

# Mesure de la biodégradabilité des déchets et des composts par respirométrie. Applications opérationnelles

■ C. DRUILHE<sup>1</sup>, A. DE GUARDIA<sup>1</sup>, L. BERTHE<sup>1</sup>, A. TREMIER<sup>1</sup>, J.-L. MARTEL<sup>2</sup>

Mots-clés : biodégradabilité, déchets organiques, respirométrie, compostage

## 1. Introduction

Disposer d'indicateurs de « compostabilité » des déchets organiques et d'indicateurs de stabilisation biologique des composts sont des souhaits récurrents exprimés tant par les opérationnels du compostage que par les usagers des produits. Dans ce contexte, le développement d'outils de mesure de la biodégradabilité de matrices organiques solides avant, pendant ou après leur traitement par compostage, est un enjeu majeur.

Parmi les méthodes potentielles de quantification de la biodégradabilité, les méthodes respirométriques consistant à mesurer la production de dioxyde de carbone et/ou la consommation d'oxygène engendrées par la dégradation aérobie de la matière organique, présentent l'avantage d'être directement corrélées à l'activité microbiologique. Ces méthodes diffèrent les unes des autres :

- par le conditionnement du milieu dans lequel est effectuée la mesure (matrice sans prétraitement préalable, matrice séchée, matrice séchée/broyée/immergée en milieu aqueux...),
- par la quantité de matrice étudiée (de quelques grammes à plusieurs dizaines de kilos),
- par le contrôle des conditions opératoires telles que l'aération (méthodes statiques sans aération ou avec aération intermittente, méthodes dynamiques avec aération continue), la température (aucun contrôle ou test à température fixée) ou l'humidité,
- par la grandeur mesurée utilisée en tant qu'indicateur de biodégradabilité (dioxyde de carbone total produit, oxygène total consommé, vitesse instantanée maximale de consommation d'oxygène...).

<sup>1</sup> Cemagref, Rennes.

Dans le cadre de l'étude présentée, les critères de choix de la méthode respirométrique à utiliser afin de déterminer la biodégradabilité de matrices organiques solides avant, pendant et après leur traitement par compostage, étaient les suivants.

- Afin que les réponses respirométriques soient représentatives du comportement du déchet en compostage, la structure physique de la matrice (granulométrie, porosité, surface d'échange...) devait être similaire à celle en compostage : choix d'une méthode sans modification de la structure physique permettant d'étudier une quantité suffisante de déchet (plusieurs litres) pour limiter les incertitudes d'échantillonnage dans le cas de déchets hétérogènes.

- Afin de limiter l'influence des paramètres humidité, température et aération sur les réponses respirométriques, ces trois paramètres devaient être contrôlés pendant la mesure et maintenus en conditions favorables non limitantes pour l'activité de biodégradation : choix d'une méthode comprenant un contrôle à des valeurs données de la température et de l'humidité, choix d'une méthode respirométrique dynamique (avec aération continue de la matrice) permettant une aération homogène et non limitante de la matière.

Quatre principales méthodes respirométriques dynamiques existent dans la littérature [ADANI *et al.*, 2001, 2002, 2006 ; AGUILAR-JUAREZ, 2000 ; GEA *et al.*, 2004 ; TREMIER *et al.*, 2004, 2005]. Le système de [AGUILAR-JUAREZ, 2000] présente toutefois un volume réactionnel trop faible (1,8 l) pour permettre une étude rigoureuse de matrices solides hétérogènes. Les méthodes proposées par [GEA *et al.*, 2004] et [ADANI *et al.*, 2001, 2002 et 2006] présentent quant à elles les inconvénients de ne pas disposer de

contrôle de température (caractère adiabatique des réacteurs) et d'avoir des volumes réactionnels tels qu'un gradient vertical de concentration en oxygène semble inévitable au sein de la matrice (100 L et 124 L respectivement). La dernière méthode, développée par [TREMIER *et al.*, 2004, 2005] et [BERTHE *et al.*, 2007], est donc apparue comme la plus adaptée pour répondre aux objectifs de l'étude. Cette méthode permet d'étudier environ 6-7 l de matrice solide, sans prétraitement préalable (pas de modification de structure physique) et en conditions contrôlées d'aération, de température et d'humidité. Le volume d'échantillon est suffisamment faible pour que le contrôle des conditions opératoires soit effectif, et assez grand pour accueillir différents types de matrices de granulométrie et structure diverses. La température et l'humidité de la matrice étudiée sont maintenues constantes et homogènes tout au long de la mesure. L'aération, caractérisée par une recirculation rapide d'une partie du flux gazeux sortant de la cellule respirométrique, est telle que la concentration en oxygène dans la matière est non limitante pour l'activité microbienne et homogène en tout point lors de la mesure (écoulements gazeux de type parfaitement agité).

La méthode respirométrique précédente a été utilisée pour caractériser la biodégradabilité de neuf déchets organiques différents. Pour trois de ces déchets, la biodégradabilité résiduelle en cours et/ou en aval de leur traitement par compostage a également été déterminée par respirométrie. Les déchets frais étudiés sont comparés en termes de quantité totale de matière organique biodégradable présente, ainsi qu'en termes de cinétiques de biodégradation. Différents paramètres d'interprétation des courbes respirométriques obtenues sur les matrices étudiées sont proposés et des usages potentiels de ces paramètres par les opérationnels du compostage sont identifiés relativement à la définition des conditions de process à appliquer, ainsi qu'à l'optimisation de celles-ci.

## 2. Matériels et méthodes

### 2.1. Matrices étudiées

#### 2.1.1 Déchets frais

Les neuf déchets organiques étudiés sont les suivants :

- des déchets verts broyés d'origine paysagiste (DV),
  - trois boues d'épuration d'eaux usées urbaines (Boue A, Boue B, Boue C),
  - une boue issue du traitement d'effluents d'abattoir de porcs (Boue D),
  - des marcs de raisin (MR),
  - des ordures ménagères obtenues après passage en biostabilisateur rotatif, séparation physique et criblage à 10 mm (OM1),
  - des ordures ménagères broyées, criblées à 16 mm et « autoclavées » à 130°C pendant 1 h (OM2),
  - un refus de centrifugation de lisier de porcs (RCL).
- Pour les quatre boues considérées, leur structure pâteuse non poreuse interdit leur traitement par compostage sans ajout d'un matériau dit structurant. Ce dernier permet de créer un mélange poreux au sein duquel le passage d'un flux d'air est possible. Dans le cas des quatre boues étudiées ici par respirométrie, le structurant utilisé (S) est pour les boues A et B un mélange de palettes broyées et de structurant recyclé (ratio volumique entre les deux de 1/2) et pour les boues C et D, des plaquettes de bois. Les mélanges relatifs aux boues A, B et C sont constitués selon un ratio massique humide Boue/Structurant de 1/1, contre 2,2/1 pour le mélange relatif à la boue D. Pour les neuf déchets organiques considérés, l'humidité initiale de la matrice solide étudiée par respirométrie est fixée, par ajout éventuel d'eau, dans la fourchette 55-60 % afin d'être en conditions favorables aux processus de biodégradation.

#### 2.1.2. Déchets prélevés en cours et/ou en aval de traitement par compostage

Le mélange Boue A / Structurant S précédemment décrit est traité par compostage pendant 21 jours en réacteur cylindrique vertical isolé de volume utile égal à 300 l. La matière repose sur une grille au-dessous de laquelle est insufflé le flux gazeux d'aération (200 l/h pendant les 24 premières heures, puis 750 l/h). Des prélèvements de matière sont effectués après 5, 12 et 21 jours de traitement. Les échantillons prélevés sont ensuite étudiés par respirométrie dans les mêmes conditions d'humidité que pour la matrice initiale (60 %).

