Caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques de digestats bruts et post-traités destinés à l'épandage agricole

■ G. MAYNAUD¹, D. PATUREAU¹, C. DRUILHE^{2,3}, C. ZIEBAL², J. JIMENEZ¹, M. TORRIJOS¹, A.-M. POURCHER², N. WÉRY¹

Mots-clés : méthanisation, digestat, posttraitement, séparation de phase, compostage, engrais organique, amendement organique

Keywords: anaerobic digestion, digestate, post-treatment, solid-liquid separation, composting, fertilizer

Introduction

La méthanisation représente l'une des voies de valorisation des déchets organiques, permettant de produire du biogaz utilisable à des fins énergétiques, et une matière fertilisante, le digestat, destiné à l'épandage agricole. Le digestat correspond au résidu de la digestion qui peut être, selon le type de procédé (voie sèche ou liquide), de nature solide (> 15-20 % de matière sèche (MS)) ou liquide (< 15 % de MS). Les caractéristiques physico-chimiques des digestats sont différentes de celles des déchets non digérés. En effet, le digestat est essentiellement composé de matière organique (MO) partiellement dégradée et de micro-organismes. Il contient une plus forte proportion d'azote minéral sous forme d'ammonium (NH₄⁺) directement assimilable par les plantes par rapport au déchet non digéré, et contient divers macro et micro-éléments nécessaires à la croissance et au développement végétal [TAMBONE *et al.*, 2010 ; TEGLIA *et al.*, 2011 ; MÖLLER et MÜLLER, 2012]. Le digestat apparaît donc être une matière fertilisante intéressante pour remplacer les engrais minéraux classiques [TAMBONE *et al.*, 2010]. Diverses études ont par

ailleurs montré l'effet bénéfique de l'apport de digestats et de composts sur la croissance végétale [FUCHS *et al.*, 2008 ; MAKÁDI *et al.*, 2012].

Actuellement en France, le digestat est considéré comme un déchet et peut donc être valorisé tel quel uniquement par l'intermédiaire d'un plan d'épandage. Deux voies de sortie du statut de déchet pour acquérir un statut de produit existent à l'heure actuelle pour le digestat. Il peut tout d'abord être valorisé en tant que produit s'il est soumis à une phase de post-traitement par compostage, généralement avec des co-substrats ligno-cellulosiques, pour répondre ainsi aux normes françaises concernant les amendements organiques (NFU44-051 d'avril 2006 amendée en 2010 [AFNOR, 2006]) et les composts contenant des matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux (MIATE) (NFU44-095 de mai 2002 amendée en 2008 [AFNOR, 2002]). Les digestats peuvent être aussi valorisés en tant que produit *via* l'obtention d'une autorisation de mise sur le marché délivrée par l'Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (ANSES), en respectant un cahier des charges qui précise leurs conditions d'utilisation.

Pour être valorisé en tant que matière fertilisante ou amendement organique, le digestat doit répondre à certains critères de qualité agronomique (teneur en éléments fertilisants) et d'innocuité (chimique et microbiologique). La qualité du digestat est dépendante à la fois des déchets entrant dans le digesteur, du

¹ Laboratoire de biotechnologie de l'environnement (LBE) - INRA - 102, avenue des Étangs - 11100 Narbonne.

Courriel : nathalie.wery@inra.fr

² Irstea - UR OPAALE - 17, avenue de Cucillé - CS64427 - 35044 Rennes.

³ Université Bretagne Loire - Cité Internationale - 1, place Paul-Ricoeur - CS 54417 - 35044 Rennes cedex.

procédé de digestion (voie sèche ou liquide, digestion mésophile ou thermophile, temps de séjour...) [TAMBONE *et al.*, 2010 ; TEGLIA *et al.*, 2011 ; OWAMAH *et al.*, 2014] et du posttraitement qui peut être appliqué sur le digestat brut [ALBURQUERQUE *et al.*, 2012 ; BUSTAMANTE *et al.*, 2012 ; MÖLLER et MÜLLER, 2012]. La variabilité des intrants et des conditions opératoires des procédés peut donc générer une grande diversité de digestats, difficiles à classer. De ce fait, le lien entre les qualités physico-chimique et agronomique est peu regardé dans la littérature scientifique.

Avec le développement de la méthanisation et la recherche de fertilisants respectueux de l'environnement, divers modes de valorisation des digestats sont envisagés [MÖLLER et MÜLLER, 2012]. Le digestat brut liquide peut subir une séparation de phase (par centrifugation ou pressage) pour produire deux fractions aux propriétés physico-chimiques très différentes : une fraction solide qui peut être directement valorisée, séchée ou compostée [THAUVIN, 2009 ; ADLER *et al.*, 2010] pour être utilisée comme amendement organique, et une fraction liquide qui peut être valorisée directement ou subir un posttraitement par évapo-concentration, stripping avec lavage acide, filtration membranaire, voire traitement biologique, pour être ensuite utilisée comme engrais [BELINE *et al.*, 2013 ; DIVA, 2014].

Dans cette étude, 27 digestats destinés à l'épandage et provenant de la méthanisation de déchets d'origines variées (déchets et effluents agricoles, boues urbaines, ordures ménagères résiduelles, biodéchets...) ont été analysés en matière d'éléments fertilisants (azote, phosphore, potassium), de contenu en MO, carbone organique total (COT) et demande chimique en oxygène (DCO), de caractéristiques physiques (taux de MS, pH) et d'innocuité microbiologique (dénombrement d'*Escherichia coli*). Les objectifs sont :

- de comparer les caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques de digestats bruts et posttraités qui sont destinés à l'épandage agricole, en fonction du type de procédé de digestion appliqué (voie sèche ou liquide) et du posttraitement effectué (séparation de phase avec ou sans compostage de la phase solide) ;

- et de mettre en évidence des tendances dans les typologies de digestats selon les traitements et leurs voies de valorisation (c'est-à-dire : fertilisants, amendements). Enfin, une comparaison avec les seuils réglementaires des normes Afnor relatives aux amendements organiques et engrais a été réalisée sur quelques paramètres agronomiques et d'innocuité microbiologique (innocuité chimique non considérée).

1. Matériel et méthodes

1.1. Digestats prélevés

Vingt-sept digestats destinés à l'épandage et provenant de 19 sites français de méthanisation (digestion en voie mésophile ou thermophile, et en voie liquide ou sèche) ont été prélevés soit à la sortie de la digestion (sept digestats bruts) ou après posttraitement : après séparation de phase (sept fractions solides et sept fractions liquides) ou après compostage de la fraction solide (six composts de fractions solides). Les digestats prélevés sont issus majoritairement du traitement de déchets et d'effluents agricoles, de boues urbaines, d'ordures ménagères résiduelles et de biodéchets. Les caractéristiques des digesteurs et les prélèvements effectués sont résumés en *annexe 1*.

