



Master recherche

« Sciences de l'Environnement Industriel & Urbain (SEIU) »

MODALITES DE TRAITEMENT / VALORISATION DES RESIDUS DE TOILETTES A LITIERE BIO-MAITRISEE (TLB) PAR CO-COMPOSTAGE

Réalisé au Laboratoire de Génie Civile et d'Ingénierie Environnementale

LGCIE, INSA Lyon

Mémoire soutenu le 12 septembre 2013

Par Wind Yam Arnaud KOANDA

Devant la commission d'examen constituée de :

Président : **M. Yves PERRODIN** (Professeur ENTPE, Directeur adjoint de l'UMR LEHNA, responsable de l'équipe « IPE »)

Responsable : **M. Rémy BAYARD** (Maitre de conférences, LGCIE)

Mme Pascale NAQUIN (Dr., Resp. Sci. CEFREPADE)

Examineurs : **M. Remy GOURDON** (Professeur, LGCIE)

M. Yves PERRODIN

Année 2012-2013

REMERCIEMENTS

En premier lieu, j'exprime ma profonde gratitude envers mes responsables de stage M. Remy BAYARD et Mme Pascale NAQUIN, pour leur soutien et leurs précieux conseils tout au long de ce mémoire. Ils m'ont accueilli comme une nouvelle famille et, grâce à eux, j'ai pu mener à bien ces travaux de recherche.

Je tiens également à remercier Mme Carole GAIGNAIRE et M. Richard PONCET pour leur précieuse aide et soutiens techniques lors des prises en mains des pilotes d'étude.

Je voudrais pareillement remercier tout le personnel du LGCIE - INSA et de PROVADEMS pour leur chaleureux accueil et soutiens aux cours de mes études aux laboratoires. Faire mon stage de dernière année dans vos départements a été un grand plaisir pour moi. J'ai pu apprendre beaucoup grâce à vous et surtout être conforté dans mon projet de recherche, ce qui est un aboutissement à mon cycle de master.

J'adresse par ailleurs mes sincères remerciements à la région de Rhône Alpes pour leur aide financière qui m'a permis de séjourner à Lyon dans le cadre de mes études.

Enfin, je dédicace ce travail à mes parents qui m'ont soutenu et encouragé durant toutes ces années. Je les remercie du fond du cœur pour m'avoir permis d'aller aussi loin dans mes études.

RESUME

Afin de trouver une solution écologique à la gestion des excréta solides et liquides produits par l'Homme, les technologies de toilettes sèches sont souvent utilisées dans les pays nordiques comme une possible alternative aux toilettes à chasse. Nombreux avantages tels que la réduction des risques de dispersion des micropolluants et germes pathogènes, et la valorisation directe des excréta humains après compostage en tant que fertilisants agricoles ont été soulignés envers ces technologies. Effet la qualité agronomique des résidus solides et liquides provenant des toilettes sèches a été démontrée au travers de nombreuses études (Gotaas, 1959 ; Mustin, 1987 ; Baumeyer, 2003 ; Jenkins, 2005 ; Elain, 2007 ; Winker, 2009 ; Orszagh, 2011). Cependant il existe encore peu de retours d'expériences scientifiques permettant de déterminer les conditions optimales de traitement de ces résidus afin de se conformer aux exigences de qualité et d'innocuité des composts. Un nombre important de caractérisations physico-chimiques et biologiques sont nécessaires.

Nos objectifs ont été d'intégrer les résidus de toilettes sèches dans une filière de compostage de déchets organique (déchets verts, fumier équin), et d'étudier le comportement matriciel de ces déchets organiques face aux ajouts de proportions de Résidus de Toilettes Sèches (25%, 35%, 50% de RTS). Nous nous sommes fortement intéressés aux suivis de l'activité biologique de ces matrices, et aussi leur comportement face à l'élimination des produits pharmaceutiques et germes pathogènes.