Les refus de centrifugation de lisier précédents (RCL) sont également traités par compostage pendant 4 semaines en biostabilisateur rotatif. 6,5 m<sup>3</sup>

(5 tonnes) de RCL frais sont ainsi compostés sous aération forcée avec rotation régulière du cylindre, et des prélèvements sont effectués après 2 et 4 semaines de traitement en vue de leur étude respirométrique dans les mêmes conditions d'humidité que pour la matrice initiale (60 %).

Enfin, les marcs de raisin précédents (MR) sont traités par compostage sur site industriel pendant 120 jours en cuve de 100 m<sup>3</sup> sous aération forcée avec mise en œuvre de deux retournements intermédiaires. Le produit obtenu à l'issue des 120 jours de traitement est ensuite étudié par respirométrie à une humidité de 55 %.

### 2.2. Méthode respirométrique

Le dispositif respirométrique, présenté sur la figure 1, est constitué d'une cellule respirométrique en acier inoxydable hermétiquement fermée, de volume intérieur environ égal à 11,5 l. Cette enceinte contient la matrice solide à étudier (masse brute connue précisément, de l'ordre de 3-4kg), posée sur une grille placée à 10 cm du fond. La cellule respirométrique est alimentée en continu avec de l'air comprimé, à un débit de 60 l/h. Une recirculation rapide d'une partie du flux gazeux sortant, à 360 l/h, et un fritté placé au fond de la cellule assurent une bonne homogénéité

de l'oxygène au sein de la matrice. La consommation en oxygène, liée à la dégradation de la matrice organique solide, est obtenue en mesurant la différence de concentration en oxygène entre l'air entrant et l'air sortant de la cellule respirométrique grâce à un analyseur de type paramagnétique.

Le contrôle de la température est assuré par l'immersion complète de la cellule respirométrique dans un bain thermostaté à 40 °C, température évaluée comme favorable aux processus de biodégradation. L'air entrant est préchauffé par passage dans un serpentin en cuivre placé dans le bain thermostaté. La température de la matrice est mesurée en continu à l'aide d'une sonde Pt100.

Le contrôle de l'humidité est réalisé par saturation de l'air préchauffé par bullage dans deux barboteurs immergés dans le bain. Ainsi, l'humidité de l'air entrant est théoriquement égale à celle de l'air sortant. L'isolation des tuyaux de sortie de la cellule minimise la retombée des condensats dans la cellule pour que seules l'eau produite par voie métabolique lors du suivi respirométrique et les lixiviats formés influent sur l'humidité de la matrice. Ainsi, l'humidité de la matière reste globalement constante en cours de respirométrie. Toutefois, en dépit de ce contrôle d'humidité, des assèchements locaux de la matière peu-

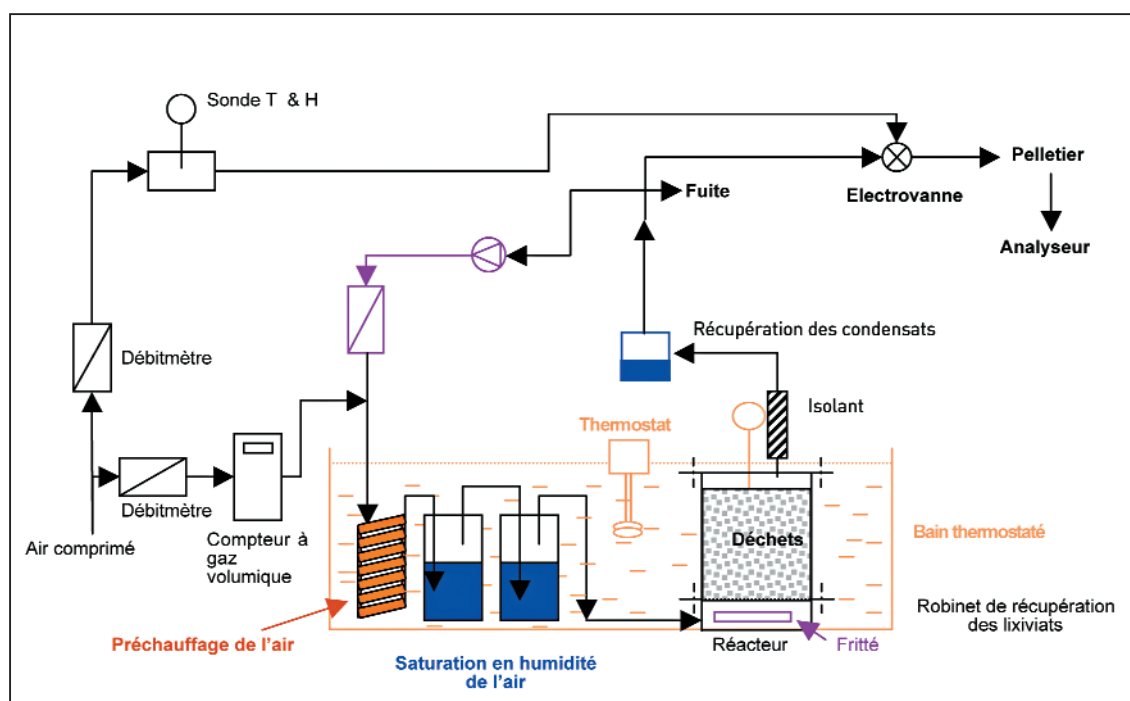


Figure 1. Dispositif respirométrique

vent apparaître en cours de suivi. Pour palier à ce phénomène et restaurer si besoin des conditions d'humidité homogènes et favorables dans la totalité de la matrice étudiée, des retournements manuels des matrices sont effectués lorsque la vitesse de consommation d'oxygène est devenue faible et quasi constante. Ces retournements sont réitérés jusqu'à ce qu'ils n'entraînent plus de reprise de consommation d'oxygène. Dans ces conditions, la totalité de la matière organique biodégradable contenue dans la matrice étudiée a bien été consommée et la quantité totale d'oxygène consommée est en corrélation directe avec la matière biodégradable présente.

À l'issue du suivi respirométrique, la masse humide de matière dans la cellule et l'humidité de celle-ci sont mesurées.

### 3. Résultats

#### 3.1. Caractérisation et comparaison de la biodégradabilité de différents déchets organiques frais – Aide à la définition des conditions de process à appliquer pour leur traitement par compostage

##### 3.1.1. Quantités totales d'oxygène consommé – Classe de quantité de matière biodégradable initiale – Vitesse maximale de consommation d'oxygène ( $r_{O_2,max}$ )

La quantité totale d'oxygène consommé lors du suivi respirométrique est en lien direct avec la quantité de matière organique biodégradable présente au sein de

la matrice étudiée. Les résultats obtenus pour les neuf déchets organiques frais étudiés, exprimés en moles d'oxygène total consommé par kg de matière sèche initiale, sont présentés dans le *tableau I*.

Les quantités totales d'oxygène consommé varient entre 2,85 et 22,71 mol  $O_2/kg MS_{init}$ . Cette fourchette conséquente a permis de définir trois classes de quantité de matière biodégradable initiale contenue dans les déchets : classe I avec une consommation cumulée supérieure à 20 mol  $O_2/kg MS_{init}$ , classe II avec une consommation comprise entre 10 et 20 mol  $O_2/kg MS_{init}$ , classe III avec une consommation inférieure à 10 mol  $O_2/kg MS_{init}$  (*tableau I*).

