

<p align="center">CARACTERISATION BIOCHIMIQUE ET BIOLOGIQUE DES DIGESTATS CASDAR METH@+.com¹ : Bilan 2014-2015</p>
--

Xavier Salducci (Celesta-lab, 34130 Mauguio) et Bernard Plat (Auréa Agrosciences, 17074, La Rochelle)

¹ programme Casdar n° 5370 « Modéliser et développer un système innovant de méthanisation au sein d'un partenariat d'acteurs locaux pour diversifier les compétences agricoles, gagner en compétitivité et réduire l'impact environnemental à l'échelle d'un micro-territoire » (organisme chef de file : association des éleveurs de Dordogne (ASSELDOR))

1. Introduction

Depuis 2010, la loi de modernisation agricole reconnaît, sous certaines conditions, la méthanisation comme une activité agricole. Cette loi a donc permis à un process connu depuis de longue date à se développer dans le milieu agricole, en favorisant la fiscalité des projets.

Le nombre d'unités de méthanisation va en se développant, passant d'une centaine en 2013 à 442 unités en activité en 2016 (source SINOE) dont 239 à la ferme.

Si la conduite des méthaniseurs nécessitent de développer encore de l'expertise scientifique et technique, la valorisation agronomique des digestats pose des questions importantes au monde agricole.

L'objectif de cette étude est de fournir des premières indications sur la valeur agronomique de différents digestats provenant de 3 méthaniseurs en activité dans la région de Dordogne. L'approche proposée est une étude en laboratoire en utilisant des méthodes d'analyses validées sur des amendements organiques usuels. L'objectif final est de déterminer dans des conditions contrôlées la valeur amendante des digestats en se basant sur la méthode du fractionnement biochimique de la matière organique et le calcul de l'Indice de Stabilité de la Matière Organique (ISMO) (NF U XP 44-162), et leurs potentiels de minéralisation de l'azote et du carbone en adaptant la méthode de caractérisation de la matière organique par la minéralisation potentielle du carbone et de l'azote (CINET : XP U 44-163).

Dans tous les cas nous chercherons à comparer les digestats au fumier bovin ou à un compost végétal.

2. Matériel et Méthode

2.1. Matériel

L'étude a porté sur 5 types de digestats, provenant de 3 méthaniseurs différents localisés en Dordogne : Marcillac Saint Quentin, Nojals & Clottes et Saint Pierre d'Eyraud.

La figure 1 précise l'origine et la composition entrante de ces digestats

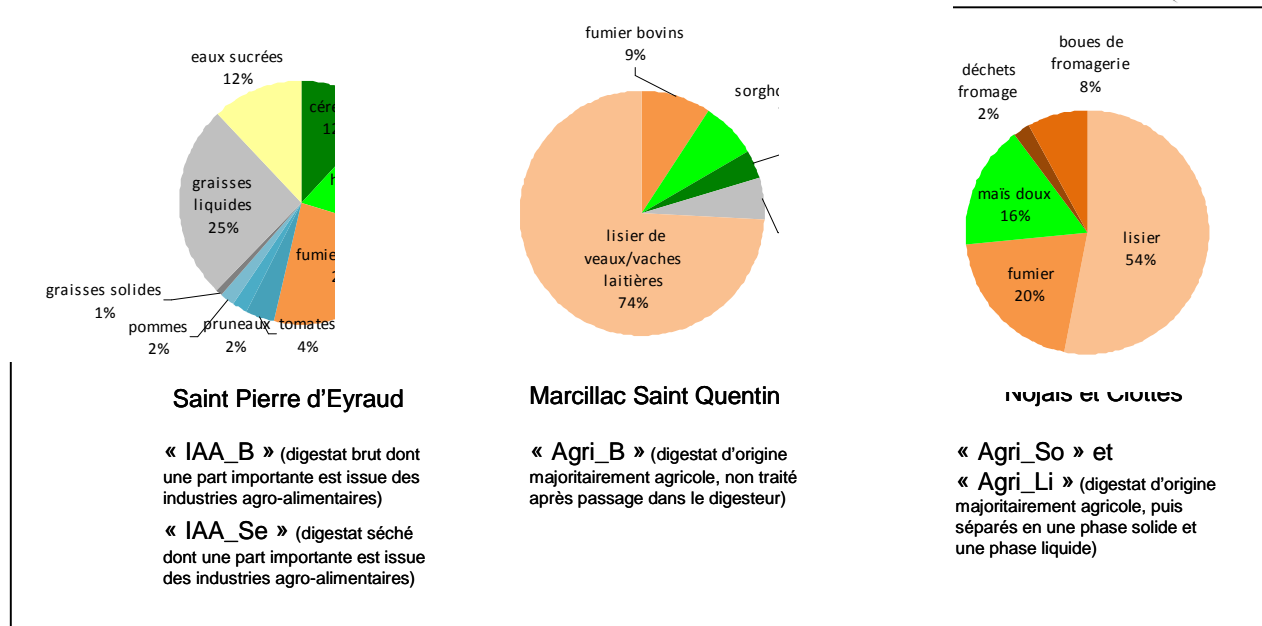


Figure 1 : Composition de la ration des 3 digesteurs (Novembre 2013) et nomenclature adoptée par la suite de ce rapport en fonction de l'origine des rations (Agri vs IAA) et des procédés de post-traitement appliqués ("B" : digestat brut ne subissant aucun procédé de post traitement, "Se": digestat brut séché, "So" & "Li" : phases solides et liquides issues d'un procédé de séparation de phase)

Le Tableau 1 précise le nombre et la qualité des digestats analysés.