Nos études ont été portées sur deux échelles. La première échelle que nous qualifions de préliminaire a permis d'effectuer une caractérisation du comportement biologique des matrices d'études à travers des tests de respirométrie en conditions statiques d'aération et des conditions d'aération forcée. Cette échelle a permis d'identifier et de classer les proportions matricielles selon leurs réactivités biologiques. La seconde échelle a consisté à tester le comportement des matrices matrice d'étude à travers des essais pilotes (150 litres de volume) au cours d'une période de fermentation chaude de 3 semaines. Cette échelle avait pour objectif de se rapprocher des conditions opératoires du terrain, et d'avoir des quantités suffisantes après incubation, permettant d'évaluer la qualité et l'innocuité des matrices sous ses conditions d'études.

Il faudrait souligner que des recherches complémentaires d'un compostage complet (fermentation chaude et maturation lente) des résidus de toilettes sèches sur le terrain sont nécessaires afin connaître le vrai comportement de ces matrices sous ses conditions, et de confirmerface aux exigences de qualité et d'innocuité des composts recommandées.

Mots-clés : compost, résidus de toilettes sèches, boues de station d'épuration, déchets verts, molécules pharmaceutiques, agent pathogènes, stupéfiants, respiration, maturité, indicateur de stabilité.

ABSTRACT

To find an ecological solution to human solid and liquid waste issues, dry toilet technologies are often used in the Nordic countries as a possible alternative to flush toilets. Many advantages such as spread of pathogens and micropollutants risk reduction and direct use of human wastes after composting as agricultural fertilizers were found with these technologies. Indeed, agronomic quality of dry toilet wastes has been demonstrated throughout numerous studies (Gotaas 1959, Mustin, 1987; Baumeyer, 2003, Jenkins, 2005; Elain, 2007 Winker, 2009; Orszagh, 2011). However there are still few scientific experiments to determine the optimum processing conditions of these residues to comply with quality and safety of composts.

Our aims were to integrate dry toilet wastes in green waste composting chain and study the behavior of green waste matrix mixed with Dry Toilet Solids Wastes proportions (25%, 35%, 50 % DTSW). We were very interested to follow the biological activity of these mixed wastes, and also their behavior in removing pathogens and organic micropollutants including pharmaceutical compounds and drugs.

Our studies were carried on two scales. The first scale or preliminary scale was allowed to do the characterization of mixed waste biological behaviors studies throughout respirometry tests under static conditions and forced ventilation conditions. This scale has allowed to identify and classify according to their proportions, mixed waste biological reactivities. The second scale was to test the behavior of mixed wastes in pilot trials (150 liters of volume) during the hot composting process in 3 weeks. This scale was intended to be closest to the land operating conditions, and to assess the quality and safety of mixed wastes under these conditions.

It should be highlighted that further researches on the land scale are necessary to know the real behavior of these mixed wastes under these conditions and confirm composts quality and safety requirements.

Keywords: compost, composting toilet wastes, sewage sludge, green waste, pharmaceutical molecules, pathogenic agent, drugs, respiration, maturity, indicators of stability.

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Schéma de principe banc de mesure de respirométrie.....	27
Figure 2 : Schéma général du pilote de compostage.....	31
Figure 3 : Capacité d'auto échauffement des matrices d'étude.....	39
Figure 4 : Activité respiratoire des matrices d'étude en condition d'aération statique.	40
Figure 5 : Résultats de mesure de respirométrie.....	42
Figure 6 : Schémas Essai "100% DV".	46
Figure 7 : Etude comparative des différents essais.	48
Figure 8 : Analyses des germes pathogènes après incubation.....	53
Figure 9: Abattement des stupéfiants à l'issu du co compostage	57
Figure 10 : Répartition de l'humidité au sein des matrices après incubation.....	62
Figure 11: Essai contrôle de validation mode opératoire banc respirométrie	80
Figure 12: Schéma globale banc respirométrique.....	84
Figure 13 : Photo du banc respirométrique.....	85
Figure 14: Dispositif expérimental du test ARS.	86
Figure 15 : Analyseur Sprint V4 à mesure d'O ₂ , CO ₂ et composés azotés volatils	87