1.2. Analyses physico-chimiques et microbiologiques des digestats

Après homogénéisation des digestats prélevés, une fraction représentative de l'échantillon a été utilisée pour les mesures physico-chimiques et microbiologiques (1 kg ou 100 mL selon la nature du digestat). Le taux de matière sèche (MS) a été déterminé après séchage à 105 °C pendant 48 h. Le taux de matière organique (MO) a été mesuré après calcination de la MS précédente à 550 °C pendant 3 h. Le pH a été mesuré selon la norme Afnor NF EN 15933 [AFNOR, 2012], soit directement dans les digestats de nature liquide (< 15 % MS), soit après ajout d'eau (1:5, p/v) pour les digestats de nature solide (> 15 % MS). La demande chimique en oxygène (DCO) a été mesurée selon deux protocoles en fonction de la nature du digestat :

- pour les digestats liquides selon le kit Vario MR Aqualytic (selon la norme ISO 15705:2002 [ISO, 2002]) ;

– et selon la norme Afnor NF T 90-101 pour les digestats solides [AFNOR, 2001], préalablement séchés et broyés à 0,5 mm. Le carbone organique total (COT) a été mesuré par oxydation chimique ou catalytique selon le protocole du fournisseur (TOC-V CHS/CSN, Shimadzu Corporation). L'azote total (NTK) a été dosé selon la méthode Kjeldhal [RODIER, 1975], l'azote ammoniacal (NH_4^+) a été mesuré par chromatographie en phase liquide haute pression (HPLC) suivant le protocole du fournisseur (ICS-3000 Ion Chromatography System), et l'azote organique (Norga) a été déterminé en soustrayant la concentration de NH_4^+ à celle du NTK. Le phosphore (P_2O_5) a été dosé par colorimétrie selon le protocole de FISKE et SUBBAROW [1925]. Le potassium (K_2O) a été mesuré sur le digestat séché et selon la norme Afnor NF EN ISO 11885 [AFNOR, 2009]. Les analyses ont été réalisées en triplicat et validées comme ayant une variabilité inférieure à 10 %. À l'exclusion de la teneur en MS (exprimée par rapport à la matière brute, MB) et du pH, les résultats analytiques ont été exprimés par rapport à la MS. Les *Escherichia coli* présents dans les digestats ont été dénombrés en triplicats par incorporation de 1 mL de digestat ou de digestat dilué (selon la nature du digestat) dans le milieu TBX (spécifique de l'activité β -D-glucuronidase). Les géloses ont été incubées 24 h à 44 °C. Les colonies de *E. coli* glucuronidase positive, de couleur bleue, ont été dénombrées et exprimées en log d'unité formant colonie (UFC)/g MB. La limite de quantification est de 1,7 log UFC/g MB.

1.3. Analyses statistiques

Une analyse en composante principale (ACP) suivie d'une classification ascendante hiérarchique (CAH) a été réalisée sur les valeurs des paramètres physico-chimiques obtenues pour les 27 digestats. La moyenne, le coefficient de variation (CV) et les valeurs minimales et maximales (Min-Max) de chaque paramètre physico-chimique ont été calculés pour les familles de digestats identifiées lors de l'ACP. La médiane et les quartiles ont été représentés par des boîtes à moustaches. Enfin, une analyse de la variance (Anova) à un facteur, combinée à un test de comparaison multiple de moyennes *a posteriori* de Student-Newman-Keuls (SNK), a été utilisée pour comparer

les moyennes et déterminer le degré de signification pour chaque famille (p -value < 0,05). L'ensemble des analyses statistiques a été réalisé avec le logiciel R (R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria).

2. Résultats et discussion

2.1. Répartition des digestats selon leurs caractéristiques physico-chimiques

L'ACP de la *figure 1A* montre la répartition des digestats en fonction des mesures physico-chimiques réalisées. Les dimensions 1 et 2 qui rassemblent 65,6 % de la variance totale sont représentées. La classification ascendante hiérarchique (CAH) permet de classer les digestats selon quatre familles. La famille I incluant des digestats bruts issus de méthanisation en voie liquide et des fractions liquides est séparée selon la dimension 1 de la famille III comprenant toutes les fractions solides compostées et deux fractions solides (Bo1S et T4S). La famille II regroupant des digestats bruts issus de méthanisation en voie sèche et des fractions solides est séparée de la famille I selon la dimension 2, et également de la famille III selon les dimensions 1 et 2. Enfin, trois digestats correspondant à deux digestats bruts issus de méthanisation en voie liquide (A3B et A6B) et une fraction liquide (A5L) sont regroupés au sein de la famille IV et placés de façon intermédiaire entre la famille I et III.

La représentation des variables (caractéristiques physico-chimiques) dans le plan factoriel précédent (deux premières dimensions) permet de déterminer les caractéristiques discriminantes des quatre familles identifiées (*figure 1B*). La première dimension est caractérisée principalement par les valeurs de MS, Norga/NTK et NH_4^+ /NTK, et la seconde dimension par les mesures de MO. Selon la première dimension, les digestats de la famille III (fractions solides compostées incluant deux fractions solides) présentent des taux de MS et des proportions d'azote sous forme organique nettement plus importants que les digestats de la famille I (digestats bruts de voie liquide et fractions liquides). En parallèle, la famille I possède des teneurs en éléments fertilisants plus importantes que la famille III (NTK, NH_4^+ , K_2O). Selon la seconde dimension, les digestats de la famille II (digestats bruts de voie sèche et fractions solides) présentent

des teneurs en MO plus importantes que les deux autres familles. Les deux fractions solides (Bo1S et T4S) regroupées au sein de la famille III contenant toutes les fractions solides compostées ne se regroupent pas avec la famille II qui comprend les autres fractions solides de l'étude, en raison d'un taux en MO et de concentrations en COT plus faibles. Plus particulièrement, le digestat T4S a subi, entre l'hydrolyse, la digestion et la postdigestion, 82 à 95 jours de dégradation par rapport aux autres digestats provenant de déchets territoriaux (70 jours de dégradation en moyenne), ce qui peut expliquer qu'il contienne un taux plus faible en MO. Le digestat Bo1S est issu d'une séparation de phase par filtre-pressé suivie d'une centrifugation thermique centrifuge, ce qui pourrait aussi expliquer le plus faible pourcentage en MO que l'autre fraction solide de digestat de boues Bo2S. Les trois digestats de la famille IV sont placés de façon intermédiaire entre les digestats de la famille I et III, en raison d'un taux de MS plus élevé (MS de 8,7-11,4 % MB contre 2,7-8,2 % MB pour la famille I). Ces trois digestats sont issus de la méthanisation de déchets contenant une forte proportion de co-substrats végétaux (36-60 %) ou de fumier très pailleux, ce qui peut expliquer leur taux plus important en MS.