Tableau 1 : Bilan des échantillons analysés en 2014 et 2015

Digestats	2014		2015	
	ISMO	CINET	ISMO	CINET
Agri_B_Q	x4	1		
IAA_L_P	x4	1		
Agri_L_C	x3	1		
IAA_Se_P			x4	1
Agri_So_C			x4	1

avec

- Agri_B_Q : Digestat brut de Marcillac St Quentin
- IAA_L_P : Digestat liquide de St Pierre d'Eyraud
- Agri_L_C : Digestat liquide de Nojals et Clotte
- IAA_Se_P : Digestat séché (séparateur) de St Pierre d'Eyraud
- Agri_So_C : Digestat solide Nojals et Clotte

2.2. Méthodes

2.2.1 . Fractionnement Biochimique et Calcul de l'ISMO (Indice de Stabilité de la Matière Organique)

L'analyse du fractionnement biochimique de la matière organique (NF XP U 44-162) a pour objectif de calculer un indicateur qui exprime a priori dans le produit initial le pourcentage de

matière organique potentiellement résistante à la dégradation (ISMO), c'est-à-dire, la partie de la matière organique qui a terme sera incorporée dans la fraction humique du sol. L'ISMO (Indice de Stabilité de la Matière Organique) est donc une appréciation rapide en laboratoire du coefficient K1 (Coefficient Iso-humique) d'un produit organique, coefficient obtenu habituellement à partir d'expérimentation plein champ de moyenne à longue durée.

L'analyse se fait à partir d'un produit organique séché à 38°C +/-2°C (séchage doux), puis broyé à 1 mm. Le produit préparé va subir une extraction séquentielle avec des réactifs de plus en plus agressifs tels que : l'eau, le NDF (détergent neutre), l'ADF (détergent acide) de l'ADL (détergent acide à base d'acide sulfurique).

Après chaque passage d'extractant, le dosage de la matière organique résiduelle est fait par calcination (NF EN 13039).

En parallèle, le coefficient de minéralisation du carbone après 3 jours d'incubation à 28°C est déterminé selon NF XP U44-163.

Au final, l'indice ISMO est calculé à partir de la formule suivante :

$$\text{ISMO} = 44,5 + (0,5 \times \text{SOL}) - (0,2 \times \text{CEL}) + (0,7 \times \text{LIC}) - (2,3 \times \text{ct3})$$

Avec :

- SOL = fraction soluble exprimé en % carbone organique du produit,
- HEM = fraction hémicellulose exprimé en % carbone organique du produit,
- LIC : fraction lignine et cutine exprimé en % carbone organique du produit,
- ct3 : coefficient de minéralisation à 3 jours exprimé en % carbone organique du produit ?

ISMO s'exprime en % de la matière organique du produit.

2.2.2 Potentiel de minéralisation du carbone et de l'azote

L'objectif de l'analyse du potentiel de minéralisation du carbone et de l'azote (NF XP U44-163) est de mesurer le potentiel de minéralisation maximum du carbone et de l'azote d'un produit organique par incubation dans des conditions contrôlées lors de durées de 3 mois, en laboratoire.

Les conditions d'incubation sont une température de 28°C et une humidité de la terre équivalente à celle de la capacité au champ (humidité à pF2.5).

Le produit organique préparé pour essai (séché à 38°C +/-2°C, broyé à 1 mm) est incorporé à la quantité de 2 g de carbone / kg de terre.

Pour les produits liquides (digestat brut de Marcillac St Quentin, digestats liquides de St Pierre d'Eyraud ou de Nojals et Clotte), les produits ont été apportés brut dans la terre, et l'humidité de la terre a été ajustée à pF 2.5 par un séchage lent à 4°C.

La terre de référence est une terre de grandes cultures dont les caractéristiques correspondent à celles demandées par la norme (argile ≤ 25%, pHeau ≤ 7.3, CaCO₃ ≤ 0.2%, Corganique ≤ 10 g/kg).

Le carbone minéralisé (C-CO₂) est piégé par de la soude 0.5M et dosé en infra-rouge par un appareil dosant le carbone inorganique dissous (COT mètre Tekmar-Dohrman-Phénix 8000), après 1, 3, 7, 14, 21, 28, 49, 70, 91 jours d'incubation.

L'azote minéralisé sous forme de nitrate (N-NO₃) et ammonium (N-NH₄) est dosé en colorimétrie après extraction par du KCl 1 M, après 0, 7, 14, 28, 49, 70, 91 jours (NF EN ISO 11732 et NF EN ISO 13395, respectivement).

