 27 | 16 | 15 |
| C _{org} (gC.kg ⁻¹ _{MS}) | 361±4 | 260±14 | 270±8 | 386±6 | 281±12 | 273±10 | 131±4 | 69±6 | 80±3 |
| NTK (g _N .kg ⁻¹ _{MS}) | 24±1 | 20±1 | 22±1 | 31±1 | 23±1 | 24±2 | 14±1 | 5,8±0,2 | 6,5±0,1 |
| C/N | 15,0 | 13,0 | 12,3 | 12,5 | 12,2 | 11,4 | 9,4 | 11,9 | 12,3 |

D₀, D₂, D₃ respectivement digestats bruts d'abattoir, compostés 2 mois, compostés 3mois puis séchés au soleil
D₀' , D₂' , D₃' respectivement digestats bruts d'abattoir, compostés 2 mois, compostés 3mois puis séchés à l'ombre
C_{50/50}: digestats co-compostés avec les déchets ménagers
V₀ et V₀' : digestats bruts séchés de bouses de vache respectivement au soleil et à l'ombre

La teneur en NTK de la fraction du digestat brut séché à l'ombre D₀' = 31 g_N.kg⁻¹_{MS} comparée à celle du NTK de la fraction séchée au soleil D₀ = 24 g_N.kg⁻¹_{MS} montre une perte en azote des digestats de l'ordre de 23 %, conséquence de la hausse de la température lors du séchage au soleil (Tambone et al., 2010). Cette perte en azote est située dans l'intervalle de 19 et 42 %, caractéristique des pertes obtenues en compostage des déchets de vache (Eghball et al., 1997). Après trois mois de compostage du digestat brut d'abattoir, les mêmes séchages à l'air et à l'ombre n'ont plus eu d'impact sur la teneur en NTK qui demeure entre 21 ± 2 g_N.kg⁻¹_{MS}. Cela en raison de la perte de la part volatilisable du NTK durant le processus de compostage. La valeur en NTK lors du co-compostage des digestats bruts avec les DMA est de 14 ± 1 g_N.kg⁻¹_{MS}. Cette faible valeur en NTK serait probablement due à la faible teneur en NTK des DMA ou encore à cause d'une possible volatilisation en NTK lors du processus du co-compostage durant lequel la température excède 50 °C. Ainsi, la perte en azote et plus particulièrement d'ammonium constitue une perte en nutriments (Eklind et Kirchmann, 2000) du fait de la volatilisation de l'ammonium contribuant à près de 92 % de la perte totale en azote (Eghball et al., 1997). Par comparaison aux digestats d'abattoirs, les digestats de bouse de vache présentent une teneur en NTK plus faible (6 g_N.kg⁻¹_{MS}) alors que la bouse de vache contient 18,2 ± 0,5 g_N.kg⁻¹_{MS}.

Le ratio C/N des digestats est compris entre 9 et 15 (Tableau XXXV) attestant d'un bon degré de maturité et de qualité (Bernal et al., 2009 ; D. Lgs. 75, 2010). Le C/N des digestats séchés

au soleil passe de 15 (D_0) à $12,7 \pm 0,5$ (D_2, D_3) ; celui des digestats séchés à l'ombre passe de 12,5 (D_0') à 11,4 (D_3') soit en moyenne $12,1 \pm 0,6$ (D_0', D_2', D_3') ; et le C/N de la fraction du digestat de bouses de vache (V_0, V_0') est de $12,1 \pm 0,3$. Le co-compostage des digestats d'abattoir avec les déchets ménagers accuse le plus faible rapport C/N = 9,4 ($C_{50/50}$). Les diminutions des ratios au cours du processus du compostage s'expliquent par les cinétiques de dégradation et de consommation du carbone qui sont plus importantes que celles de l'azote (Bernal *et al.*, 1998 ; Eggen et Vethe, 2001). Cela est confirmé par les résultats de l'étude démontrant que les pertes en C_{org} après deux mois de compostage sont plus importantes que celles de NTK. Le substrat co-composté avec les DMA accuse la plus faible valeur de C/N malgré le fort ratio C/N des DMA ($C/N \geq 20$) (Koledzi, 2011). Ainsi, la forte température enregistrée sur le tas co-composté couplée à la forte flore microbienne apportée par les digestats mis en co-compostage auraient donc favorisé une plus forte consommation du carbone à l'origine de la forte diminution du ratio C/N.

▪ Evaluation du pouvoir de relargage du contenu des digestats

Le pH des digestats d'abattoir est compris entre 6,4 et 6,8 semblable au pH de leur intrant (pH 6,5) (Tableau XXXVI). Les digestats de bouses de vache (V_0) sont légèrement basiques (8,4) et de pH également voisin de leur intrant (pH 8,5). Les digestats d'abattoir co-compostés avec les DMA présentent un pH compris entre 7,5 et 7,8. Le pH de chaque digestat n'a pas significativement varié durant les trois phases de lixiviation avec le renouvellement de solution. Ainsi, les digestats présentent une forte capacité tampon et les valeurs de pH se situent dans la gamme de pH des digestats d'animaux (Teglia *et al.*, 2010 ; Tampio *et al.*, 2016). Les digestats de pH proche de la zone de pH neutre sont les plus conseillés en amendement agricole car les digestats de pH basique perdent leur nutriment par suite de la volatilisation de l'ammonium durant leur épandage dépendamment de la température et les digestats de pH acide acidifient les sols entraînant un relargage des éléments métalliques (Nkoa, 2014). Toutefois, l'effet du pH sur un sol sera fonction des caractéristiques du sol qui le reçoit (Alvarenga *et al.*, 2015).

Les résidus utilisés en amendement agricole devraient présenter un potentiel redox d'au moins 100 mV, caractéristique d'un déchet dit stabilisé (Koledzi *et al.*, 2016). Une récente synthèse des travaux sur le potentiel redox souligne qu'un potentiel redox de 400 mV est idéal pour un bon développement des végétaux (Husson, 2013). Le potentiel redox des digestats bruts (D_0 et V_0) varie entre -50 et -302 mV durant les trois phases de lixiviation avec le renouvellement de solution et sont par conséquent inappropriés pour l'amendement des sols. En revanche, les digestats compostés présentent des potentiels redox positifs (Tableau XXXVI).

Tableau XXXVI: Evaluation des caractéristiques bio-physico-chimiques durant la lixiviation avec renouvellement de solution

| | D ₀ | | | D ₂ | | | D ₃ | | | C _{50/50} | | | V ₀ | | |
|---|----------------|---------|----------|----------------|---------|----------|----------------|---------|---------|--------------------|---------|---------|----------------|---------|---------|
| | 0-24h | 24-72h | 72-120h | 0-24h | 24-72h | 72-120h | 0-24h | 24-72h | 72-120h | 0-24h | 24-72h | 72-120h | 0-24h | 24-72h | 72-120h |
| pH | 6,7±0,1 | 6,7±0,1 | 6,7±0,1 | 6,8±0,1 | 6,9±0,1 | 6,7±0,1 | 6,4±0,1 | 6,6±0,1 | 6,7±0,1 | 7,6±0,1 | 7,8±0,1 | 7,5±0,1 | 8,4±0,1 | 8,3±0,1 | 8,2±0,1 |
| Eh (mV) | -60±6 | -206±13 | -302±20 | -20±6 | 62±2 | 76±10 | 236±4 | 270±16 | 281±8 | 42±5 | 24±5 | 59±5 | -50±2 | -150±13 | -100±2 |
| χ (mS.cm ⁻¹) | 2,8±0,1 | 1,3±0,0 | 0,9±0,0 | 3,3±0,1 | 1,0±0,0 | 0,6±0,0 | 3,6±0,0 | 0,8±0,0 | 0,4±0,0 | 3,7±0,1 | 0,9±0,0 | 0,5±0,0 | 8,0±0,1 | 2,4±0,1 | 1,3±0,1 |
| DCOs (g.kg ⁻¹ _{MS}) | 6,0±0,1 | 3,3±0,0 | 2,9±0,0 | 3,3±0,0 | 1,5±0,0 | 0,9±0,0 | 1,2±0,0 | 0,7±0,0 | 0,6±0,0 | 2,0±0,0 | 1,2±0,2 | 0,8±0,0 | 5,6±0,2 | 1,2±0,0 | 0,5±0,0 |
| T-DCOs (g.kg ⁻¹ _{MS}) | | 12,2 | | | 5,7 | | | 2,5 | | | 4 | | | 7,3 | |
| DCOs/T-CODs (%) | 49 | 27 | 24 | 58 | 26 | 16 | 48 | 28 | 24 | 50 | 30 | 20 | 77 | 16 | 7 |
| DCO(g.kg ⁻¹ _{MS}) | 9,5±0,2 | 7,4±0,4 | 7,6±0,4 | 4,6±0,1 | 2,0±0,1 | 2,1±0,1 | 2,7±0,0 | 1,8 | 1,7 | 3,5±0,3 | 2,7±0,1 | 3,3±0,1 | 26±0 | 3,0±0,1 | 2,5±0,1 |
| DCO/DCOs | 1,6 | 2,2 | 2,6 | 1,4 | 1,3 | 2,3 | 2,3 | 2,5 | 2,9 | 1,8 | 2,3 | 4,1 | 4,7 | 2,5 | 5 |
| DBO ₅ | 5±0 | 1,6±0,0 | 0,05±0,0 | 0,5±0,0 | 0,2±0,0 | 0,05±0,0 | 0,1±0,0 | 0,2±0,0 | 0,1±0,0 | 0,2±0,0 | 0,1±0,0 | 1,1±0,1 | 0,5±0,0 | 0±0 | 0±0 |
| DBO ₅ /DCO | 0,5 | 0,2 | 0,01 | 0,1 | 0,1 | 0,02 | 0,04 | 0,08 | 0,03 | 0,06 | 0,04 | 0,3 | 0,02 | 0±0 | 0±0 |
| N (mg.L ⁻¹) | 2033±114 | 419±10 | 280±10 | 953±25 | 148±0 | 135±2 | 677±15 | 261±2 | 197±3 | 1780±53 | 204±4 | 100±1 | 130±2 | 111±2 | 69±4 |
| N _T (mg.L ⁻¹) | | 2732 | | | 1236 | | | 1135 | | | 2084 | | | 310 | |
| N/ N _T (%) | 75 | 15 | 10 | 77 | 12 | 11 | 60 | 23 | 17 | 85 | 10 | 5 | 42 | 36 | 22 |
| NH ₄ -N (mg.L ⁻¹) | 273±5 | 347±12 | na | 191±5 | 110±4 | 3±0 | 3±0 | 2±0 | 9±0 | 16±1 | 7±0 | 87±1 | 57±2 | 35±0 | 30±0 |
| NH ₄ /N _t (%) | 13,4 | 83 | na | 20 | 74 | 2 | 0,4 | 0,8 | 4,6 | 0,9 | 3,4 | 87 | 44 | 32 | 44 |
| P (mg.L ⁻¹) | 977±32 | 668±6 | 504±8 | 531±1 | 480±7 | 402±7 | 416±18 | 298±5 | 282±11 | 153±1 | 120±5 | 149±1 | 174±1 | 162±3 | 146±3 |
| P _T (mg.L ⁻¹) | | 2149 | | | 1413 | | | 996 | | | 422 | | | 482 | |
| P/P _T (%) | 45,5 | 31 | 23,5 | 37,6 | 34 | 28,4 | 41,7 | 30 | 28,3 | 36,3 | 28,4 | 35,3 | 36 | 33,6 | 30,3 |
| AGV(gc.kg ⁻¹ _{MV}) | 0,53±0 | 0,46±0 | 0,61±0 | 0,45±0 | 0,28±0 | 0,24±0 | 0,28±0 | 0,22±0 | 0,22±0 | 0,38±0 | 0,30±0 | 0,20±0 | | | |
| AGV _T (gc.kg ⁻¹ _{MV}) | | 1,6 | | | 0,97 | | | 0,72 | | | 0,89 | | | | |
| AGV / AGV _T (%) | 33 | 29 | 38 | 46 | 29 | 25 | 39 | 30,5 | 30,5 | 43 | 34 | 23 | | | |
| AGV /DCOs (%) | 5,6 | 8,7 | 13,1 | 6,5 | 8,9 | 12,6 | 10,8 | 14,9 | 17,1 | 5,4 | 6,9 | 7,3 | | | |

DCOs : DCO soluble ; T-DCOs : DCO total solubilisée ; AGV_T : Total Acides gras volatile

Les valeurs négatives du potentiel redox des digestats bruts est la conséquence des conditions environnementales de digestion anaérobie dans lesquels se trouvaient ces digestats au sein des biodigesteurs. Un compostage de deux mois de ces digestats (D₂) favorise une augmentation du potentiel redox mais qui demeure inférieur à 100 mV. Le potentiel redox évolue au-delà de 200 mV au bout de 3 mois de compostage (D₃) alors qu'en co-compostage (C_{50/50}), il est < 100 mV. Ainsi, un compostage de digestat fait passer son potentiel redox de la négativité à la positivité favorable pour une utilisation en agriculture. Ainsi, un minimum de trois mois de compostage est nécessaire pour réduire le caractère phytotoxique que peut présenter un digestat et permet d'atteindre un niveau de stabilisation adéquat du digestat.

Durant la première étape de la lixiviation (0-24 h), une évolution croissante de la conductivité électrique est notifiée avec l'avancement du processus de compostage des digestats (D₀ = 2,8 ; D₂ = 3,3 ; D₃ = 3,6 mS.cm⁻¹). Cette augmentation de la conductivité, donc des ions dans les digestats au cours du processus du compostage se justifie par la minéralisation de la MO des digestats sous l'action de la flore microbienne. Avec le renouvellement de la solution (24-72 h et 72-120 h), les conductivités électriques deviennent rapidement plus faibles avec les digestats ayant subi un compostage. Le compostage rendrait plus soluble les déchets, les échanges deviennent plus faciles certainement en raison de la réduction de la taille des particules durant le compostage favorisant un meilleur contact entre l'éluant et le digestat. La conductivité (3,7 mS.cm⁻¹) enregistrée au niveau des digestats co-compostés avec les DMA est de même ordre de grandeur que le digestat (D₃). Cela suppose que la contribution en ions par les DMA est négligeable. En comparaison avec les digestats de bouses de vache (V₀), la conductivité (8 mS.cm⁻¹) est trois fois plus élevée que celle des digestats d'abattoir. Cette forte conductivité des digestats de bouses de vache est due à la forte conductivité de leur intrant (7,8 mS.cm⁻¹).

Les AGV représentent la première source en carbone rapidement disponible pour les bactéries du sol (Kirchmann et Lundvall, 1993). Une concentration limite de 1500 mg.L⁻¹ est proposée pour une valorisation agricole des digestats (Saveyn et Eder, 2014) car une forte concentration d'AGV peut avoir un effet délétère sur le développement des végétaux (Abdullahi et al., 2008 ; Risberg et al., 2017). Les digestats étudiés présentent tous une valeur en AGV inférieure à la concentration limite proposée. Un compostage de trois mois réduit la concentration en AGV des digestats à 0,8 ± 0,1 gC.kg_{MV} (D₃ et C_{50/50}) (Tableau XXXVI) correspondant à un taux de diminution de 51 %. Le compostage, constitue ainsi une voie appropriée d'abattement de la charge en AGV. Une diminution de la mobilisation des AGV avec le renouvellement de solution est observée sauf dans le cas du digestat brut (D₀). 33 à 46 % des AGV (ratios

AGV/AGV_T) sont relargués durant la première étape de lixiviation (0-24 h). Ce taux décroît au fur et à mesure de la lixiviation mais demeure supérieur à 20 %. La teneur en AGV évaluée sur le compost C_{50/50} est de même ordre de grandeur que les digestats D₂ et D₃. Les DMA utilisés dans le cadre de cette étude n'étaient pas des déchets frais et n'auraient donc pas contribué sensiblement à l'augmentation en AGV (Segbeaya, 2012). Le ratio AGV/DCOs permet de quantifier la fraction de glucides non dégradés et d'acides humiques (Scaglia et al., 2015 ; Zheng et al., 2014). Durant la première étape de lixiviation (0-24 h), 5,4 à 10,8 % de la DCOs sont représentés par les AGV. Ce taux est voisin du taux 7 ± 2 %, caractéristique d'un digestat dit stabilisé (Tampio et al., 2016). Le pourcentage restant correspondrait aux glucides non dégradés et acides humiques (Scaglia et al., 2015 ; Zheng et al., 2014). Les acides humiques sont les composés les plus stables des digestats (Zheng et al., 2014). Ils agissent comme des bio-stimulants favorisant l'amélioration de la croissance des végétaux (Scaglia et al., 2015). Le ratio moyen AGV/DCOs de l'ensemble des digestats est passé de 7 ± 3 à 13 ± 4 % entre 0-24 h à 72-192 h. Couplé à la diminution des AGV totaux sur les digestats D₀, D₂ et D₃, cela informerait de la prédominance des glucides non dégradés. Ces composés auraient été réduits en AGV lors du processus de compostage et durant le test de lixiviation par renouvellement de solution expliquant ainsi l'augmentation du ratio AGV/DCOs avec la durée du compostage et durant le renouvellement de solution.

La demande chimique en oxygène (DCO) permet de quantifier la charge organique et inorganique, dissoute ou en suspension d'une phase liquide. Sa détermination est faite sur la phase liquide brute (DCO) et filtrée (DCOs) (Tableau XXXVI). La DCOs totale diminue avec la durée du compostage (D₀ = 12,2 ; D₂ = 5,7 ; D₃ = 2,5 gO₂.kg⁻¹MS) ; le ratio DCO/DCOs a évolué de 1 à 3 avec une moyenne de $2,1 \pm 0,6$. Cela implique une forte représentativité des composés dissous de l'ordre de 50 %. Ce ratio est plus élevé dans le cas des digestats de bouses de vache à cause de leur teneur élevée en sable. Pour chacun des digestats, ce ratio croît avec la poursuite de la lixiviation, ce qui indique une diminution de DCO soluble en raison du relargage notable des matières en suspension durant la première phase de lixiviation (0-24 h) et de la réduction de la charge et de l'activité de la flore microbienne. 51 ± 4 % de la DCOs (Tableau XXXVI) sont mobilisés en 24 h sauf dans le cas des digestats de bouses de vache où la mobilisation atteint 77 %. Le ratio DBO₅/DCO < 0,1 montre que les digestats ont atteint un degré de maturité satisfaisant. Ce ratio devient plus faible avec l'avancement du temps de compostage montrant que le compostage amplifie la stabilisation des composés organiques.

Au bout de trois mois de compostage, les pertes en azote total et en phosphore total des digestats d'abattoir sont quasi-similaires et ont été respectivement estimées à 58,5 % ($D_0 = 2732$ à $D_3 = 1135 \text{ mg}_N.L^{-1}$) et à 53,7 % ($D_0 = 2149$ à $D_3 = 996 \text{ mg}_P.L^{-1}$) (Tableau XXXVI). Le co-compostage des digestats d'abattoir avec les déchets ménagers ($C_{50/50}$) réduit les pertes en azote à 23,5% alors que ceux du phosphore sont maximisés à 80,4 %. Les déchets mis en co-compostage n'étant pas des déchets frais seraient probablement pauvres en phosphore (Parodi, 2010 ; Berthe et *al.*, 2008) et plus riches en azote comparativement aux digestats. Ainsi, lors du processus du co-compostage, l'apport des DMA entraîne une dilution en phosphore, les teneurs en phosphore dans le tas co-composté sont faibles et les pertes en phosphore semblent être importantes. Les faibles teneurs en azote et en phosphore des digestats de bouses de vache (V_0) en comparaison aux digestats de déchets d'abattoir peuvent être imputées à la faible teneur en MO de ces types de digestats accentué par leur pH basique (> 8) qui favorise la forte volatilisation de l'ammonium. Le ratio N/N_T met en évidence un fort relargage de l'azote de 60 à 85 % lors de la première étape de la lixiviation (0-24h) puis décroît rapidement durant la lixiviation avec le renouvellement de solution sauf dans le cas des digestats de bouses de vache où la première étape ne représente que 42 %. En revanche, le ratio P/P_T décroît faiblement et fluctue entre 45,5 et 23,5 % durant les trois étapes de la lixiviation et indifféremment des types de digestats. L'ammonium (NH_4^+) représente respectivement 13 à 83 % et 0,4 à 87 % de l'azote total sur le digestat brut (D_0) et le digestat composté pendant trois mois (D_3).

III.5.2. Etude de l'impact des digestats sur la croissance des végétaux

Le risque potentiel du retour au sol des digestats se doit d'être évalué via une quantification des éléments métalliques, des pathogènes, des micropolluants organiques et des inertes. L'évaluation de l'écotoxicité des digestats *via* les tests de germination et de croissance permet d'appréhender la résultante de l'ensemble de ces risques. La germination et les premières étapes de la croissance d'une plante sont le plus souvent considérées comme la frange d'intervalle la plus sensible *vis-à-vis* d'une toxicité potentielle des digestats. La vitesse de germination (T_{50}) et le taux de germination ou la capacité germinative (TG) sont les premiers indicateurs physiques qui expriment le mieux cette toxicité (Farooq et *al.*, 2005 ; Bae et *al.*, 2016). La T_{50} augmente indéfiniment sur le digestat D_0 alors qu'une phase de stabilisation est observée à faible concentration sur $C_{50/50}$ (0 à 500 g.kg^{-1}) et V_0 (25 à 150 g.kg^{-1}) (Figure 53a). La plus faible valeur de T_{50} (69 h) est obtenue sur l'essai témoin, signe de l'absence d'inhibition. Des augmentations significatives ($p < 0,05$) de T_{50} synonymes d'inhibition sont notées pour des concentrations $\geq 75 \text{ g.kg}^{-1}$ pour le digestat brut (D_0), 250 g.kg^{-1} pour le digestat brut de bouses

de vache (V_0) et 750 g.kg^{-1} pour le digestat co-composté ($C_{50/50}$). A de faibles doses en digestats bruts, les valeurs de T_{50} obtenues sont importantes. Les digestats bruts semblent donc retarder la germination des semences de *Zea mays*.