Dans la suite des analyses statistiques des données, les trois digestats de la famille IV ne sont pas pris en

compte en raison d'un nombre trop faible d'échantillons. Seules les trois premières familles de la classification CAH sont donc considérées. Elles sont codifiées dans la suite de cet article selon la nature majoritaire des digestats qu'elles comprennent : « digestats liquides » pour la famille I qui comprend des digestats bruts issus de méthanisation en voie liquide et des fractions liquides, « digestats solides » pour la famille II qui comprend des digestats bruts issus de méthanisation en voie sèche et des fractions solides et « digestats solides compostés » pour la famille (III) qui comprend les fractions solides compostées et deux fractions solides.

2.2. Comparaison des caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des digestats selon leur nature et le procédé de digestion appliqué

La figure 2 permet d'estimer la variabilité des valeurs de chaque facteur physico-chimique pour les trois familles de digestats précédemment décrites et d'en comparer les valeurs médianes. Les moyennes, coefficients de variations (CV) et valeurs minimales et maximales sont présentés en annexe 2. La variabilité des données est globalement forte (en moyenne CV > 40 %), avec cependant des différences selon le paramètre considéré. En effet, les CV des pH et des teneurs en MO, COT et DCO sont inférieurs à 20 %,

La famille I comprend des digestats bruts issus de méthanisation en voie liquide (notés B) et des fractions liquides (notées L), la famille II des digestats bruts issus de méthanisation en voie sèche (notés B) et des fractions solides (notées S), la famille III les fractions solides compostées (notées C) et deux fractions solides (notées S) et la famille IV deux digestats bruts de méthanisation en voie liquide (notés B) et une fraction liquide (notée L).

Figure 1. Représentation des digestats (A) et des variables (B) suivant les dimensions 1 et 2 de l'ACP et classification en quatre familles selon la classification ascendante hiérarchique (CAH)

alors que ceux des autres paramètres dépassent fréquemment les 50 % et sont même supérieurs à 125 % dans le cas de la concentration en NH_4^+ et du ratio NH_4^+/NTK . Cette variabilité des données au sein

d'une même famille peut s'expliquer par la nature variée des substrats entrant en digestion et par les paramètres différents du procédé lors de la digestion et des posttraitements (température, temps de séjour,

Les moyennes des mesures pour chaque famille ont été comparées statistiquement avec le test *a posteriori* SNK. Des lettres identiques indiquent une absence de différence significative entre les moyennes (p -value > 0,05). Les deux extrémités des boîtes à moustache correspondent aux 25^e et 75^e quantiles, les barres aux 10^e et 90^e quantiles, le trait plein à la médiane et les points à des valeurs extrêmes. n : nombre de digestats.

Figure 2. Représentation en boîtes à moustaches des valeurs des paramètres physico-chimiques obtenues pour les trois familles issues de la classification ascendante hiérarchique : « digestats liquides », « digestats solides » et « digestats solides compostés » incluant deux fractions solides

type de séparation de phase appliquée, procédé de compostage utilisé...), qui dans cette analyse ne sont pas pris en compte faute d'un nombre d'échantillons suffisant pour chaque catégorie.

Malgré cette variabilité qui a déjà été relevée dans d'autres études sur les digestats [FUCHS *et al.*, 2008 ; ADEME, 2011 ; TREMIER *et al.*, 2014], des gammes de valeurs peuvent être données pour chaque famille. De plus, le test statistique de comparaison multiple de moyennes *a posteriori* (méthode SNK) permet de mettre en évidence des différences significatives entre familles pour certains paramètres (les différences significatives sont indiquées par des lettres différentes sur la figure 2). Les facteurs pour lesquels les différences entre les valeurs obtenues pour les trois familles sont significatives sont les taux de MS, de MO et le COT. À l'opposé, les valeurs du pH et la concentration en P_2O_5 ne sont pas significativement différentes et ne discriminent pas les trois familles de digestats. Les différences les plus marquées entre la famille III (« digestats solides compostés ») et les deux autres familles apparaissent sur la DCO et sur les taux de Norga/NTK (et donc de NH_4^+ /NTK). Le posttraitement par compostage diminue de manière très significative la DCO et le taux de MO et augmente la proportion de Norga. Le fait que deux fractions solides (Bo1S et T4S) soient incluses dans la famille III et aient des propriétés physico-chimiques proches des fractions solides compostées indique qu'en dehors des posttraitements d'autres paramètres du procédé peuvent jouer sur la répartition des éléments fertilisants, du contenu en MO et du taux de MS.

La première famille dite « digestats liquides » présente des concentrations en NTK, NH_4^+ et K_2O supérieures à celles des deux autres familles qui rassemblent majoritairement des fractions solides. Les différences dans les mesures d'azote montrent que les concentrations en NTK et NH_4^+ sont significativement différentes entre les « digestats liquides » et les « digestats solides » alors que seules des tendances peuvent être mises en avant entre les « digestats solides » et les « digestats solides compostés ». La séparation de phase permet d'orienter la teneur en MO et en éléments fertilisants, particulièrement l'azote, en fonction des fractions et du type de digestion (voie sèche ou liquide).

Les « digestats liquides » contiennent un taux de MS faible (< 10 % MB), des teneurs relativement faibles en MO, DCO et COT (< 70 % MS, moyenne de 1 159 gO_2/kg MS et 358 gC/kg MS respectivement), de l'azote principalement sous forme NH_4^+ (moyenne de 79 % NH_4^+ /NTK) et une teneur élevée en K_2O (moyenne de 57 g/kg MS), ce qui les rapproche des engrais organiques tels que les lisiers. Les « digestats solides » contiennent quant à eux un plus fort taux de MS (17.1-26.4 % MB) et de l'azote principalement sous forme organique (moyenne de 54,5 % Norga/NTK), les rapprochant ainsi des amendements organiques comparables au fumier. Cette répartition des éléments fertilisants et de la MO à la suite d'une séparation de phase du digestat a déjà été rapportée dans la littérature [TÉGLIA *et al.*, 2011 ; MÖLLER et MÜLLER, 2012 ; FUCHS et DROSG, 2013]. Les teneurs mesurées pour les différents paramètres sont comparables à celles données dans de précédents rapports sur les digestats [ADEME, 2011 ; TREMIER *et al.*, 2014 ; BENOIT *et al.*, 2014]. Les digestats solides présentent en outre des taux de MO et des concentrations en COT plus élevés (moyennes de 77 % MS et 420 gC/kg MS, respectivement) que les « digestats liquides » (moyennes de 63 % MS et 358 gC/kg MS, respectivement).