En fin d'incubation on calcul le pourcentage maximum de carbone organique et d'azote organique minéralisés.

3. Résultats – Discussion

3.1. Fractionnement Biochimique (XP U44-162)

3.1.1. Variabilité biochimique des digestats et comparaison à un fumier bovin et un compost de végétaux

L'ensemble des résultats est présenté en ANNEXE 1. Partant du fait que la variabilité des résultats était plus liée à la teneur en MS des produits qu'à l'origine agricole ou industrielle de leurs intrants, et cherchant à clarifier le rapport d'étude, nous avons regroupé les produits liquides et bruts entre eux (Marcillac St Quentin, St Pierre d'Eyraud et Nojals et Clotte) dans les figures ci-après. Les produits solides (Nojals et Clotte Solide) ou ayant subi un séchage (St Pierre d'Eyraud séché), sont présentés séparément.

Les digestats présentent une très grande variabilité dans leurs teneurs en MS et en MO. Les digestats liquides et bruts sont très éloignés en termes de MS et MO sur brut des fumier bovin et compost vert (Figure 2), tandis que les produits solides ou sec s'en rapprochent beaucoup plus.

L'usage des digestats liquides ou bruts sera donc compliqué par des volumes importants à manipuler pour avoir la même efficacité que des amendements traditionnels. En revanche, l'application des digestats secs ou solides se rapprochent à première vue, de celle des fumiers bovins ou des composts verts.

Figure 2 : Teneurs en matière sèche et en matière organique sur brut des digestats.

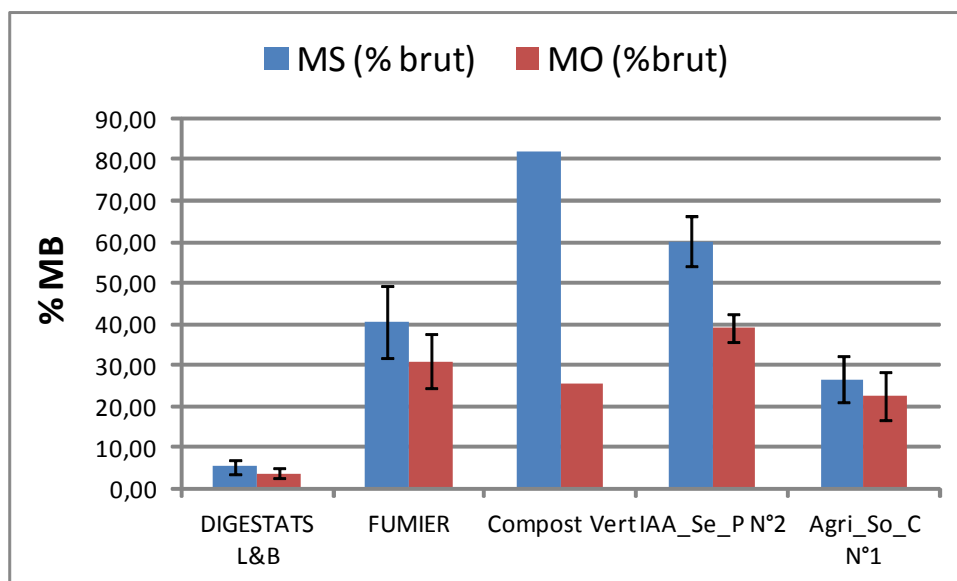
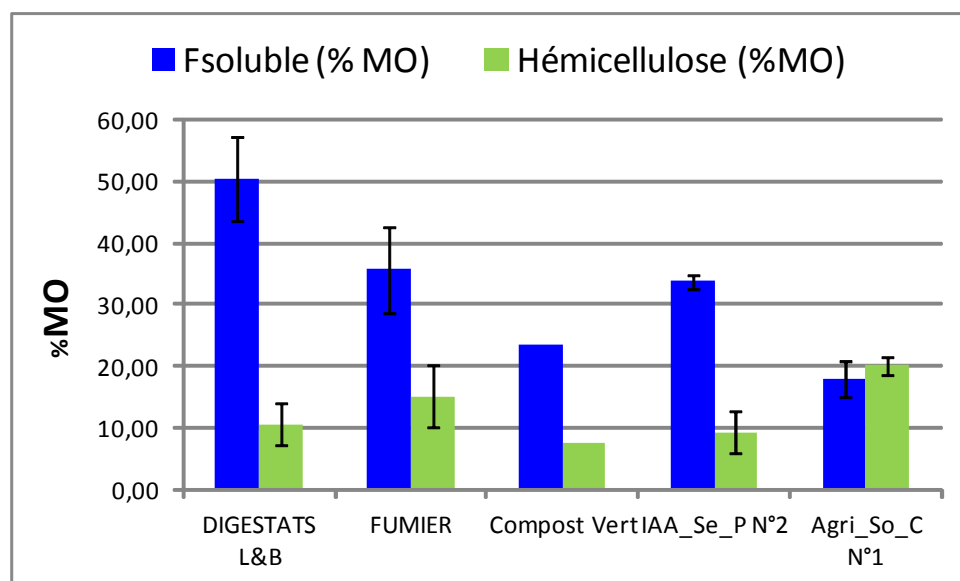


Figure 3 : Fractions soluble et en Hémicellulose en pourcentage de la matière organique sur brut des digestats.