Un lien peut être recherché entre la classe des déchets et la nature de la matière organique contenue dans ces derniers. Ainsi, on peut noter que les déchets verts broyés sont caractérisés par une faible quantité de matière biodégradable présente (classe III) en lien avec leur nature fortement ligneuse. À l'inverse, les ordures ménagères obtenues après passage en biosabilisateur rotatif, séparation physique et criblage à 10 mm (OM1), sont caractérisées par une quantité importante de matière biodégradable présente (classe I) en lien avec la forte quantité de cellulose à ce stade de leur traitement, principalement sous forme de résidus de papiers/cartons. La classification des quatre boues d'épuration A, B, C et D mérite des précautions en termes d'interprétation. En effet, le calcul de la quantité totale d'oxygène consommé est effectué ici en prenant en compte la totalité de la matière sèche

Déchet étudié	$O_2$ total consommé (mol $O_2/kgMS_{init}$ )	Classe de quantité* de matière biodégradable initiale	$r_{O_2,max}$ (mmol $O_2/h/kgMS_{init}$ )	$Q_{aération}$ à appliquer au moment du pic (m <sup>3</sup> air/h/tonne $MS_{init}$ )
Déchets verts (DV)	6,90	III	52,7	5,7
Boue urbaine A + S	5,37	III	101	10,9
Boue urbaine B + S	2,85	III	25,7	2,8
Boue urbaine C + S	3,40	III	52,3	5,6
Boue abattoir D + S	15,02	II	86,9	9,3
Marc de raisin (MR)	13,91	II	81,6	8,8
OM1 (biostab., 10 mm)	22,71	I	110,5	11,9
OM2 (autoclavées)	10,19	II	89,6	9,7
Refus centri. lisier (RCL)	12,49	II	182,2	19,6

\* Classe I : supérieur à 20 mol $O_2/kgMS_{init}$ , classe II : entre 10 et 20 mol $O_2/kgMS_{init}$ , classe III : inférieur à 10 mol $O_2/kgMS_{init}$

**Tableau I. Oxygène total consommé, classe de quantité de matière biodégradable initiale,  $r_{O_2,max}$  et  $Q_{aération}$  des déchets étudiés**

initiale en provenance de la boue mais également, de l'agent structurant utilisé en tant que co-produit lors de l'étude de ces substrats pâteux. Cet agent structurant, de nature ligneuse (palettes, plaquettes de bois...) est faiblement biodégradable comparative-ment à la boue à laquelle il est ajouté. Dans ce cadre, il semble justifié de ramener la consommation cumulée d'oxygène non pas à la masse initiale de matière sèche totale mais uniquement à la masse sèche initiale de boue. Cette prise en compte exclusive de la boue augmente fortement la quantité d'oxygène consommé et donc modifie la classe obtenue. Par exemple, l'oxygène total consommé augmente de 3,40 molO<sub>2</sub>/kgMS<sub>init</sub> (B+S) (classe III) à 15,15 molO<sub>2</sub>/kgMS<sub>init</sub> (B) (classe II) pour la boue C, et de 15,02 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>init</sub> (B+S) (classe II) à 34,40 molO<sub>2</sub>/kgMS<sub>init</sub> (B) (classe I) pour la boue D.

En termes opérationnels, la connaissance de la quantité totale d'oxygène consommé (molO<sub>2</sub>/kgMS<sub>init</sub>) déterminée lors de la caractérisation respirométrique d'un déchet organique permet de calculer le volume minimal d'air à injecter à la matrice lors de son traitement par compostage. Les conditions d'aération peuvent également être précisées à l'aide de la valeur maximale atteinte par la vitesse de consommation d'oxygène (rO<sub>2</sub>max) au moment du pic respirométrique. En effet, cette valeur permet d'estimer le débit d'air à fournir relativement rapidement après le démarrage du traitement par compostage pour ne pas ralentir les cinétiques de biodégradation. Ce débit pourra être réduit ensuite, la demande en oxygène décroissant après le pic de consommation comme en témoigne la *figure 2*. Pour les neuf déchets organiques étudiés ici, les rO<sub>2</sub>max atteints en cours de respirométrie et les débits d'aération à appliquer au démarrage du compostage sont donnés dans le *tableau I*. Les débits calculés sont variables selon la nature du déchet, entre 2,8 et 19,6 m<sup>3</sup> air/h/tonne MS<sub>init</sub>. On peut noter qu'un débit faible est obtenu pour les déchets verts broyés, justifiant la mise en œuvre du compostage de ce type de substrats sans aération forcée mais uniquement avec des retournements. À l'inverse, un débit élevé est obtenu avec les refus de centrifugation de lisier, nécessitant ainsi la mise en œuvre d'un process de compostage avec aération forcée pour ce type de déchet. Comme

précédemment avec la quantité totale d'oxygène consommé, les résultats obtenus sur les boues méritent d'être clarifiés en ramenant les débits d'aération calculés à la masse sèche initiale de boue seule et non à celle de mélange boue / agent structurant. Cette prise en compte exclusive de la boue augmente considérablement les débits nécessaires en début de compostage, justifiant l'aération forcée généralement appliquée en compostage de boues d'épuration : 25,1 m<sup>3</sup> air/h/tonne MS<sub>init</sub>(B) contre seulement 5,6 m<sup>3</sup> air/h/tonne MS<sub>init</sub>(B+S) dans le cas de la boue C, 21,4 m<sup>3</sup> air/h/tonne MS<sub>init</sub>(B) contre seulement 9,3 m<sup>3</sup> air/h/tonne MS<sub>init</sub>(B+S) dans le cas de la boue D.

### 3.1.2. Allure des courbes respirométriques obtenues – Modélisation biologique

Les courbes respirométriques obtenues (rO<sub>2</sub> en fonction du temps, exprimée en mmol O<sub>2</sub>/h/kg de matière sèche initiale introduite dans la cellule respirométrique) pour sept des neuf déchets organiques étudiés sont présentées sur la *figure 2* (les profils des boues B et C sont proches de celui de la boue A et ne sont donc pas présentés sur cette figure). Un zoom sur les 14 premiers jours de suivi respirométrique est également effectué sur la *figure 3*.

Les profils respirométriques sont fortement disparates selon le déchet organique étudié. Pour certains substrats tels que les boues d'épuration urbaine, les courbes respirométriques présentent une évolution « classique », avec une première phase de croissance rapide du rO<sub>2</sub> en lien avec l'utilisation métabolique par les micro-organismes de la matière organique facilement biodégradable présente dans le substrat, puis une seconde phase de décroissance progressive du rO<sub>2</sub> correspondant majoritairement à la dégradation microbienne de la matière organique plus lentement biodégradable consécutivement à une première étape d'hydrolyse enzymatique.

Pour ce type de réponse respirométrique « classique », un modèle biologique découlant des modèles ASM (Activated Sludge Model), développés dans le cadre de l'étude du traitement biologique des eaux usées, a été mis au point par [TREMIER *et al.*, 2004, 2005] lors de l'élaboration de la méthode respirométrique appliquée dans cette étude. Ce modèle, utilisé et validé avec des mélanges boues / structurant par les auteurs précédents, est basé sur un découpage simple

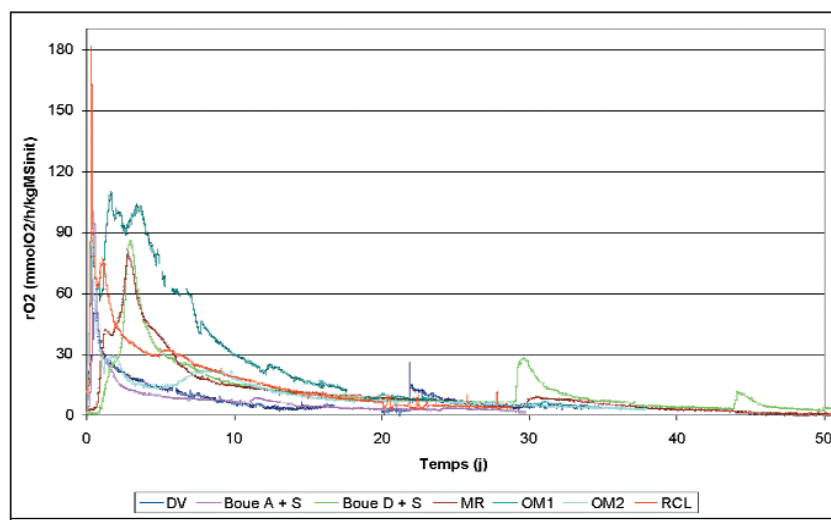


Figure 2. Courbes respirométriques des déchets organiques étudiés

de la matière organique en quatre fractions : une fraction rapidement biodégradable MB, une fraction lentement biodégradable MH, une fraction inerte MI et une biomasse active unique X. Ce modèle permet de déterminer des paramètres importants de caractérisation de la biodégradabilité des substrats : les constantes cinétiques des processus de biodégradation considérés (croissance et déclin de la biomasse, consommation du substrat biodégradable, consommation d'oxygène), la quantité totale de matière organique biodégradable présente, ainsi que son fractionnement selon ses parts MB et MH.