En raison d'une possible fraction résiduelle biodégradable et de la présence éventuelle d'agents pathogènes, les fractions solides peuvent être soumises à un posttraitement par compostage afin d'éliminer les pathogènes et de stabiliser la MO résiduelle [TAMBONE *et al.*, 2010 ; BUSTAMANTE *et al.*, 2012]. La bactérie *Escherichia coli* a été dénombrée dans les digestats (figure 3) et la proportion de digestats présentant des teneurs en *E. coli* supérieures à la limite de quantification est effectivement plus faible pour la troisième famille qui contient les fractions solides compostées : 2 sur 8 contre 5 sur 9 pour la famille des « digestats liquides » et 3 sur 7 pour la famille des « digestats solides ». Si le compostage a un effet hygiénisant sur les digestats, il reste possible de dénombrer *E. coli* en fin de posttraitement. Ainsi, deux fractions solides compostées contiennent des concentrations notables en *E. coli* (concentration de 3,3 et 3,7 log UFC/g MB).

Selon les données de la littérature, cette contamination des composts pourrait s'expliquer par une gestion du procédé de compostage n'ayant pas garanti l'atteinte d'une phase thermophile suffisante pour avoir une hygiénisation, et/ou une re-contamination externe au cours du stockage ou de la manipulation du compost, et/ou la réactivation de germes qui étaient dans des formes viables mais non cultivables [BAGGE *et al.*, 2005 ; ORZI *et al.*, 2015]. Il convient de souligner que la digestion mésophile conduit à de faibles abattements des teneurs en coliformes fécaux et *E. coli*, de l'ordre de 2 à 2,5 log [PEPPER *et al.*, 2010 ; LLORET *et al.*, 2013 ; ERKAN et SANIN, 2013]. Il n'est donc pas surprenant que *E. coli* soit présente dans plusieurs digestats provenant du traitement d'effluents d'origine animale ou humaine.

En ce qui concerne l'effet du compostage, les résultats présentés (figure 2 et annexe 2) montrent que les « digestats solides compostés » contiennent par rapport aux « digestats solides », un taux de MS plus élevé (moyenne de 45 % MB pour les « digestats solides compostés » contre 23 % MB pour les « digestats solides ») et de moindres teneurs en MO, COT et DCO (moyennes en MO de 49 % MS, en COT de 269 gC/kg MS et en DCO de 703 gO₂/kg MS dans les « digestats solides compostés » contre 77 % MS, 420 gC/kg MS et 1 213 gO₂/kg MS dans les « digestats solides »). BUSTAMANTE *et coll.* [2012] ont rapporté qu'en fin de compostage de fractions solides de

Figure 3 : Dénombrement de *E. coli* en log de UFC/g de matière brute (MB) pour les trois familles de digestats issues de la classification ascendante hiérarchique. La ligne horizontale représente la limite de quantification (1,7 log UFC/g MB) et *n* le nombre de digestats pour lesquels la concentration en *E. coli* est inférieure à cette valeur

digestats issus de déjections animales, la perte relative en MO était d'environ 60 % par rapport à la fraction solide initiale. TAMBONE *et coll.* [2010] ont montré que le compostage de digestats de diverses origines permettait de réduire significativement les taux de MO et de COT, avec des pertes relatives respectives de 30 % et 40 %. Enfin, les « digestats solides compostés » présentent des teneurs en NTK, P₂O₅ et K₂O similaires à celles trouvées pour d'autres composts de digestats [TAMBONE *et al.*, 2010 ; TEGLIA *et al.*, 2011 ; BUSTAMANTE *et al.*, 2012].

2.3. Comparaison des caractéristiques physico-chimiques des digestats étudiés avec les normes en vigueur

Il n'existe pas actuellement de normes qui permettent de définir les digestats non posttraités par compostage comme des produits. Les caractéristiques des trois familles de digestats définies dans cette étude ont donc été comparées aux critères de certaines normes Afnor :

- les amendements organiques (NF U44-051 d'avril 2006 amendée en décembre 2010 [AFNOR, 2006]) ;
- les composts contenant des matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux (MIATE) (NF U44-095 de mai 2002 amendée en octobre 2008 [AFNOR, 2002]) ;
- et les engrais (NF U42-001 de décembre 1981 amendée notamment en décembre 2009 (A10) et en mai 2015 (A12) [AFNOR, 1981]). Pour cette dernière norme, la classe V n° 10 relative aux engrais organiques azotés (amendement A10) et la classe VI n° 6b relative aux engrais NP issus de lisier méthanisé composté (amendement A12) ont été choisies pour les comparaisons. Le *tableau 1* rappelle certaines caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques demandées dans les normes précédentes, ainsi que les valeurs minimales et maximales de chaque critère considéré, mesurées dans les trois familles de digestats. L'ensemble des caractéristiques demandées n'est pas examiné ici, tels que les critères d'innocuité chimique, certains critères d'innocuité microbiologique et également certains paramètres agronomiques (magnésium, calcium, soufre).

Paramètres physico-chimiques et microbiologiques	Famille I : « digestats liquides » (min-max)	Famille II : « digestats solides » (min-max)	Famille III : « digestats solides composés » (min-max)	Amendement organique		Compost de MIATE	Engrais
				NF U44-051	NF U44-095		
MS (% MB)	2,7-8,2	17,1-26,4	22,4-60,1	≥ 30 %	≥ 50 %	NF U42-001 classe V n° 10* (A10) et classe VI n° 6b (A12) ³	> 40 %
MO (% MB)	1,5-5,7	12,3-22,1	11,6-29,8	≥ 20 %	≥ 20 %		—
MO (% MS)	54,7-70,5	70,4-86,3	39,2-61,0	—	≥ 30 %		—
NT (% MB)	0,3-1,0	0,4-1,0	0,7-1,7	< 3 %	< 3 %		> 1,5 %
P ₂ O ₅ (% MB)	0,1-0,6	0,2-1,5	0,6-4,5	< 3 %	< 3 %		> 3 %
K ₂ O (% MB)	0,2-0,4	0,2-0,8	0,4-1,4	< 3 %	< 3 %		—
N+P ₂ O ₅ +K ₂ O (% MB)	0,7-1,9	1,2-2,6	1,9-6,5	< 7 %	< 7 %		> 6 %
Norga (% MB)	0,1-0,4	0,1-0,9	0,7-1,5	—	—		> 3 %*
N(NO ₂ +NO ₃ +NH ₄ ⁺) (% MB)	0,2-0,6	0,1-0,7	0,0-0,4	—	—		< 1 %*
N(NO ₂ +NO ₃ +NH ₄ ⁺) (% NT)	42,6-80,0	12,8-92,9	0,3-32,9	< 33 %	—		—
MO/Norga (%)	8,7-28,9	17,8-31,8	16,4-31,8	—	< 40 %		—
Teneur en <i>E. coli</i> (log UFC/g MB) ¹	1,7-4,2	1,7-2,4	1,7-3,7	—	< 3 ou 4 ²		—

MS : matière sèche ; MB : matière brute ; MO : matière organique ; N : azote ; P₂O₅ : phosphore ; K₂O : potassium ; Norga : azote organique ; NT : azote total ; UFC : unité formant colonie.