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Conditions recommandées pour un compostage rapide (d'après Gotaas, 1959 ; Mustin, 1987 ; Rynk, 1992 ; Turcot, 1999 ; Elain, 2007).....	9
Tableau 2 : Evolution de l'humidité, du pH et de la température du compost soumis à l'effet de la chaux (Sanguinetti et al., 2009).	12
Tableau 3 : Synthèse sur les MPP analysés dans les boues d'épuration, méthodes d'extraction et d'analyse (d'après Gielen, 2007 ; Mieges et al., 2010 ; Soulier et al., 2011, Commission Européenne 2012).....	16

Tableau 4 : Préparation des matrices initiales pour la caractérisation des échantillons et la réalisation des essais expérimentaux.	21
Tableau 5 : Conditions initiales des essais ARD sur banc respirométrique.....	28
Tableau 6 : Conditions initiales des essais pilotes de compostage.....	33
Tableau 7 : Caractéristiques globales des matrices initiales.	34
Tableau 8 : Analyse de matières fertilisantes.....	34
Tableau 9 : Analyse des agents pathogènes dans les matrices initiales.	35
Tableau 10 : Dépistage ciblé de résidus médicamenteux dans les résidus initiaux de toilettes sèches.	37
Tableau 11 : Dépistage des stupéfiants dans les résidus de toilettes sèches.	38
Tableau 12 : Echelle de l'activité respiratoire du compost selon Brinton et al. (1995).	41
Tableau 13 : Mesure de l'activité respiratoire en condition dynamique.	41
Tableau 14 : Exploitation des données de suivi des essais pilotes de compostage.	44
Tableau 15 : Analyse de NH₃, H₂S et CH₄ de l'atmosphère gazeuse en cours d'essais.	44
Tableau 16 : Bilan Eau sur essais pilotes.....	49
Tableau 17 : Bilan matière volatile sur essais pilotes.....	50
Tableau 18 : Analyse globale après incubation.	51
Tableau 19 : Analyse biologique du compost après incubation,	52
Tableau 20 : Analyse des micropolluants pharmaceutiques dans le compost après incubation.....	54
Tableau 21: Analyse des stupéfiants dans le compost après incubation.	54
Tableau 22 : Taux d'abattement en composés chimiques.....	55
<i>Tableau 23: Norme AFNOR de valorisation amendement ou engrais de matières fertilisantes organiques et minéraux, et exigences de valorisation des sous-produits issus de traitement biologiques des eaux et à intérêts agronomiques (AFNOR, 2009).</i>	<i>75</i>
<i>Tableau 24 : Survie des pathogènes au cours du compostage des résidus de TS (Gotaas, 1959 ; Feachem et al., 1983 ; Jenkins, 2005).</i>	<i>76</i>
<i>Tableau 25 : Programme d'analyse des matrices.....</i>	<i>76</i>

<i>Tableau 26 : Mesures de capacité d'auto - échauffement et description de la stabilité - biodégradabilité des matrices d'étude selon Brinton et al., (1995).</i>	78
<i>Tableau 27: Plage de précision des appareils de mesure.</i>	78
<i>Tableau 28 : Etalonnage des rotamètres du banc de respirométrie.</i>	79

LISTE DES EQUATIONS

<i>Équation 1 : Equation générale de dégradation de la matière organique (cas du glucose).</i>	80
<i>Équation 2 : Taux de conversion de la matière organique.</i>	80
<i>Équation 3: Equation de cinétique d'ordre 1</i>	81
<i>Équation 4: Bilan eau</i>	81
<i>Équation 5: Bilan matière organique</i>	81

LISTE DES ABREVIATIONS

2iE : Institut International d'Ingénierie de l'Eau et de l'Environnement

AFNOR : Association Française de Normalisation

AP: Agents Pathogènes

ASEF : Association Santé Environnement France

CF : Coliformes Fécaux

CT : Coliformes Totaux

DV : Déchets verts

LC-MS/MS : Liquid Chromatography coupled with tandem Mass Spectrometry

LGCIE : Laboratoire de Génie Civil et Ingénierie Environnementale

MB : Matière Brute

MO : Matières Organiques

MPP : Micro – Polluants Pharmaceutiques

MS : Matières Sèches

NF : Norme Française

NPP : Nombre le Plus Probable

PROVADEMSE : Procédés Propres Valorisation Dépollution Matières Premières Secondaires Effluents et Energie