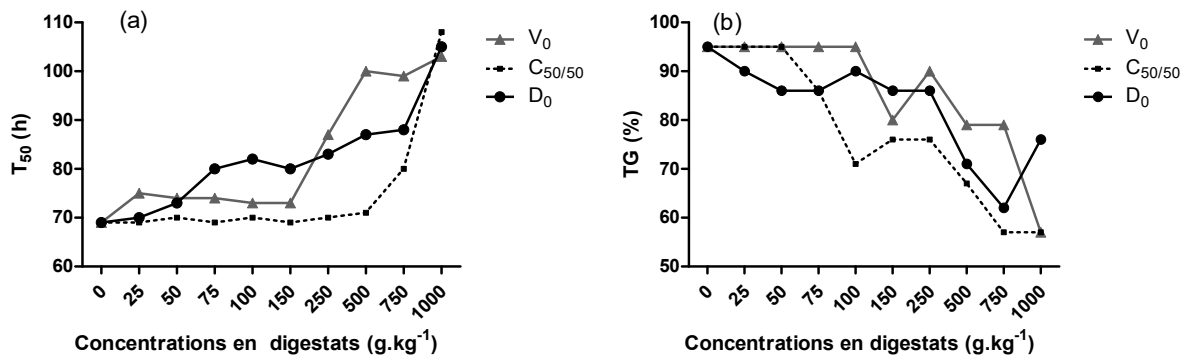


Figure 53: Evolution des vitesses de germination (a) et taux de germination (b) sur sol témoin (sable) amendé de digestats

Au-delà d'une dose en digestats de 250 g.kg^{-1} , les valeurs moyennes de TG sont accompagnées d'écart types relativement importants témoignant de l'existence d'une inhibition. De ce fait, des valeurs élevées d'écart types peuvent être utilisées comme des indicateurs d'inhibition quand les valeurs moyennes entre le contrôle et l'essai sont similaires. 80 % des graines parviennent à germer pour des concentrations en digestats $< 500 \text{ g.kg}^{-1}$ (D_0 , V_0), $< 100 \text{ g.kg}^{-1}$ ($C_{50/50}$) (Figure 53b). La TG décroît avec l'augmentation des concentrations en digestats et est accompagnée des phases de stabilisation sur D_0 (25 à 250 g.kg^{-1}), V_0 (0 à 100 g.kg^{-1}) et $C_{50/50}$ (0 à 50 g.kg^{-1}). Le pourcentage d'inhibition de TG à la dose maximale en digestat de 1000 g.kg^{-1} varie de 20 (D_0) à 40 % ($C_{50/50}$, V_0). Les doses $\leq 50 \text{ g.kg}^{-1}$ indépendamment du type de digestats ne présentent pas d'inhibition significative ($p < 0,05$) de T_{50} et de TG. De fortes salinités des digestats limitent et retardent le nombre de graines parvenant à la germination (Fernández-Torquemada et Sánchez-Lizaso, 2013) et Boluda et al., (2011) a spécifié que seules des valeurs de conductivité $> 2,0 - 2,6 \text{ mS.cm}^{-1}$ empêchent la germination des graines. Les résultats de cette étude ne permettent pas d'incriminer la salinité des digestats comme l'inhibiteur du processus de germination car les digestats d'abattoir dont la conductivité est de $2,8 \text{ mS.cm}^{-1}$ (D_0) se sont révélés plus inhibiteurs sur les T_{50} et TG que les digestats de bouses de vache de conductivité $8,0 \text{ mS.cm}^{-1}$. La toxicité des digestats peut également être due à la fraction biodisponible en éléments métalliques (Kraner et Colville, 2011 ; Bae et al., 2016) et au type d'espèce interagissant avec ces éléments métalliques.

Le monitoring de la température durant les expériences de germination (Figure 54) a permis de situer les variations de la température de l'air entre 24 et 40°C.

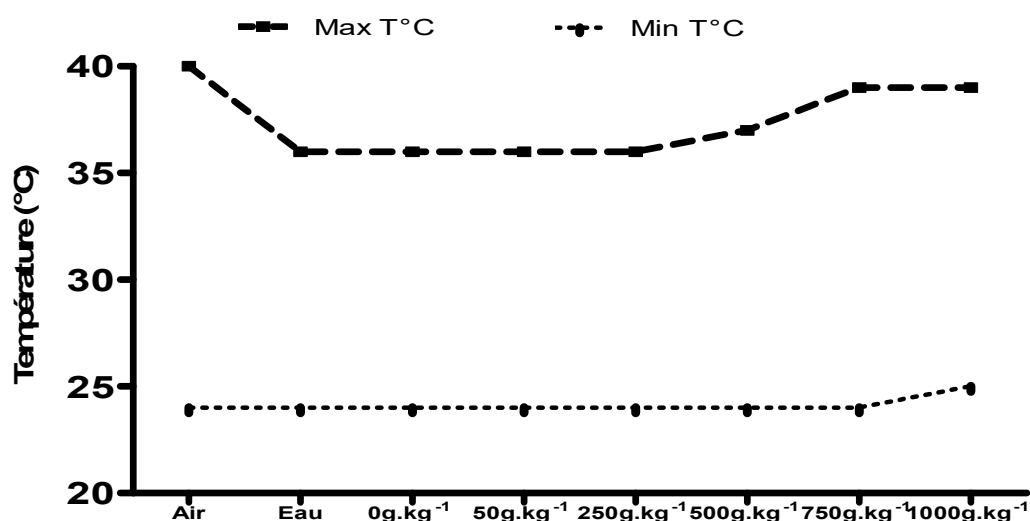


Figure 54: Evolution de la température au sein des sols avec des doses croissantes en digestats avec comparaison systématique à la température de l'air et de l'eau

L'évaluation de la capacité d'un échantillon à absorber la chaleur due au rayonnement solaire de l'environnement d'étude a été estimée en employant de l'eau et le sable exempt de digestat. La température de ces deux milieux a fluctué entre 24 à 36 °C. Les mêmes variations ont été notées sur les essais (sable + digestats) pour des doses allant de 50 à 250 g.kg⁻¹. Au-delà des doses en digestats de 250 g.kg⁻¹, une augmentation de 1 à 3 °C de la température maximale a été observée. Cette augmentation de la température serait due à la dégradation de la MO dégageant de l'énergie en mesure d'interférer avec les processus de germination et provoquer l'inhibition de la germination. Ainsi, une température au-dessus de 37 °C est associée à l'inhibition de la germination de *Zea mays*. En effet, une température de 40 °C altère significativement la germination en induisant une thermo-dormance des graines (Deng et al., 2016). Une telle dormance peut être attribuée au stress thermique à l'origine d'une sécrétion et accumulation de toxines au sein des graines (Yoshioka et al., 1998 ; Toh et al., 2008 ; Deng et al., 2016).

Le potentiel redox des digestats est corrélé avec l'inhibition de la germination des semences de *Zea mays*. En effet, le potentiel redox des digestats bruts (D₀, V₀) est négatif. Les essais développés avec ces digestats à de faibles doses (75 et 250 g.kg⁻¹) affectent négativement la T₅₀ alors qu'avec des digestats aux potentiels redox positifs C_{50/50}, seuls de fortes doses de digestats ≥ 750 g.kg⁻¹ affectent la T₅₀ (Tableau XXXVI et Figure 53).

En conclusion, les digestats bruts dont le potentiel redox est négatif ralentissent la germination des semences alors que les digestats co-compostés avec les DMA réduisent le nombre total de plants parvenant à survivre au bout de 14 jours certainement à cause de certains éléments toxiques qu'auraient apportés les DMA.

Une forte augmentation de la biomasse (matières fraîches/matières sèches) et de la hauteur de la partie aérienne des plants reste l'une des qualités souhaitables lors du développement des végétaux (Gaskin *et al.*, 2008 ; Yang *et al.*, 2015 ; Haling *et al.*, 2016). La tendance des résultats de croissance en taille (Ha) des essais pour des doses de digestats allant de 25 à 750 g.kg⁻¹ est plus importante comparée à l'essai témoin sauf dans le cas du digestat brut d'abattoir (D₀) où l'on assiste à une inhibition à la croissance à partir de la concentration en digestats de 250 g.kg⁻¹ (Tableau XXXVII). Pour l'ensemble des digestats, une augmentation de 30 % en taille des plants est obtenue à la concentration de 25 g.kg⁻¹ en respect à la valeur de l'essai témoin. Le taux d'augmentation de la croissance en hauteur n'excède pas 70 % quel que soit la concentration. Dans le cas de la biomasse des plants (Ma), les augmentations sont considérablement plus importantes et varient de 50 pour le digestat V₀ à plus de 140 % pour les digestats D₀ et C_{50/50} à la plus faible concentration de 25 g.kg⁻¹. Les plus faibles productions en biomasse des plants sont notées dans le cas du digestat D₀ pour les concentrations allant de 250 à 1000 g.kg⁻¹ alors que les plus fortes le sont dans le cas du digestat V₀ indifféremment de la concentration. Au vu du risque de pollution du sol et des eaux souterraines que peuvent présenter un épandage des digestats, les faibles doses (≤ 25 g.kg⁻¹) sont plus viables. Les résultats sur la biomasse ne révèlent pas des inhibitions significatives en termes de matières et corroborent avec le fait que les phases postérieures de la croissance sont moins sensibles à la toxicité des digestats (Lefevre *et al.*, 2009 ; Shah *et al.*, 2010).

La réduction de la croissance en longueur de la partie racinaire (Hr) est plus importante sur les digestats bruts (D₀, V₀) contrairement au digestat co-composté (C_{50/50}). L'augmentation graduelle des doses en digestats entraîne une diminution de la longueur (Hr) et de la biomasse (Mr) de la partie souterraine (racines) quel que soit le type de digestat (Tableau XXXVII). En l'absence de la matière organique (cas des essais témoin), les racines sont plus longues ; elles prolifèrent à la recherche de nutriments. La réduction des longueurs des racines en présence des digestats est liée à leur proximité *vis-à-vis* de la MO et des nutriments dont a besoin la plante pour se développer. Cette réduction ne doit donc pas être considérée comme une inhibition de la croissance racinaire.

Tableau XXXVII: Evolution de la croissance aérienne et souterraine des plants de *Zea mays* sur sol Témoin (sable) amendé de digestats

| | | Concentrations (g digestats.kg ⁻¹ sols) | | | | | | | | | |
|--------------------------|--------------|--|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| Digestats | | 0 | 25 | 50 | 75 | 100 | 150 | 250 | 500 | 750 | 1000 |
| D₀ | Ha(cm) | 26(0%) | 35(+35%) | 30(+15%) | 33(+27%) | 28(+8%) | 29(+8%) | 26(0%) | 20(-23%) | 16(-38%) | 17(-35%) |
| | Hr(cm) | 34(0%) | 16(-53%) | 11(-68%) | 13(-62%) | 10(-71%) | 7(-79%) | 9(-74%) | 5(-85%) | 2(-94%) | 4(-88%) |
| | Ha/Hr | 0,8 | 2,3 | 2,7 | 2,5 | 2,8 | 4,1 | 4,0 | 4,0 | 8,0 | 4,3 |
| | Ma(mg) | 68(0%) | 166(+144%) | 134(+97%) | 168(+147%) | 130(+91%) | 177(+160%) | 125(+84%) | 122(+79%) | 74(+9%) | 86(+27%) |
| | Mr(mg) | 120(0%) | 60(-50%) | 33(-73%) | 39(-68%) | 36(-70%) | 54(-55%) | 36(-70%) | 39(-68%) | 32(73%) | 27(-76%) |
| | Ma/Mr | 0,6 | 2,8 | 4,1 | 4,3 | 3,6 | 3,3 | 3,5 | 3,1 | 2,3 | 3,2 |
| C_{50/50} | Ha(cm) | 26(0%) | 36(+39%) | 36(+39%) | 43(+65%) | 38(+46%) | 41(+58%) | 42(+62%) | 39(+33%) | 42(+62%) | 26(0%) |
| | Hr(cm) | 34(0%) | 23(-32%) | 19(-44%) | 20(-41%) | 18(-47%) | 15(-56%) | 10(-71%) | 10(-71%) | 15(-56%) | 14(-59%) |
| | Ha/Hr | 0,8 | 1,6 | 1,9 | 2,2 | 2,1 | 2,7 | 4,3 | 3,9 | 2,9 | 1,9 |
| | Ma(mg) | 68(0%) | 188(+177%) | 163(+140%) | 205(+202%) | 189(+178%) | 223(+228%) | 195(+187%) | 196(+188%) | 193(+184%) | 121(+80%) |
| | Mr(mg) | 120(0%) | 107(-11%) | 63(-48%) | 63(-48%) | 64(-47%) | 72(-40%) | 54(-55%) | 54(-55%) | 57(-53%) | 57(-53%) |
| | Ma/Mr | 0,6 | 1,8 | 2,6 | 3,3 | 3,0 | 3,1 | 3,6 | 3,6 | 3,4 | 2,1 |
| V₀ | Ha(cm) | 26(0%) | 35(+31%) | 36(+39%) | 40(+54%) | 44(+69%) | 44(+69%) | 32(+23%) | 36(+39%) | 34(+31%) | 26(0%) |
| | Hr(cm) | 34(0%) | 20(-41%) | 21(-38%) | 15(-56%) | 17(-50%) | 15(-56%) | 9(-74%) | 8(-77%) | 8(-77%) | 9(-74%) |
| | Ha/Hr | 0,8 | 1,8 | 1,7 | 2,7 | 2,6 | 2,9 | 3,6 | 4,5 | 4,3 | 2,9 |
| | Ma(mg) | 68(0%) | 102(+50%) | 158(+132%) | 199(+193%) | 127(+87%) | 210(+209%) | 216(+218%) | 174(+156%) | 177(+160%) | 213(+213%) |
| | Mr(mg) | 120(0%) | 169(+41%) | 90(-25%) | 125(+4%) | 72(-40%) | 60(-50%) | 45(-63%) | 78(-35%) | 27(-78%) | 54(-55%) |
| | Ma/Mr | 0,6 | 0,6 | 1,8 | 1,6 | 1,8 | 3,5 | 4,8 | 2,2 | 6,6 | 3,9 |

Ha: Hauteur partie aérienne ; Hr: Longueur des racines; Ha/Hr: ratio Hauteur partie aérienne et Longueur des racines; Ma: Masse partie aérienne; Mr: Masse des racines; Ma/Mr: ratio Masse partie aérienne et Masse des racines

Cependant, lorsque le taux de diminution du développement racinaire atteint 70 %, la pénétration des racines est réduite à moins de 10 cm puis la croissance de la partie aérienne est fortement altérée témoignant d'une réelle inhibition. Une telle inhibition a été expliquée par Ren et *al.* (1996) comme la conséquence d'une sorte de rupture mécanique des membranes cellulaires au sein des racines diminuant leur capacité de rétention d'eau. Pichtel et *al.* (2000) signalait également une pénétration racinaire de moins de 5 cm en sol contaminé par les éléments métalliques. Cette faible pénétration s'expliquait par le fait que les racines sont la seule partie de la plante en contact avec les contaminants d'un sol à l'origine de leur altération.

Le ratio hauteur aérienne sur longueur des racines H_a/H_r permet de mieux appréhender l'inhibition des plants. Un faible ratio < 1 pour un test de croissance de *Zea mays* sur 14 jours indique un manque de MO dans le milieu et un ratio élevé > 3 met en évidence un état d'inhibition. L'absence d'inhibition de croissance après 14 jours est caractérisée par un ratio H_a/H_r compris entre 1 et 3. Le ratio de biomasse partie aérienne sur partie souterraine M_a/M_r quant à lui ne permet pas de déceler une existence d'inhibition mais permet seulement de distinguer un milieu pauvre en MO (ratio < 1) d'un milieu riche en MO (ratio > 1).

III.5.3. Applications des digestats sur les sols agricoles et étude de leur impact sur la germination et la croissance de *Zea mays*

Dans cette partie, seul le digestat brut d'abattoir (D_0) supposé présenter plus d'effet négatif que tous les autres digestats est appliqué sur 08 sols agricoles en vue d'évaluer la croissance des plantes sur trois différents milieux : un milieu riche en matière organique naturelle, un milieu amendé de déchets animaux et un milieu riche en fertilisants chimique.

▪ Effets des digestats sur la germination de *Zea mays* sur sols agricoles

Les essais réalisés sur le sable présentent des valeurs élevées de T_{50} (69 h pour l'essai témoin et 99 h pour la dose de 75 g.kg^{-1}) comparés aux essais réalisés sur les sols agricoles (59 ± 2 h pour les essais témoins et 64 ± 3 h pour les doses de 75 g.kg^{-1}) (Tableau XXXVIII). Les taux de réduction des inhibitions sur les sols agricoles sont évalués à 15 % pour les essais témoins et 35 % pour la dose en digestat de 75 g.kg^{-1} . Le processus de germination semble être plus affecté sur le sable que sur sols agricoles. En effet, les sols agricoles disposent d'une réserve importante en acides humiques et des particules d'argiles leur conférant de fortes capacités d'immobilisation des éléments toxiques (Kaur et *al.*, 2017). Il n'existe pas de différence significative ($p < 0,05$) entre les différentes valeurs de T_{50} et de TG quel que soit la dose de digestats (Tableau XXXVIII).

Tableau XXXVIII: Evaluation des vitesses de germination (T_{50}) et taux de germination (TG) sur sols agricoles amendés de digestats

| D_0 g.kg ⁻¹ | T_{50} (Vitesse de germination) en heures | | | | | TG (Taux de germination) en % | | | | |
|-----------------------------|---|-------|-------|-------|-------|-------------------------------|--------|--------|--------|--------|
| | 0 | 50 | 250 | 500 | 750 | 0 | 50 | 250 | 500 | 750 |
| B1 | 63±1a | 64±0a | 64±2a | 67±2a | 67±2a | 92±14a | 88±13a | 79±7a | 88±13a | 88±13a |
| B2 | 57±1a | 57±1a | 58±1a | 66±0b | 66±1b | 92±7a | 92±14a | 71±14a | 79±7a | 88±13a |
| N1 | 57±1a | 58±0a | 65±2a | 65±2a | 65±2a | 83±7a | 79±7a | 92±14a | 92±14a | 75±13a |
| N2 | 61±4a | 59±4a | 57±1a | 66±0a | 58±0a | 92±7a | 83±7a | 88±22a | 92±7a | 75±13a |
| S1 | 58±1a | 57±1a | 57±1a | 57±1a | 65±2a | 88±0a | 88±13a | 88±0a | 92±7a | 83±7a |
| S2 | 57±1a | 57±1a | 63±1a | 63±1a | 63±1a | 92±7a | 96±7a | 92±7a | 88±13a | 75±13a |
| T1 | 57±1a | 64±1a | 64±0a | 66±0a | 65±2a | 100±0a | 79±19a | 92±14a | 83±7a | 83±19a |
| T2 | 61±4a | 64±0a | 66±0a | 66±0a | 66±0a | 88±13a | 96±7a | 83±14a | 79±7a | 79±14a |

Les valeurs assez élevées de T_{50} enregistrées sur les sols B1, T2 seraient dues au fait que le sol B1 était dans son état initial amendé de lisiers de porcs, et le sol T2 est un sol hydromorphe où l'essentiel de la MO provient des résidus de paille de riz. Ces résidus de paille en voie de décomposition et les lisiers de porcs sont une source importante d'acides gras volatils, rendant plus acide les sols intensifiant de ce fait la toxicité.

▪ Effet des digestats sur la croissance de *Zea mays* sur sols agricoles

La croissance en hauteur de la partie aérienne des plants de l'essai témoin sur sables est quasiment similaire à celle de l'essai témoin sur sols agricole alors que la croissance racinaire sur sables est légèrement supérieure et parfois égale en sols agricole. En revanche, la biomasse racinaire et aérienne des plants sur essai témoin en sols agricole est largement plus importante que celle sur sables sauf dans le cas du sol B1 (Tableau XXXVIII, Tableau XL, Tableau XXXIX). Le développement de la partie aérienne des plants est différent selon que le sol ait été préalablement amendé ou non amendé. Sur les sols n'ayant pas fait l'objet d'amendement antérieur, l'apport des digestats entraîne un taux d'augmentation de la croissance aérienne de $41 \pm 9 \%$ (sols T2, N2, S1, S2) quel que soit la concentration en digestats sauf le sol B2 où de faibles taux d'augmentation de 4 à 26 % ont été enregistrés. En effet, le sol B2 est un sol non cultivé d'une zone de forêt riche en argiles qui sont susceptibles d'immobiliser les nutriments libérés par les digestats (Kaur et al., 2017). Sur les sols ayant subi un amendement préalable, les taux d'augmentation de la croissance aérienne sont faibles et deviennent de plus en plus faibles voire négatives avec l'apport des digestats et l'augmentation graduelle en concentration (sols T1, N1) alors que le sol B1 accuse les plus forts taux d'augmentation (52 à 72 %) en croissance aérienne (Tableau XL).