¹ 1,7 correspond à la limite de quantification de *E. coli* ; ² seuil de 3 log pour les usages en cultures maraichères et de 4 log pour les usages sur toutes les autres cultures ; ³ la classe V n° 10 concerne les engrais organiques azotés et la classe VI n° 6b les engrais NP issus de lisier méthanisé composté.

Tableau 1. Comparaison des caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques des trois familles de digestats issues de la classification ascendante hiérarchique (CAH) avec les seuils réglementaires des normes françaises pour les amendements organiques, composés de matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux (MIATE) et engrais (hors aspect d'innocuité chimique)

De manière générale et d'un point de vue physico-chimique, les digestats étudiés respectent peu les seuils réglementaires des normes considérées, à l'exception des fractions solides compostées de la famille III. Le principal point limitant est le taux de MS. Tous les digestats, sauf les fractions solides compostées, ne respectent pas les seuils minimaux en MS de 30 % et 40 % respectivement de la norme NF U44-051 (amendements organiques) et de la norme NF U42-001/A12 classe VI n° 6b (engrais). Par ailleurs, seule la moitié des fractions solides compostées sont au-dessus du seuil de 50 % en MS de la norme NF U44-095 (composts de MIATE).

Un autre point limitant pour la norme amendements NF U44-051 est la concentration en NH_4^+ qui est trop élevée pour la majorité des digestats et plus particulièrement pour les « digestats liquides ». En effet, même si la teneur maximale en azote total de 3 % MB est respectée, les teneurs en NH_4^+ de ces digestats ne permettent pas de respecter le ratio NH_4^+/NTK de 33 %. Seuls les « digestats solides compostés » et la majorité des « digestats solides » (trois sur six) respectent ce seuil de 33 % d'azote minéral sur azote total. La teneur en azote total est pour la quasi-totalité des digestats étudiés inférieure au seuil minimal requis de 1,5 % MB et ces digestats sont donc non conformes à la norme NF U42-001/A12 classe VI n° 6b relative aux engrais NP issus de lisier méthanisé composté. Enfin, suivant la norme NF U42-001/A10 classe V n° 10 relative aux engrais organiques azotés, la quantité maximale d'azote minéral (< 1 % MB) est respectée par tous les digestats étudiés, contrairement à la quantité minimale d'azote organique (> 3 % MB). Selon la norme définissant les engrais NP issus de lisier méthanisé composté (NF U42-001/A12 classe VI n° 6b), la teneur totale en $\text{N}+\text{K}_2\text{O}+\text{P}_2\text{O}_5$ et la teneur en P_2O_5 sont trop faibles pour tous les digestats ($\text{N}+\text{K}_2\text{O}+\text{P}_2\text{O}_5 < 6\%$ MB et $\text{P}_2\text{O}_5 < 3\%$ MB, sauf pour deux fractions solides compostées). En revanche, selon les normes relatives aux amendements organiques et aux composts de MIATE (NF U44-051 et NF U44-095), les 27 digestats étudiés respectent le seuil maximal de 7 % MB de $\text{N}+\text{K}_2\text{O}+\text{P}_2\text{O}_5$ et les seuils maximaux de 3 % MB pour P_2O_5 et K_2O (à l'exception de deux fractions solides compostées pour P_2O_5).

En ce qui concerne la MO, seuls les « digestats solides compostés » et certains « digestats solides » respectent le contenu minimal en MO par rapport à la MB de 20 % des normes amendements (NF U44-051) et composts de MIATE (NF U44-095). Pour cette dernière norme, tous les digestats respectent en revanche le seuil minimal de MO exprimé par rapport à la MS (30 %), et la plupart des digestats respectent le rapport maximal MO/Norga de 40 %.

En résumé, pour la norme relative aux amendements organiques NF U44-051, les taux de MS et de MO sont trop faibles et la concentration en NH_4^+ trop importante. Pour la norme engrais NF U42-001, les teneurs en MS, azote total et P_2O_5 sont insuffisantes pour entrer dans la classe V n° 10, et la teneur en azote organique est trop faible pour la classe VI n° 6b. Enfin, en ce qui concerne les teneurs en *E. coli* pour lesquelles seule la norme relative aux composts de MIATE (NF U44-095) possède des seuils limites à respecter, il apparaît qu'un seul « digestat liquide » ne respecte pas la limite réglementaire de 4 log UFC/g MB (figure 3) et ne peut donc être utilisé en agriculture. Deux composts de fractions solides de la famille III et un « digestat liquide » dépassent en outre la limite de 3 log UFC/g MB, interdisant ainsi leurs usages sur des cultures maraîchères. Comme l'ont souligné ALFA et coll. [2014], les teneurs en *E. coli* mesurées pour certains digestats pourraient donc limiter leur utilisation en agriculture.

Des études comparatives menées sur des digestats issus de différents procédés de méthanisation ont aussi montré que les critères agronomiques des normes n'étaient généralement pas respectés, avec comme principal point limitant le taux de MS [TEGLIA *et al.*, 2011 ; TREMIER *et al.*, 2014]. La qualité agronomique des digestats étant dépendante à la fois des déchets entrant en digestion, du procédé de méthanisation appliqué et des posttraitements effectués, il est difficile de faire entrer les digestats dans des normes déjà existantes. Il est alors important de poursuivre la caractérisation des digestats afin d'enrichir les bases de données et de pouvoir *in fine* constituer des classes aux caractéristiques bien définies pour proposer des stratégies de traitement. L'étude présentée ici montre que l'on peut arriver à classer les digestats selon des critères physico-chimiques classiques

et à faire le lien entre type de posttraitement et qualité agronomique, afin d'orienter leur utilisation en agriculture. Les fractions liquides s'apparentent plus aux digestats bruts issus de méthanisation en voie liquide et se dissocient des fractions solides et digestats bruts issus de méthanisation en voie sèche pour certains paramètres (MS, MO, COT, Norga/NTK, K₂O). Les digestats précédents se dissocient nettement des fractions solides compostées. Il reste cependant à corréliser les paramètres physico-chimiques avec les besoins des sols et des plantes. Il semble aussi important de considérer les concentrations en contaminants chimiques et en agents pathogènes dans les digestats, apportés par les intrants [TÉGLIA *et al.*, 2011 ; BONETTA *et al.*, 2014], afin de faire évoluer la législation sur les digestats.