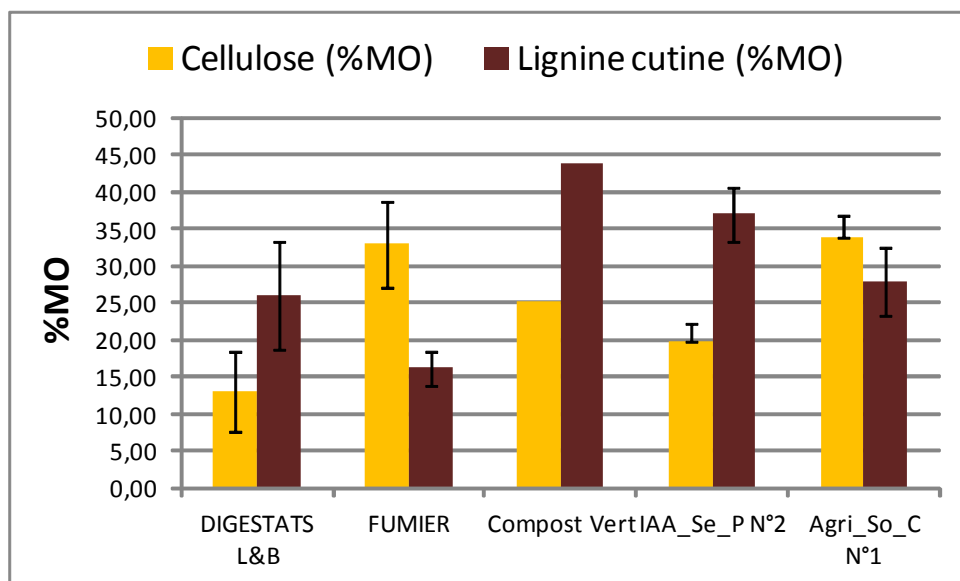
La fraction soluble représente une partie de la matière organique facilement solubilisable, généralement des petites molécules qui s'exposeront facilement à la biodégradation dans le sol.

Les digestats liquides et bruts présentent un profil particulier (Figure 3) avec des valeurs très fortes, supérieures à celles observées pour les fumiers ou compost verts. Les digestats solides ont pour leur part des valeurs intermédiaires à celles des fumiers et compost vert.

Par rapport à la composition en hémicellulose, on n'observe pas de valeurs caractéristiques des digestats, quelles que soit leur origine ou leur teneur en MS. Elles sont au final assez proches les unes des autres et assez proches de celle du fumier.

A noter que d'une manière générale, le process de compostage a tendance à consommer totalement ou en grande partie la fraction hémicellulose, ce qui ne semble pas être observé dans le process de méthanisation.

Figure 3 : Fractions Cellulose et Lignine-Cutine en pourcentage de la matière organique sur brut des digestats.



La fraction cellulosique est sensiblement plus faible pour les digestats liquides et bruts et plus élevée pour les digestats solides St Pierre d'Eyraud et de Nojals et Clotte (Figure 3), les fumiers et le compost se positionnant en intermédiaires.

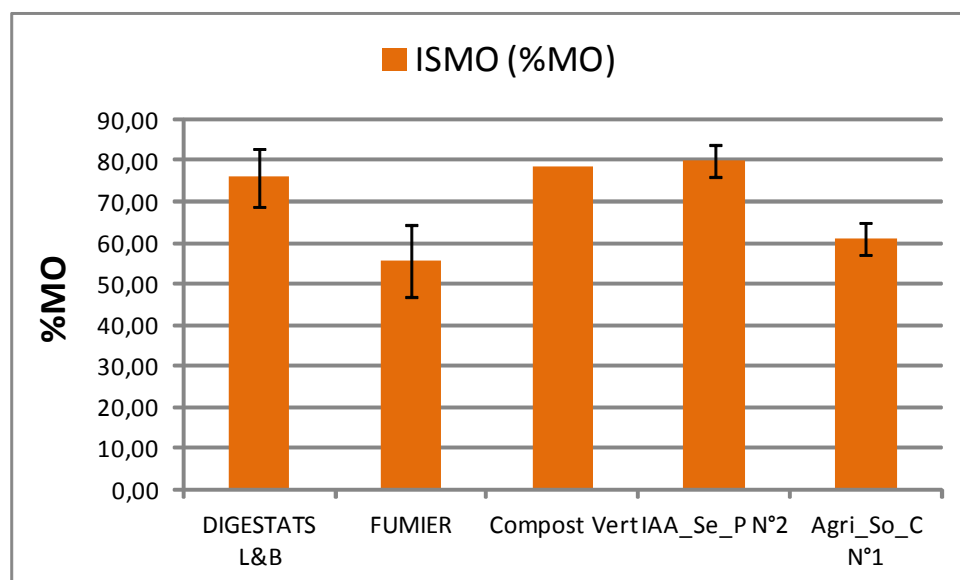
Concernant la fraction lignine-cutine, si le compost vert présente la valeur la plus forte, avec une lignine à près de 50% de la MO totale, et le fumier la valeur la plus faible, les digestats présentent des valeurs intermédiaires, et plutôt élevées.