Tableau XXXIX: Evolution de la croissance aérienne et souterraine des plants de *Zea mays* sur sols agricoles amendés de digestats

| Sols | | Concentrations (g digestats.kg ⁻¹ sols) | | | | | |
|------|-------------------|--|------------|------------|------------|------------|------------|
| | | 0 | 50 | 250 | 500 | 750 | |
| T2 | pH=7,1 %OM=4,5 | Ha(cm) | 25(0%) | 37(+48%) | 39(+56%) | 37(+48%) | 38(+52%) |
| | | Hr(cm) | 27(0%) | 22(-19%) | 30(+11%) | 22(-19%) | 22(-19%) |
| | | Ha/Hr | 0,9 | 1,7 | 1,3 | 1,7 | 1,7 |
| | | Ma(mg) | 114(0%) | 326(+186%) | 178(+56%) | 133(+17%) | 242(+112%) |
| | | Mr(mg) | 125(0%) | 34(-73%) | 91(-27%) | 86(-31%) | 64(-49%) |
| | | Ma/Mr | 0,9 | 9,6 | 2,0 | 1,6 | 3,8 |
| N2 | pH=6,1 %OM=1,4 | Ha(cm) | 30(0%) | 39(+30%) | 39(+30%) | 39(+30%) | 39(+30%) |
| | | Hr(cm) | 21(0%) | 25(+19%) | 21(0%) | 20(-5%) | 22(+5%) |
| | | Ha/Hr | 1,4 | 1,6 | 1,9 | 2,0 | 1,8 |
| | | Ma(mg) | 103(0%) | 333(+223%) | 265(+157%) | 126(+22%) | 357(+247%) |
| | | Mr(mg) | 126(0%) | 95(-25%) | 91(-28%) | 75(-41%) | 86(-32%) |
| | | Ma/Mr | 0,8 | 3,5 | 2,9 | 1,7 | 4,2 |
| S1 | pH=6,2 %OM=0,6 | Ha(cm) | 25(0%) | 36(+44%) | 38(+52%) | 34(+36%) | 36(+44%) |
| | | Hr(cm) | 34(0%) | 34(0%) | 22(-35%) | 23(-32%) | 16(-53%) |
| | | Ha/Hr | 0,7 | 1,1 | 1,7 | 1,5 | 2,3 |
| | | Ma(mg) | 103(0%) | 185(+80%) | 158(+53%) | 118(+15%) | 90(-13%) |
| | | Mr(mg) | 129(0%) | 82(-36%) | 68(-47%) | 82(-36%) | 65(-50%) |
| | | Ma/Mr | 0,7 | 2,3 | 2,3 | 1,4 | 1,4 |
| S2 | pH=6,8 %OM=2,9 | Ha(cm) | 25(0%) | 37(+48%) | 35(+40%) | 35(+40%) | 33(+32%) |
| | | Hr(cm) | 31(0%) | 22(-29%) | 28(-10%) | 20(-36%) | 18(-42%) |
| | | Ha/Hr | 0,8 | 1,7 | 1,3 | 1,8 | 1,8 |
| | | Ma(mg) | 104(0%) | 328(+215%) | 178(+71%) | 112(+8%) | 111(+7%) |
| | | Mr(mg) | 134(0%) | 99(-26%) | 108(-19%) | 97(-28%) | 77(-43%) |
| | | Ma/Mr | 0,8 | 3,3 | 1,7 | 1,2 | 1,4 |
| B2 | pH=6,7 %OM=4,2 | Ha(cm) | 27(0%) | 34(+26%) | 28(+4%) | 31(+15%) | 31(+15%) |
| | | Hr(cm) | 34(0%) | 25(-27%) | 24(-29%) | 23(-32%) | 21(-38%) |
| | | Ha/Hr | 0,8 | 1,4 | 1,2 | 1,4 | 1,5 |
| | | Ma(mg) | 102(0%) | 127(+25%) | 110(+8%) | 130(+28%) | 143(+40%) |
| | | Mr(mg) | 124(0%) | 73(-41%) | 51(-59%) | 65(-48%) | 73(-41%) |
| | | Ma/Mr | 0,8 | 1,7 | 2,2 | 2,0 | 2,0 |

Ha: Hauteur partie aérienne ; Hr: Longueur des racines; Ha/Hr:ratio Hauteur partie aérienne et : Longueur des racines;
Ma: Masse partie aérienne; Mr: Masse des racines; Ma/Mr: ratio Masse partie aérienne et Masse des racines

Tableau XL: Evolution de la croissance aérienne et souterraine des plants de *Zea mays* sur sols agricoles (riches en fertilisants chimiques) amendés de digestats

| Sols | Concentrations (g digestats.kg ⁻¹ sols) | | | | | |
|-------------------------|--|------------|------------|------------|------------|------------|
| | 0 | 50 | 250 | 500 | 750 | |
| N1 pH=7,0 %OM=3,8 | Ha(cm) | 34(0%) | 40(+18%) | 35(+3%) | 38(+12%) | 37(+9%) |
| | Hr(cm) | 20(0%) | 18(-10%) | 22(+10%) | 19(-5%) | 29(+45%) |
| | Ha/Hr | 1,7 | 2,2 | 1,6 | 2,0 | 1,3 |
| | Ma(mg) | 188(0%) | 226(+202%) | 176(-6%) | 151(-20%) | 158(-16%) |
| | Mr(mg) | 94(0%) | 111(-18%) | 100(-6%) | 63(-33%) | 81(-14%) |
| | Ma/Mr | 2,0 | 2,0 | 1,8 | 2,4 | 2,0 |
| T1 pH=6,1 %OM=4,3 | Ha(cm) | 35(0%) | 35(0%) | 39(+11%) | 31(-11%) | 34(-3%) |
| | Hr(cm) | 32(0%) | 29(-9%) | 21(-34%) | 18(-44%) | 33(+3%) |
| | Ha/Hr | 1,1 | 1,2 | 1,9 | 1,7 | 1,0 |
| | Ma(mg) | 178(0%) | 225(+26%) | 310(+74%) | 129(-28%) | 114(-36%) |
| | Mr(mg) | 134(0%) | 108(-19%) | 108(-19%) | 61(-55%) | 71(-47%) |
| | Ma/Mr | 1,3 | 2,1 | 2,9 | 2,1 | 1,6 |
| B1 pH=5,9 %OM=2,2 | Ha(cm) | 25(0%) | 41(+64%) | 43(+72%) | 38(+52%) | 40(60%) |
| | Hr(cm) | 30(0%) | 25(-17%) | 26(-13%) | 21(-30%) | 21(-30%) |
| | Ha/Hr | 0,8 | 1,7 | 1,7 | 1,8 | 1,9 |
| | Ma(mg) | 97(0%) | 276(+185%) | 369(+280%) | 209(+115%) | 272(+180%) |
| | Mr(mg) | 99(0%) | 103(+4%) | 159(+61%) | 141(+42%) | 88(-11%) |
| | Ma/Mr | 0,1 | 2,7 | 2,3 | 1,5 | 3,1 |

Les faibles taux d'augmentation voire l'inhibition de la croissance aérienne des plants sur les sols T1 et N1 amendés de digestats comparativement à leurs essais témoin pourraient s'expliquer par le fait que ces sols sont utilisés pour les cultures de maïs et de coton, des cultures nécessitant l'emploi des engrais chimiques de type NPK (Azote, Phosphore, Potassium). Ces nutriments seraient plus rapidement préférés par les plants accélérant leur développement. Cette hypothèse est aussi soutenue par le fait que les essais témoins réalisés avec ces sols ont permis d'obtenir les plus fortes valeurs de la croissance en hauteur des plants de tous les essais témoins. Les fortes croissances aériennes obtenues sur le sol B1 (52 à 72 %), s'expliquent par le fait qu'il s'agisse d'un sol qui était dans son état initial amendé de lisiers de porcs. Ainsi, un apport de digestats à ce sol n'aurait pas affecté la flore microbienne et aurait joué en faveur du développement des plants. La longueur de la partie racinaire décroît légèrement avec l'augmentation des doses de digestats sur 6 des 8 sols étudiés. Aucune tendance n'est observée entre la croissance générale des plants de *Zea mays* et l'augmentation graduelle des concentrations en digestats. Ainsi, les faibles concentrations en digestats (≤ 50 g/kg) doivent être privilégiées en amendement agricole. Les sols agricoles étudiés présentent une teneur en

MO variant entre 0,6 et 4,5 % et un pH compris entre 5,9 et 7,1. Aucune corrélation n'a été établie entre cette teneur en MO des sols agricoles et le développement des plants. Néanmoins, cette MO naturelle semble limiter les effets d'inhibition due aux digestats. Le ratio H_a/H_r sur sol agricole situé entre 1 et 3, confirme l'absence d'inhibition due aux digestats. En dehors des sols agricoles préalablement amendés par les fertilisants chimiques, le ratio M_a/M_r est < 1 pour les essais témoins et > 1 pour les essais amendés de digestats et corroborent avec les conclusions des expériences réalisées sur le sable (milieu sans MO) suivant lesquelles un milieu pauvre en MO présente un ratio $M_a/M_r < 1$ alors qu'un milieu riche en MO présente un ratio $M_a/M_r > 1$.

Conclusion partielle Partie III.5

Les digestats ont été apportés sur des sols agricoles, des sols des zones de forêts et des milieux sans matière organique ni argiles et ont permis de déceler les limites d'utilisation des digestats et les interactions avec les fractions organiques et minérales du sol. Des concentrations élevées en digestats, une température supérieure à 40 °C et des potentiels redox négatifs présentent un impact négatif sur la vitesse de germination et la capacité germinative. Ainsi, quel que soit le type de digestat et la dose d'amendement en milieu neutre (sans MO ni argiles), le taux d'augmentation de la croissance en hauteur n'excède pas 70 %. Les masses des plants ne sont pas négativement affectées contrairement à la masse et la longueur des racines qui subissent une forte altération avec l'augmentation des doses en digestats. De ce fait, les faibles doses d'amendement ($\leq 25 \text{ g.kg}^{-1}$) doivent être privilégiées pour une réduction de la pollution des milieux et l'inhibition du développement des plants. En revanche, en sols agricoles à MO naturelle la toxicité des digestats est réduite du fait du piégeage des éléments toxiques via la MO naturelle et les particules d'argile. Sur sol agricole préalablement amendé de substrats d'animaux ou d'engrais chimiques l'efficacité des digestats est masquée.

III.6. Etude des interactions sols-digestats via le test de percolation en colonne

III.6.1. Caractérisations physico-chimique et agronomique des sols

Les caractéristiques physico-chimiques de 15 sols agricoles de la région de la Kara sont présentés Tableau XLI.

Tableau XLI: Caractéristiques physico-chimiques des sols agricoles de la région Kara

| Sols | pH _{H2O} | pH _{KCl} | ΔpH | Eh (mV) | χ (μS.cm ⁻¹) | MO (%) | C _{org} (g.c.kg ⁻¹) | NTK (gN.kg ⁻¹) | C/N | CEC meq.100g ⁻¹ |
|------|-------------------|-------------------|-----|---------|--------------------------|--------|--|----------------------------|------|----------------------------|
| N1 | 7,0 | 6,1 | 1,0 | 366 | 35 | 3,8 | 13,5 | 1,0 | 13,4 | 6,9 |
| N2/N | 6,1 | 4,9 | 1,2 | 338 | 9 | 1,4 | 5,2 | 0,2 | 20,9 | 1,9 |
| K1 | 6,8 | 5,8 | 1,0 | 262 | 32 | 1,3 | 5,5 | 0,7 | 7,8 | 1,5 |
| K2/K | 7,1 | 6,4 | 0,7 | 286 | 36 | 0,9 | 2,0 | 0,3 | 7,1 | 1,9 |
| Y1 | 6,1 | 5,1 | 1,1 | 317 | 19 | 0,9 | 3,3 | 0,4 | 7,9 | 1,1 |
| Y2 | 5,7 | 4,6 | 1,1 | 327 | 37 | 1,3 | 5,0 | 0,4 | 11,9 | 1,1 |
| T1 | 6,7 | 5,6 | 1,1 | 266 | 31 | 4,3 | 14,5 | 1,1 | 12,6 | 9,4 |
| T2 | 7,1 | 5,7 | 1,5 | 264 | 21 | 4,5 | 13,0 | 1,6 | 7,9 | 12,5 |
| S1 | 6,2 | 5,2 | 1,0 | 287 | 16 | 0,6 | 2,8 | 0,1 | 39,4 | 0,2 |
| S2 | 6,8 | 5,6 | 1,1 | 263 | 17 | 2,9 | 8,2 | 0,9 | 9,6 | 3,0 |
| R1 | 5,7 | 4,0 | 1,7 | 292 | 5 | 2,9 | 11,9 | 0,7 | 16,7 | 3,3 |
| R2 | 7,0 | 6,3 | 0,7 | 279 | 41 | 3,9 | 14,0 | 1,2 | 12,0 | 6,6 |
| B1 | 5,9 | 4,9 | 1,0 | 288 | 45 | 2,2 | 9,7 | 0,9 | 11,3 | 3,9 |
| B2 | 6,7 | 5,5 | 1,2 | 266 | 23 | 4,2 | 13,1 | 0,9 | 15,2 | 6,6 |
| H1 | 6,6 | 5,4 | 1,2 | 276 | 33 | 3,1 | 7,6 | 0,4 | 21,4 | 5,5 |
| Min. | 5,7 | 4,0 | 0,7 | 263 | 5 | 0,6 | 2,0 | 0,1 | 7,1 | 0,2 |
| Max. | 7,1 | 6,3 | 1,7 | 366 | 45 | 4,5 | 14,5 | 1,6 | 39,4 | 12,5 |
| Moy. | 6,5 | 5,4 | 1,1 | 292 | 27 | 2,5 | 8,6 | 0,7 | 14,3 | 4,4 |

▪ Analyse du pH et du Eh des sols

L'intérêt d'une mesure du pH réside dans le fait qu'il permette de définir le statut acido-basique du sol. Les valeurs de pH_{H2O} des 15 sols caractérisés sont comprises entre 6,1 et 7,1 ; hormis les sols du site de Défalé (B1), du site de Kanté-rizière (R1) et du site de Niamtougou UK (Y2) présentant un pH_{H2O} de 5,7 ± 0,2. Les sols B1 et R1 sont respectivement amendés de lisiers de porcs et où demeurent les résidus de pailles. Ces résidus subissent une décomposition incomplète à l'origine d'une production d'acides organiques acidifiant ainsi les sols. L'acidité du sol Y2 s'explique par sa richesse en aluminium. La différence de pH (ΔpH = pH_{H2O}-pH_{KCl}) montre que 86 % des sols ont une valeur de ΔpH ≥ 1 témoignant d'une acidité de réserve élevée. Cette forte acidité de réserve pourrait être expliquée par une production d'acides organiques en période de forte activité biologique, favorisée par les fortes températures et l'humidité du sol ;

et la dilution des ions H^+ sous l'effet des pluies caractéristiques des climats tropicaux. Toutefois la valeur du pH souhaitable pour un sol donné est fonction des cultures que l'on veut pratiquer. Le potentiel redox des sols agricoles de la région de la Kara est de 292 ± 31 mV.

▪ Analyse du taux de matière organique et de CEC

Les matières organiques jouent un rôle important dans le fonctionnement global du sol au travers de ses principales composantes le carbone et l'azote qui définissent la notion de fertilité et la CEC qui témoigne de la richesse en éléments minéraux et organiques du sol. Une corrélation positive ($R^2 = 0,83$) est notée entre la CEC et la MO des différents sols. Cette corrélation se justifie par le fait que la contribution de la MO à la CEC est la plus importante, de l'ordre de 54 % alors que celles des limons et des argiles sont respectivement réduites à 26 et 20 % (Asadu et Chibuike, 2015). Le contenu organique des sols étudiés évolue de 0,6 à 4,5 % avec une moyenne de 2,9 %. Quant à l'azote représenté par le NTK, il évolue de 0,01 à 0,2 $g.100g^{-1}$ soit en moyenne 0,07 $g.100g^{-1}$. La CEC de l'ensemble des sols varie entre 1 et 13 $meq.100g^{-1}$ avec une moyenne de 3,3 $meq.100g^{-1}$.

▪ Analyse de la conductivité électrique et du rapport C/N

La conductivité électrique des sols détermine leur degré de salinité et renseigne également sur la teneur en nutriments solubilisés ou encore la vitesse de minéralisation de la matière organique. Les conductivités des sols se situent entre 4,7 (R1) et 45 $\mu S.cm^{-1}$ (B1) avec une valeur moyenne de 27 $\mu S.cm^{-1}$. Cette conductivité est 18 fois inférieure à la limite maximale (500 $\mu S.cm^{-1}$) caractérisant un sol salé dans un extrait 1/5 (sol/eau) (Dunod, 1983). Des travaux antérieurs ont présenté des valeurs de conductivité d'un horizon de sol de la région de la Kara comprises entre 15 et 40 $\mu S.cm^{-1}$ (Tcha-thom, 2014 ; Baccot, 2016). Les faibles conductivités recueillies montrent que les sols caractérisés sont favorables à une exploitation agricole. Le rapport C/N est utilisé pour évaluer l'activité biologique au sein de la matrice organique du sol. 28 % des sols étudiés, présentent un ratio C/N compris entre 7 et 10. Le reste des sols présente un ratio C/N supérieur à 10. Les auteurs s'accordent qu'un rapport ≤ 10 témoigne d'une forte activité biologique et un rapport compris entre 10 et 15 indique un ralentissement de cette activité. Une forte activité biologique indique alors une forte minéralisation des composés organiques donc d'une valeur élevée de la conductivité. De ce fait une corrélation négative a été mise en évidence entre la conductivité et le rapport C/N à différentes échelles notamment, $R^2=0,6$ pour un C/N compris entre 7 et 10 et $R^2=0,9$ pour un C/N compris entre 10 et 17.

III.6.2. Etude de la matrice physico-chimique et organique des sols agricoles en condition statique

- **Préparation à la mise en condition statique des sols, justification du choix des sols et détermination des vitesses de percolation**

Rappelons que le prélèvement des sols est fait suivant la norme NF X 31 100. Ce mode de prélèvement consiste à récolter plusieurs sous-échantillons et à reconstituer un échantillon final à partir d'un quartage. Les sols sont ensuite tamisés à 4 mm puis mis en colonne. Afin d'obtenir un état de porosité et de compacité semblable à l'état originel du site de prélèvement, une phase de mise à l'équilibre est observée.

Le critère principal du choix des sols agricoles à amender pour les essais en colonne a été une non-exploitation sur au moins 5 années. L'objectif suivi par ce choix est de comprendre le comportement d'un sol dit naturel vis-à-vis de la MO des digestats. La compréhension des mécanismes qui ont lieu permettrait de mieux prédire l'influence des digestats sur des sols agricoles régulièrement exploités. Les critères secondaires du choix des sols s'articulent autour de la teneur en MO témoignant de la richesse du sol et du rapport C/N caractérisant l'intensité de l'activité de la flore microbienne. Ainsi, les sols de la Kara-Témoin (Sol K) et de Nawarè-Témoin (Sol N) sont choisis pour les expériences en colonne. L'activité biologique est plus importante en sol K (C/N faible) qu'en sol N. Le sol K présente une richesse chimique beaucoup plus importante et 2,5 fois moins de carbone organique que le sol N. Les deux sols présentent un pH proche de la zone de pH neutre, une même CEC et une teneur en argiles similaire (Tableau XLII). Le produit d'amendement (digestat) présente une teneur en carbone organique et une charge minérale 70 fois plus grande. Son C/N et son pH sont compris entre ceux des deux sols étudiés.

Après la mise en colonne, la détermination des vitesses de percolation a permis de noter une forte disparité en termes de percolation. Ces vitesses sont respectivement de 30 mL.h⁻¹ et de 1 mL.h⁻¹ sur les colonnes de sols de Kara et de Nawarè. Cet important écart a suscité la mise en place de deux types de colonnes à digestat ou témoins positifs (T⁺_K et T⁺_N) correspondant à chaque type de sol. Le système était considéré comme stable dès lors que l'évolution des paramètres physico-chimiques (pH, conductivité, azote total, carbone organique dissous) n'était plus significative.

Tableau XLII: Caractéristiques physico-chimiques des sols et du digestat retenus pour l'étude de simulation d'un amendement agricole

| Paramètres | Sol Kara (K) | Sol Nawarè (N) | Digestat (D ₁) |
|--|--------------|----------------------|----------------------------|
| Antériorité | Non exploité | Non exploité > 5 ans | 6 mois de digestion |
| Type | Sol sableux | Sol sableux | Digestats d'élevage |
| Caractéristiques physico-chimiques | | | |
| pH _{H₂O} | 7,1±0,1 | 6,1±0,1 | 6,7±0,1 |
| ΔpH (pH _{H₂O} -pH _{KCl}) | 0,7 | 1,2 | - |
| C _{org} (g.100g ⁻¹) | 0,19±0,01 | 0,47±0,01 | 36,1±1 |
| C/N | 7 | 21 | 15 |
| CEC (meq.100g ⁻¹) | 1,9±0,2 | 1,9±0,1 | - |
| Cond (μS.cm ⁻¹) | 36±1 | 9,3±0,2 | 2800±100 |
| Repartition granulométrique | | | |
| Argiles (%) | 9,1 | 10,6 | - |
| Limons (%) | 7,5 | 24,1 | - |
| Sables (%) | 83,4 | 65,3 | - |
| Caractéristiques chimiques | | | |
| Ca (Cmol ⁺ .kg ⁻¹) | 4,45 | 2,3 | - |
| Mg (Cmol ⁺ .kg ⁻¹) | 1,86 | 0,41 | - |
| Na (Cmol ⁺ .kg ⁻¹) | 0,0091 | 0,117 | - |
| K (Cmol ⁺ .kg ⁻¹) | 0,366 | 0,0789 | - |
| Mn (Cmol ⁺ .kg ⁻¹) | 0,02 | 0,0097 | - |
| Fe (g.100g ⁻¹) | 1,02 | 1,02 | - |
| Al (g.100g ⁻¹) | 0,752 | 0,14 | - |
| Azote minéral | | | |
| N-NO ₃ ⁻ (mg.kg ⁻¹) | 12,7 | 2,89 | - |
| N-NH ₄ ⁺ (mg.kg ⁻¹) | 19,5 | 3,28 | - |

▪ **Evolution du pH et de la charge minérale en condition statique**

Les valeurs de pH des percolats des colonnes de sols N et K n'ont pas significativement évolué durant toute la phase de stabilisation avec respectivement $8,4 \pm 0,1$ et $8,0 \pm 0,1$. Les faibles écarts-types attestent d'une bonne reproductibilité entre les différents replicats. Comparativement au pH des sols, le pH des percolats sont élevés de deux unités pH dans le cas du sol N et d'une unité pH par rapport au sol K. Cette augmentation de pH durant la phase de percolation serait éventuellement due au processus d'ammonification convertissant l'azote organique en NH₄⁺/NH₃. Le pH des percolats du sol N est plus élevé en raison du plus grand temps de contact (4 jours) entre la solution et le sol alors qu'en sol K, le temps de contact est

plus faible (3h). Un long temps de contact entre le sol et la solution de pluie favorise une plus forte activité d'ammonification à l'origine d'une plus forte augmentation du pH.

La charge minérale traduite par la conductivité est lessivée suite aux différentes injections. Elle évolue respectivement de $4,4 \pm 0,3$ à $3,1 \pm 0,5$ (percolats sol N) et de $2,9 \pm 0,2$ à $0,96 \pm 0,05$ $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{ha}^{-1}$ (percolats sol K) entre le début de la phase de stabilisation à l'atteinte de l'équilibre. La charge minérale en fin de stabilisation des percolats des sols N est 3 fois plus grande que celle des percolats du sol K. Le sol N dispose ainsi d'une teneur en sels plus élevée et facilement lessivable et sa matrice organique subirait une minéralisation intense.

▪ **Caractérisation des composés azotés mobilisés par les sols en condition statique**

Les composés azotés se composent d'une fraction organique (N_{org}) et d'une fraction minérale (NH_4^+ , NO_2^- , NO_3^-). La fraction minérale résulte généralement de la transformation de la fraction organique. Les premières phases de mobilisations en azote sont prédominées par plus de 80 % de l'ensemble azote organique et ammonium. Au bout de 14 jours, les fractions d'azote mobilisé se composent de 70 % de nitrites et de 30 % de nitrates (I₅, I₆, Figure 55 a₁,b₁). Ces différentes transformations s'expliquent par la réduction de la forme organique (N_{org}) en ammonium sous l'action des bactéries hétérotrophes. L'ammonium est ensuite oxydé en nitrite lui-même oxydé en nitrates sous l'action des bactéries autotrophes, genres nitrosomonas et nitrobacter. L'accumulation à partir du jour 14 des nitrites qui sont une forme intermédiaire s'expliquerait par la faible charge des nitrosomonas ou serait due au temps relativement limité. En effet, la conversion complète de l'ammonium en nitrates ne s'observe que sur de longs temps d'incubation d'environ deux mois (Tao et al., 2018). La rapide conversion de l'azote organique en ammonium puis en nitrites serait liée à la nature des sols, de type agricole dans lesquels la reprise de l'activité bactérienne est spontanée (< 72h) alors qu'en sol minéral ou sur des sols ayant subi un traitement thermique, la reprise de l'activité bactérienne peut s'allonger sur deux semaines (Tao et al., 2018). Ainsi, l'évolution identique des différentes formes d'azote au sein des percolats des colonnes de sols de Nawarè et de Kara témoigne de la présence d'une flore diversifiée et d'une bonne activité bactérienne.