Conclusion

Vingt-sept digestats issus de 19 sites de méthanisation traitant différents déchets par différents procédés ont été statistiquement classés en trois familles, selon leurs caractéristiques physico-chimiques. La première famille comprend des digestats bruts issus de méthanisation en voie liquide et des fractions liquides, la seconde des digestats bruts issus de méthanisation en voie sèche et des fractions solides, et la troisième des fractions solides compostées et des fractions solides. Ces regroupements en trois familles sont associés à l'effet des posttraitements et du type de digestion sur le taux de MS, sur les teneurs en azote, en K₂O et en MO, ainsi que sur la nature de l'azote présent. Cette étude a donc permis de définir une nouvelle typologie des digestats selon les posttraitements et la digestion appliquée, pouvant orienter leur valorisation : caractère fertilisant pour la pre-

mière famille, caractère amendant pour la troisième famille et intermédiaire pour la seconde, selon la stabilité de la MO. La comparaison des caractéristiques physico-chimiques mesurées sur les trois familles avec les seuils réglementaires de trois normes françaises en vigueur montre que seuls des composts de fractions solides respectent les critères agronomiques. Cependant, ces digestats bruts, fractions liquides ou solides représentent des matières fertilisantes intéressantes pour un retour au sol. Leur intérêt agronomique et leur inadéquation avec les normes actuelles engendrent la nécessité de faire évoluer la réglementation, en ouvrant celle-ci sur la définition d'autres catégories d'amendements et/ou d'engrais provenant de procédés de méthanisation et de posttraitement différents. Cette étude permet, grâce aux familles de digestats identifiées et aux caractéristiques physico-chimiques associées, d'apporter des éléments quant aux futures catégories qui pourraient être considérées. Il reste toutefois à étudier les critères d'innocuité chimique et microbiologique non examinés ici. Les caractéristiques agronomiques doivent aussi être mises en relation avec les performances réelles observées après application au sol, pour les plantes et le sol, afin de mieux caractériser les catégories et compléter ainsi les connaissances actuelles en vue d'une évolution de la législation relative aux digestats de méthanisation.

Remerciements

Les résultats sont issus du projet PRObiotic (« Dynamique des pathogènes lors du stockage des produits résiduels organiques ») soutenu financièrement par l'Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (Ademe, contrat n° 1306C0032).

Bibliographie

- ADEME (2011) : « Qualité agronomique et sanitaire des digestats », 250 p.
- ADLER E., FRUTEAU N., REBILLAT J.M. (2010) : « Traitement mécano-biologique des déchets : les orientations françaises pour obtenir un compost de qualité ». *Techniques Sciences Méthodes* ; 11 : 121-40.
- AFNOR (1981) : « NF U42-001 de décembre 1981 et ses amendements A10 de décembre 2009 et A12 de

- mai 2015 relatifs aux classes V et VI, Engrais - Dénominations et spécifications ».
- AFNOR (2001) : « NF T 90-101 Qualité de l'eau - Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO) ».
- AFNOR (2002) : « NF U44-095 de mai 2002 amendée en octobre 2008, Amendements organiques - Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux ».

- AFNOR (2006) : « NF U44-051 d'avril 2006 amendée en décembre 2010, Amendements organiques - Dénominations, spécifications et marquage ».
- AFNOR (2009) : « NF EN ISO 11885, Qualité de l'eau - Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES) ».
- AFNOR (2012) : « NF EN 15933, Boue, biodéchet traité et sol - Détermination du pH ».
- ALBURQUERQUE J.A., DE LA FUENTE C., BERNAL M.P. (2012) : « Chemical properties of anaerobic digestates affecting C and N dynamics in amended soils ». *Agriculture, Ecosystems and Environment* ; 160 : 15-22. doi :10.1016/j.agee.2011.03.007
- ALFA M.I., ADIE D.B., IGBORO S.B., ORANUS, U.S., DAHUNSI S.O., AKALI D.M. (2014) : « Assessment of biofertilizer quality and health implications of anaerobic digestion effluent of cow dung and chicken droppings ». *Renewable Energy* ; 63 : 681-6. doi :10.1016/j.renene.2013.09.049
- BAGGE E., SAHLSTRÖM L., ALBIHN A. (2005) : « The effect of hygienic treatment on the microbial flora of bio-waste at biogas plants ». *Water Research* ; 39(20) : 4879-86. doi :10.1016/j.watres.2005.03.016
- BELINE F., RENAUD C., PICARD S., SAINT-CAST P., DAUMOIN M., DIARA A., DABERT P. (2013) : « Rapport DIVA Livrable Tâche 4.2a – Traitement biologique des digestats liquides », 32 p.
- BENOIT P., BRUGÈRE H., CASELLAS M., DABERT P., FUCHS J., GIAMBERINI L., PATUREAU D., *et al.* (2014) : « Rapport final de l'ESCo Matières fertilisantes d'origine résiduaire, Chapitre 2 – Caractérisation physico-chimiques et biologique des matières fertilisantes d'origine résiduaire », 249 p.
- BONETTA S., BONETTA S., FERRETTI E., FEZIA G., GILLI G., CARRARO E. (2014) : « Agricultural reuse of the digestate from anaerobic co-digestion of organic waste : Microbiological contamination, metal hazards and fertilizing performance ». *Water, Air, and Soil Pollution* ; 225(8) : 1-11. doi :10.1007/s11270-014-2046-2
- 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 and Bioenergy* ; 43 : 26-35. doi :10.1016/j.biombioe.2012.04.010
- DIVA (2014), Livrable de la Tâche 2 : « État de l'art des digestats et posttraitements », 76 p.
- ERKAN M., SANIN F.D. (2013) : « Can sludge dewatering reactivate microorganisms in mesophilically digested anaerobic sludge? Case of belt filter versus centrifuge ». *Water Research* ; 47(1) : 428-438.
- FISKE C.H., SUBBAROW Y. (1925) : « The colorimetric determination of phosphorus ». *Journal of Biological Chemistry* ; 66 : 375-400.
- FUCHS J.G., FIBL A., BERNER A. (2008) : « Effects of compost and digestate on environment and plant production – results of two research projects ». Proceedings of the international congress ORBIT, Wageningen, The Netherlands, 1-12.
- FUCHS W., DROSG B. (2013) : « Assessment of the state of the art of technologies for the processing of digestate residue from anaerobic digesters ». *Water Science and Technology* ; 67(9) : 1984-93. doi :10.2166/wst.2013.075
- ISO (2002) : « ISO15705 :2002 Qualité de l'eau - Détermination de l'indice de demande chimique en oxygène (ST-DCO) - Méthode à petite échelle en tube fermé ».
- LLORET E., PASTOR L., PRADAS P., PASCUAL J.A. (2013) : « Semi full-scale thermophilic anaerobic digestion (TAnD) for advanced treatment of sewage sludge : Stabilization process and pathogen reduction ». *Chemical Engineering Journal* ; 232 : 42-50.
- MAKÁDI M., TOMÓCSIK A., OROSZ V. (2012) : « Digestate : A New Nutrient Source – Review ». In : Kumar S., ed. *Biogas* : Rijeka (Croatie) : InTech Europe. p. 295-310. Téléchargeable de : <http://cdn.intechopen.com/pdfs-wm/31331.pdf>
- 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. doi :10.1002/elsc.201100085
- ORZI V., SCAGLIA B., LONATI S., RIVA C., BOCCASILE G., ALBORALI G.L., ADANI F. (2015) : « The role of biological processes in reducing both odor impact and pathogen content during mesophilic anaerobic digestion ». *Science of the Total Environment* ; 526 : 116-26. doi :10.1016/j.scitotenv.2015.04.038
- OWAMAH H.I., DAHUNSI S.O., ORANUSI U.S., ALFA M.I. (2014) : « Fertilizer and sanitary quality of digestate biofertilizer from the co-digestion of food waste and human excreta ». *Waste Management* ; 34(4) : 747-52. doi :10.1016/j.wasman.2014.01.017
- PEPPER I.L., BROOKS J.P., SINCLAIR R.G., GURIAN P.L., GERBA C.P. (2010) : « Pathogens and indicators in United States class B biosolids : national and historic distributions ». *Journal of Environmental Quality* ; 39 (6) : 2185-90.
- RODIER J. (1975) : *L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer*. Dunod : 1 824 p.
- TAMBONE F., SCAGLIA B., D'IMPORZANO G., SCHIVANO 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) : 577-83. doi :10.1016/j.chemosphere.2010.08.034
- 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) : 113-26. doi :10.1007/s12649-010-9059-x
- THAUVIN P. (2009) : « Les traitements mécano-biologiques - Comparatif entre méthanisation et compostage sur ordures ménagères résiduelles ». *Techniques Sciences Méthodes* ; 9 : 46-9.
- TREMIER A., BUFFET J., PICARD S., SAINT-CAST P. (2014) : « Rapport DIVA Livrable Tâche 3a - Caractérisation physico-chimique des digestats bruts, solides et liquides et stabilité biologique résiduelle », 96 p.