Cette fraction est favorable aux propriétés amendantes des produits.

En conclusion de cette partie, la composition qualitative des digestats, à l'exception de la fraction soluble pour les digestats liquides et bruts, présentent peu de différence en fonction de l'origine des matières entrantes (IAA ou agricoles) et avec la composition de fumier bovin ou de compost vert.

3.1.2. Valeurs d'ISMO des digestats et comparaison à un fumier et un compost végétal

Figure 4 : Indices de la Stabilité biologique de la Matière Organiques (ISMO) des différents digestats.



La valeur moyenne de l'ISMO des digestats est de 73% avec un coefficient de variation de 11%. Cette valeur est élevée et classe les digestats dans des produits organiques à forte stabilité, supérieure à celle du fumier bovin, mais inférieure au compost vert.

On observe cependant que le digestat séché de St Pierre d'Eyraud présente le même niveau d'ISMO que celui du Compost Vert (Figure 4).

Malheureusement, lorsque les valeurs d'ISMO sont exprimées par rapport au brut (Cf Tableau 2), la faible teneur en MO sur brut conduit à des apports 5 à 10 fois plus élevées qu'un apport de fumier ou de compost vert (ISMO # 200 kg de MO / t) pour avoir la même efficacité.

En revanche, le digestat solide s'en rapproche, tandis que le séché dépasse de près de 1.5 fois l'efficacité du compost.

La mise en place d'un séparateur de phase ou de la possibilité de sécher les digestats semblent être un complément indispensable aux méthaniseurs pour aider à la valorisation amendante des produits

Tableau 2 : Valeurs d'ISMO exprimées sur le produit brut

Digestat	ISMO (kg MO/t brut)
Agri_B_Q (n=4)	20
IAA_L_P (n=4)	40
Agri_L_C (n=3)	21
IAA_Se_P (n=4)	313
Agri_So_C (n=4)	137

3.2. Potentiel de minéralisation du Carbone et de l'Azote (XP U44-163)

3.2.1. Caractéristiques des produits analysés

Le Tableau 3 présente les caractéristiques analytiques de chacun des produits analysés par la méthode du potentiel de minéralisation du carbone et de l'azote (XP U 44-163).

Tableau 3 : Caractéristiques analytiques des digestats analysés.

	1450-038 Nojals&Clotte Agri_L_C (%MB)	1544-015 Agri_So_C (%MB)	1450-039 Marcillac St Quentin Agri_B_Q (%MB)	1450-040 St Pierre d'Eyraud IAA_L_P (%MB)	1544-014 IAA_Se_P (%MB)
H°	96,3	72,3	95,0	91,7	38,8
MO	2,6	21,8	3,5	5,9	38,9
C	1,3	10,9	1,8	3,0	19,5
N total	0,27	0,42	0,37	0,47	1,54
Norganique	0,16	0,40	0,15	0,11	1,51
N-NO3	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01
N-NH4	0,11	0,02	0,22	0,36	0,02
N minéral	0,11	0,02	0,22	0,36	0,03
C/N total	4,8	25,7	4,8	6,2	12,6
C/Norg.	8,1	27,0	12,0	25,9	12,9

Les produits recouvrent une palette assez large en teneur en eau, matière sèche et en matière organique.

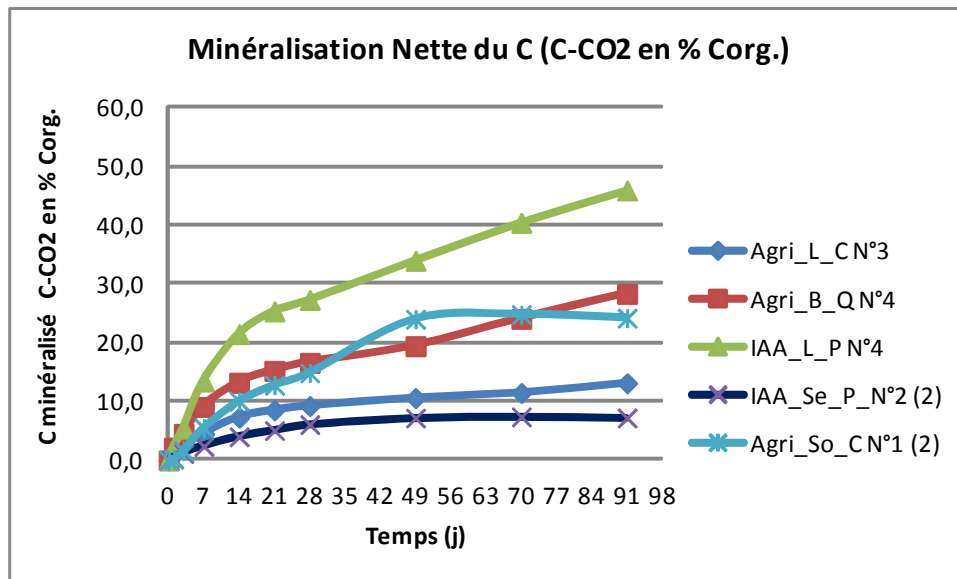
L'azote total est plutôt faible et l'azote minéral représente de 2% de N total (IAA_Se_P) à 77% (IAA_L_P).