Toutefois, certains déchets organiques étudiés ici, autres que des boues d'épuration urbaine, présentent

des profils respirométriques « atypiques », indicateurs de la complexité des processus de biodégradation aérobie. Ainsi, la première phase de croissance exponentielle du  $rO_2$  peut être marquée pour certains déchets par un épaulement notable (marcs de raisin MR, boue D), voire par un premier pic du  $rO_2$  avant l'atteinte de la valeur maximale (OM1) (figure 3). La seconde phase « classique » de décroissance du  $rO_2$  peut également être complexifiée par un nouvel épaulement (marcs de raisin MR, OM2) ou par la présence d'un pic  $rO_2$  secondaire (refus de centrifugation de lisier RCL). Dans le cas des OM1, deux pics  $rO_2$  quasi équivalents sont observés. Ces différents phénomènes nécessitent des évolutions et améliorations

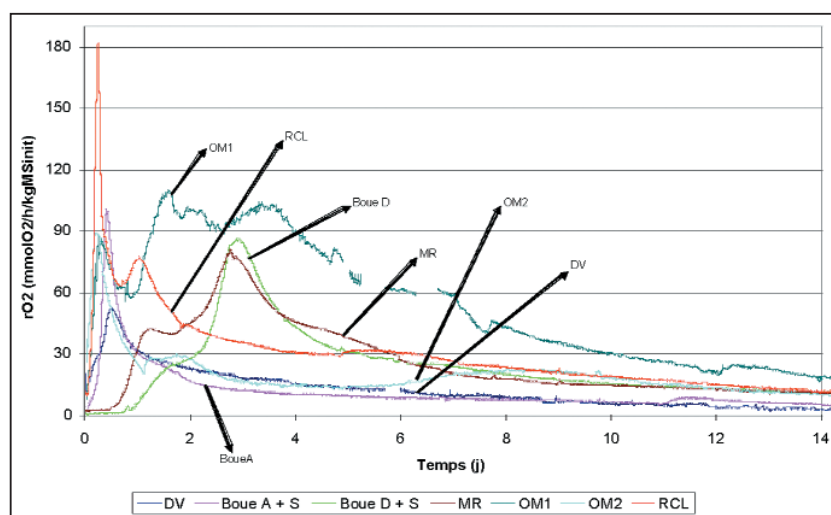


Figure 3. Courbes respirométriques des déchets organiques étudiés ; zoom sur les 14 premiers jours

du modèle biologique précédent afin de pouvoir simuler de façon correcte ces courbes respirométriques expérimentales atypiques. Le concept de découpage de la matière organique en quatre fractions et la succession relativement simple des processus de biodégradation d'une fraction MB puis d'une fraction MH méritent donc d'être revus. La prise en compte de plusieurs biomasses  $X_i$  de cinétiques de croissance différentes, de plusieurs fractions facilement biodégradables  $MB_i$ , de plusieurs fractions lentement biodégradables  $MH_i$  avec des cinétiques d'hydrolyse enzymatique différentes, peuvent constituer des pistes d'optimisation de la modélisation biologique précédente.

### 3.1.3. Évolution du potentiel résiduel de biodégradabilité (PRB)

La mesure des masses sèches initiale et finale de matrice étudiée en respirométrie permet de calculer la perte massique totale de matière sèche engendrée par les processus de biodégradation. Cette perte est directement proportionnelle à la quantité totale d'oxygène consommée lors du suivi. La connaissance des consommations instantanées d'oxygène permet alors d'estimer l'évolution dans le temps de respirométrie de la masse de matière sèche présente :

$$m_{MS_{instantanée}}(t) = m_{MS_{instantanée}}(t-dt) - \{O_2_{tot\ conso}(t-dt,t) \cdot [Dm_{MS}(0,t) / O_2_{tot\ conso}(0,t)]\},$$

avec :

$m_{MS_{instantanée}}(t)$  et  $m_{MS_{instantanée}}(t-dt)$  : masses de matière sèche de matrice présente dans la cellule respirométrique à l'instant  $t$  considéré et à l'instant antérieur ( $t-dt$ ), exprimées en kg ;

$O_2_{tot\ conso}(t-dt,t)$  :  $O_2$  consommé entre l'instant  $t-dt$  et l'instant  $t$  considéré, exprimé en  $molO_2$  ;

$Dm_{MS}(0,t)$  : perte massique de matière sèche sur la totalité du suivi respirométrique, entre l'instant initial de suivi (0) et le temps d'arrêt du suivi ( $t$ ), exprimée en kg ;

$O_2_{tot\ conso}(0,t)$  :  $O_2$  consommé sur la totalité du suivi respirométrique, entre l'instant initial de suivi (0) et le temps d'arrêt du suivi ( $t$ ), exprimé en  $mol O_2$ .

Sur la base des profils  $rO_2$  précédemment présentés et de l'évolution instantanée de la masse de matière sèche, le potentiel résiduel de biodégradabilité peut être calculé à chaque instant du suivi respirométrique selon :

$$PRB(t) = [O_2_{tot\ conso}(0,t) - O_2_{tot\ conso}(0,t)] / m_{MS_{instantanée}}(t)$$

avec :

$PRB(t)$  = potentiel résiduel de biodégradabilité à l'instant considéré  $t$ , exprimé en  $mol O_2/kg MS_{instantanée}$  ;

$O_2_{tot\ conso}(0,t)$  =  $O_2$  consommé entre l'instant initial de suivi respirométrique (0) et l'instant  $t$  considéré, exprimé en  $mol O_2$ .

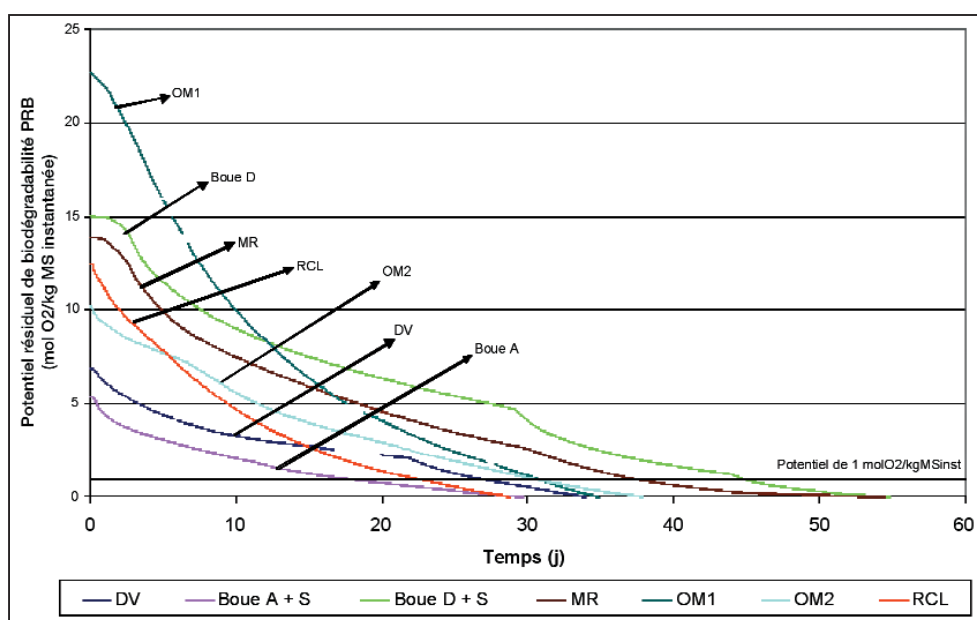


Figure 4. Évolution du potentiel résiduel de biodégradabilité (PRB) des déchets étudiés en cours de respirométrie

La définition du potentiel résiduel de biodégradabilité permet d'évaluer, à chaque instant des processus de biodégradation, le niveau de stabilisation biologique de la matrice étudiée. Les résultats de l'évolution du PRB en cours de respirométrie pour les différents déchets organiques frais étudiés sont présentés sur la *figure 4*.