L'azote mobilisé dans les percolats (Figure 55 a₂,b₂) est passée de 10 ± 1 à $2,1 \pm 0,8$ $\text{kg}\cdot\text{ha}^{-1}$, correspondant à une extraction de $20,9 \pm 0,1$ kg_N à l'hectare sur sol K et de 47 ± 3 à $5,3 \pm 0,5$ $\text{kg}\cdot\text{ha}^{-1}$, correspondant à une extraction de 93 ± 1 kg_N à l'hectare sur sol N entre le début de la phase de stabilisation et l'atteinte à l'équilibre des colonnes de sols. Ces différentes extractions représentent respectivement 3,2 et 21,4 % du pool azoté mobilisé par les sols K et N. Bien que

le sol K soit plus riche en azote que le sol N, il mobilise moins d'azote que le sol N. En effet, la différence de la teneur en limons (%) entre les sols N et K est quasi-identique à la différence d'azote (%) mobilisé par les deux types de sols. On conclut donc que le surplus d'azote relargué par le sol N serait celle liée aux limons si l'on considère que le sable ne retient pas d'azote et que les argiles mobilisent difficilement la fraction d'azote qui leur est liée.

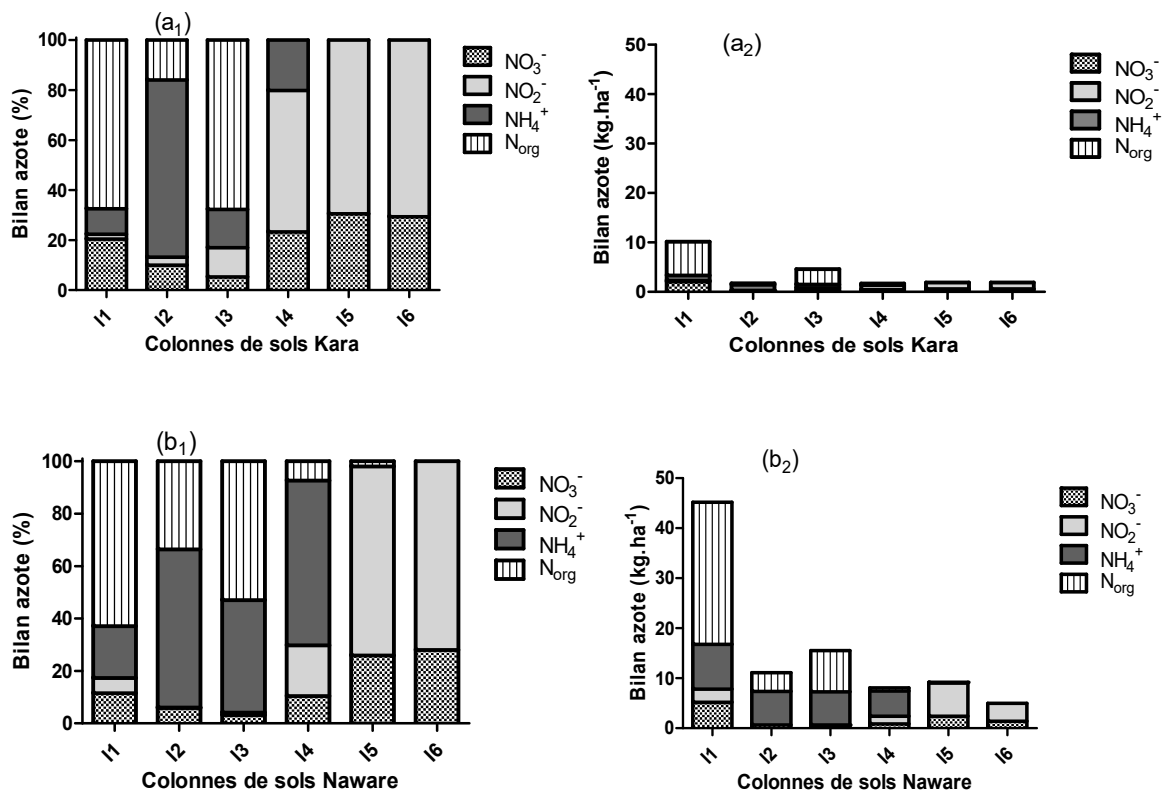


Figure 55: Evolution qualitative (a₁, b₁) et quantitative (a₂, b₂) des composés azotés dans les sols agricoles

▪ **Evaluations quantitative et qualitative du carbone organique mobilisé par les sols en condition statique**

La mobilisation du carbone organique sur les colonnes de sols témoins durant la phase de stabilisation (I1 à I6) et durant la phase d'amendement (I7 à I12) est présenté Figure 56. Le carbone organique dissous mobilisé dans les percolats est passé de 17 ± 2 à $2,8 \pm 0,2$ $\text{kg} \cdot \text{ha}^{-1}$, correspondant à une extraction de 37 ± 2 kg à l'hectare sur sol K et de 147 ± 9 à 13 ± 1 $\text{kg} \cdot \text{ha}^{-1}$, correspondant à une extraction de 241 ± 18 kg à l'hectare sur sol N entre le début de la phase de stabilisation et l'atteinte à l'équilibre des colonnes de sols (Figure 56 a,b, I1 à I6). Les quantités de carbone organique mobilisé par les sols K et N représentent respectivement 1 et 2,3 %, montrant que l'azote est plus lixivié que le carbone. L'indice SUVA est constant durant

la phase de stabilisation ($35 \pm 2 \text{ g.L}^{-1}.\text{cm}^{-1}$) sur sol N traduisant une mobilisation de molécules d'aromaticité identique alors que sur sol K cet indice croit jusqu'à $50 \pm 1 \text{ g.L}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ puis se stabilise à $37 \pm 3 \text{ g.L}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ dès le début de la phase d'amendement (I7). Durant cette phase d'amendement, le COD mobilisé par les colonnes témoins devient constant et négligeable.

Ces évolutions du SUVA montrent que la MO du sol K serait plus humifiée que celle du sol N. L'évolution générale du SUVA met en évidence une mobilisation tardive des fractions plus humifiées au fur et à mesure de la percolation de l'eau de pluie.

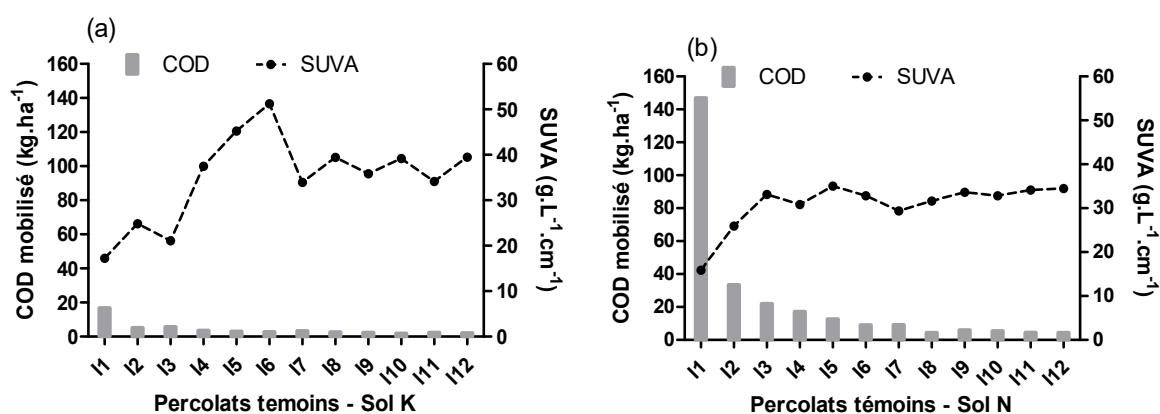


Figure 56: Evolution du COD et du SUVA dans les sols K (a) et N (b)

L'évaluation qualitative des molécules du carbone organique dissous ou fractionnement selon le caractère hydrophobe est faite sur les cumuls des percolats des colonnes témoins non amendés à la fin de la phase de stabilisation et à la fin de la phase d'amendement. Les percolats en phase de stabilisation, se composent de toutes les fractions (AH*, HPO*, TPH*, HPI*) accompagnés majoritairement des fractions HPO* et HPI* sur les percolats des sols de Kara, alors que les fractions AH* et HPI* le sont sur les percolats du sol Nawarè (Figure 57a ; T_{K-a}, T_{N-a}). Durant la phase d'amendement, le carbone organique mobilisé dans les percolats des colonnes de sols témoins se compose essentiellement des fractions HPO* et HPI* alors que la fraction AH* disparaît soit en raison de sa non mobilisation, soit à cause de son épuisement au sein des colonnes de sols (Figure 57a ; T_{K-b}, T_{N-b}). La fraction HPI* devient très importante (> 75 %) dans les percolats des colonnes témoins du sol K. Cela est corrélable avec la baisse de l'indice SUVA qui passe de 50 ± 1 à $39 \pm 2 \text{ g.L}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ (Figure 56a). La masse des fractions de carbone mobilisé est très faible sur sol K que sur Sol N durant la phase de stabilisation (Figure 57b ; T_{K-a}, T_{N-a}); la mobilisation est quasi-négligeable durant la phase d'amendement (Figure 57b ; T_{K-b}, T_{N-b}).

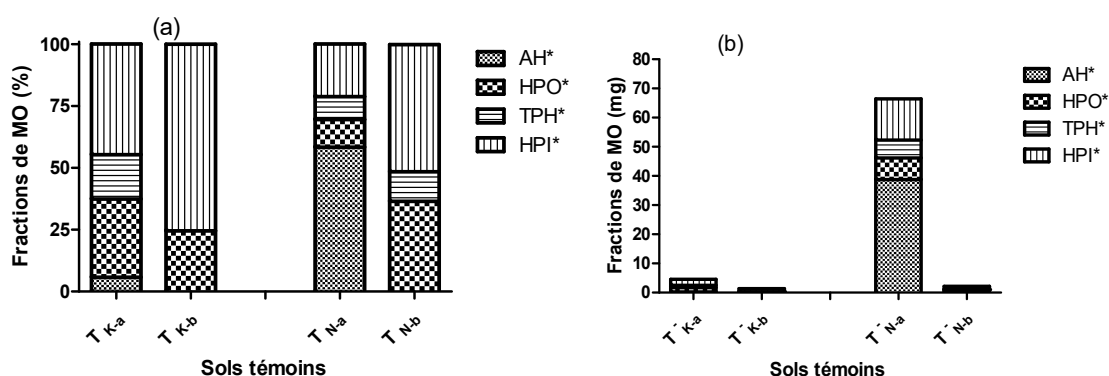


Figure 57: Evolution qualitative (a) et quantitative (b) des fractions de carbone dans les sols agricoles de Kara et de Nawarè

L'étude de la matrice physico-chimique et organique des sols en condition statique permet de faire sortir les conclusions suivantes :

- *La vitesse de percolation sur les colonnes de sols de Kara est 30 fois supérieure à la vitesse de percolation sur les colonnes de sol de Nawarè ;*
- *Le pH des percolats est ≥ 8 pour les deux types de colonnes de sol et est la conséquence du processus d'ammonification se déroulant au sein des colonnes de sols ;*
- *La charge minérale des percolats en sol N est 3 fois plus grande que celle des percolats du sol K en fin de stabilisation ;*
- *Au bout de 14 jours de percolation, l'azote quantifié dans les percolats est majoritairement composé de nitrites et de nitrates. Une mobilisation constante en azote total et négligeable est obtenue en fin de la phase de mise à l'équilibre ;*
- *Le SUVA en début d'amendement est compris entre 30 et 40, caractéristique d'une mobilisation de molécules à caractère aromatique marqué et similaire. Durant la phase d'amendement, les molécules de carbone mobilisé par les colonnes témoins sont composées essentiellement de HPO* et HPI*. La teneur en carbone organique dissous est également faible et constante.*

Au regard de ces conclusions, les colonnes de sols ont atteint un niveau de stabilisation proche de celui d'un milieu naturel. L'apport d'un amendement de digestat en colonne de sols permettrait d'appréhender son effet sur les caractéristiques physico-chimiques des sols, l'activité de la flore azotée ainsi que la capacité des sols à adsorber la MO anthropique contenue dans le digestat en lieu et place de la MO naturelle désorbée durant la phase de mise à l'équilibre.

III.6.3. Etude de l'impact d'un amendement de digestat sur les sols agricoles

- Effet du digestat sur le pH et la charge minérale du sol

Les pH des percolats des témoins positifs (percolation de la solution de pluie sur du digestat en colonne) dédiés aux sols K et N (T^+_K , T^+_N) étant similaires, une moyenne est présentée Figure 58a et désignée par T^+ . Les pH des colonnes tests des sols K et N sont quasi-constants durant la phase de stabilisation et augmentent avec l'apport des digestats tout comme celui du témoin positif (T^+). L'augmentation maximale est de 1,9 unité pH sur le témoin positif et respectivement de 0,9 et de 0,5 unités pH sur sol K et sur sol N (Figure 58a).

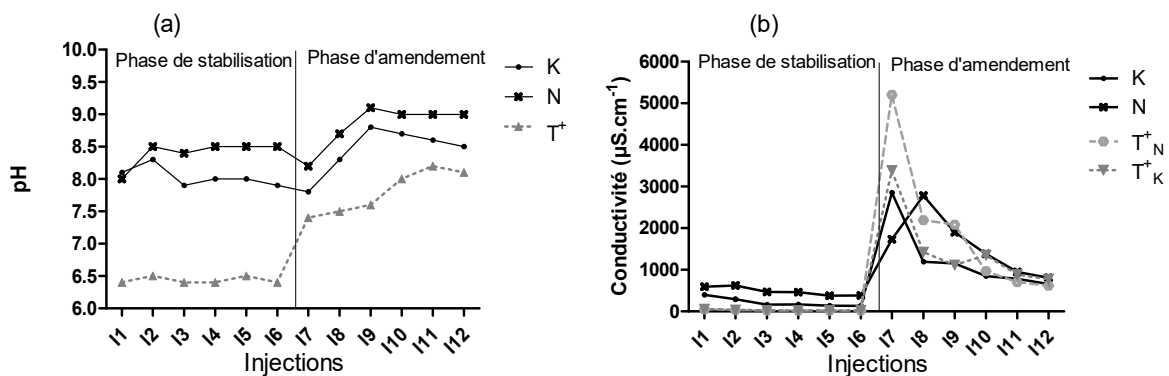


Figure 58: Impact du digestat sur l'évolution du pH (a) et de la conductivité (b) sur sols agricoles de Kara et de Nawarè.

Le pH du témoin positif croit et se stabilise à $8,3 \pm 0,1$ et ceux des sols K et N se stabilisent respectivement à $8,7 \pm 0,1$ et $9,02 \pm 0,05$ durant la phase d'amendement. Cette forte augmentation des pH est la conséquence du processus d'ammonification qui dans le cas du processus de compostage porte le pH entre 8,5 et 9,0 (Caceres et al., 2018). Sur les percolats des colonnes du sol K, on observe une légère rechute du pH. Cette rechute du pH est due à l'amplification du processus de nitrification favorisant la production des ions H^+ . Cela est bien corrélée à la forte teneur en nitrates dans les percolats du sol K (Figure 59c₁). L'augmentation du pH des percolats issus des sols est la conséquence de l'impact des digestats.

La conductivité des percolats des témoins positifs dédiés aux sols K et N (Figure 58b, T^+_K , T^+_N) sont respectivement de 3380 et 5200 $\mu S.cm^{-1}$ à la première injection (I7, phase d'amendement) de l'eau de pluie de conductivité ($13 \pm 2 \mu S.cm^{-1}$). Cette différence de conductivité entre les deux sols est due aux différents temps de contact entre la solution d'injection et le digestat. Ce temps de contact est plus faible sur colonne de sol K d'où la faible conductivité. Les taux de rétention des composés minéraux sont respectivement de 16 et 67 % en colonnes tests des sols

K et N comparativement aux témoins positifs à la première injection en phase d'amendement (I7). Le faible taux de rétention de ces composés minéraux par la colonne de sol K est dû à sa forte teneur en sables (83 %). A partir de la cinquième injection de la phase d'amendement (I11), les conductivités des percolats des colonnes des sols tests semblent être de même ordre de grandeur quel que soit le sol ou le temps de contact entre l'éluant et le digestat.

▪ Evaluation de la valeur fertilisante des digestats

Les derniers percolats des colonnes de sols durant la phase de stabilisation se composaient essentiellement de 70 % de nitrites et de 30 % de nitrates (Figure 55b₁- I5, I6). Durant la phase d'amendement, une remobilisation de l'azote organique et de l'ammonium est observée dans la première moitié des percolats recueillis alors que les dernières phases, sont caractérisées que de nitrates à plus de 95 % (Figure 59 a₁). Les masses relarguées à chaque injection durant la phase d'amendement sont < 1 mg d'azote (Figure 59 a₂). Les témoins positifs pour sols N mobilisent majoritairement de l'ammonium (94 ± 3 %) et des nitrates (1,5 à 6,5 %) alors que sur témoins positifs pour sols K, la mobilisation est principalement constituée des fractions d'azote organique (73,2 à 21 %) et d'ammonium (12 à 76 %) (Figure 59 b₁). L'absence de l'azote organique dans les percolats des témoins positifs pour sols N contrairement aux témoins positifs pour sols K s'expliquerait par le plus grand temps de contact (4 jours) entre le digestat et la solution d'injection favorisant la conversion de l'azote organique en ammonium dans la phase liquide. Cependant, sur témoin positif pour sol K, le faible temps de contact (3h) entre le digestat et la solution d'injection ne permet pas une conversion complète de l'azote organique mobilisé en ammonium. Les teneurs en nitrites et nitrates sont très faibles sur les percolats des colonnes à digestats comme le souligne Zeng et al. (2012) sur l'étude des composts. Sur les témoins positifs pour sols N et K, des pics de mobilisation sont observés (Figure 59 b₂). Ces pics dénotent que la solubilisation de l'azote organique des digestats ne résulterait pas seulement d'un lessivage mais aussi d'un bio-lessivage engendré par la flore microbienne. Ces pics de mobilisation s'expliquent par une première mobilisation de l'azote par les composés facilement biodégradables suivi de ceux qui sont moyennement biodégradables et enfin de ceux qui sont difficilement biodégradables (Zeng et al., 2012).

Qualitativement (Figure 59 c₁), les colonnes tests du sol N mobilisent 15 à 30 % d'azote organique dans les quatre premiers percolats recueillis alors que leurs témoins positifs révèlent l'absence d'azote organique dans leur percolat (Figure 59 b₂). De ce fait, les percolats des colonnes tests du sol N ne devraient pas contenir de l'azote organique. L'ammonium constitue

la fraction la plus mobilisée (30 à 55 %) alors que les nitrates ne représentent que 10 à 25 % dans les quatre premiers percolats. Cela montre que le processus de nitrification peine à se déclencher dans les colonnes tests du sol N. Les deux derniers percolats contiennent que les nitrates ($43 \pm 1 \%$) et les nitrites ($56 \pm 1 \%$) montrant ainsi un enclenchement très tardif du processus de nitrification. En revanche, les percolats des colonnes tests du sol K, sont majoritairement composés de nitrates (40 à 90 %) sauf le dernier percolat qui contient environ 95 % d'ammonium.

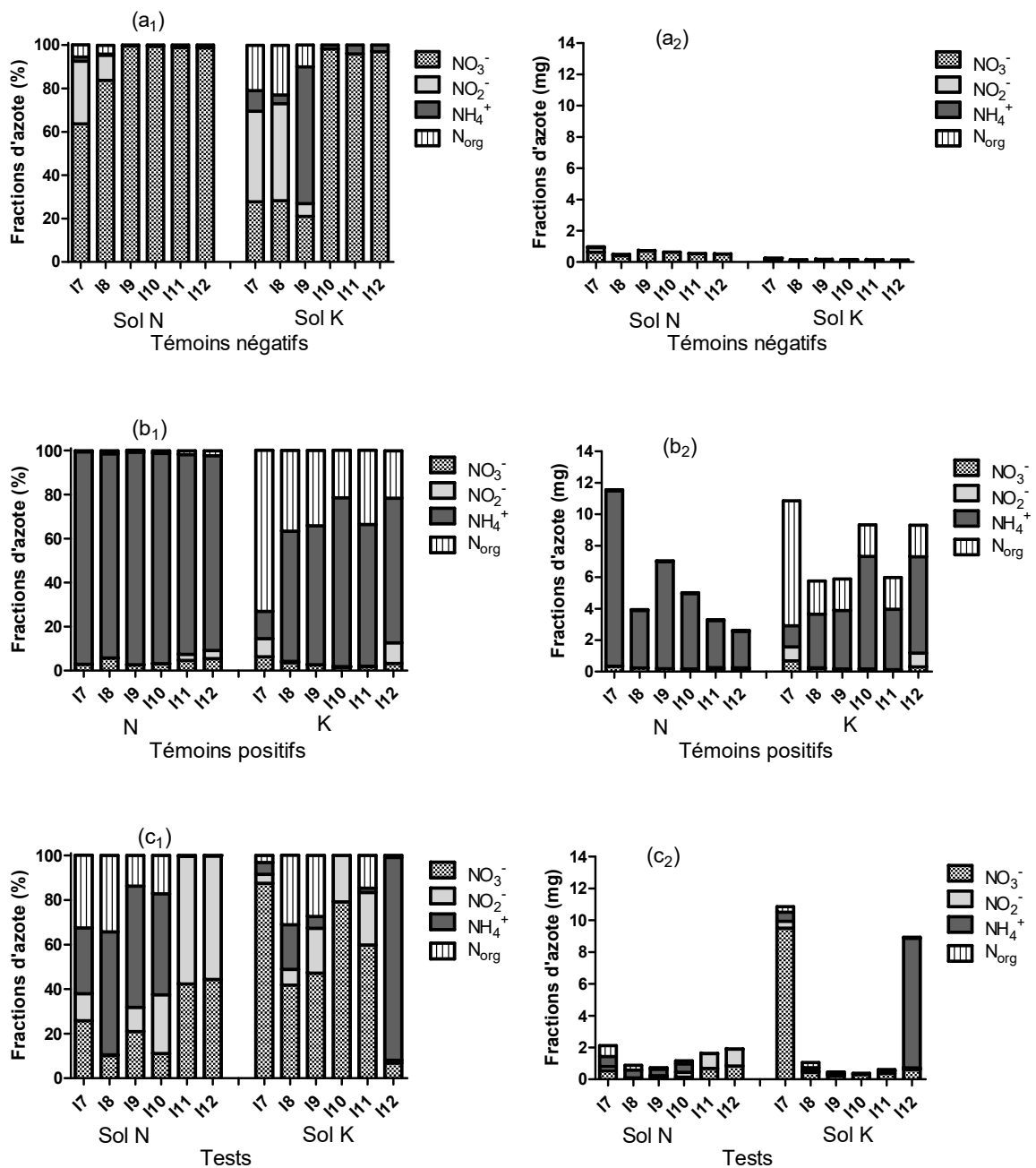


Figure 59: Evolutions qualitative (a₁, b₁, c₁) et quantitative (a₂, b₂, c₂) des composés azotés sur sols témoins négatifs, témoins positifs (digestats) et sols tests

La mobilisation de l'azote organique par les colonnes tests du sol N serait due à une lixiviation importante de la biomasse microbienne ou à une immobilisation de $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$ et son détournement vers la synthèse de l'azote organique (Zeng *et al.*, 2012 ; Meng *et al.*, 2016). Très généralement, l'immobilisation n'a pas lieu, et ainsi, à pH compris entre 8,4 et 9,0, le NH_4^+ est transformé en nitrates via la nitrification (Zeng *et al.*, 2013) tel que notifié sur les colonnes tests du sol K. Le sol N dans son état présentait un déficit en azote (ratio C/N = 21) et une activité biologique ralentie confirmée lors des tests de mise à l'équilibre des colonnes de sol. Ainsi, l'immobilisation de $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$ pourrait éventuellement être due à l'absence d'une biomasse suffisante pour assurer la nitrification.