Annexe 1

Caractéristiques des digesteurs et types de digestats prélevés

Digestat ¹	Nature du prélèvement	Principaux déchets entrants dans le digesteur ²	Masse de déchets digérés/an (tonnes)	Procédé de digestion			Séparation de phase
				Type de digestion	TS total ⁴ (jours)	Température (°C)	
Bi1C	Fraction solide compostée	Biodéchets ménagers et de gros producteurs, DV broyés	48 000	Sèche	21	37 ou 55 ⁵	Presse à vis
Bi2C	Fraction solide compostée	Biodéchets ménagers, DV broyés, graisses, déchets d'IAA	25 000	Liquide	21	53-57	Presse à vis, tamisage et centrifugation
Bo1S, Bo1C	Fraction solide et solide compostée	Boues biologiques de STEP	NC ³	Liquide	20-30	37	Filtre-presse et centrifugation
Bo2S	Fraction solide	Boues biologiques et primaires de STEP	4 000	Liquide	15	55	Centrifugation
A1B	Digestat brut	Lisier porcin, graisses, tontes, maïs, déchets de céréales	6000	Liquide	80*	42	—
A2L	Fraction liquide	Lisier porcin, déchets d'IAA, maïs	12 500	Liquide	50-60	38	Tambour à filtre
A3B	Digestat brut	Fumier et lisier bovin, déchets de céréales et de légumineuses, lactose	5 500	Liquide	20-30	37	—
A4L, A4C	Fraction liquide et solide compostée	Lisier porcin, tontes, maïs, déchets de céréales et de légumineuses	5 000 à 9 000	Liquide	30-36	40	Centrifugation
A5L, A5C	Fraction liquide et solide compostée	Lisier bovin, fumier bovin et avicole, tontes, déchets de céréales et de légumineuses, CIVE	6 000	Liquide	60-90	41	Presse à vis
A6B	Digestat brut	Lisier et fumier bovin, déchets de fruits, terres de filtration, lactose	12 000	Liquide	15*	38	—
A7B	Digestat brut	Fumier bovin	5 000	Sèche	60	40-41	—
A8B	Digestat brut	Fumier bovin, graisses, tontes	1 800	Sèche	45	36-50	—
A9B	Digestat brut	Lisier porcin, CIVE, déchets de légumineuses, graisses	12 000	Liquide	60*	40-41	—
A10S, A10L	Fraction solide et liquide	Fumier bovin et caprin, déchets de céréales	12 000	Liquide	14-20	53-55	Presse à vis
O1L, O1C	Fraction liquide et solide compostée	OMR, biodéchets, DV broyés	100 000	Sèche	21	38	Presse et filtre bande
T1B, T1S	Digestat brut, fraction solide	Lisier porcin, graisses et boues IAA, matières stercoraires	35 000	Liquide	60	38	Centrifugation
T2S, T2L	Fraction solide et liquide	Déchets de GMS, graisses, déchets de céréales	20 000	Liquide	90-95*	40	Presse à vis
T3S, T3L	Fraction solide et liquide	Tontes, matières de vidange, graisses, boues de STEP, déchets de céréales, déchets de GMS	30 000	Liquide	47-52*	37	Presse à vis
T4S	Fraction solide	Boues de STEP, déchets d'IAA, graisses, fumier, déchets de céréales	NC	Liquide	75-85*	37	Presse à vis et centrifugation

¹A : digestats de déchets et effluents agricoles, Bi : digestats de biodéchets, Bo : digestats de boues de station d'épuration (Step), T : digestats de sites de méthanisation territoriale, O : digestats d'ordures ménagères résiduelles (OMR), B : digestat brut, L : fraction liquide, S : fraction solide et C : fraction solide compostée, compostage réalisée en ardois avec retournement et suivie ou non d'une période de maturation ; ²DV : déchets verts, IAA : industrie agroalimentaire, Step : station d'épuration des eaux usées, CIVE : cultures intermédiaires à vocation énergétique, GMS : grandes et moyennes surfaces, gros producteurs correspondant aux restaurations collectives, marchés... ; ³NC : non connu ; ⁴TS = temps de séjour total incluant la postdigestion quand elle est réalisée (*) ; ⁵échantillon résultant du mélange de deux types de digestats qui proviennent de deux digesteurs fonctionnant en parallèle (un fonctionnant à 37 °C et l'autre à 55 °C).