RTS : Résidus de toilettes sèches

TLB : Toilettes à Litière Bio maitrisée

TS : Toilettes Sèches

V/V : ratio volume à volume

SOMMAIRE

INTRODUCTION	1
1 BIBLIOGRAPHIE	4
1.1 ETAT DE L'ART SUR LES TOILETTES SECHES	4
1.1.1 Généralités.....	4
1.1.2 Potentiels et normes de valorisation agronomique	6
1.1.3 Filières de traitement biologique et de valorisation des résidus de toilettes sèches.....	8
1.2 REMANENCE DES PRODUITS PHARMACEUTIQUES DANS LES BOUES DE STEP CONVENTIONNELLES 15	
1.2.1 Problématique générale des micropolluants pharmaceutiques dans l'environnement	15
1.2.2 Les micropolluants pharmaceutiques cibles.....	16
1.3 DEVENIR DES MICROPOLLUANTS PHARMACEUTIQUES ET AGENTS PATHOGENES DANS LES RESIDUS SOLIDES (BOUES) EN CONDITION DE COMPOSTAGE.....	17
1.3.1 Micropolluants pharmaceutiques et compostage	17
1.3.2 Agents pathogènes et compostage	18
1.4 CONCLUSION DE LA BIBLIOGRAPHIE	18
2 MATERIEL ET METHODE	20
2.1 SELECTION ET CARACTERISATION DES MATRICES TESTEES.....	21
2.1.1 Origine et conditions de prélèvement	21
2.1.2 Caractérisation bio-physico-chimique des matrices solides	22
2.1.3 Méthodes d'analyse	23
2.2 TEST DE MESURE D'ACTIVITE RESPIRATOIRE EN CO COMPOSTAGE	23
2.2.1 Evaluation de la capacité d'auto échauffement.....	23
2.2.2 Activité respiratoire en conditions statiques.....	23
2.2.3 Activité respiratoire en conditions dynamiques d'aération.....	23
2.2.1 Présentation des essais ARD	28

2.3	ETUDE DU COMPORTEMENT DES MICROPOLLUANTS ET GERMES PATHOGENES EN CONDITION DE COMPOSTAGE.....	28
2.3.1	<i>Pilote de compostage</i>	28
2.3.2	<i>Présentation des essais pilotes</i>	33
2.3.3	<i>Analyses des échantillons</i>	33
3	RESULTATS ET DISCUSSION.....	34
3.1	CARACTERISATION DES MATRICES INITIALES.....	34
3.1.1	<i>Analyse globale et agronomique</i>	34
3.1.2	<i>Innocuité biologique</i>	35
3.1.3	<i>Innocuité chimique</i>	36
3.2	TEST DE RESPIROMETRIE.....	38
3.2.1	<i>Evaluation de la Capacité d'Auto Echauffement</i>	38
3.2.2	<i>Activité Respiratoire en condition Statique d'aération</i>	39
3.2.3	<i>Activité Respiratoire en condition Dynamique d'aération</i>	41
3.3	SUIVI DES ESSAIS PILOTES	43
3.3.1	<i>Analyse de NH₃, H₂S et CH₄</i>	44
3.3.2	<i>Illustration Essai 1 :100% déchets verts</i>	45
3.3.3	<i>Etude comparative des différents essais</i>	47
3.3.1	<i>Bilans matières</i>	49
3.4	ANALYSE DU COMPOST APRES INCUBATION.....	50
3.4.1	<i>Analyse globale</i>	51
3.4.2	<i>Innocuité biologique</i>	51
3.4.3	<i>Innocuité chimique</i>	53
3.5	ANALYSE ET DISCUSSION.....	57
3.5.1	<i>Analyse des modes opératoires</i>	57
3.5.2	<i>Influence du ratio RTS/DV sur l'activité respiratoire</i>	60
4	CONCLUSION ET PERSPECTIVES DE L'ETUDE	64