Les masses d'azote mobilisé par les digestats (colonnes témoins positifs) sont importantes comparativement aux masses d'azote en sortie des colonnes tests. Ceci dénote d'une bonne rétention des molécules d'azote par les sols. Ainsi, l'évaluation des niveaux d'adsorption montre qu'en sol N, l'adsorption de l'azote total diminue au fil du temps en passant de 90 à 25 % alors qu'elle est de 90 ± 6 % en sol K sauf lors des première et dernière injections qui ont présenté de très faibles taux d'adsorption, respectivement 0 et 4 % (Figure 59 c₂). Cependant les moyennes générales d'adsorption de l'azote total sur les deux sols durant toute la phase d'amendement sont identiques (64 ± 4 %). Les diminutions des niveaux d'adsorption au fil du temps s'expliquent par la saturation de la phase solide.

▪ **Evaluation de la valeur amendant des digestats**

Le carbone organique relargué durant la phase de stabilisation est beaucoup plus important en sol N qu'en sol K (Tableau XLIII).

Tableau XLIII: Niveau d'adsorption net du C_{org} solubilisée

| | Sol K | Sol N |
|--|---------------|-------------|
| Caractérisation du solide | | |
| C _{org} initiale (gC.kg ⁻¹) | 1,92±0,08 | 4,8±0,6 |
| Phase de stabilisation | | |
| C _{org} perdue (g) | 0,0052±0,0002 | 0,034±0,003 |
| C _{org} résiduel (gC.kg ⁻¹) | 1,90 | 4,71 |
| Taux de diminution du C _{org} initiale | 1 % | 2,3 % |
| Phase d'amendement | | |
| Apport C _{org} (g) | 6,8 | 6,8 |
| C _{org} atteint (gC.kg ⁻¹) | 24 | 26,8 |
| C _{org} solubilisé (g) | 0,065 | 0,088 |
| Niveau d'adsorption du C _{org} solubilisé | 33 % | 61 % |

La phase d'amendement est réalisée sur les sols de Kara et Nawarè de concentrations respectives de 1,9 et 4,71 gC.kg⁻¹ de sol. 6,8 g de carbone organique de digestat déterminé sur la base du bilan humique sont amendés sur les colonnes de sols afin de porter leur contenu total en carbone à 25 gC.kg⁻¹ de sol, valeur minimale souhaitée et recommandée par la chambre d'agriculture régionale de la Haute Vienne (France) pour les sols à vocation agricole. L'apport favorise la bonne croissance des végétaux et ne présente pas d'effet inhibiteur attesté par les tests de germination.

Les taux de solubilisation du C_{org} apporté ont été respectivement de 1 et 1,3 %. En dépit de sa teneur élevée en C_{org}, le sol N demeure encore apte à adsorber davantage de C_{org} comparativement au sol K. Le sol N a adsorbé 61 % de C_{org} mobilisé, deux fois plus important que le sol K. Ce niveau élevé d'adsorption serait conséquemment dû au pourcentage élevé en limons présenté par ce sol. Ainsi, le niveau d'adsorption d'un sol serait fonction de sa teneur en argiles et limons plutôt que de sa teneur initiale en matière organique.

Qualitativement, le taux de rétention de la fraction AH*+HPO* est quasi-identique sur sols de Kara (77,5 %) et sur sols de Nawarè (76 %) (Tableau XLIV). La fraction AH* est la plus retenue, probablement à cause de sa conformation plus apte à intervenir dans la formation du complexe argilo-humique. La fraction HPO* est plus retenue que la fraction HPI* et cela pourrait être attribué à l'affinité de la fraction HPI* avec l'eau réduisant son adsorption.

Tableau XLIV: Evaluation des niveaux d'adsorption des fractions de carbone par les sols agricoles

| | C _{org} | AH* | HPO* | TPH* | HPI* |
|-------|-------------------|-------|------|------|------|
| Sol K | Apport (mg) | 3,6 | 36,2 | 7,2 | 25,0 |
| | Adsorbé (mg) | 3,6 | 20,1 | 0 | 7,8 |
| | Taux d'adsorption | 100 % | 55 % | 0 % | 31 % |
| Sol N | Apport (mg) | 14,1 | 45,5 | 6,0 | 21,3 |
| | Adsorbé (mg) | 11,1 | 33,0 | 1,5 | 8,1 |
| | Taux d'adsorption | 79 % | 73 % | 25 % | 38 % |

Le SUVA (Figure 60a) des percolats des témoins positifs constitués seulement du digestat suit une évolution sinusoïdale avec pour valeurs extrêmes 9 et 50 g.L⁻¹.cm⁻¹. Le faible SUVA de l'ordre de 9 g.L⁻¹.cm⁻¹ obtenu sur les premiers percolats montre que le digestat a mobilisé que des molécules à caractère aromatique moins marqué et correspondraient aux molécules de types HPI*. L'augmentation du SUVA sur le second percolat implique une mobilisation de molécules

plus humifiées. Les derniers percolats recueillis présentent un SUVA compris entre 20 et 30 $\text{g.L}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ (Figure 60a, I12). En dépit de cette évolution en dent de scie du SUVA des témoins positifs, la tendance est à l'augmentation et correspond aux nombreuses conclusions s'accordant que les molécules plus humifiées des déchets ne sont mobilisées que lors des dernières phases de lixiviation. Sur les percolats issus des colonnes tests, le SUVA suit une évolution linéaire et croissante passant de 9 à 30 $\text{g.L}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ (Figure 60b). Hormis le SUVA du premier percolât, le SUVA moyen des percolats des colonnes tests est de $23 \pm 4 \text{ g.L}^{-1}.\text{cm}^{-1}$. Par comparaison aux valeurs pics des témoins positifs, on peut conclure que le sol retiendrait plus de molécules plus humifiées. Cela corrobore avec les forts taux d'adsorptions des fractions AH* et HPO*

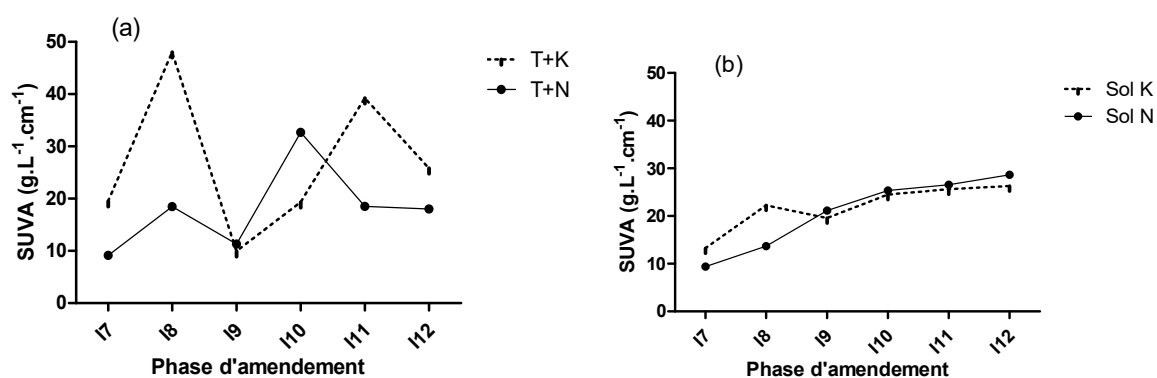


Figure 60: Evolution du SUVA des percolats des colonnes à digestat et des colonnes de sols amendés

Conclusion partielle Partie III.6

Les digestats de pH neutre sous l'influence des précipitations mobilisent une phase liquide de pH basique. Cette phase liquide se compose principalement de 21 à 97 % d'ammonium, de 0 à 75 % d'azote organique et des fractions de carbone organique majoritairement composées de 50 à 60 % de fractions hydrophobes et 25 à 35 % de fractions hydrophiles. L'apport de ce type de digestat sur des sols agricoles sableux de pH également neutre, entraîne un taux de rétention de plus de la moitié d'azote et de 30 à 70 % du carbone organique. Les fractions de carbone les plus retenues sont les fractions humique et hydrophobe à des taux d'adsorption supérieurs à 50 %. Les produits organiques à apporter sur les sols agricoles devraient donc contenir en proportions importantes ces derniers composés.

CONCLUSION GENERALE

Le présent travail a pour vocation de contribuer à la compréhension des mécanismes qui gouvernent l'environnement réactionnel de digestion anaérobie et l'évaluation de l'effet des résidus de digestion anaérobie sur la matrice bio-physico-chimique des sols à vocation agricole. Le but de cette étude est de vulgariser la filière de digestion anaérobie et de promouvoir l'utilisation des digestats en agriculture.

La démarche méthodologique, est menée en conditions contrôlées à l'échelle de laboratoire de façon la plus reproductible et le plus proche des conditions naturelles puis complétée par une approche à l'échelle de terrain. Le développement et la mise en œuvre des tests de lixiviation par renouvellement de solution et par rechargement de substrat, des tests de potentiel bio-méthane, des tests d'évaluation de l'inhibition de la germination et la croissance, et des tests de percolation en colonne ont constitué le socle d'outils grâce auxquels le procédé de digestion anaérobie a été progressivement examiné pour la valorisation énergétique des substrats et la proposition des voies de valorisation durable des sous-produits de digestion anaérobie que sont le biogaz et les digestats. L'étude a porté essentiellement sur les déchets d'élevage (bouses de vache de pH basique et déchets d'abattoir de pH neutre) et les déchets d'ananas de pH acide. Cette étude a permis de réaliser une caractérisation exhaustive des substrats pour une production en méthane suivi des levées d'inhibition pour les substrats présentant des contraintes à la digestion anaérobie et l'évaluation des interactions digestats- sols-végétaux.

Les premières caractérisations de la matrice solide permettent de mettre en exergue la possibilité de méthaniser les substrats d'élevage dans leur état, quel que soit leur déficit en éléments et la charge d'alimentation. En revanche, les substrats acides d'ananas produisent beaucoup plus de biogaz qui malheureusement semble ne contenir aucune trace de méthane. Cette contrainte a pu être surmontée grâce à la co-digestion des substrats d'ananas avec de faibles proportions de bouses de vache et de cendre. Une première approche a consisté à vérifier l'intérêt d'une telle co-digestion *via* un test rapide, le test de lixiviation par renouvellement de solution. Cela a permis de mettre en évidence une sur-mobilisation des AGV, et un maintien du pH et du potentiel redox à leurs valeurs optimales. Cette supplémentation est reconduite durant un test de lixiviation par rechargement amélioré, pour simuler une digestion sur site. Les fractions hydrophiles HPI* inhibiteurs de la production de méthane ont majoritairement disparu du milieu de digestion au profit des fractions plus hydrophobes TPH*, précurseurs de la production du méthane. Le biogaz ainsi produit présentait 87 % de méthane. Ces résultats ont ainsi éprouvé une mise en situation opérationnelle à l'échelle de terrain par la construction d'unités de méthanisation pour la digestion anaérobie des substrats d'élevage et des substrats

d'ananas grâce à un projet co-financé par l'UE, le FFEM et l'Etat Togolais. De ce fait le procédé de digestion « Puxin », en raison des caractéristiques d'installations aisées et des fortes pressions hydraulique, est retenu pour la digestion des substrats d'élevage. Cela a permis ainsi de produire du biogaz pour une consommation interne, puis de procéder à des optimisations structurelle et fonctionnelle de la technologie afin de l'adapter à la précarité des conditions des PED. La digestion anaérobie *in situ* des substrats d'ananas devrait être mise en place dans un futur proche.

Grâce à une étude comparative d'évaluation de la toxicité de différents digestats (digestats bruts et digestats co-compostés), il a été démontré que l'apport des digestats bruts en fortes concentrations sur sols sans MO (sable) était sujet à une élévation de température. Associé au potentiel redox négatif des digestats, un retard de la germination des semences de *Zea mays* et une réduction du taux de germination ont été relevés. La croissance en hauteur des plants et les masses des plants ont été améliorées contrairement à la masse et la longueur des racines qui subissent une altération à de fortes doses en digestats. De ce fait, les faibles doses d'amendement ($\leq 25 \text{ g.kg}^{-1}$) doivent être privilégiées pour une réduction de la pollution des sols, des eaux souterraines, l'inhibition du développement des plants et l'économie des digestats. Sur sols agricoles à MO naturelle, l'apport des digestats bruts ne présente pas d'effet négatif sur la germination des semences et le taux de germination. Au contraire, elle augmente véritablement la croissance des plants de *Zea mays*. Aucune corrélation n'a été établie entre les croissances des plants et la dose de digestat. Ainsi, l'hypothèse d'une immobilisation des éléments toxiques des digestats par la matrice organique naturelle du sol a été émise. Enfin, sur les sols agricoles préalablement amendés de substrats animaux ou d'engrais chimiques, l'efficacité des digestats est masquée. Des indices ont été développés pour élucider la toxicité des digestats et distinguer un milieu riche et pauvre en MO.

Des 15 sols prélevés dans la région de la Kara, aucun ne présentait une teneur en MO convenable, alors que la région est caractéristique d'une population vivant essentiellement des activités agricoles. Ainsi, l'étude des interactions digestats-végétaux, est complétée par une simulation d'amendement d'un sol en colonne en vue d'appréhender les interactions digestats-sols. Deux sols n'ayant pas été exploités sur au moins 5 ans sont sélectionnés en vue d'examiner l'effet de la MO des digestats sur celle des sols et l'aptitude du sol à s'enrichir. La compréhension des mécanismes qui ont lieu permettrait de mieux prédire l'influence des digestats sur des sols agricoles régulièrement exploités. Le digestat apporté au sol a mobilisé une phase liquide de pH basique, des composés azotés constitués essentiellement d'ammonium

et d'azote organique et des fractions de carbone organique majoritairement composées de fractions hydrophobe (HPO*) et hydrophile (HPI*). Son apport sur sol a entraîné une élévation du pH de la solution du sol, une forte adsorption des molécules de carbone et d'azote. Les fractions de carbone les plus retenues ont été les fractions humique (AH*) et hydrophobe (HPO*). Cependant, sur sol à forte activité biologique, l'ammonium et l'azote organique non retenus par le sol étaient majoritairement convertis en nitrates. En revanche, sur sol à activité biologique ralentie, une immobilisation de l'ammonium par la biomasse accompagnée d'une lixiviation importante d'azote organique est observée.

Les résultats obtenus dans la présente étude constituent une base de données pour une meilleure compréhension des phénomènes bio-physico-chimiques mis en jeu lors du processus de digestion anaérobie des substrats, puis l'intérêt et les limites d'un apport de digestat sur sols. L'installation des réacteurs Puxin *in situ* pour la digestion anaérobie des déchets d'élevage ont permis de démontrer l'intégration de ce procédé rustique aux conditions locales de mise en œuvre. L'énergie produite présente l'avantage d'être utilisée à des fins d'équarrissage ; les digestats ont présenté un potentiel de valorisation agronomique très favorable à la croissance des végétaux faisant du procédé de digestion anaérobie, une filière durable de valorisations énergétique et matière des déchets. Une étude de faisabilité de l'implantation des réacteurs à travers l'échelle nationale a été faite suite à cette étude afin de transformer les déchets organiques en énergie et en fertilisants. Le Plan National de Développement conçu pour 2018-2022 et adopté par le gouvernement en Août 2018 a donc intégré cette approche de digestion anaérobie dans son axe stratégique N°2.

De nombreuses perspectives potentiellement intéressantes et enrichissantes se dessinent, notamment au sujet de la digestion des substrats d'ananas sur site, l'étude plus fine de la phytotoxicité des digestats et l'extension du travail de recherche sur les interactions sols-digestats en sols agricoles régulièrement exploités. Les objectifs initialement fixés semblent être atteints au regard des résultats présentés dans ce document.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A-B-C

- Abderezzak B., Khelidj B., Kellaci A., Abbes M. T. (2012). The smart use of biogas-decision support tool. Conference on power and energy systems, AASRI Procedia; 2:156-162.
- Abdullahi Y.A., Akunna J.C., White N.A., Hallett P.D., Wheatley R. (2008). 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, 8631-8636.
- ADEA (2015). L'énergie en Afrique à l'horizon 2050. 160p.
- ADEME (1999). La composition des ordures ménagères en France (données et références). Paris, 60 p.
- ADEME/RITMO (2011). Qualité agronomique et sanitaire des digestats.
- Agdag O. N., Sponza D. T. (2007). Co-digestion of mixed industrial sludge with municipal solid wastes in anaerobic simulated landfilling bioreactors. *Journal of Hazardous Materials*, 140(1-2), 75-85.
- AGRINOVA (2013). Valorisation agronomique des digestats de méthanisation. *Recherche documentaires* ; 23p.
- Aguilar A., Casas C., Lema J.M. (1995). Degradation of volatile fatty acids by differently enriched methanogenic cultures: Kinetics and inhibition. *Water Research*; 29(2), 505-509.
- Akindede, A.A., Sartaj, M. (2017). The toxicity effects of ammonia on anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste. *Waste Management*.
- Alburquerque J.A., de la Fuente C., Bernal M.P., 2012a. Chemical properties of anaerobic digestates affecting C and N dynamics in amended soils. *Agr. Ecosyst. Environ.* ; 160, 15-22.
- Alqaralleh R. M. (2012). Effect of alkaline pretreatment on anaerobic digestion of organic fraction of municipal solid waste. University of Ottawa; *Master Thesis*.
- Al Seadi T. ... (2008). Biogas HANDBOOK. In University of Southern Denmark Esbjerg, Stegmann. San Diego, Academic Press.
- Alexander R. (2012). Digestate utilization. In the US: Farmers wet and dry anaerobic digestion. Proceedings Venice 2010, Third International Symposium on Energy from Biomass and Waste Venice, Italy, 8-11 November. 10 p.
- Alvarenga P., Mourinha C., Farto M., Santos T., Palma P., Sengo J., Morais M.C., Cunha-Queda C. (2015). Sewage sludge, compost and other representative organic wastes as agricultural soil amendments: benefits versus limiting factors. *Waste Manag.* ; 40, 44-52.
- Alvarez R., Lavado R.S. (1998). Climate, organic matter and clay content relationship in the Pampa and Chaco soils. *Argentina. Geoderma*. 83, 127 - 141.
- Angelidaki, Alves M., Bolzonella D., Borzacconi L., Campos J. L., Guwi A. J., Kalyuzhnyi S., Jenicek P., van Lier J. B. (2009). Defining the biomethane potential (BMP) of solid organic wastes and energy crops: a proposed protocol for batch assays. *Water. Sci. Technol.* ; 59: 927-934.
- Arthur R., Baidoo M.F., Antwi E. (2011). Biogas as a potential renewable energy source: a Ghanaian case study. *Renew Energy*; 36, 1510–1516.
- Asadu C.L.A., Chibuike. G.U. (2015). Contributions of organic matter, clay and silt to the effective CEC of soils of different land use history. *Adv. in Nat. Appl. Sci.*; 9(8), 110-115.

- Aubry C. (2010). Qualité du biométhane pour l'injection dans le réseau de distribution. *Colloque traitements du biogaz*. ATEE Paris, 12 et 13 octobre.
- Babel S., Fukushi K., Sitanrassamee B. (2004). Effect of acid speciation on solid waste liquefaction in an anaerobic acid digester. *Water Research*; 38, 2417–2423.
- Baccot C. (2016). Etude du potentiel de valorisation énergétique et matière de composés organiques extraits de lixiviats de déchets ménagers. *Thèse de l'université de Limoges* ; 326p.
- Baccot, C., Pallier, V., Feuillade-Cathalifaud, G. (2017). Biochemical methane potential of fractions of organic matter extracted from a municipal solid waste leachate: Impact of their hydrophobic character. *Waste Management, Special Thematic Issue: Sanitary Landfilling* ; 63, 257–266.
- Bae J., Benoit D.L., Watson A.K. (2016). Effect of heavy metals on seed germination and seedling growth of common ragweed and roadside ground cover legumes. *Environmental Pollution* ; 213, 112-118.
- Banks C.J., Chesshire M., Heaven S., Arnold R. (2011). Anaerobic digestion of source segregated domestic food waste: Performance assessment by mass and energy balance. *Bioresour. Technol.*; 102, 612-620.
- Bardiya N., Somayaji D., Khanna S. (1996). Biomethanation of banana peel and pineapple waste. *Bio. Tech.*; 58, 73-76.
- Barlaz M. A. (1990). Methane production from municipal refuse: a review of enhancement techniques and microbial dynamics. *Crit. Rev. Env. Control.* ; 19, 557-584.
- Bartolomk A. P., Rupbrez P., Fhster C. (1995). Pineapple fruit: morphological characteristics, chemical composition and sensory analysis of Red Spanish and Smooth Cayenne cultivars. *Food Chemistry*; 53, 75-79.
- Baucher M., Monties B., Montagu M.V., Boerjan W. (1998). Biosynthesis and Genetic Engineering of Lignin. *Critical Reviews in Plant Sciences*; 17, 125-197.
- Benmahioul, B., Daguin, F., Kaid-Harche, M. (2009). Effet du stress salin sur la germination et la croissance in vitro du pistachier (*Pistacia vera* L.) C. R. *Biologies* ; 332, 752–758
- Bergström L. (2000). Leaching of agrochemicals in field lysimeters - a method to test mobility of chemicals in soil. In: Cornejo J., Jamet P., Lobnik F. (Editeurs), *Pesticide/Soil Interactions: Some Current Research Methods*. INRA, Paris, 479p.
- Bernal M.P., Albuquerque J.A., Moral R. (2009). Composting of animal manures and chemical criteria for compost maturity assessment. A review. *Bioresour Technol.*; 100(22), 5444-5453.
- Bernal M.P., Navarro M.A., Sanchez-Monedero M.A., Roig A., Cegarra J. (1998). Influence of sewage sludge compost stability and maturity on carbon and nitrogen mineralization in soil." *Biochem. Soil Biol.*; 30(3), 305-313.
- Bernet N., Buffière, P. (2008). Caractérisation de la mise en œuvre de la méthanisation. La méthanisation. R. Moletta, *Lavoisier TEC DOC*.
- Berthe C., Redon E., Feuillade G. (2008). Fractionation of the organic matter contained in leachate resulting from two modes of landfilling: An indicator of waste degradation. *Journal of Hazardous Materials*; 154, 262-271.
- Binner E., Zach A. (1993). Biological Reactivity of Residual Wastes in dependence on the duration of Pretreatment. In: The 3rd Swedish Landfill Symposium, Lulea, Sweden, 21 p.