En fin de suivi respirométrique, lorsque la quantité de matière biodégradable résiduelle devient négligeable, les évolutions du PRB deviennent très faibles. Un PRB de 1 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>instantanée</sub> peut être considéré comme valeur seuil en dessous de laquelle la biodégradabilité résiduelle de la matrice devient négligeable, sans préjuger toutefois de l'usage agronomique potentiel de ce type de produit. Ces temps d'atteinte d'un PRB de 1 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>instantanée</sub> correspondent, sur les profils rO<sub>2</sub>, aux zones de fin de courbe où la vitesse de consommation d'oxygène devient très faible (<10 mmol O<sub>2</sub>/h/kgMS<sub>instantanée</sub>) et quasi-constante (variation < 1,5 mmol O<sub>2</sub>/h/kgMS<sub>instantanée</sub> sur 24 h), justifiant ainsi ce choix de 1 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>instantanée</sub> indicatif d'une activité de biodégradation devenue négligeable et très lente. Les durées respirométriques nécessaires pour atteindre cette valeur seuil sont mentionnées dans le *tableau II*.

Déchet étudié	Durée respiro. nécessaire pour atteindre PRB de 1 mol O <sub>2</sub> /kgMS <sub>instantanée</sub> (jours)
Déchets verts (DV)	26,6
Boue urbaine A + S	17,3
Boue urbaine B + S	8,2
Boue urbaine C + S	5,6
Boue abattoir D + S	44,6
Marc de raisin (MR)	37,1
OM1 (BRS, 10mm)	30,6
OM2 (autoclavées)	30,3
Refus de centrifugation de lisier (RCL)	22,3

**Tableau II. Durée respirométrique nécessaire pour atteindre un PRB de 1 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>instantanée</sub>**

En termes opérationnels, l'évolution en cours de respirométrie du potentiel résiduel de biodégradabilité (PRB) du substrat et la détermination du temps nécessaire pour atteindre un PRB négligeable de 1 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>instantanée</sub> indiquent un temps minimal de

traitement par compostage à appliquer pour atteindre une biodégradabilité résiduelle négligeable. Dans le cas des déchets étudiés ici, les durées du *tableau II* montrent bien des différences importantes de biodégradabilité selon les matrices du point de vue de leur cinétique de biodégradation, sans lien véritable avec leur quantité initiale de matière biodégradable mais plus avec la nature de celle-ci. Par exemple, la quantité initiale de matière biodégradable contenue dans les OM1 est nettement supérieure à celle des marcs de raisin (MR) – 22,71 contre 13,91 mol O<sub>2</sub>/kgMS – alors que la cinétique de biodégradation de ces derniers est plus lente que celle des OM1 : 37,1 jours contre 30,6 jours pour atteindre le seuil de 1 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>instantanée</sub>. Un lien peut exister entre cette cinétique de biodégradation « rapide » pour les OM1 et la nature fortement cellulosique de leur matière organique biodégradable. De même, les déchets verts (DV), qui ont une faible quantité initiale de matière biodégradable (6,9 mol O<sub>2</sub>/kgMS), ont également une cinétique de biodégradation relativement lente (26,6 jours nécessaires pour atteindre le seuil de 1 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>instantanée</sub>) très certainement liée à la nature plutôt ligneuse et difficilement biodégradable de leur matière organique.

### 3.2. Suivi de traitements par compostage. Identification de défauts de gestion du processus de traitement

#### 3.2.1. Déchets organiques avant et après traitement par compostage. Comparaison avec l'indice AT<sub>4</sub> (cas des marcs de raisin MR et des refus de centrifugation de lisier RCL)

Les courbes respirométriques obtenues (rO<sub>2</sub> en fonction du temps, exprimée en mmol O<sub>2</sub>/h/kgMS<sub>init</sub>) sur les marcs de raisin (MR) et les refus de centrifugation de lisier (RCL) avant et après leur traitement par compostage sont présentées sur les *figures 5* et *6*.

L'observation des résultats révèle une nette diminution après traitement par compostage de la quantité d'oxygène consommée lors de la caractérisation respirométrique (13,91 et 2,10 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>init</sub> respectivement pour MR avant et après compostage, 12,49 et 5,62 mol O<sub>2</sub>/kgMS<sub>init</sub> respectivement pour RCL avant et après compostage). La méthode respirométrique utilisée permet donc bien de déterminer la biodégra-



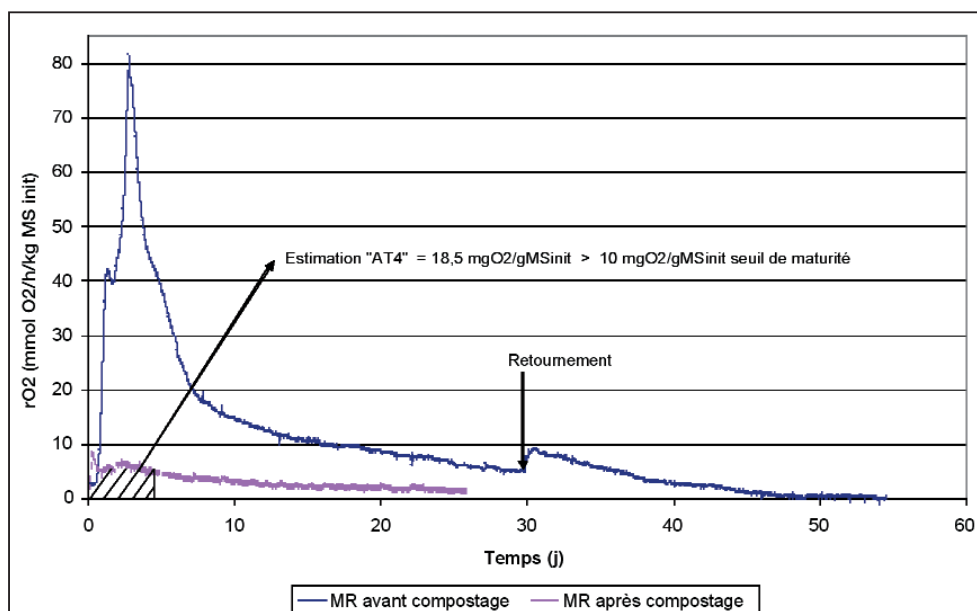


Figure 5. Courbes respirométriques des marcs de raisin (MR) avant et après compostage

dabilité d'une matrice organique solide en amont, en cours ou en aval de son traitement par compostage.