5	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	67
6	ANNEXES	75
	ANNEXE 1. : DONNEES BIBLIOGRAPHIQUES	75
	A. NORME AFNOR DE VALORISATION AMENDEMENT OU ENGRAIS DE MATIERES FERTILISANTES ORGANIQUES ET MINERAUX, ET EXIGENCES DE VALORISATION DES SOUS-PRODUITS ISSUS DE TRAITEMENT BIOLOGIQUES DES EAUX ET A INTERETS AGRONOMIQUES.....	75
	B. SURVIE DES PATHOGENES AU COURS DU COMPOSTAGE DES RESIDUS DE TS (GOTAAS, 1959 ; FEACHEM ET AL., 1983 ; JENKINS, 2005)..	76
	ANNEXE 2. MODES OPERATOIRES	76
	A. PROGRAMME D'ANALYSE DES MATRICES	76
	B. TEST DE CAPACITE D'AUTO ECHAUFFEMENT	77
	C. ACTIVITE RESPIRATOIRE EN CONDITIONS STATIQUES.....	77
	ANNEXE 3. : DONNEES EXPERIMENTALES	78
	A. MESURES DE CAPACITE D'AUTO - ECHAUFFEMENT ET DESCRIPTION DE LA STABILITE - BIODEGRADABILITE DES MATRICES D'ETUDE.....	78
	B. : PLAGES DE PRECISION DES APPAREILS DE MESURE	78
	C. : ETALONNAGE DES ROTAMETRES DU BANC DE RESPIROMETRIE.....	79
	ANNEXE 4. EQUATIONS ET EXPRESSION DES CALCULS THEORIQUES.....	80
	A. EQUATION GENERALE DE DEGRADATION DE LA MATIERE ORGANIQUE (CAS DU GLUCOSE).....	80
	B. TAUX DE CONVERSION DE LA MATIERE ORGANIQUE.	80
	C. EQUATION DE CINETIQUE D'ORDRE 1	81
	D. BILAN EAU.....	81
	E. BILAN MATIERE ORGANIQUE	81
	ANNEXE 5. : IMAGES DE DISPOSITIFS ET APPAREILS EXPERIMENTAUX.....	84
	A. SCHEMA GLOBALE BANC RESPIROMETRIQUE.....	84
	B. PHOTO DU BANC RESPIROMETRIQUE.....	84

C. DISPOSITIF EXPERIMENTAL DU TEST ARS	86
D. ANALYSEUR SPRINT V4 A MESURE D'O2, CO2 ET COMPOSES AZOTES VOLATILS	86

INTRODUCTION

Les problèmes liés à la gestion des excréta solides et liquides produits par l'Homme ont toujours été une question préoccupante dans une perspective d'assainissement. En effet, malgré le développement de la filière de gestion des eaux usées en station d'épuration (STEP), la dispersion de germes pathogènes et de composés pharmaceutiques dans l'environnement est avérée par de nombreux travaux de recherche (Jjemba, 2006 ; Daughton & Ternes, 1999 ; Jones *et al.*, 2007 ; Kümmerer, 2001 ; Zuccato *et al.*, 2000). Les conséquences de la dispersion des composés pharmaceutiques sont encore mal connues, mais leur implication dans certaines maladies comme le cancer, les maladies de Parkinson et d'Alzheimer est suspectée (Winker, 2009).

Parmi les techniques de gestion et de traitement des excréta solides et liquides humains, les toilettes sèches (TS), appelées également Toilettes à Litière Bio-maitrisée (TLB) sont une possible alternative aux toilettes utilisant l'eau (<http://www.drytoilet.org/dt2012/>). En fort développement dans certains pays développés (PD) comme la Finlande, mais également dans les pays en voie de développement (PED) pour la gestion et le traitement des excréta solides et liquides humains, le principe des TS est de collecter séparément les urines et les fèces, mélangés pour ce qui les concerne à un absorbant solide (matériau organique naturel type sciure de bois). La filière TS présenterait l'avantage, par rapport aux filières traditionnelles d'assainissement liquide, de réduire les risques de dispersion des micropolluants et germes pathogènes, et de permettre la valorisation directe, sans besoin de déshydratation après compostage, des excréta humains en tant que fertilisants pour l'agriculture (Pynnönen & Tuhkanen, 2012). Cependant, malgré ces avantages pressentis, il existe encore peu de retours d'expériences scientifiques permettant de le prouver, et de déterminer les conditions optimales de traitement des résidus solides de TS.