- Bischofsberger W., Dichtl N., Rosenwinkel K. H., Seyfried C. F., Böhnke B. (2005). *Anaerobtechnik*. Springer, Berlin, Germany.
- Boluda R., Roca-Pérez L., Marimón L. (2011). Soil plate bioassay: An effective method to determine ecotoxicological risks. *Chemosphere*; 84 (1), 1–8.
- Bond T., Templeton M.R. (2011). History and future of domestic biogas plants in the developing world. *Energy Sustain. Dev.*; 15, 347–354.
- Brady N.C., Weil R.R. (2010). Elements of the nature and properties of soils. Pearson Education International, New Jersey
- Buffière P., Carrère M., Lemaire O., Vasquez J. (2007). Guide méthodologique pour l'exploitation d'unités de méthanisation de déchets solides. *Projet Methapi-Expertise*; 40p.
- Buivid M., Wise D., Blanchet M. (1981). Fuel gas enhancement by controlled landfilling of municipal solid waste. *Resource Recovery and Conservation*; 6(1), 3-20.
- Bustamante M. A., Alburquerque J. A., Restrepo A. P., de la Fuente C., Paredes C., Moral R., Bernal M. P. (2012). Co-composting of the solid fraction of anaerobic digestates, to obtain added-value materials for use in agriculture. *Biomass Bioenergy* ; 43, 26–35.
- Caceres R., Malinska K., Marfà O. (2018). Nitrification within composting: A review. *Waste Management*; 72, 119–137.
- Campanella L., Tomassetti M. (1990). Thermogravimetric and IR analysis of different extracts of humic substances. *Thermochimica Acta* ; 170, 67-80.
- Carrère H., Rafrafi Y., Battimelli A., Torrijos M., Delgenès J. P., Ruyschaert G. (2010). Methane potential of waste activated sludge and fatty residues: Impact of codigestion and alkaline pretreatments. *Open Environ. Eng. J.*, 3, 71-76.
- Carrère H., Dumas C., Battimelli A., Batstone D.J., Delgenès J.P., Steyer J.P., Ferrer I. (2010). Pretreatment methods to improve sludge anaerobic degradability: a review. *J. Hazardous Mater.*; 183, 1–15.
- Chae J., Jang A., Yim S. K., Kim S. (2008). The effects of digestion temperature and temperature shock on the biogas yields from the mesophilic anaerobic digestion of swine manure. *Bioresour. Technol.* ; 99, 1-6.
- Chanakya H. N. (2009). La gestion des déchets dans un pays émergent: l'Inde In: MOLETTA R. Les traitements des déchets ; pp. 660-677.
- Chanakya H. N., Bhogle S., Arun R. S. (2005). Field experience with leaf litter-based biogas plants. *Energy for Sustainable Development*; 9(2), 49-62.
- Chanakya H. N., Ramachandra T. V., Guruprasad M., Dévi V. (2007). Micro-treatment options for components of organic fraction of MSW in residential areas. 135(1-3), 129-39.
- Chanakya H. N., Sharma I., Ramachandra T. V. (2009). Micro-scale anaerobic digestion of point source components of organic fraction of municipal solid waste. *Waste Management*; 29 (4), 1306–1312.
- Chandra R., Vijay V.K., Subbarao P.M.V., Khura T.K. (2012). Production of methane from anaerobic digestion of jatropha and pongamia oil cakes. *Applied Energy*; 93,148–159.
- Chantigny M. H., Angers D. A., Belanger G., Rochette P., Eriksen-Hamel N., Bittman S., Buckley K., Massé D., Gasser M. O. (2008). Yield and nutrient export of grain corn fertilized with raw and treated liquid swine manure. *Agronomy Journal*; 100 (5), 1303-1309.

- Chapuis R. P., Masse I., Madinier B., Aubertin M. (2006). Essai de drainage en colonne pour obtenir les propriétés non saturées de matériaux grossiers. *Sea to Sky Geotechnique*, 905-912.
- Chefetz B., Hatcher P.G., Hadar Y., Chen Y. (1998). Characterization of dissolved organic matter extracted from composted municipal solid waste. *Soil Sci. Soc. Am. J.*; 62, 326-332.
- Chen L., Zhao L., Ren C., Wang F. (2012). The progress and prospects of rural biogas production in China. *Energy Policy*; 51, 58–63.
- Chen Y. R., Hashimoto A. G. (1978). *Biotechnology & Bioengineering*, Symposium; 8, 269-282.
- Chen Y., Yang G., Sweeney S., Feng Y. (2010). Household biogas use in rural China: a study of opportunities and constraints. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*; 14 (1), 545–549.
- Cheng S., Li Z., Mang H-P., Huba E-M., Gao R., Wang X. (2014). Development and application of prefabricated biogas digesters in developing countries. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*; 34, 387–400.
- Chian E.S., De Walle F.B. (1976). Sanitary landfill leachates and their treatment. *ASCE J Environ Eng Div.*; 2(2), 411-431.
- Christensen T.H., Kjeldsen P. (1989). Basic Biochemical Processes in Landfills Sanitary. In: Landfilling - Process, Technology, and Environmental Impact. Christensen, Cossu and Niels Bohrs Vej 9-10. DK-6700 Esbjerg, Denmark.
- Cu T. T. T., Nguyen T. X., Triolo J. M., Pedersen L., Le V. D., Le P. D., Sommer S. G. (2015). Biogas Production from Vietnamese Animal Manure, Plant Residues and Organic Waste: Influence of Biomass Composition on Methane Yield. *Asian Australas. J. Anim. Sci.*, 28, 280-289.

D-E-F

- D. Lgs. n.75 (2010). Riordino e revisione della disciplina in materia di fertilizzanti, anorma dell'articolo 13 della legge 7 luglio 2009, n. 88. *Gazzetta Ufficiale* n. 121 del 26 maggio; 2010.
- de La Farge B. (1995). *Le biogaz : procédés de fermentation méthanique*. Paris, Masson, 237p. (Collection Ingénierie de l'environnement).
- de la Rubia M. A., Fernandez-Cegri V., Raposo F., Borja R. (2011). Influence of particle size and chemical composition on the performance and kinetics of anaerobic digestion process of sunflower oil cake in batch mode. *Biochem. Eng. J.*; 58-59, 162-167.
- Del Borghi M., Converti A., Palazzi E. (1999). Hydrolysis and thermophilic anaerobic digestion of sewage sludge and organic fraction of municipal solid waste. *Bioprocess Eng.*; 20, 553-560.
- Demeyer A., Jacob F., Jay M., Menguy G., Perrier J. (1981). *La fermentation méthanique. La conversion bioénergétique du rayonnement solaire et les biotechnologies*. Paris, *Technique et Documentation* ; 213-249.
- Deng B., Yang K., Zhang Y., Li Z. (2016). Can heavy metal pollution defend seed germination against heat stress? Effect of heavy metals (Cu²⁺, Cd²⁺ and Hg²⁺) on maize seed germination under high temperature. *Environmental Pollution*; 216, 46-52.
- Deschênes L., Chassé R., Giroux M., Bastien C., Jean L., Bécaert V., Martineau D., Côté G. G. (2006). Développement d'une méthode d'évaluation de la mobilité et de la biodisponibilité des éléments traces métalliques d'un sol. *PARDE*, 147p + annexes

- Deublein D., Steinhauser A. (2008). Biogas from waste and renewable sources: an introduction. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Dietzel K. A., Ketterings Q. M., Rao R. (2009). Predictors of lime needs for pH and aluminum management of New York agricultural soils. *Soil Sci Soc Am J*; 73:443–448
- Dinel H., Schnitzer M., Dumontet S. (1996). Compost maturity: Extractable lipids as indicators of organic matter stability. *Compost Science & Utilization*; 4(2), 6-12.
- Dong Y., Zheng Y., Zhang R. H. (2009). Alkali pretreatment of rice straw for increasing the biodegradability. Reno, Nevada: *American Society of Agricultural and Biological Engineers*; ASABE paper number: 095685.
- Eggen T., Vethe Ø. (2001). Stability indexes for different composts. *Compost Science & Utilization*; 9 (1): 19 - 26.
- Eghball B., Power J.F., Gilley J.E., Doran J.W. (1997). Nutrient, Carbon, and Mass Loss during Composting of Beef Cattle Feedlot Manure. *Waste Management*.
- Ehrig H. J. (1983). Quality and quantity of sanitary landfill leachate. *Waste Management & Research*; 1(1), 53-68.
- El-Mashad H. M., Zhang R. (2010). Biogas production from co-digestion of dairy manure and food waste. *Bioresource Technology*; 101(11), 4021–4028.
- Esposito G., Frunzo L., Panico A., Pirozzi F. (2011). Modelling the effect of the OLR and OFMSW particle size on the performances of an anaerobic co-digestion reactor. *Process Biochem.*; 46(2), 557-565.
- Fan L. T., Gharpuray M. M., Lee Y-H. (1987). Cellulose hydrolysis. In: *Biotechnology monographs*. Berlin: Springer; p. 57.
- FAOSTAT (2018). Food And Agriculture Organization Of The United Nations, <http://faostat.fao.org>.
- Farooq M., Basra S., Ahmad N., Hafeez K. (2005). Thermal hardening: a new seed vigor enhancement tool in rice. *J. Integr. Plant Biol.* 47, 187-193.
- Farquhar G., Rovers F. (1973). Gas production during refuse decomposition. *Water, Air, and Soil Pollution*; 2(4), 483-495.
- Fernández-Torquemada Y., Sánchez-Lizaso J.L. (2013). Effects of salinity on seed germination and early seedling growth of the Mediterranean sea grass *Posidonia oceanica* (L.) Delile. *Estuar. Coast. Shelf Sci.*; 119, 64–70.
- Feuillade G., Parodi A., Redon E. (2009). Relation between organic matter properties in leachate and biogas production from MSW landfilling. In *Proceedings Sardinia, 12th International Waste Management and Landfill Symposium*, Cagliari, Italy.
- Florentino H. D. O. (2003). Mathematical tool to size rural digesters. *Scientia Agricola*, 60, (1):185-190.
- FNR – Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V. (2009). *Biogas- Messprogramm II – 61 Biogasanlagen im Vergleich*, Gülzow, Germany, ISBN 978-3-9803927-8-5.
- Forster-Carneiro T., Pérez M., Romero L. I. (2008). Influence of total solid and inoculum contents on performance of anaerobic reactors treating food waste". *Bioresour. Technol.*, 99: 6994-7002.

François V., Feuillade G., Skhiri N., Lagier T., Matejka G. (2006). Indicating the parameters of the state of degradation of municipal solid waste. *J. Hazard. Mater.* 137 (2), 1008-1015.

Franke-Whittle I. H., Walter A., Ebner C., Insam H. (2014). Investigation into the effect of high concentrations of volatile fatty acids in anaerobic digestion on methanogenic communities. *Waste Manage.* 34, 2080–2089.

Fry L.J. (1974). Biology of digestion-practical building of methane power plants for rural energy independence. California: *Standard Printing*.

G-H-I

Gachet C. (2005). Evolution bio-physico-chimique des déchets enfouis au Centre de Stockage de Déchets Ultimes du SYDOM du Jura sous l'effet de la recirculation des lixiviats. *Thèse de doctorat*, INSA de Lyon.

Gagnon F., Ziadi N., Chnatigny M. H., Belanger G., Massé D. I. (2012). Biosolids from treated swine manure and papermill residues affect corn fertilizer value. *Agronomy Journal*; 102(22), 10248-10251.

Gaikwad R. V., Katti P. K. (2015). Biogas Compression and Bottling: A Solution to Energy Crises. *International Journal of Computer Applications*; (0975 – 8887).

Gaskin S., Soole K., Bentham R. (2008). Screening of Australian native grasses for rhizoremediation of aliphatic hydrocarbon-contaminated soil. *Int. J. Phytorem.*; 10, 378–389.

Gerardi M.H. (2003). The microbiology of anaerobic digesters, waste water microbiology series Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.

Giroux M., Chassé R., Deschênes L., Côté D. (2005). Étude sur les teneurs, la distribution et la mobilité du cuivre et du zinc dans un sol fertilisé à long terme avec des lisiers de porcs. *Agrosol*; 16 (1), 23-32.

Giroux M., Rompré M., Carrier D., Audesse P., Lemieux M. (1992). Caractérisation de la teneur en métaux lourds totaux et disponibles des sols du Québec. *Agrosol* ; 5 (2), 46-55.

Gunaseelan V.N. (2004). Biochemical methane of fruits and vegetable solid waste feedstocks. *Biomass and Bioenergy*; 26(4), 389-99.

Haling R.E., Yang Z., Shadwell N., Culvenor R.A., Stefanski A., Ryan M.H., Sandral G.A., Kidd D.R., Lambers H., Simpson R.J. (2016). Growth and root dry matter allocation by pasture legumes and a grass with contrasting external critical phosphorus requirements. *Plant Soil*; 407, 67–79.

Hansen T.L., Schmidt J.E., Angelidaki I., Marca E., Jansen J.L.C., Mosbæk H. (2004). Method for determination of methane potentials of solid organic waste. *Waste Management*; 24(4), 393–400.

He P.J. (2010). Anaerobic digestion: an intriguing long history in China. *Waste Management*; 30(4), 549–50.

He Y. F., Pang Y. Z., Li X. J., Liu Y. P., Li R. P., Zheng M. X. (2009). Investigation on the changes of main compositions and extractives of rice straw pretreated with sodium hydroxide for biogas production. *Energy Fuel*; 23, 2220-2224.

He Y., Pang Y., Liu Y., Li X., Wang K. (2008). Physicochemical characterization of rice straw pretreated with sodium hydroxide in the solid state for enhancing biogas production. *Energy Fuel*; 22, 2775-2781.

Heerenklage J., Stegmann R. (2001). Comparison of test systems for the determination of the gas potential from waste, In : T.H. Christensen, R. Cossu & R. Stegmann (Eds). Proceedings Sardinia 2001, eighth International Waste Management and Landfill Symposium, Cagliari, Italy, vol. I, p. 564-570, 2001

Husson O. (2013). Redox potential (Eh) and pH as drivers of soil/plant/microorganism systems: a transdisciplinary overview pointing to integrative opportunities for agronomy. *Plant and Soil*; 362(1–2), 389-417.

Ilyas S. Z. (2006). A case study to bottle the biogas in cylinders as source of power for rural industries development in Pakistan. *World Applied Sciences Journal*; 1 (2), 127-130.

Ishikawa S., Sakazaki Y., Eguchi Y., Suetomi R., Nakamura E. (2005). Identification of chemical substances in industrial wastes and their pyrolytic decomposition products. *Chemosphere*; 59, 1343-1353.

ISO 10390 (1994) - F: Qualité du sol - Détermination du pH

ISO 11265 (1994) - F : Qualité du sol - Détermination de la conductivité électrique spécifique

ISO 11734. Evaluation of the “ultimate” anaerobic biodegradability of organic compounds in digested sludge – method by measurement of biogas production; 1995.

ISO 11269-2, 2012. Soil Quality – Determination of the Effects of Pollutants on Soil Flora – Part 2: Effects of Contaminated Soil on the Emergence and Early Growth of Higher Plants.

ISO/DIS 14853 (1999). Determination of the ultimate anaerobic biodegradability of plastic materials in an aqueous system: Method by measurement of biogas production.

Izumi K., Okishio Y., Nagao N., Niwa C., Yamamoto S., Toda T. (2010). Effects of particle size on anaerobic digestion of food waste. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 64, 601–608.

J-K-L

Jabeen M., Zeshan Yousaf S., Haider M.R., Malik R.N. (2015). High-solids anaerobic codigestion of food waste and rice husk at different organic loading rates. *Int. Biodeterior. Biodegrad.* 102, 149–153.

Jee H. S., Mano T., Nishio N., Nagai S. (1988). Influence of redox potential on methanation of methanol by *Methanosarcina barkeri* in Eh-stat batch culture. *Journal of Fermentation Technology*; 66 (1), 123-126.

Juspin H., Praet E., Vassel J. L. (2002). Caractérisation des lixiviats des CET et modélisation de leur évolution. Proceedings of *International Symposium on Environmental Pollution Control and Waste Management*; pp.884-896.

Kapuinen P., Regina K. (2010). The effect of anaerobic digestion on fertilizing properties of pig slurry. In Proceedings of the 14th Ramiran International conference: Treatment and use of organic residues in agriculture: *Challenges and opportunities towards sustainable management*. Lisboa, Portugal, 12-15th september 2010.

Karim K., Hoffmann K., Klasson T., Al-Dahhan M. H. (2005). Anaerobic digestion of animal waste: Effect of mode of mixing. *Water Research*; 39: 3597–3606.

Kaur N., Erickson E.T., Ball S.A., Ryan H.M. (2017). A review of germination and early growth as a proxy for plant fitness under petrogenic contamination - knowledge gaps and recommendations. *Science of the Total Environment*; 603–604, 728–744

- Kim S. I., Hwang M. H., Jang N. J., Hyun S. H., Lee S.T. (2004). Effect of low pH on the activity of hydrogen utilizing methanogen in bio-hydrogen process. *International Journal of Hydrogen Energy*; 29, 1133 – 1140
- Kirchmann H., Lundvall A. (1993). Relationship between N immobilization and volatile fatty acids in soil after application of pig and cattle slurry. *Biol. Fertil. Soils*; 15, 161-164.
- Koledzi E. K. (2011). Valorisation des déchets solides urbains dans les quartiers de Lomé (Togo): approche méthodologique pour une production durable de compost. *Thèse de doctorat des Universités de Lomé et de Limoges*. 224p.
- Koledzi E. K., Aina M. P., Segbeaya K. N., Tcha-Thom M., Baba G., Agbebavi J. T. (2016). Waste degradation and leachate quality on composting platform: A case study in Lome, Togo. *Journal of Environmental Chemistry and Ecotoxicology*; 8(10): 89-95.
- Koshy L., Paris E. [et al.]. 2007. Bioreactivity of leachate from municipal solid waste landfills - assessment of toxicity. *Science of The Total Environment*, 384(1-3), 171-181.
- Kranner I., Colville L. (2011). Metals and seeds: biochemical and molecular implications and their significance for seed germination. *Environ. Exp. Bot.* 72, 93-105.
- Labanowski J., Feuillade G. (2011). Dissolved organic matter: Precautions for the study of hydrophilic substances using XAD resins. *Water Res* ; 45, 315-327.
- Labouyrie-Rouillier L. (1997). Extraction et caractérisation des matières organiques naturelles dissoutes d'eaux de surface: étude comparative des techniques de filtration membranaire et d'adsorption sur résines macro poreuses non ioniques. *Thèse de doctorat, Université de Poitiers*.
- Lacour J. (2012). Valorisation de la fraction organique de résidus agricoles et autres déchets assimilés à l'aide de traitements biologiques anaérobies. *Université de Lyon* ; 218p.
- Lamhamdi M., Bakrim A., Aarab A., Lafont R., Sayah F. (2011). Lead phytotoxicity on wheat (*Triticum aestivum* L.) seed germination and seedlings growth. *C. R. Biologies* ; 334, 118-126.
- Lamouroux M. (1969). Carte pédologique du Togo. Ed ORSTOM. 99p.
- Lawrence A. W., Mc Carty P. I. (1969). *Journal of Water Pollution*; 41, R1-R17.
- Le Bihan Y., Buelna G., Thibault L. (2013). Biomethanisation des résidus de table – Essais pilotes sous différentes conditions d'opération. *Vecteur Environnement* ; pp38-43.
- Lee D. H., Behera S. K., Kim J. W., Park H. S. (2009). Methane production potential of leachate generated from Korean food waste recycling facilities: a lab-scale study. *Waste Management*; 29(2):876–82.
- Lefevre I., Marchal G., Correal E., Zanuzzi A., Lutts S. (2009). Variation in response to heavy metals during vegetative growth in *Dorycnium pentaphyllum* Scop. *Plant Growth Regul.*; 59, 1-11.
- Lehtomäki A., Viinikainen T. A., Rintala J. A. (2008). Screening boreal energy crops and crop residues for methane biofuel production. *Biomass and Bioenergy*; 32(6):541–50.
- Lema J. M., Mendez R., Blazquez R. (1988). Characteristics of landfill leachates and alternatives for their treatment. *Review of Water, Air & Soil Pollution*; 40, 223-250.
- Li C., Feng S., Shao Y., Jiang L., Lu X., Hou X. (2007). Effects of arsenic on seed germination and physiological activities of wheat seedlings. *Journal of Environmental Sciences*; 19, 725-732.

- Lin C.Y., Chen C.C. (1999). Effect of heavy metals on the methanogenic UASB granule. *Water Research*; 33 (2), 409-416.
- Lin Y, Wang D, Wang L. (2010). Biological pretreatment enhances biogas production in the anaerobic digestion of pulp and paper sludge. *Waste Manag. Res.*; 28, 800-8110.
- Liu G., Zhang R., El-Mashad H. M., Dong R. (2009). Effect of feed to inoculum ratios on biogas yields of food and green wastes. *Bioresour. Technol.*, 100(21), 5103-5108.
- Liu H.W., Walter H.K., Vogt G.M., Vogt H.S., Holbein B.E. (2002). Steam pressure disruption of municipal solid waste enhances anaerobic digestion kinetics and biogas yield. *Biotechnology and Bioengineering*; 77(2), 121-130.
- Lopes W.S., Leite V.D., Prasad S. (2004). Influence of inoculum on performance of anaerobic reactors for treating municipal solid waste. *Bioresource Technology*; 94(3), 261-6.
- Loria E. R., Sawyer J.E., Barker D. W., Lundvall J. P., Lorimor J. C. (2007). Use of anaerobically digested swine manure as a nitrogen source in corn production. *Agronomy Journal* ; 99, 1119-1129.
- Lupton S. (2000). Introduction. Dans : Que faire des boues ? Une approche socio-économique du Club Environnement & Société. Paris. 68p.
- Lusk P. (1996). Methane Recovery from Animal Manures: The Current Opportunities Casebook. (NREL) N. R. E. L.