En ce qui concerne la caractérisation des marcs de raisin et des refus de centrifugation après compostage, une comparaison des résultats respirométriques obtenus peut être faite avec l'indice AT<sub>4</sub>. Cet indice, donné par [BINNER et ZACH, 1999], correspond au

cumul de la consommation en oxygène sur 4 jours, mesurée à 20°C via la variation de la concentration en oxygène gazeux dans une enceinte fermée réalimentée en oxygène et contenant environ 30-40 g de matrice broyée à moins de 20 mm et d'humidité ajustée entre 40 et 50 %. À l'aide de la méthode respirométrique appliquée ici, le calcul du cumul de

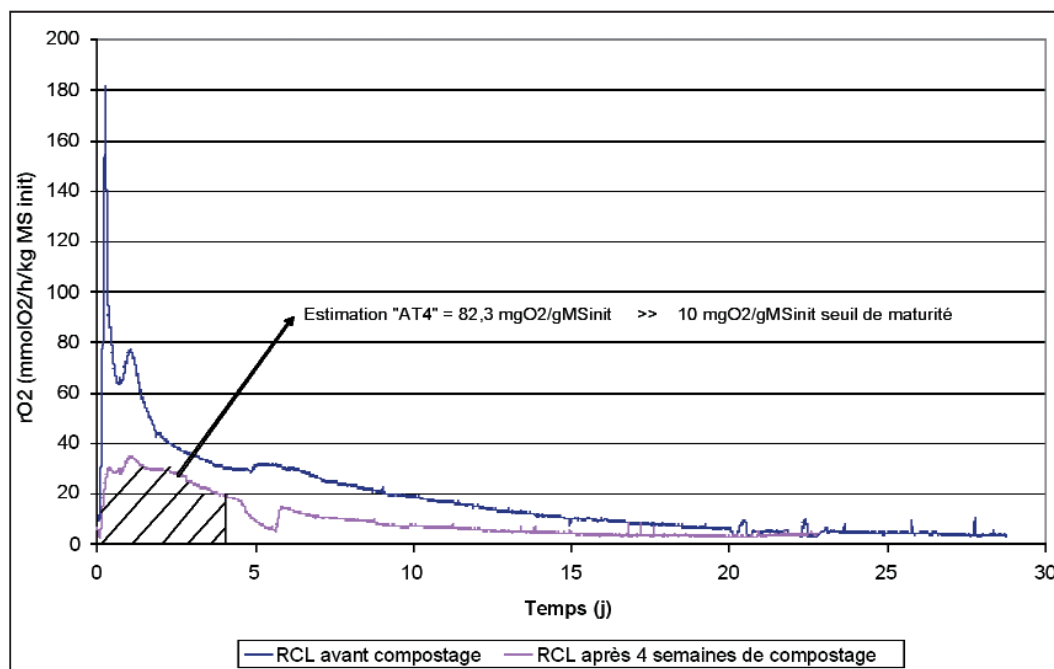


Figure 6. Courbes respirométriques des refus de centrifugation de lisier (RCL) avant et après compostage

consommation d'oxygène sur les 4 premiers jours, que l'on peut considérer comme équivalent à l'AT<sub>4</sub>, donne une valeur de 18,5 mg O<sub>2</sub>/gMS<sub>init</sub> pour les marcs de raisin compostés et de 82,3 mg O<sub>2</sub>/gMS<sub>init</sub> pour les refus de centrifugation de lisier compostés. Les valeurs obtenues peuvent être comparées à la limite de stabilité biologique de l'AT<sub>4</sub> de 10 mg O<sub>2</sub>/g MS donnée par les auteurs précédents. Toutefois, les conditions de détermination étant différentes, tant en termes d'aération, de température et de préparation de l'échantillon, la non-stabilité des composts de marcs de raisin et de refus de centrifugation de lisier étudiés, qui présentent une valeur AT<sub>4</sub> supérieure à la limite de 10 mg O<sub>2</sub>/g MS, ne peut être effectivement validée.

### 3.2.2. Stabilisation des déchets en cours de compostage (cas de la boue urbaine A et des refus de centrifugation de lisier RCL)

L'étude respirométrique de déchets prélevés en cours de traitement par compostage permet de suivre l'évolution de leur biodégradabilité lors du process. La comparaison de la biodégradabilité résiduelle ainsi mesurée sur ces prélèvements avec les cinétiques de biodégradation obtenues lors de la caractérisation respirométrique du déchet avant son traitement peut permettre aux opérationnels d'identifier un défaut de

gestion dans leur process et donc d'optimiser ce dernier.

Les données relatives à la caractérisation respirométrique du mélange boue d'épuration urbaine A / structurant après 0, 5, 12 et 21 jours de compostage en réacteur permettent dans un premier temps d'illustrer cet usage potentiel des résultats respirométriques. La *figure 7* rappelle l'évolution en cours de respirométrie du potentiel résiduel de biodégradabilité de la boue A prélevée avant son traitement par compostage et précise les valeurs de biodégradabilité résiduelle mesurées par respirométrie sur les échantillons de matière prélevés après 5, 12 et 21 jours de compostage (quantités totales d'oxygène consommé lors de l'étude respirométrique de ces trois échantillons, ramenées à la masse de matière sèche présente dans chaque échantillon en début de respirométrie).

Après 5, 12 et 21 jours de compostage, l'étude respirométrique des échantillons prélevés dans le réacteur fournit des potentiels résiduels de biodégradabilité respectivement de 4,06, 2,85 et 2,46 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>instantanée</sub>. Ces valeurs peuvent être comparées aux PRB à ces mêmes instants obtenus lors de l'étude respirométrique du substrat initial : 3,06, 1,72 et 0,68 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>instantanée</sub>. Les processus de biodégradation en cours de respirométrie sur le substrat initial sont différents de ceux intervenant en traitement réel de

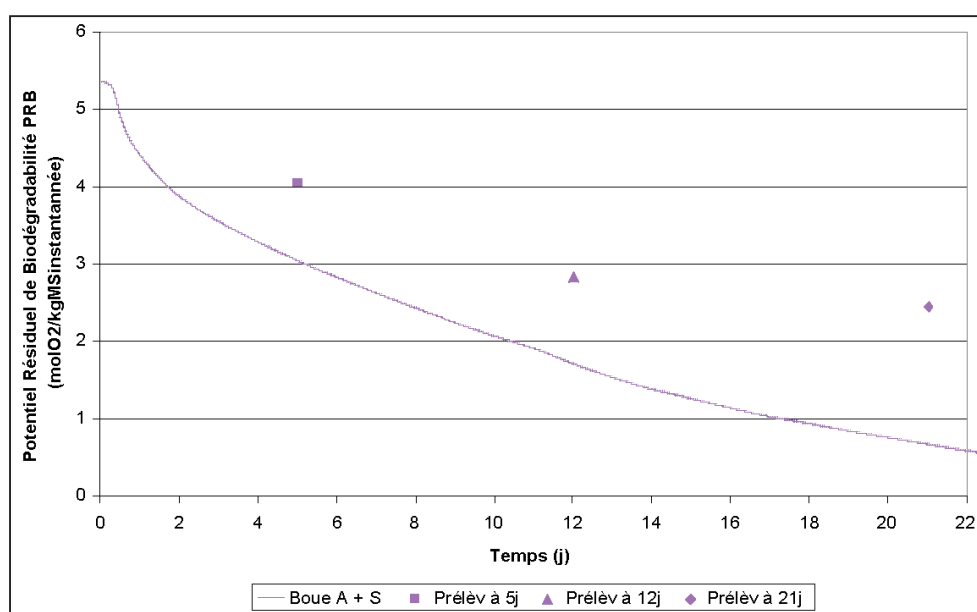


Figure 7. Comparaison de l'évolution du PRB du substrat Boue A + S en respirométrie avec le PRB effectif mesuré après 5, 12 et 21 jours de traitement par compostage de ce même substrat