Cette étude vise à évaluer si le traitement biologique par compostage contrôlé des résidus solides de TS peut conduire à la dégradation des micros – polluants pharmaceutiques cibles, couramment mis en évidence dans les stations d'épuration. En effet, le traitement biologique des litières de TS par compostage est généralement la technique de stabilisation – maturation préconisée. Cette stabilisation aérobie doit permettre de dégrader les polluants pharmaceutiques et de minimiser les risques de transfert des polluants vers d'autres compartiments de l'environnement. La filière TS vise la valorisation des résidus bio-traités en tant que fertilisants de sols agricoles. Par conséquent, le risque de dissémination de micropolluants mais également d'agents pathogènes dans le compartiment sol doit être évalué.

Ce projet de recherche est principalement orienté sur l'étude du co – compostage de résidus de TS avec des déchets organiques principalement d'origine végétale, et ses conséquences sur les teneurs des molécules ciblées dans les résidus traités. Le suivi des polluants pharmaceutiques détectées par screening sera effectué,

et complété par le suivi des stupéfiants et principaux agents pathogènes susceptibles d'être présents dans les résidus de toilettes sèches issus de festivals de musique.

Cette étude est organisée en trois grandes étapes successives. La première étape (Etape 1 : bibliographie) consiste en un état de l'art portant sur (i) l'usage des TS dans les PD et les PED et des connaissances scientifiques relatives aux risques de dispersion de micros – polluants pharmaceutiques et agents pathogènes, (ii) la rémanence des micros – polluants pharmaceutiques dans les STEP conventionnelles, (iii) le devenir de ces produits et agents pathogènes dans les résidus solides (boues) en condition de compostage. L'étape 1 permettra d'identifier les micros – polluants pharmaceutiques cibles, les familles de stupéfiants et les principaux agents pathogènes à cibler dans le cadre de notre étude, et leur devenir au cours du co-compostage de résidus de toilettes sèches.

Sur la base des connaissances acquises sur l'état de l'art, la seconde étape (Etape 2, développement des méthodes d'essais de compostage, 2 mois) porte sur le développement de nos expérimentations. Nos travaux sont réalisés sur des résidus de TS collectés et échantillonnés par GRAND BESOIN ECO-TOILETTES société qui développe des techniques de TS pour les particuliers et les événements types festivals musicaux.

La troisième étape de notre étude concerne la réalisation d'essais expérimentaux sur deux échelles de traitement par compostage. La première échelle (1) porte sur l'étude de l'activité respiratoire des résidus de TS en présence de co-substrat. Cette échelle permet d'une part (1a) d'évaluer la stabilité des déchets initiaux (100% déchets organiques ou « témoin » et 100% résidus de toilettes sèches) et des mélanges proportionnels des deux matrices (25%, 35%, et 50% de RTS) à travers la mesure de leur activité respiratoire en condition statique et aussi d'évaluer leur capacité d'auto – échauffement. D'un autre point de vue, cette échelle permet également (1b) d'évaluer l'activité respiratoire de la matrice témoin et des mélanges proportionnels en condition d'aération continue avec de l'air ambiant. Quatre essais sont considérés (témoin, 25% RTS, 35% RTS, et 50% RTS). Ces essais en condition d'aération continue sont menés sur le banc d'essai respirométrique de PROVADEMSE, à petit volumes de réacteurs (3 litres par réacteur) et ont pour objectif de déterminer le comportement des différentes matrices soumises aux essais, tout en cherchant à évaluer l'activité microbienne et, du même coup, la stabilité du compost.

Par ailleurs la seconde échelle (2) a pour objectif d'évaluer la cinétique de biodégradation de la matière organique des différentes matrices (témoin et proportion matricielles déchets organiques et résidus de toilettes sèches) et d'étudier également le comportement des micro – polluants pharmaceutiques, des stupéfiants et agents pathogènes des résidus de TS en condition de co-compostage. Dans cette étude nous aurons les mêmes conditions opératoires que sur le banc respirométrie à la différence du grand volume des réacteurs (150 litres), des conditions de températures non contrôlées (sans collier chauffant), et de l'atmosphère en oxygène des réacteurs constante. Les conditions opératoires de ces essais pilotes ont pour

but de se rapprocher des conditions réelles d'un compostage à l'échelle du terrain. Les micros – polluants pharmaceutiques, stupéfiants et agents pathogènes seront analysés avant et après traitement. L'identification des produits de dégradation éventuels (métabolites) n'est pas intégrée dans cette étude de faisabilité. L'objectif sera d'estimer si les baisses de concentrations observées sont importantes (analyses avant / après).