M-N-O

- Mahamat A. Y., Gourdon R., Leger P., Vermande P. (1989). Methane recovery by anaerobic digestion of cellulosic materials available in Sahel. *Biological Wastes*; 30(3):181-97.
- Mantovi P., Fabbri C., Soldano M., Piccininni S. (2010). Effects of solid/liquid separation on raw and digested slurries. Proceedings of the 14th Ramiran International conference: Treatment and use of organic residues in agriculture: *Challenges and opportunities towards sustainable management*. Lisboa, Portugal, 12-15th september 2010.
- Maraghni M., Gorai M., Neffati M. (2010). Seed germination at different temperatures and water stress levels, and seedling emergence from different depths of *Ziziphus lotus*. *South African Journal of Botany*; 76, 453-459.
- Marcato C. (2007). Origine, devenir et impact du cuivre et du zinc des lisiers porcins. Rôle de la digestion anaérobie. Thèse de doctorat, INSA de Toulouse.
- Mata-Alvarez J., Macé S., Llabrés P. (2000). Anaerobic digestion of organic solid wastes. An overview of research achievements and perspectives. *Bioresource Technology*; 74, 3-16.
- Maunuksela L., Herranen M., Torniainen M., 2012. Quality assessment of biogas plant end products by plant bioassays. *IJESD* 3, 305-310.
- MIEEN (2012). Energies 2050, rapport du Centre d'analyse stratégique pour le compte du Ministère de l'industrie, de l'énergie et de l'économie numérique, 392 p.
- Mital K.M. (1996). Biogas systems: principles and applications. New Delhi, India: New Age International (P) Limited.
- Moletta R. (2008b). Technologies de la méthanisation de la biomasse – Déchets ménagers et agricoles. In Moletta, R., La méthanisation (chap. 8, p. 181-204). Paris, *Éditions Tec & Doc*.
- Möller K., Müller T. (2012). Effects of anaerobic digestion on digestate nutrient availability and crop growth: A review. *Engineering in Life Sciences*; 12(3), 242-257.

- Monlau F., Barakat A., Steyer J. P., Carrere H. (2012). Comparison of seven types of thermochemical pretreatments on the structural features and anaerobic digestion of sunflower stalks. *Bioresour Technol.*; 102, 241-247.
- Mosier N., Wyman C., Dale B., Elander R., Lee Y.Y., Holtzapple M., Ladisch M. (2005). Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass. *Bioresource Technology*; 96, 673-686.
- Murphy J. D., MC Keogh E. (2004). Technical, economical, environmental analysis of biogas utilization. *Applied Energy*; 77, 407-427
- Nallamothu R. B., Teferra A., Rao B.V.A. (2013). Biogas purification, compression and bottling. *Global Journal of engineering, design and technology*; 2 (6), 34-38.
- Neves L., Oliveira R., Alves M. M. (2004). Influence of inoculum activity on the biomethanization of a kitchen waste under different waste/inoculum ratios. *Process Biochem.*; 39, 2019-2024.
- Neves L., Gonc, alo E., Oliveira R., Alves M. M. (2008). Influence of composition on the biomethanation potential of restaurant waste at mesophilic temperatures. *Waste Management*; 28(6):965–72.
- Neves L., Ribeiro R., Oliveira R., Alves M. M. (2006). Enhancement of methane production from barley waste. *Biomass and Bioenergy*; 30(6):599–603.
- Nzila C., Dewulf J., Spanjers H., Kiriamiti H., van Langenhove H. (2010). Biowaste energy potential in Kenya. *Renewable Energy*; 35(12):2698–704.
- NF EN 13039 (Décembre 2011). Amendements du sol et supports de culture – Détermination de la matière organique et des cendres.
- NF EN 13342-1 (2002) : Détermination de la teneur en azote, méthode de l'azote Kjeldahl modifié
- NF EN 27888 : Qualité de l'eau - Détermination de la conductivité
- NF ISO 14235 (1998) : Détermination du carbone organique, méthode par oxydation sulfochromique
- NF ISO 1465 (1994) : Qualité du sol - Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau
- NF T90-008 : Qualité de l'eau - Détermination du pH de l'eau
- NF X 31 - 130 (1999) : Qualité des sols - Détermination de la CEC et des cations extractibles
- NF X 31-107 (2003) : Qualité du sol - Détermination de la distribution granulométrique des particules du sol
- NF X30-408 (Décembre 2013). Déchets Ménagers et Assimilés - Caractérisation d'un échantillon de déchets ménagers et assimilés – Analyse sur produit brut
- OCDE (2004). Lignes directrices pour les essais de produits chimiques. N° 312, 15p.
- Odlare M., Arthurson V., Pell M., Svensson K., Nehrenheim E., Abubaker J. (2011). Land application of organic waste-Effects on the soil ecosystem. *Appl. Energy*; 88: 2210–2218.
- Oremland R. S. (1988). Biogeochemistry of methanogenic bacteria. *Biology of Anaerobic Microorganisms*. A. J. B. Zehnder. New York, *John Wiley & Sons*; 641-706.

Ortenblad H. (2000). The use of digested slurry within agriculture. In AD-Nett (ed): AD: Making energy and solving modern waste problems. Ortenblad H., Herning municipal utilities, Denmark; pp. 53-65.

Ortolani A. F., Benincasa M., Junior J. L. (1991). Biodigestores rurais: Modelos Indiano, Chinês e Batelada.: Jaboticabal: FCAV, UNESP, 35 p.

Ostrem K. (2004). Greening Waste: Anaerobic digestion for treating the organic fraction of municipal solid wastes. Mémoire de maîtrise, Columbia University, New York.

Owen W. F., Stuckey D. C., Healy J. B., Young L. Y., McCarty P. L. (1979). Bioassay for monitoring biochemical methane potential and anaerobic toxicity. *Water Resour.*; 13, 485-492.

P-Q-R

Pagans E., Font X., Sánchez A. (2006). Emission of volatile organic compounds from composting of different solid wastes: Abatement by biofiltration. *Journal of Hazardous Materials*; 131 (1–3), 179-186

Parodi A. (2010). Impact de nouveaux modes de gestion sur l'accélération de la dégradation de déchets ménagers : approche multiparamétrique et multi-échelle. *Thèse de doctorat, Université de Limoges*. 213p.

Parodi A., Feuillade-Cathalifaud G., Pallier V., Mansour A.A. (2011). Optimization of municipal solid waste leaching test procedure: Assessment of the part of hydrosoluble organic compounds. *Journal of Hazardous Materials* ; 186, 991–998.

Pichtel J., Kuroiwa K., Sawyerr H.T. (2000). Distribution of Pb, Cd and Ba in soils and plants of two contaminated sites. *Environ. Pollut.*; 110, 171-178.

Pivato A., Vanin S., Raga R., Lavagnolo M.C., Barausse A., Rieple A., Laurent A., Cossu R. (2016). Use of digestate from a decentralized-on farm biogas plant as fertilizer in soils: An ecotoxicological study for future indicators in risk and life cycle assessment. *Waste Management*; 49, 378–389

PNIASAN (2017). Programme Agricole de Sécurité Alimentaire et Nutritionnelle au Togo en étude de validation.

Pohland F. G. (1996). Landfill bioreactors: fundamentals and practice. *Water Qual. Int.*, 9/10, 18-22.

Provenzano M.R, Gigliotti G., Gilenti A., Erriquens F., Senesi N. (2006). Spectroscopic and thermal investigation of hydrophobic and hydrophilic fractions of dissolved organic matter. *Compost Science*; 14 (3), 191 - 200.

Purcell B., Sollars C., Butler A. (1997). Enhanced moisture movement in simulated landfill environments. In Proceedings Sardinia, 6th *International Waste Management and Landfill Symposium*, Cagliari, Italy.

Rani D.S., Nand K. (2004). Ensilage of pineapple processing waste for methane generation. *Waste Management*; 24, 523–528.

Rantala J., Ahring B. (1994). A two-stage thermophilic anaerobic process for the treatment of source sorted household solid waste. *Biotechnol. Lett.*; 16, 1097-1102

Raposo F., de la Rubia M. A., Borja R., Alaiz M., Beltran J., Cavinato C. (2009). An interlaboratory study as a useful tool for proficiency testing of chemical oxygen demand

measurements using solid substrates and liquid samples with high suspended solid content. *Talanta*; 80, 329-337.

Raposo F., Fernandez-Cegr V., De la Rubia M. A., Borja R., Beline F., Cavinato C., Demirer G., Fernandez B., Fdz-Polanco M., Frigon J. C., Ganesh R., Kaparaju P., Koubova J., Mendez R., Menin G., Peene A., Scherer P., Torrijos M., Uellendahl H., Wierinckm I., de Wilde V. (2011). Biochemical methane potential (BMP) of solid organicsubstrates: evaluation of anaerobic biodegradability using data from an international interlaboratory study. *J. Chem. Technol. Biot.*; 86, 1088-1098.

Rapport J., Zhang R., Jenkins B.M., Williams R.B. (2008). Current Anaerobic Digestion Technologies Used for Treatment of Municipal Organic Solid Waste. In Amarante (2010). Biométhanisation des déchets putrescibles municipaux – technologies disponibles et enjeux pour le québec. 99p.

RECORD (2009). Techniques de production d'électricité à partir de biogaz et de gaz de synthèse. Etude RECORD N° 07-0226/1A.

Reinhart D., McCreanor P., Townsend T. 2002. The bioreactor landfill: Its status and future. *Waste Management and Research*, 20(2), 172-186.

Ren L., Zeiler L.F., Dixon D.G., Greenberg B.M. (1996). Photoinduced effects of polycyclic aromatic hydrocarbons on *Brassica napus* (canola) during germination and early seedling development. *Ecotoxicol. Environ. Saf.*; 33, 73–80.

Ren Y., Yu M., Wu C., Wang Q., Gao M., Huang Q., Liu Y. (2017). A comprehensive review on food waste anaerobic digestion: Research updates and tendencies. *Bioresource Technology*.

Risberg K., Cederlund H., Pell M., Arthurson V., Schnürer A. (2017). Comparative characterization of digestate versus pig slurry and cow manure – Chemical composition and effects on soil microbial activity. *Waste Management*; 61, 529–538

Riva C., Orzi V., Acutis M., Boccasile G., Lonati S., Tambone F., D'Imporzano G., Adani, F. (2016). Short-term experiments in using digestate products as substitutes for mineral (N) fertilizer: agronomic performance, odours, and ammonia emission impacts. *Sci. Total Environ.*; 547, 206–214.

Robert M. (1996). Le sol. Interface dans l'environnement, ressource pour le developpement. Masson. Ed. Paris. 244.

Roletto R., Barberis R., Consiglio M. (1985). Chemical parameters for evaluating compost maturity. *Biocycle*; 26, 46-47.

S-T-U

Said-Pullicino D., Erriquens F.G, Gigliotti G. (2007a). Changes in the chemical characteristics of water-extractable organic matter during composting and their influence on compost stability and maturity. *Bioresource Technology*; 98, 1822–1831.

Said-Pullicino D., Kaiser K., Guggenberger G., Gigliotti G. (2007b). Oxidative biodegradation of dissolved organic matter during composting. *Chemosphere*; 68, 1030–1040.

Sambusiti C., Ficara E., Rollini M., Manzoni M., Malpei F. (2012). Sodium hydroxide pretreatment of ensiled sorghum forage and wheat straw to increase methane production. *Water Sci Technol*; 66, 2447-2452.

Samah K. (2015). Diagnostique de la situation energetique au Togo. Ministère de l'environnement, Direction des eaux et forêts. Republique Togolaise.

- Sanders W., Geerink M. (2000). Anaerobic hydrolysis kinetics of particulate substrates. *Water Science and Technology*; 41(3), 17-24
- Sapci Z. (2013). The effect of microwave pretreatment on biogas production from agricultural straws. *Bioresour Technol*; 128, 487-494.
- Saveyn H., Eder P. (2014). End-of-waste Criteria for Biodegradable Waste Subjected to Biological Treatment (Compost & Digestate): Technical Proposals. JRC Scientific and Policy Reports. European Commission, Joint Research Centre, Institute for Prospective Technological Studies. EUR 26425 EN.
- Scaglia B., Pognani M., Adani F. (2015). Evaluation of hormone-like activity of the dissolved organic matter fraction (DOM) of compost and digestate. *Science of the Total Environment*; 514, 314–321.
- Shah F.R., Ahmad N., Masood K.R., Peralta-Videa J.R., Ahmad F.D. (2010). Heavy metal toxicity in plants. In: Ashraf, M., Ozturk, M., Ahmad, M.S.A. (Eds.), *Plant Adaptation and Phytoremediation*. Springer, New York, pp. 71-97.
- Shahariar M.S., Moniruzzaman M., Saha B., G., C., Islam M., Tahsin S. (2013). Effects of fresh and digested cowdung and poultry litter on the growth and yield of cabbage (*Brassica oleracea*). *Bangladesh J. Sci. Ind. Res.*; 48(1), 1-6.
- Sharma S.K., Mishra I. M., Sharma M. P., Saini J. S. (1988). Effect of particle size on biogas generation from biomass residues. *Biomass*; 17, 251-263.
- Shtangeeva I., Bali R., Haris A. (2011). Bioavailability and toxicity of antimony. *Journal of Geochemical Exploration*; 110, 40-45.
- Singh R., Shukla A., Tiwari S., Srivastava M. (2014), A review of delignification of lignocellulosic biomass for the enhancement of ethanol production potential. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*; 32, 713-728.
- Sparks D. L. (2003). Environmental Soil Chemistry (2nd edition). *Academic Press*; 51-59, 75-113 and 183-185.
- Taherzadeh M. J., Karimi K. (2008). Pretreatment of lignocellulosic wastes to improve ethanol and biogas production: a review. *Int J Mol Sci*; 9, 1621- 1651.
- Tambone F., Scaglia B., D'Imporzano G., Schievano A., Orzi V., Salati S., Adani F. (2010). Assessing amendment and fertilizing properties of digestates from anaerobic digestion through a comparative study with digested sludge and compost. *Chemosphere*; 81 (5), 577–583.
- Tambone F., Terruzzi L., Scaglia B., Adani F. (2015). Composting of the solid fraction of digestate derived from pig slurry: Biological processes and compost properties. *Waste Management*; 35, 55–61
- Tampio E., Salo T., Rintala J. (2016). Agronomic characteristics of five different urban waste digestates. *Journal of Environmental Management*; 169, 293-302.
- Tcha-Thom M. (2014), Evaluation de l'impact des fractions de matières organiques sur les caractéristiques de sols togolais et français, *Mémoire de master recherche. Université de Limoges*. 36p.
- Tchobanoglous G., Theisen H., Vigil S. (1993). Engineering principles and management issues: Integrated solid waste management, Mc Graw-Hill, 978 p.

- Teglia C., Tremier A., Martel J.-L. (2010). Characterization of Solid Digestates: Part 1, Review of Existing Indicators to Assess Solid Digestates Agricultural Use. *Waste and Biomass Valorization*; 2 (1), 43–58.
- Teglia C., Tremier A., Martel J.-L. (2011). Characterization of Solid Digestates: Part 2, Assessment of the Quality and Suitability for Composting of Six Digested Products. *Waste and Biomass Valorization*; 2(2), 113-126.
- Thien Thu C. T., Cuong P. H., Hang L. T., Chao N. V., Anh L. X., Trach N. X. (2012). Manure management practices on biogas and non-biogas pig farms in developing countries – using livestock farms in Vietnam as an example. *J. Cleaner Product*; 27, 64–71.
- Tilvikiene V., Kadziulienė Z., Dabkevicius Z. (2010). Effect of digestate application on cocksfoot on biomass production and quality. In proceedings of the 14th Ramiran International Conference: “Treatment and use of organic residues in agriculture: Challenges and opportunities towards sustainable management”, Lisboa, Portugal, 12-15th September 2010.
- Tran L.T.H., Palenzuela Rollon A. (2012). Effect of temperature on composting residual organic fraction of municipal solid waste after anaerobic digestion. *International Journal and Waste Management*; 9 (1/2), 18-40.
- Ueno Y., Tatara M., Fukui H., Makiuchi T., Goto M., Sode K. (2007). Production of hydrogen and methane from organic solid wastes by phase-separation of anaerobic process. *Bioresour. Technol.* ; 98, 1861–1865.

V-V-W

- Vavilin V. A., Angelidaki I. (2005). Anaerobic degradation of solid material: Importance of initiation centers for methanogenesis, mixing intensity and 2D distributed model. *Biotechnol. Bioeng*; 89(1), 113-122.
- VDI 4630 (2006). Fermentation of organic materials - Characterisation of the substrate, sampling, collection of material data, fermentation tests - Vergärung organischer Stoffe - Substratcharakterisierung, Probenahme, Stoffdatenerhebung, Gärversuche.
- Verchin J. C., Marchais C. (2010). Biogaz et méthanisation en France: Etat des lieux. Association technique énergie environnement. Gaz d’aujourd’hui. *Revue* ; N°5.
- Vogels G. D., Keltjens J. T., van der Drift C. (1988). Biochemistry of methane production. *Biology of Anaerobic Microorganisms*. A. J. B. Zehnder. New York, John Wiley & Sons: 707-770.
- Whalen J. K., Chang C., Clayton G. W., Carefoot J. P. (2000). Cattle manure amendments can increase the pH of acid soils. *Soil Sci Soc Am J.*; 64, 962–966
- Wawrzyniak V., Viard N. (2007). Synthèse de l’étude bibliographique sur la méthanisation en voie sèche. Projet Interreg-Agricomethane, TRAME. 32p.
- Williams P. T. (1998). Waste treatment and disposal. Department of fuel and energy, The University of Leeds, UK, England. John Wiley and Sons Ltd, 417 p.

X-Y-Z

- X 31 - 201 : Qualité du sol-Essai d'inhibition de germination de semences par une substance
- Xu S.Y., Karthikeyan O.P., Selvam A., Wong J.W.C. (2012). Effect of inoculum to substrate ratio on the hydrolysis and acidification of food waste in leach bed reactor. *Bioresour. Technol.*; 126, 425–430.

- Xu Z., Zhao M., Miao H., Huang Z., Gao S., Ruan W. (2014). In situ volatile fatty acids influence biogas generation from kitchen wastes by anaerobic digestion. *Bioresour. Technol.*; 163, 186–192.
- Yadvika S., Sreekrishnan T. R., Sangeeta K., Vineet R. (2004). Enhancement of biogas production from solid substrates using different technique - A Review. *Bioresour. Technol.*; 95, 1-10.
- Yang Z., Culvenor R., Haling R., Stefanski A., Ryan M., Sandral G., Kidd D., Lambers H., Simpson R. (2015). Variation in root traits associated with nutrient foraging among temperate pasture legumes and grasses. *Grass Forage Sci.*; 72, 93–103.
- Yingli Y., Xueling W., Jin L., Jia Y., Wenrui W., Ruxia S. (2010). Lead-induced phytotoxicity mechanism involved in seed germination and seedling growth of wheat (*Triticum aestivum* L.). *Ecotoxicology and Environmental Safety*; 73, 1982-1987.
- Yuen S., Styles J., McMahon T. (1995). An active landfill management by leachate recirculation – a review and an outline of a full-scale project. In Proceedings Sardinia, 5th *International Waste Management and Landfill Symposium*, Cagliari, Italy.
- Zeeman Z., Koster-Treffers M.E., Halm H.D. (1983). Anaerobic digestion of dairy cow slurry. In: European symposium on anaerobic waste water treatment. TNO Corporate Communication Department; pp. 492–510.
- Zeng Y., De Guardia A., Dabert P. (2016). Improving composting as a post-treatment of anaerobic digestate. *Bioresource Technology*; 201, 293–303.
- Zeng Y., de Guardia A., Daumoin M., Benoist J-C. (2012). Characterizing the transformation and transfer of nitrogen during the aerobic treatment of organic wastes and digestates. *Waste Management*; 32, 2239–2247.
- Zeng Y., De Guardia A., Ziebal C., Macedo F.J.D., Dabert P. (2013). Impact of biodegradation
- Zhang R., El-Mashad H. M., Hartman K., Wang F., Liu G., Choate C. (2007). Characterization of food waste as feedstock for anaerobic digestion. *Bioresource; Technology*; 98(4):929–35.
- Zheng M. X., Li X. J., Li L. Q., Yang X. J., He Y. F. (2009). Enhancing anaerobic biogasification of corn stover through wet state NaOH pretreatment. *Bioresour Technol*; 100, 5140-5145.
- Zheng M., Li L., Li X., Xiong J., Mei T., Chen G. (2010). The effect of alkaline pretreatment parameters on anaerobic biogasification of corn stover. *Energy Source Part A*; 32, 1918-1925.
- Zheng W., Fū F., Phoungthong K., He P. (2014). Relationship between anaerobic digestion of biodegradable solid waste and spectral characteristic of the derived liquid digestate. *Bioresour. Technol.*; 161, 69-77.
- Zheng Y., Zhao J., Xu F., Li Y. (2014). Pretreatment of lignocellulosic biomass for enhanced biogas production. *Progress in Energy and Combustion Science*; 42, 35-53
- Zhu J., Wan C., Li Y. (2010). Enhanced solid-state anaerobic digestion of corn stover by alkaline pretreatment. *Bioresour Technol*; 101, 7523-7528.

ANNEXES

PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS SCIENTIFIQUES

Article publié

Une fraction de cette thèse a fait l'objet d'une publication sous le thème :

- Tcha-Thom M., Baba G., Feuillade-Cathalifaud G., Pallier V., Gnanvossou D., Toko M., Koledzi E. K. (2018). Comprehensive study of organic and inorganic compounds released by animal and pineapple fruits wastes. *Journal of Scientific and Engineering Research*; 5 (11), 32-42.

Articles rédigés

Quatre propositions d'articles ont fait l'objet de rédaction et seront publiés. Il s'agit de :

- Tcha-Thom M., Baba G., Pallier V., Koledzi E., Gnanvossou D., Toko M. K., Feuillade-Cathalifaud G., Characterization of animal digestates and assessment of their ecotoxicity on *Zea mays* early growth. *Journal prévu: Science of the Total Environment*.
- Tcha-Thom M., Feuillade-Cathalifaud G., Koledzi E. K., Pallier V., Baba G. An integrated approach for pineapple wastes valorizations into biogas. *Journal prévu: Waste Management*.
- Tcha-Thom M., Feuillade-Cathalifaud G., Koledzi E., Pallier V., Baba G., Assessing potentials toxicity and efficiency of digestates on maize early growth under agricultural soils.
- Tcha-Thom M., Baba G., Pallier V., Koledzi E. K. Feuillade-Cathalifaud G.. Devenir des éléments azotés et des fractions de carbone organique de digestats d'élevage sur les sols agricoles de la Région de la Kara du TOGO.