Annexe 2

Caractérisation physico-chimique des digestats

		Famille I : « digestats liquides » n* = 9	Famille II : « digestats solides » n = 7	Famille III : « digestats solides compostés » n = 8
pH	Moyenne	8,3	8,5	8,3
	CV (%)	2,5	3,9	8,1
	Min-Max	7,9-8,7	7,9-8,9	6,9-8,8
MS (%MB)	Moyenne	5,2	22,9	44,8
	CV (%)	35,7	14,3	34,1
	Min-Max	2,7-8,2	17,1-26,4	22,4-60,1
MO (%MS)	Moyenne	6,03	77,0	48,7
	CV (%)	10,9	7,7	13,8
	Min-Max	54,7-70,5	70,4-86,3	39,2-61,0
COT (gC/kg MS)	Moyenne	358,0	420,0	269,0
	CV (%)	9,4	11,0	14,3
	Min-Max	318,4-416,9	367,2-499,5	224,7-328,7
DCO (gO₂/kg MS)	Moyenne	1 159,2	1 213,0	702,8
	CV (%)	20,1	5,5	20,1
	Min-Max	776,0-1 497,6	1 104,0-1 291,0	536,0-992,0
NTK (gN/kg MS)	Moyenne	122,0	30,2	27,2
	CV (%)	29,1	30,4	52,9
	Min-Max	75,7-188,9	18,1-45,4	13,6-55,5
Norga (gN/kg MS)	Moyenne	43,2	17,3	23,0
	CV (%)	34,0	70,7	35,4
	Min-Max	20,5-62,7	2,1-39,6	13,2-37,3
NH₄⁺ (gN/kg MS)	Moyenne	78,8	13,0	4,3
	CV (%)	38,8	65,5	157,4
	Min-Max	34,7-127,0	5,8-27,7	0,0-18,3
Norga/NTK (%)	Moyenne	369	54,5	90,0
	CV (%)	36,7	52,8	14,3
	Min-Max	20,0-57,4	7,1-87,2	67,1-99,7
NH₄⁺/NTK (%)	Moyenne	63,1	45,5	10,0
	CV (%)	21,4	63,4	128,3
	Min-Max	42,6-80,0	12,8-92,9	0,3-32,9
P₂O₅ (g/kg MS)	Moyenne	42,7	31,1	47,2
	CV (%)	50,7	65,1	76,4
	Min-Max	17,8-91,1	9,8-61,8	10,3-103,0
K₂O (g/kg MS)	Moyenne	57,1	18,8	13,3
	CV (%)	41,6	87,2	73,2
	Min-Max	28,4-107,4	3,2-49,0	2,3-31,3

CV : coefficient de variation ; MS : matière sèche ; MB : matière brute ; MO : matière organique ; DCO : demande chimique en oxygène ; COT : carbone (C) organique total ; NTK : azote (N) total Kjeldhal ; Norga : azote organique. *Nombre d'échantillons.

Description des paramètres physico-chimiques selon les trois familles de digestats issues de la classification ascendante hiérarchique (CAH). La moyenne, le coefficient de variation (CV) et les valeurs minimales et maximales (Min-Max) sont donnés.

Résumé

G. MAYNAUD, D. PATUREAU, C. DRUILHE, C. ZIEBAL, J. JIMENEZ, M. TORRIJOS, A.-M. POURCHER, N. WÉRY

Caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques de digestats bruts et posttraités destinés à l'épandage agricole

Dans un contexte de valorisation des digestats en tant que matière fertilisante pour un retour au sol, les caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques de 27 digestats provenant de 19 sites français de méthanisation ont été mises en regard du posttraitement mis en œuvre (séparation de phase avec ou sans compostage) et du type de procédé de méthanisation appliqué (en voie sèche ou liquide). Les résultats ont montré que les posttraitements et le type de digestion ont un effet significatif sur les taux de matière sèche, la matière organique et les éléments fertilisants. Ainsi, les digestats bruts de méthanisation en voie liquide et les fractions liquides possèdent des caractéristiques proches des engrais organiques (taux de matière sèche < 10 %, azote majoritairement sous forme ammoniacale et concentration en potassium en moyenne de 57 g/kg de matière sèche), alors que les digestats bruts de méthanisation par voie sèche et les fractions solides présentent des caractéristiques proches des amendements organiques (taux de matière sèche > 17 % et azote majoritairement sous forme organique). La stabilisation de la matière organique des fractions solides par compostage induit une diminution des taux de matière organique (40-52 % de matière sèche) et des concentrations en carbone organique total (moyenne de 252 g/kg de matière sèche) et s'accompagne d'une augmentation

du taux de matière sèche (> 40 %). L'analyse statistique des données a permis de définir un classement des digestats en trois familles. Cette nouvelle typologie des digestats selon les posttraitements et le type de digestion pourrait être utile au choix de la filière de valorisation en qualifiant le caractère fertilisant ou amendant. Les valeurs obtenues pour chaque famille ont été comparées à celles exigées dans les normes relatives aux amendements organiques (NFU 44-051), composts de matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux (NFU 44-095) ou engrais (NFU 42-001). Les fractions solides compostées sont généralement conformes aux critères d'évaluation des normes amendements et composts, alors que pour les autres digestats, le taux de matière sèche est trop bas et la concentration en ammonium trop élevée. Pour la norme engrais, les teneurs en matière sèche, en azote, voire phosphore, apparaissent insuffisantes pour la majorité des digestats étudiés. Par ailleurs, certains digestats présentent des concentrations élevées en *Escherichia coli*, ne respectant donc pas les seuils réglementaires de la NFU 44-095 pour pouvoir être utilisés en agriculture. Cette étude met en avant l'importance de la caractérisation physico-chimique et microbiologique des digestats en vue d'enrichir les bases de données pour faire évoluer la législation relative aux digestats de méthanisation.

Abstract

G. MAYNAUD, D. PATUREAU, C. DRUILHE, C. ZIEBAL, J. JIMENEZ, M. TORRIJOS, A.-M. POURCHER, N. WÉRY

Physico-chemical and microbiological characteristics of raw and post-treated digestates intended for land spreading

Anaerobic digestion of organic residues can be used to produce both renewable energy (biogas) and organic fertilizer (digestate). The effect of post-treatments (liquid-solid separation followed or not by a composting step) and digestion process (wet or dry digestion) on physico-chemical and microbiological properties of 27 digestates originating from 19 French biogas plants was analysed. Results showed that post-treatments and digestion process had a significant effect on dry matter, organic matter and nutrients contents. Raw digestates from wet digestion and liquid fractions obtained after liquid-solid separation of digestates were similar to mineral fertilizers (dry matter content < 10 %, nitrogen present mainly as ammonium form and potassium content of 57 g/kg of dry matter as mean value). Inversely, raw digestates from dry digestion and solid fractions of digestates were similar to organic fertilizers (dry matter content > 17% and nitrogen as organic form). Composting of solid fractions induced a decrease of the organic matter (40-52% of dry matter) and the total organic carbon

contents (mean of 252 g/kg of dry matter) and an increase of dry matter content (> 40%). Statistical analyses lead to a classification of the digestates in three groups, based on their physico-chemical characteristics. A comparison with current French standards defining fertilizers for land application (NFU 44-051, NFU 44-095 and NFU 42-001) was also performed for each of the three groups of digestates. For composted solid fractions of digestate, values were in line with regulatory thresholds of NFU 44-051 and 44-095, whereas for the other digestates, dry matter content was too low and ammonium content too high. For NFU 42-001, dry matter, nitrogen and phosphorus contents were too low for most digestates. Furthermore, some digestates contained concentrations of *Escherichia coli* above regulatory limit concentrations of NFU 44-095 for land application. This study highlights the importance of physico-chemical and microbiological characterization of digestates to enrich current databases in order to improve the legislation for the use of digestates as organic fertilizer.