Les rapports C/N organique des produits ne présentent pas de valeurs particulières et cohérentes. On observe 3 produits avec des C/N organique plutôt faibles (Agri_L_C, Agri_B_Q et IAA_Se_P) et 2 produits avec des C/N organique plutôt élevés, propice à l'immobilisation de l'azote (Agri_So_C et IAA_L_P).

3.2.2. Potentiel de Minéralisation du Carbone

Les résultats des cinétiques de minéralisation du carbone en pourcentage du carbone organique du produit sont présentés dans la figure 5.

Figure 5 : Cinétique de minéralisation du carbone des digestats (selon XP U 44-163)



Sur la base de leur cinétique de minéralisation du carbone, les digestats peuvent être divisés en 2 groupes.

Le premier groupe serait constitué par les digestats secs de St Pierre d'Eyraud et liquide de Nojals et Clotte, et regrouperait des produits fortement stabilisés, avec des potentiels de minéralisation de la matière organique <15% du Corganique. Ces produits se comportent à peu près comme tous les produits compostés, et les composts verts en particulier.

Le second groupe contient les digestats brut de Marcillac St Quentin, liquide de St Pierre d'Eyraud et solide de Nojals et Clotte. Ils se comportent comme un fumier bovin ou une matière végétale non compostée, c'est-à-dire avec un potentiel de minéralisation moyen compris entre 25% et 50%.

La norme XP 44-163 permet de calculer un ISMO à partir de la valeur du coefficient de minéralisation de la matière organique à 91 j (ct91 en % Corganique) selon la formule : $ISMO (\%MO) = 87.829 - 0.8658.ct91$ (en %Corg.)

Tableau 4 : Comparaison de l'ISMO calculé à partir de la norme XP U 44-162 et de la norme XP U 44-163

Digestat	ISMO (%MO)	
	XP U 44-162	XP U44-163
Agri_B_Q	68	63
IAA_L_P	76	48
Agri_L_C	79	76
IAA_Se_P	80	81
Agri_So_C	61	66

Les résultats du Tableau 4 indiquent que nous avons une très bonne cohérence des résultats de calcul de l'ISMO entre les 2 méthodes dans 4 cas sur 5.

Dans un cas, pour le produit liquide de St Pierre d'Eyraud, le fait de sécher le produit et de le broyer (XP U 44-162) a semble t'il modifier sa stabilité. Il apparaît plus stable qu'il ne semble l'être dans la cinétique.

Compte tenu du faible nombre d'échantillon, il est difficile de généraliser l'observation, mais cela signifie que le séchage de digestat liquide peut, dans certains cas modifier la détermination de son ISMO selon la méthode XP U 44-162.

Dans notre cas, le séchage conduit à une surestimation de sa valeur amendante.

3.2.3. Potentiel de Minéralisation de l'Azote

Les résultats des cinétiques de minéralisation de l'azote sont présentés soit en fonction de la quantité nette d'azote minéral fourni par le digestat (Figure 6) soit en pourcentage de minéralisation nette de l'azote organique du produit (Figure 7).

La figure 6 permet de mettre en évidence un groupe de digestat aux propriétés agronomiques clairement fertilisantes (digestat liquide ou brut), tandis que l'efficacité des produits solide ou secs, avec des apports en matière organique équivalents, restent faibles, voire très faibles.

Figure 6 : Cinétiques de minéralisation de l'azote des digestats (selon XP U 44-163)