Communications scientifiques

Quatre communications orales ont été faites au niveau national et international. Il s'agit de :

- Tcha-Thom M., Feuillade-Cathalifaud G., Koledzi E. K., Pallier V., Baba G. An integrated approach for pineapple wastes valorizations into biogas. 7th international symposium on energy from biomass and waste. 15-18 October 2018. Venice, Italia.
- Tcha-Thom M., Koledzi E. K., Pallier V., Feuillade-Cathalifaud G., Baba G. (2018). Optimizations of volatile fatty acids generation and methane production from pineapple wastes. 18^{eme} Journées Scientifiques internationales de Lomé ; L'Afrique face aux ODD: Quelles recherche et innovation pour un développement durable ; 08 - 13 October 2018 ; Lomé, Togo
- Tcha-Thom M., Koledzi E. K., Pallier V., Feuillade-Cathalifaud G., Baba G. (2018). Etude de l'inhibition de la croissance de *Zea mays* par les digestats et évaluation de leur valeur fertilisante sur sols agricoles. 18emes Journées Scientifiques internationales de Lomé ; L'Afrique face aux ODD: Quelles recherche et innovation pour un développement durable ; 08 - 13 October 2018 ; Lomé, Togo
- Tcha-Thom M., Baba G., Feuillade-Cathalifaud G., Pallier V., Gnanvossou D., Toko M., Koledzi E. K. (2018). Devenir des éléments azotés et des fractions de carbone organique de digestats d'élevage sur les sols agricoles de la Région de la Kara du TOGO. Séminaire sur le Partage des résultats de recherche scientifique. 03 - 07 Septembre 2018 ; Cotonou, Benin.

LISTE DES FIGURES

| | |
|---|-----|
| Figure 1: Plans et programmes de gestion de l'environnement et de maîtrise de l'énergie | 8 |
| Figure 2: Evolution de la methanisation au Togo | 10 |
| Figure 3 : Potentiel méthanogène de différents substrats méthanisables | 18 |
| Figure 4: Différentes étapes de la digestion anaérobie et répartition de la fraction du carbone organique dissous | 19 |
| Figure 5: Evolution des paramètres physico-chimiques durant le processus de digestion anaérobie..... | 20 |
| Figure 6: Différents composants d'une installation de methanisation..... | 21 |
| Figure 7: Différentes voies de valorisations du biogaz | 25 |
| Figure 8: Synoptique des différentes voies de traitements ou valorisations du digestat | 29 |
| Figure 9: Relation entre les fractions organiques et la production méthanogène..... | 16 |
| Figure 10: Localisation des zones d'etudes à l'échelle nationale | 60 |
| Figure 11: Démarche expérimentale globale..... | 63 |
| Figure 12: Localisation des sites d'échantillonnage des substrats..... | 65 |
| Figure 13: Protocole expérimental du test BMP mis en œuvre | 69 |
| Figure 14: Protocole expérimental du test de lixiviation avec renouvellement de solution | 70 |
| Figure 15: Protocole expérimental du test de lixiviation par rechargement de substrat..... | 72 |
| Figure 16: Processus de construction d'un digesteur Puxin..... | 76 |
| Figure 17: Montage de récupération et de transfert du biogaz vers la source de consommation..... | 77 |
| Figure 18: Outils utilisés pour la valorisation du biogaz : cuisinière à gaz (a) et chalumeau (b)..... | 78 |
| Figure 19: Cartographie des sites d'échantillonnage des digestats (a) et des sols (b)..... | 80 |
| Figure 20: Protocole expérimental des tests de percolation en colonne | 83 |
| Figure 21: Protocole expérimental des tests de germination et de croissance..... | 87 |
| Figure 22: Production quantitative et qualitative du biogaz du témoin endogène (a) et du témoin positif (b) | 91 |
| Figure 23: Evaluation de la production quantitative et qualitative du biogaz des substrats d'élevage (a) et d'ananas (b)..... | 92 |
| Figure 24: Evolution du pH (a) et du TAC (b) lors des phases de lixiviation successives..... | 94 |
| Figure 25: Evolution de l'azote total (a) et de l'ammonium (b) lors des phases de lixiviation successives . | 95 |
| Figure 26: Evolution de la concentration en phosphore lors des phases successives de lixiviation..... | 97 |
| Figure 27: Evolution du COD (a) et des AGV (b) mobilisés par les substrats lors des phases successives de lixiviation | 98 |
| Figure 28: Quantification des fractions de carbone des substrats d'élevage (a,b,c) et des substrats d'ananas (d,e) lors des phases successives de lixiviation | 100 |
| Figure 29: Evolution de l'indice SUVA sur les substrats d'élevage (a) et d'ananas (b) lors des phases successives de lixiviation | 102 |
| Figure 30: Evolution des ratios DCO/COD (a) et DBO5/DCO (b) des différents substrats lors des phases successives de lixiviation | 102 |
| Figure 31: Evolution du rapport COD/Nt sur les substrats d'élevage (a) et d'ananas (b) lors des phases successives de lixiviation | 103 |
| Figure 32: Bilan matière des substrats en carbone (a) et en azote (b) | 104 |
| Figure 33: Effet du rechargement des substrats sur la variation du pH à faible (a) et à forte charge (b) | 106 |
| Figure 34: Effet du rechargement des substrats sur la variation du Eh à faible (a) et à forte charge (b)..... | 107 |
| Figure 35: Evaluation de l'inhibition de la DA par l'ammonium à faible (a) et à forte charge (b)..... | 108 |
| Figure 36: Evaluation de l'inhibition de la DA par les AGV à faible (a) et à forte charge (b) | 109 |

| | |
|--|-----|
| Figure 37: Effet du rechargement des substrats d'élevage (a,b) et des substrats d'ananas (c) sur l'évolution de la charge minérale à faible et à forte charge..... | 110 |
| Figure 38: Effet du rechargement des substrats d'élevage (a,b) et des substrats d'ananas (c,d) sur l'évolution de la charge organique à faible et à forte charge..... | 111 |
| Figure 39: Bilan matière des substrats en termes de DCO (g) à faible charge..... | 112 |
| Figure 40: Bilan matière des substrats en termes de DCO (g) à forte charge..... | 112 |
| Figure 41: Effet de l'inoculation des cendres sur la qualité du biogaz lors des essais de rechargement des substrats à faible et à forte charge | 114 |
| Figure 42: Evolution du pH (a) et des AGV(b) en TLN | 115 |
| Figure 43: Evolution du pH (a) et des AGV (b) en TLC..... | 117 |
| Figure 44: Etude comparée de l'évolution du potentiel redox en TLN (a) et en TLC (b)..... | 118 |
| Figure 45: Etude comparée de l'évolution de la conductivité et de la DCO soluble en TLN (a et b) et TLC (b et c) | 119 |
| Figure 46: Evaluation des proportions de la DCO solubilisée convertie en biogaz en TLC | 121 |
| Figure 47: Composition et évolution de la MO lors des TLN (a) et TLC au 60 ^{ème} jour de digestion (b).... | 122 |
| Figure 48: Etude comparée de la production volumique du test BMP (a) et TLC (b) | 124 |
| Figure 49: Etude comparée de la teneur en méthane du biogaz en BMP et TLC (b) avec comparaison systématique aux essais témoins (a) | 125 |
| Figure 50: Illustration d'une installation de méthanisation | 129 |
| Figure 51: Evolution paramètres physico-chimiques au sein du biodigesteur | 132 |
| Figure 52: Illustrations des flammes induites: biodigesteur direct (a), pose de 200 kg sur le ballon (b), utilisation d'un suppresseur (c) et bois de feu (d)..... | 136 |
| Figure 53: Evolution des vitesses de germination (a) et taux de germination (b) sur sol témoin (sable) amendé de digestats..... | 145 |
| Figure 54: Evolution de la température au sein des sols avec des doses croissantes en digestats avec comparaison systématique à la température de l'air et de l'eau | 146 |
| Figure 55: Evolution qualitative (a ₁ , b ₁) et quantitative (a ₂ , b ₂) des composés azotés dans les sols agricoles | 159 |
| Figure 56: Evolution du COD et du SUVA dans les sols K (a) et N (b)..... | 160 |
| Figure 57: Evolution qualitative (a) et quantitative (b) des fractions de carbone dans les sols agricoles de Kara et de Nawarè | 161 |
| Figure 58: Impact du digestat sur l'évolution du pH (a) et de la conductivité (b) sur sols agricoles de Kara et de Nawarè..... | 162 |
| Figure 59: Evolution qualitative (a ₁ , b ₁ , c ₁) et quantitative (a ₂ , b ₂ , c ₂) des composés azotés sur sols témoins négatifs, témoins positifs (digestats) et sols tests | 164 |
| Figure 60: Evolution du SUVA des percolats des colonnes à digestat et des colonnes de sols amendés ... | 167 |

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|--|-----|
| Tableau I: Mésures d'atténuation des GES par secteur | 9 |
| Tableau II: Composition du biogaz de divers substrats..... | 24 |
| Tableau III: Caractéristiques agronomiques des digestats | 27 |
| Tableau IV: Etude comparée de quelques macro-technologies de digestion anaérobie..... | 33 |
| Tableau V: Etude comparée de la méthanisation voie sèche et la méthanisation voie liquide..... | 35 |
| Tableau VI: Etude comparée de quelques micro-technologies de digestion anaérobie..... | 36 |
| Tableau VII : Paramètres physico-chimiques de l'environnement réactionnel en digestion anaérobie | 42 |
| Tableau VIII : Diversité des conditions expérimentales dans la mise en œuvre des tests BMP | 50 |
| Tableau IX : Normes et directives en circulation pour la mise en place des tests BMP | 51 |
| Tableau X: Production indicative en méthane de déchets animaux | 13 |
| Tableau XI: Production indicative en méthane de déchets agro-alimentaires..... | 13 |
| Tableau XII: Caractéristiques bio-physico-chimique des substrats d'ananas | 14 |
| Tableau XIII: Composition biochimique de quelques substrats..... | 15 |
| Tableau XIV: Caractéristiques des gisements des substrats d'études | 64 |
| Tableau XV: Méthodes et appareillages utilisés pour la caractérisation des phases solides..... | 67 |
| Tableau XVI : Différents tests appliqués sur les substrats | 68 |
| Tableau XVII: Méthodes et appareillages utilisées pour la caractérisation de la phase liquide..... | 73 |
| Tableau XVIII: Raisons du choix de la technologie Puxin | 74 |
| Tableau XIX: Méthode de calcul pour le dimensionnement des unités de méthanisation..... | 76 |
| Tableau XX: Substrats méthanisés sur site | 78 |
| Tableau XXI: Matériel utilisé pour le suivi de la digestion anaérobie dans les digesteurs | 79 |
| Tableau XXII: Coordonnées géographiques des points de prélèvements des sols..... | 81 |
| Tableau XXIII: Différents traitements appliqués aux digestats | 82 |
| Tableau XXIV: Indication des apports de pluies en phase de stabilisation..... | 84 |
| Tableau XXV: Indication des apports de pluies et de digestats en phase d'amendement..... | 85 |
| Tableau XXVI: Caractéristiques physico-chimiques des milieux amendés de digestats | 86 |
| Tableau XXVII: Caractéristiques globales des substrats | 89 |
| Tableau XXVIII: Caractéristiques du substrat résiduel après le test BMP | 93 |
| Tableau XXIX: Ratios AGV/COD et HPI*/AGV de différents substrats..... | 99 |
| Tableau XXX: Evaluation du rapport C/N avant et après les phases de lixiviations des différents substrats | 104 |
| Tableau XXXI: Corrélation entre la charge organique et la production de NH_4^+ | 108 |
| Tableau XXXII: Comparaison des paramètres de stabilité de l'environnement réactionnel en condition optimale (BMP) et TLC | 125 |
| Tableau XXXIII: Besoin en matériaux pour la construction d'un biodigesteur | 128 |
| Tableau XXXIV: Comparaison des formes de fumage à l'aide du biogaz et le bois de feu..... | 135 |
| Tableau XXXV: Caractérisation des digestats sous l'influence de divers traitements..... | 139 |
| Tableau XXXVI: Evaluation des caractéristiques bio-physico-chimiques durant la lixiviation avec renouvellement de solution | 141 |
| Tableau XXXVII: Evolution de la croissance aérienne et souterraine des plants de <i>Zea mays</i> sur sol Témoin (sable) amendé de digestats..... | 148 |
| Tableau XXXVIII: Evaluation des vitesses de germination (T_{50}) et taux de germination (TG) sur sols agricoles amendés de digestats..... | 150 |

| | |
|---|-----|
| Tableau XXXIX: Evolution de la croissance aérienne et souterraine des plants de <i>Zea mays</i> sur sols agricoles amendés de digestats..... | 151 |
| Tableau XL: Evolution de la croissance aérienne et souterraine des plants de <i>Zea mays</i> sur sols agricoles (riches en fertilisants chimiques) amendés de digestats | 152 |
| Tableau XLI: Caractéristiques physico-chimiques des sols agricoles de la région Kara | 154 |
| Tableau XLII: Caractéristiques physico-chimiques des sols et du digestat retenus pour l'étude de simulation d'un amendement agricole | 157 |
| Tableau XLIII: Niveau d'adsorption net du C _{org} solubilisée..... | 165 |
| Tableau XLIV: Evaluation des niveaux d'adsorption des fractions de carbone par les sols agricoles..... | 166 |

SIGLES ET ABBREVIATIONS

| | | | |
|------------------------|--|----------------|--|
| ACD-TG | Analyse Calorimétrique Différentielle /Thermo -Gravimétrie | ADEME | Agence De l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie |
| AFHON | Action en Faveur de l'Homme et de la Nature | AGN | Groupe des Négociateurs Africains |
| AGV | Acides Gras Volatils | AH* | Acides humiques |
| ATA | Test d'essai de la toxicité anaérobie | BMP | Test de potentiel bio-méthanogène |
| CAHOSCC | Comité des Chefs d'Etat et de gouvernement africain sur le Changement Climatique | CEC | Capacité d'Echange Cationique |
| CI | Concentration Inhibitrice | CIRAD | Centre de Coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement |
| CMAE | Conférence des Ministres Africains sur l'Environnement | COD | Carbone Organique Dissous |
| CPG | Chromatographie en Phase Gazeuse | DA | Digestion Anaérobie |
| DBO₅ | Demande Biochimique en oxygène au bout de 5 jours | DCO | Demande chimique en oxygène |
| DMA | Déchets Ménagers et assimilés | EDTA | Acide Éthylène-Diamine-Tétra-Acétique |
| ENPRO | Ecosystème Naturel PROpre | EPA | Environmental Protection Agency |
| ETM | Elements Traces Métalliques | | |
| FAO | Organisation Mondiale de l'Agriculture et de l'Alimentation | FAOSTAT | FAO-Statistique |
| GBn | Test de fermentation sur n jours | GES | Gaz à Effet de Serre |
| GSn | Test d'incubation sur n jours | HPI* | Fractions hydrophiles |
| HPO* | Fractions hydrophobes | I/S | Inoculum/Substrat |
| ISDND | Installation de Stockage des Déchets Non Dangereux | ISTA | International Seed Testing Association |
| MO / MOD | Matière Organique / Matière Organique Dissoute | MS | Matière Sèche |
| MV | Matière Volatile | OCDE | Organisation de coopération et de Développement Economique |
| ONAF | Office National des Abattoirs et Frigorifiques | ONG | Organisation Non Gouvernementale |
| ORL | Taux de charge organique | PED | Pays En Développement |
| PMETPERT | Programme de Maitrise des Energies Traditionnelles et de Promotion des Energies Renouvelables au Togo | PNAE | Plan national d'action pour l'environnement |
| PNE | Politique Nationale de l'Environnement | PVC | Polychlorure de vinyle |
| REDD+ | Programme National de Réduction des Emissions des Gaz à Effet de Serre liées à la déforestation et à la dégradation des forêts | SNRCGE | Stratégie Nationale de Renforcement des Capacités pour la Gestion de l'Environnement |

| | | | |
|-------------|--|-----------------------|--|
| SNV | Netherland Development Organization | STEP/ MWTP | Station d'Épuration des Eaux Polluées |
| SUVA | Specific Ultra-Violet Absorbance | T₅₀ | Vitesse de germination |
| TA | Titre Alcalimétrique | TAC | Titre Alcalimétrique Complet |
| TG | Capacité germinative | THP | Thermal Hydrolysis Process |
| TLC | Test de Lixiviation par reChargement de substrat | TLN | Test de Lixiviation par reNouvellement de solution |
| TPH* | Fractions transphiliques | TR | Temps de rétention |
| TRH | Temps de rétention hydraulique | UASB | Upflow Anaerobic Sludge Blanket |

Annexe 3: Détermination de la dose de digestat apporté en colonne de sol

| 1- Stock en MO du sol | 2- Pertes en MO | 3- Gains en MO | 4- Redressement | 5- Besoin en MO |
|--|--|--|---|---|
| Quantité humus présent dans le sol pour 1 hectare (ha) | Estimation Pertes en humus | Gains obtenus grâce aux résidus de cultures | Quelle quantité apporter pour redresser la teneur en MO pour une culture spécifique | Besoin en humus= (Pertes- Gains) +Redressement |
| Surface (S) 1ha=10 000 m ² Profondeur (h)= 0,15 m Densité moy. Du sol (d)= 1,45 t/m ³ Pourcentage terre fine (t)= 100 % (échantillon apporté) Teneur en MO du sol = (%MO) Masse de terre fine par hectare (m)= S*h*d*t =2175 t/ha Stock de MO= m * %MO | | Gains estimés à 0,35t/ha/an pour le cas du maïs | L'idée c'est de porter tous les sols à 6% de MO (non inhibitrice pour la croissance des végétaux). Il faut donc soustraire la teneur en MO pour voir quelle quantité faut-il ajouter pour atteindre 6% de MO Sol Nawarè Témoin : 6-1,44= 4,56% 4,56%=4,56*2175/100=99,2t/ha/an Sol Kara Témoin : 6-0,86=5,14 | Pertes (2)= négligé Gains (3)= négligé Redressement (4)= Besoin Voir ci-dessous suivant le type de sol |
| Sol Nawarè Témoin : 2175*1,44%=31,3 t/ha Sol Kara Témoin : 2175*0,86%=18,7 t/ha | 1,85 t/ha/an (négligé) | 0,35 t/ha/an (négligé) | Pertes et Gains négligés implique que Redressement=Besoin en MO Sol Nawarè Témoin : 2175*4,56%=99,2 t/ha/an Sol Kara Témoin : 2175*5,14%=111,8 t/ha/an | |
| 6- Estimation du potentiel humigène du digestat | 7- Dose du produit organique à apporter | 8-Dose (g) du produit organique transposée aux caractéristiques de la colonne | 9-Volume total d'injection rapporté à la colonne | |
| Indice de stabilité biologique : ISMO des digestats varie de 85 à 95% soit en moyenne 90%. Par définition, un ISMO de 90 % signifie que 100 kg de MO de digestat libèrent 90 kg d'humus stable. MO (par rapport à MB) = 56,08% ou 560,8 kgMO/t de MB Potentiel humigène= 90%*560,08=504,72 kg/tonne digestat | Potentiel humigène=504,72 kgMO/t =0,50472 tMO/t Dose d'apport= Besoin en MO /Potentiel humigène | Diamètre= 0,036m Hauteur de sol= 0,15m Surface= $\pi r^2=0,001017\text{m}^2$ Dose rapportée à la colonne= Dose du produit * Surface colonne | Pluviométrie moy. région Kara sur 10 ans: 1023,5mm/an=1023,5L/m ² /an Volume d'injection= 1023,5*0,001017= 1,041 L =1041 mL | |
| 504,72 kg/t | Sol Nawarè Témoin : 99,2/0,50472=196,5t/ha=19657,5g/m ² Sol Kara Témoin:221,5t/ha=22149,9g/m ² | Sol Nawarè Témoin : 20 gMB Sol Kara Témoin : 22,5 gMB | 1041 mL en 6 injections = 6 mois de la saison pluvieuse soit 174 mL par injection | |

Résumé

La digestion anaérobie, procédé d'énergie renouvelable, constitue un atout indéniable de récupération des flux matière et énergie des déchets en réponse aux enjeux du développement durable.

Ainsi, la présente étude a pour objectif de contribuer à la compréhension des mécanismes qui gouvernent l'environnement réactionnel de digestion en anaérobie et les effets des digestats sur la matrice bio-physico-chimique des sols à vocation agricole. Le développement des tests de lixiviation en réacteurs contrôlés aérobie et anaérobie, les modes de mobilisation du contenu organo-minéral des substrats et la valorisation du biogaz pour l'équarrissage des bêtes ont été réalisés. Les verrous techniques et physico-chimiques entachant la digestion anaérobie des déchets d'ananas ont été levés et optimisés grâce à des co-substrats notamment les bouses de vache et les cendres. Les digestats ont été apportés sur des sols agricoles, des sols des zones de forêts et des milieux sans matière organique ni argiles et ont permis de déceler les limites d'utilisation des digestats et les interactions avec les fractions organiques et minérales du sol.

Cette étude montre ainsi, l'importance de développer la filière de méthanisation pour une élimination durable des déchets organiques.

Mots clés : Digestion anaérobie, déchets, biodigesteurs, biogaz, digestats, sols

Abstract

Anaerobic digestion, a renewal energy process, constitutes an undeniable asset of material and energy flows recovering in response to sustainable development issues.

Thus, the aim of this current study was to contribute to the understanding of mechanisms that govern the reactive environment of anaerobic digestion and the effects of digestates on the bio-physico-chemical matrix of agricultural soils sector. The running of leaching tests in aerobic and anaerobic controlled reactors, organo-mineral mobilizations patterns of the substrates and the valorization of biogas in slaughtered animals knackerings have been realized. The physico-chemical and technical locks tarnishing the pineapple wastes anaerobic digestion have been lifted and optimized through the co-substrates including cattle manure and ashes. The digestates have been brought on agricultural soils, forests areas soils and medium free of organic matter and clays and allowed to detect the limits of digestates uses and the interactions with organic and mineral fractions of soils.

This study, thus show, the importance to develop the anaerobic digestion sector for a sustainable removal of organic wastes.

Keywords: Anaerobic digestion, wastes, biodigesters, biogas, digestates, soils