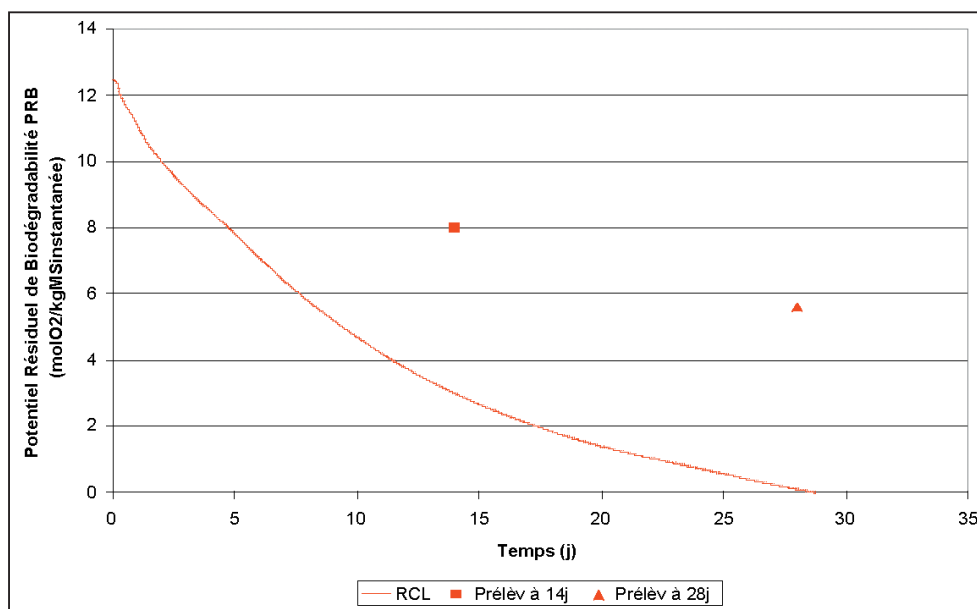


Figure 8. Comparaison de l'évolution du PRB du substrat RCL en respirométrie avec le PRB effectif mesuré après 14 et 28 jours de traitement par compostage de ce même substrat

compostage du même déchet, notamment en raison des conditions contrôlées d'aération (homogène et non limitante), d'humidité (homogène, constante et non limitante) et de température (homogène, constante et favorable aux processus de biodégradation – 40°C) maintenues en cours d'étude respirométrique. Il est donc logique que des écarts apparaissent entre les PRB atteints à 5-12-21 jours lors de l'étude respirométrique du mélange initial Boue A + S et les PRB effectivement mesurés sur les prélèvements de matière à 5-12-21 jours de traitement par compostage. Toutefois, les écarts observés s'accroissent après 12 jours et laissent supposer l'apparition de limitations des processus de biodégradation en cours de compostage entre 12 et 21 jours. L'examen visuel de la matrice lors des prélèvements de matière dans le réacteur de compostage montrait de fortes hétérogénéités d'humidité dès 5 jours de traitement, mais particulièrement à 12 et 21 jours. Un fort tassement de la matière a également été observé dans le réacteur dès le jour 5. Ces observations visuelles (tassement potentiellement limitant pour l'oxygénation de la matière, hétérogénéités d'humidité avec apparition probable de zones sèches limitantes pour les processus de biodégradation) sont en accord avec l'hypothèse d'une apparition de conditions limitantes dans la matrice lors du compostage qui peut être effectuée

sur la base de la comparaison des PRB « attendus » et « effectifs ». Cette comparaison permet donc bien d'identifier un défaut de gestion du processus de traitement et de proposer une optimisation de ce dernier. Dans le cas présenté, une intervention, sous forme d'un retournement de la matrice, aurait été nécessaire aux environs du 12<sup>e</sup> jour de traitement par compostage afin de réhomogénéiser la matrice, casser les chemins préférentiels éventuels d'aération, restaurer des conditions favorables d'humidité, et ainsi relancer les processus de biodégradation et l'activité microbienne.

La même démarche peut être appliquée aux refus de centrifugation de lisier compostés en biostabilisateur rotatif, pour lesquels un prélèvement intermédiaire de matière a été effectué après 2 semaines de traitement, en sus de celui réalisé en fin de phase active de compostage à 4 semaines. La figure 8 rappelle l'évolution en cours de respirométrie du potentiel résiduel de biodégradabilité des RCL prélevés avant leur traitement par compostage et précise les valeurs de biodégradabilité résiduelle mesurées par respirométrie sur les échantillons de matière prélevés après 14 et 28 jours de compostage.

Après 14 et 28 jours de compostage, l'étude respirométrique des échantillons prélevés dans le biostabilisateur fournit des potentiels résiduels de biodégradabilité respectivement de 7,99 et

5,62 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>instantanée</sub>, nettement supérieurs aux PRB à ces mêmes instants obtenus lors de l'étude respirométrique en conditions contrôlées d'aération/température/humidité du substrat initial (2,99 et 0,1 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>instantanée</sub> respectivement à 14 et 28 jours). Les écarts entre les PRB « attendus » et « effectifs » sont nettement supérieurs dans le cas présent du compostage de refus de centrifugation de lisier en biostabilisateur rotatif à ceux obtenus précédemment en compostage de boue/structurant en réacteur pilote de compostage de 300 L. Toutefois, il faut noter que les conditions de compostage sont très différentes entre les deux procédés. À titre d'exemple, les quantités traitées sont nettement plus importantes en biostabilisateur (5 tonnes contre 100-140 kg en réacteur pilote de 300 L) et les conditions d'aération moins bien maîtrisées. Les résultats obtenus sur les refus de centrifugation de lisier laissent néanmoins supposer que le process appliqué peut être optimisé afin de réduire les écarts obtenus entre PRB « attendus » et « effectifs », par exemple en modifiant les débits d'aération et la fréquence de rotation du cylindre.

#### 4. Conclusion

La méthode respirométrique dynamique développée par [TREMIER *et al.*, 2004, 2005] et [BERTHE *et al.*, 2007], qui permet d'étudier plusieurs litres de matrice solide non prétraitée en conditions contrôlées d'aération, de température et d'humidité, est ici appliquée pour caractériser et comparer la biodégradabilité de neuf déchets organiques frais différents, en termes de quantité de matière biodégradable et de cinétiques de biodégradation. L'allure générale des courbes respirométriques obtenues est très variable d'un déchet à l'autre, certains substrats étant caractérisés par des profils respirométriques « atypiques » (épaulement en croissance et/ou en décroissance, double pic de consommation d'oxygène...). La complexité des processus de biodégradation, visualisée dans cette étude, rend ainsi délicate la modélisation de ces derniers et des paramètres « simples » d'interprétation des courbes respirométriques expérimentales sont recherchés. Les quantités totales d'oxygène consommé en cours de respirométrie, en lien direct avec la quantité de matière organique biodégradable