Fig6-1 : Evolution de l'azote minéral dans le sol, au cours de l'incubation

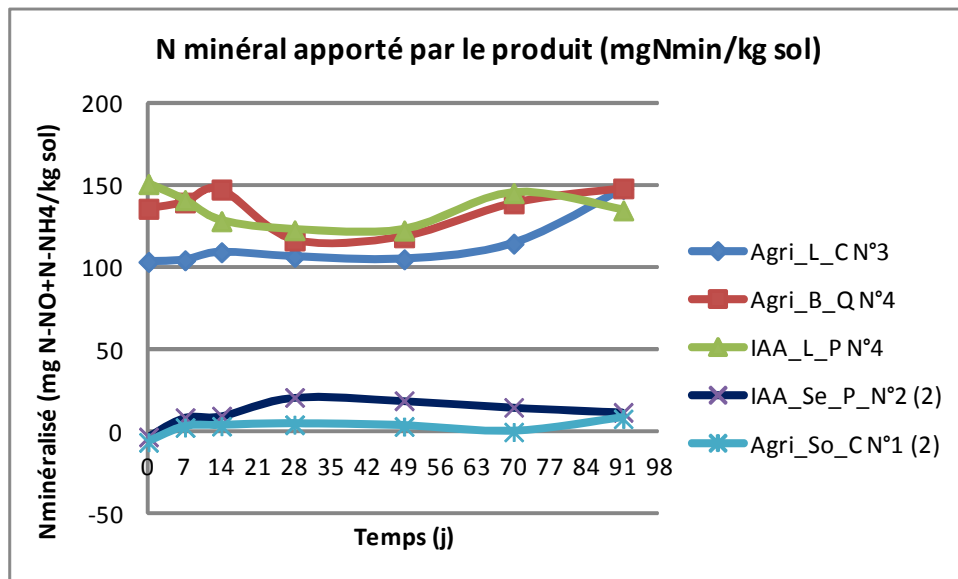
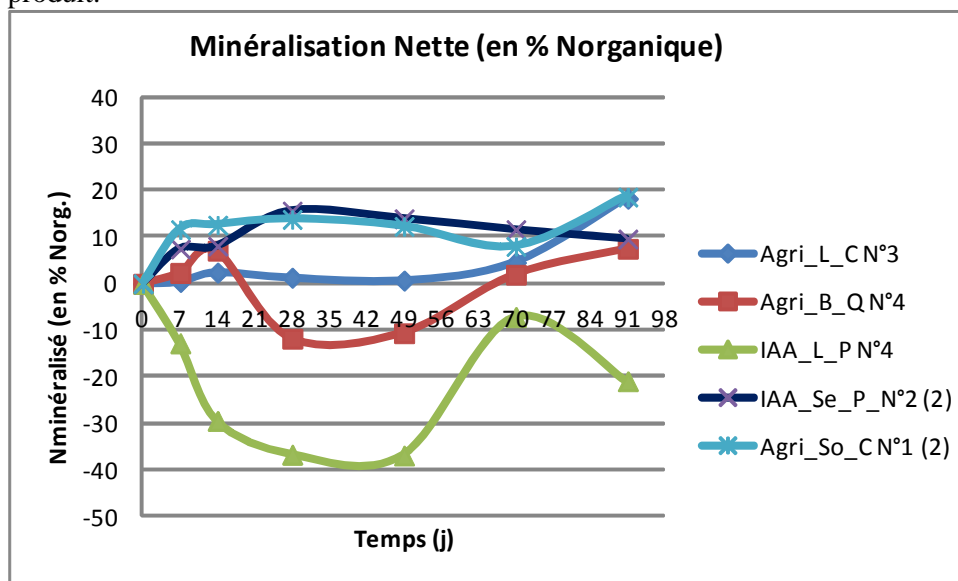


Fig6-2 : Minéralisation nette de l'azote organique des digestats en % de Norganique du produit.



En revanche, la figure 6-2 nous permet de nous rendre compte que l'azote organique des digestats liquides ou brut n'est quasiment pas disponible ou peu disponible en première année d'application. On observe même une immobilisation partielle ou totale de l'azote lors de l'apport des produits brut de Marcillac St Quentin ou liquide de St Pierre d'Eyraud. Globalement, ces produits se comportent à peu près comme des composts verts, qui présentent en moyenne des coefficients de minéralisation de -7% en moyenne (source Celesta-lab, n=11).

L'azote organique des produits solide et sec apparaît finalement un peu plus disponible, avec un pic de minéralisation qui ne dépasse pas cependant les 20% de N organique. Ces coefficients de minéralisation de l'azote correspondent à peu près à ceux obtenus pour des fumiers bovins (source Celesta-lab, n=5)

3.2.4. Bilan des éléments minéralisés.

Au final, le bilan des éléments minéralisés, pour un apport standard de 10 t de produit brut par ha, est effectué à partir des mesures de potentiel de minéralisation du carbone et de l'azote (XP U44-163) et des analyses des produits bruts.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Bilan des éléments pour 10 t de produit brut apporté au champ.

Caractéristiques du produit	Unité	Nojals&Clottes Liquide pour 10 t MB	Nojals&Clottes Solide pour 10t MB	Marcillac St Quentin Brut pour 10 t MB	St Pierre d'Ayraud Brut pour 10 t/MB	St Pierre d'Ayraud Séché pour 10 t MB (T49)
Matière organique Totale	kg	262	2177	351	590	3891
MO stable	kg	228	1368	252	320	3602
Carbone (C)	kg	114	819	126	160	1801
Azote Total (Nt)	kg	27	42	37	47	154
Azote disponible	kg	14	9	23	35	26
Dont minéralisation Norg.	kg	3	7	1	-1	24
Dont Azote minéral	kg	11	2	22	36	3
<i>N-Nitrique</i>	kg	0	0	0	0	1
<i>N-Ammoniacal</i>	kg	11	2	22	36	2

Au final, la quantité de matière organique totale apportée par les produits est faible pour tous les produits, à l'exception des digestats solide et sec.

Sur le plan de la valeur amendante, seuls ces 2 digestats peuvent avoir un effet significatif à des doses agricoles usuelles.