présente au sein des matrices, sont très variables d'un déchet à l'autre (entre 2,85 et 22,71 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>mit</sub>). Trois classes de quantité de matière biodégradable initiale contenue dans les déchets sont proposées et des liens sont recherchés entre ces classes et la nature de la matière organique présente dans les déchets étudiés. Le PRB (potentiel résiduel de biodégradabilité) est également défini. Son évolution en cours de respirométrie permet d'atteindre des éléments importants sur les cinétiques de biodégradation et d'évaluer, à chaque instant des processus de biodégradation de la matrice étudiée, son niveau de stabilisation biologique. Il apparaît que les cinétiques de biodégradation des neuf déchets étudiés sont fortement variables, sans lien véritable avec la quantité initiale de matière biodégradable présente dans les déchets mais plus avec la nature de celle-ci. Une valeur seuil du PRB (1 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>instantanée</sub>) est proposée en tant que limite en-dessous de laquelle la biodégradabilité résiduelle de la matrice devient négligeable au vue de l'évolution au-delà de cette valeur des profils de consommation d'oxygène (très faible < 10 mmol O<sub>2</sub>/h/kg MS<sub>instantanée</sub> ; quasi constante avec des variations < 1,5 mmol O<sub>2</sub>/h/kg MS<sub>instantanée</sub> sur 24 h). Les paramètres respirométriques précédents sont en outre examinés sous l'angle de leur usage potentiel par les opérationnels du compostage en vue de définir les conditions de process à appliquer aux déchets caractérisés par respirométrie. Ainsi, la connaissance de la quantité totale d'oxygène consommé en respirométrie par le déchet frais permet de calculer le volume d'air minimal à injecter à la matrice lors de son traitement par compostage. Le rO<sub>2</sub>max atteint en respirométrie permet de préciser les conditions d'aération en donnant le débit d'air à fournir relativement rapidement après le démarrage du traitement par compostage. Enfin, la durée respirométrique nécessaire pour atteindre un PRB de 1 mol O<sub>2</sub>/kg MS<sub>instantanée</sub> indique un temps minimal de traitement par compostage à appliquer pour obtenir une biodégradabilité résiduelle négligeable.

Les données respirométriques obtenues sur un mélange boue/structurant et sur des refus de centrifugation de lisier, avant et pendant leur traitement par compostage, permettent d'illustrer l'usage potentiel de la méthode respirométrique et du PRB précédem-

ment défini en vue de suivre un traitement par compostage, identifier des défauts de gestion du process et optimiser ce dernier.

Enfin, en ce qui concerne la détermination de la stabilité biologique des composts, les potentialités d'usage de cette méthode respirométrique et des différents paramètres d'interprétation proposés restent

à investiguer via d'une part, la comparaison à d'autres méthodes et via d'autre part, la corrélation des résultats à des comportements agronomiques « avérés » en vue de fixer des seuils « absolus » applicables et validés pour tous les produits et fonction de leur usage agronomique.

## Bibliographie

ADANI F., LOZZI P., GENEVINI P. (2001). "Determination of biological stability by oxygen uptake on municipal solid waste and derived products". *Compost Science and Utilization*, 9(2), 163-178.

ADANI F., UBBIALI C., GENEVINI P. (2006). "The determination of biological stability of composts using the dynamic respiration index : the results of experience after two years". *Waste Management*, 26(1), 41-48.

ADANI F., UBBIALI C., TAMBONE F., CENTEMERO M., GENEVINI P. (2002). "Static and dynamic respirometric indexes" - Italian research and studies. *The biological treatment of biodegradable waste. Technical aspects*. Brussels.

AGUILAR-JUAREZ O. (2000). "Analyse et modélisation des réactions biologiques aérobies au cours de la phase d'exploitation d'un casier d'un centre d'enfouissement technique". *Institut national des sciences appliquées de Toulouse*. 233 p.

BERTHE L., DRUILHE C., MASSIANI C., TREMIER A., DE GUARDIA A. (2007). "Coupling a respirometer and a pycnometer to study the biodegradability of solid organic wastes during composting". *Biosystems Engineering*. Article en attente de parution.

BINNER E., ZACH A. (1999). "Laboratory tests describing the biological reactivity of pretreated residual wastes". In: W. Bidlingmaier, M. deBertoldi, L. Diaz, E. Papadimitriou, editors. « *Organic Recovery and Biological Treatment* » - ORBIT 1999. Weimar:Rhombos - Verlag. 255-261.

GEA T., BARRENA R., ARTOLA A., SANCHEZ A. (2004). "Monitoring the biological activity of the composting process: oxygen uptake rate (OUR), respirometric index (RI) and respiratory quotient (RQ)". Wiley Interscience.

TREMIER A. (2004). "Modélisation d'un traitement par compostage - Développement d'outils expérimentaux d'étude du procédé et conception d'un modèle". *Université de Provence (Aix-Marseille 1)*. 274 p.

TRÉMIER A., DE GUARDIA A., MASSIANI C., PAUL E., MARTEL J.-L. (2005). "A respirometric method for characterising the organic composition and biodegradation kinetics and the temperature influence on the biodegradation kinetics, for a mixture of sludge and bulking agent to be co-composted". *Bioresource Technology*, 96(2), 169-180.

## Résumé

C. DRUILHE, A. DE GUARDIA, L. BERTHE, A. TREMIER, J.-L. MARTEL. Mesure de la biodégradabilité des déchets et des composts par respirométrie. Applications opérationnelles

Le développement d'outils de mesure de la biodégradabilité des matrices organiques solides avant, pendant et après leur traitement par compostage, est un enjeu majeur afin notamment de :

- mieux définir la « compostabilité » initiale des déchets et les conditions de process de compostage à leur appliquer,
- suivre et optimiser les procédés de compostage du point de vue de leur capacité à stabiliser la matière organique,
- disposer d'indicateurs de stabilisation biologique des composts.

Une méthode respirométrique dynamique permettant d'étudier plusieurs litres de matrice solide non prétraitée en conditions contrôlées d'aération, de température et d'humidité, est appliquée pour caractériser et comparer la biodégradabilité de neuf déchets organiques frais (mélanges de boues / structurant, déchets verts, marcs de raisin, ordures ménagères prétraitées, refus de centrifugation de lisier). La biodégradabilité de ces divers déchets est comparée en termes de quantité totale de matière organique biodégradable présente ainsi qu'en termes de cinétiques de biodégradation. Différents paramètres d'interprétation des courbes respirométriques obtenues sont proposés et des exemples d'usages potentiels de ces paramètres par les opérationnels du compostage sont identifiés relativement à la définition des conditions de process à appliquer aux déchets ainsi caractérisés.

Pour trois de ces déchets, la biodégradabilité résiduelle en cours et/ou en aval de leur traitement par compostage est également déterminée à l'aide de la méthode respirométrique choisie. La comparaison de la biodégradabilité résiduelle en cours de compostage avec les cinétiques de biodégradation obtenues lors de la caractérisation respirométrique du déchet avant son traitement permet d'identifier des défauts de gestion dans le process de compostage et donc d'optimiser ce dernier. La détermination de la stabilité biologique des composts à l'aide de l'outil appliqué reste à investiguer notamment en vue de fixer des seuils « absolus » validés pour tous les produits et fonction de leur usage agronomique.

## Summary

C. DRUILHE, A. DE GUARDIA, L. BERTHE, A. TREMIER, J.-L. MARTEL. Measurement by respirometry of organic wastes and composts biodegradability. Operational applications

The development of tools to determine accurately the organic wastes biodegradability, before, during and after their composting treatment, is a major challenge in order to

- define the initial "compostability" of organic wastes and the composting process parameters for their treatment,
- follow and optimise the composting process on the organic matter biostabilisation point of view,
- provide biostabilisation indicators for composts.

A dynamic respirometric method, using several liters of non-pretreated solid material in controlled conditions of aeration, temperature and moisture, was applied in order to characterise and compare the biodegradability of 9 organic wastes (sludge, green wastes, grape cake, pretreated municipal wastes, solid fraction from slurry centrifugation). Biodegradability was compared on one hand relating to the total amount of biodegradable organic matter within the studied wastes, and on the other hand relating to the biodegradation kinetics. In the purpose of an operational use, the respirometric results were also interpreted in order to define the best composting process conditions.

For 3 of the 9 previous wastes, the residual biodegradability during and/or at the end of their composting treatment was also determined. The comparison between the residual biodegradability variation during composting and the biodegradation kinetics obtained by the respirometric characterisation of waste before its treatment, allowed the identification of composting process defaults and then its optimisation. The determination of biological stability of composts thanks to this respirometric method should be further investigated, in particular to determine absolute values validated for all products and function of their agronomic uses.