Concernant la fourniture d'azote, si l'on prend en compte à la fois l'azote minéral initialement présent et la minéralisation de l'azote organique, le digestat brut de St Pierre d'Eyraud est le plus intéressant, suivi de la fraction séchée de St Pierre d'Eyraud et du produit brut de Marcillac st Quentin. Les digestats liquide et solide de Nojals et Clotte, apparaissent beaucoup moins intéressants, avec des fournitures d'azote d'à peine 14 et 9 kg / 10 tonnes de produit brut, respectivement.

4. Conclusion

Les caractéristiques biochimiques et biologiques de 5 digestats, provenant de 3 méthaniseurs opérationnels de Dordogne ont été étudiés. Les méthodes de fractionnement biochimique de la matière organique et calcul de l'Indice de Stabilité biologique de la Matière Organique (ISMO, XP U44-162) et de caractérisation de la matière organique par minéralisation potentielle du carbone et de l'azote (XP U44-163) ont été appliqués.

Le faible nombre de méthaniseurs suivi dans l'étude ne permet pas de généraliser les résultats obtenus mais l'étude a permis de mettre en évidence que :

- la stabilité biologique (ISMO) moyenne des digestats brut, liquide ou solide est élevée ($73\pm 8\%$, $n=19$), supérieure à celle d'un fumier bovin ($56\pm 9\%$, $n=10$), mais proche de celle d'un compost vert (79%),
- leur valeur amendante est faible à l'exception du digestat séché de St Pierre d'Eyraud, et dans un moindre intérêt, de la fraction solide de Nojals et Clotte. Cela signifie qu'il est important de mettre en place un séparateur de phase pour favoriser la valorisation des digestats en tant qu'amendement organique,
- dans un cas (digestat liquide de St Pierre d'Eyraud) il y a une divergence assez forte entre l'ISMO déterminé par les méthodes XP 44-162 et XP 44-163. Cette dernière méthode (potentiel de minéralisation du carbone), donne un ISMO beaucoup plus faible. Cela signifie que si l'ISMO selon XP 44-162 est une méthode fiable et rapide dans 80% des cas, on ne peut pas exclure le risque de surestimer la stabilité biologique de la MO dans certains cas.
- l'intérêt pour la fertilisation azotée des cultures est faible (moins de 35 kg d'azote disponible pour 10 t/ MB), et repose uniquement pour les produits liquides sur la proportion élevée d'azote ammoniacal présent dans le digestat. Pour les digestats solides, il est faible et varie entre 9 et 26 kg d'azote disponible/10 t MB respectivement pour la fraction solide de Nojals et Clotte et pour le digestat séché de St Pierre d'Eyraud, sachant que cette disponibilité ne sera effective qu'après plusieurs mois de minéralisation plein champ.

Au final, ces digestats se comportent tantôt comme des fumiers bovin, tantôt comme des composts verts, et en ce sens ne créent pas une famille spécifique de produit organique.

Ce sont surtout leur teneur en eau et leur teneur en matière organique sur brut qui discriminent le plus ces produits et vont limiter leur intérêt en tant qu'amendement organique ou fertilisant.



Annexe 1

Résultats des analyses de fractionnement biochimique des digestats de Dordogne (selon, XP U 44-162), réalisé dans le cadre du CASDAR Meth@+.com (du 01/01/2014 au 31/01/2015)

ORIGINE	MS (% brut)	MO (% brut)	Fsoluble (% MO)	Hémicellulose (% MO)	Cellulose (% MO)	Lignine cutine (% MO)	ct3 (% Csec)	ISMO (% MO)
	MS	MO	SOL	HEM	CEL	LIC	Ct3	ISMO
Agri_B_Q (n=4)	4,27 0,60 14,0%	2,94 0,46 15,6%	49,72 0,86 1,7%	11,28 4,25 37,7%	14,83 4,92 33,2%	24,17 0,99 4,1%	4,23 0,67 15,9%	68,19 1,24 1,8%
IAA_L_P (n=4)	7,44 0,94 12,7%	5,30 0,68 12,8%	44,73 5,76 12,9%	11,17 2,02 18,0%	13,91 6,96 50,0%	30,18 9,33 30,9%	4,11 1,77 43,1%	75,75 11,05 14,6%
Agri_L_C (n=3)	3,81 0,44 11,6%	2,65 0,30 11,3%	58,64 2,93 5,0%	8,66 4,13 47,6%	9,42 3,43 36,4%	23,28 9,10 39,1%	3,81 1,44 37,9%	79,47 5,96 7,5%
IAA_Se_P (n=4)	60,22 5,94 9,9%	39,16 3,28 8,4%	33,78 1,08 3,2%	9,33 3,30 35,4%	19,90 2,40 12,0%	37,00 3,70 10,0%	1,43 0,76 53,3%	80,01 4,06 5,1%
Agri_So_C (n=4)	26,53 5,62 21,2%	22,51 5,70 25,3%	17,94 3,02 16,8%	20,13 1,43 7,1%	33,96 2,91 8,6%	27,97 4,66 16,7%	2,33 1,04 44,7%	60,91 4,02 6,6%