1 BIBLIOGRAPHIE

1.1 Etat de l'art sur les Toilettes Sèches

1.1.1 Généralités

1.1.1.1 Historique et développement des toilettes sèches

Depuis les époques reculées, pendant l'ère préhistorique, la gestion des excréments humains se faisait par enfouissement après excréctions. Avec l'arrivée de la sédentarisation et le développement des villes, les modes de gestion des excréments évoluèrent et suscitèrent la création d'égouts, de latrines privées et publiques. A cette époque il existait également les « vases de nécessité » que l'on appela plus tard au 16^{ème} siècle « pot de chambre », pour la collection des excréments.

Cependant, notons que les évolutions techniques des systèmes d'assainissement individuels étaient moins nombreuses avant qu'elles ne surgissent au grand nombre au cours du 19^{ème} siècle en Afrique et en Europe. C'est le cas des toilettes avec ajout de terre, ou des toilettes traditionnelles à séparation des urines, ou encore des toilettes traditionnelles à compost. Ces innovations n'ont pas connu un très grand succès en Europe pour deux raisons, (i) la première étant le développement des systèmes de toilettes à chasse d'eau à la fin du 19^{ème}, et (ii) la seconde (en France), les fortes critiques des hygiénistes sur les fosses d'aisances « *ces réservoirs à virus qui dégagent des émanations pestilentielles* » suscitant l'interdiction par vote des fosses en 1880 par le conseil de Paris (Elain, 2007).

Au fil des années (1930), d'autres technologies de TS plus modernes furent inventées pour trouver des solutions à la problématique de l'assainissement des résidences d'été dans les pays nordiques (Norvège, Suède et Finlande) et à la gestion écologique de l'eau ; c'est le cas de la toilette à compost, ou des toilettes à séparation des urines, ou encore le cas de la toilette à litière bio maitrisée (en France en 2005) que nous développerons dans les prochains paragraphes (Elain, 2007 ; Toilettes Du Monde, 2010). Actuellement dans les pays scandinaves et aussi en Allemagne, en Suisse, au Canada, aux Etats-Unis et dans certains pays pauvres, les TS sont utilisées comme moyens de gestion écologiques des excréments et de limitation des consommations en eau, et nombreuses recherches se poursuivent à leur sujet (Elain, 2007 ; Toilettes Du Monde, 2010). Plusieurs de ces réalisations écologiques faites dans des pays développés à petites échelles sont actuellement en pleine croissance. De même dans les pays en développement, on peut citer aussi les centaines de milliers de TS installées au Mexique (200 000), en Inde, au Kiribati (archipel du pacifique), en Tanzanie, en Afrique du Sud ou encore au Mali (Elain, 2007) dans le cadre de programmes d'assainissement

ou de projets d'écotourismes.

1.1.1.2 Définition, principe et typologies des toilettes sèches

Il existe différentes appellations pour désigner les familles de systèmes d'assainissement : « toilettes à compost », « toilettes sèches », « toilettes à séparation », ou bien encore « toilettes à litière ». Une seule appellation est vraiment générique et peut être utilisée pour parler de n'importe lequel de ces systèmes : « les toilettes sèches ». Par ailleurs il existe un ensemble de critères pour définir les TS; on citera en particulier, l'absence de chasse d'eau pour évacuer les matières fécales (à l'opposé des toilettes à chasse), la limitation de l'utilisation de l'eau pendant le fonctionnement (à l'opposé des latrines), et l'ajout de matières absorbantes comme de la litière végétale, la terre sèche, la cendre ou la chaux etc; d'où le principe écologique de gestion des eaux et des excréments solides et liquides humains. On peut cependant identifier de nombreuses variantes de ces systèmes d'assainissement qui peuvent être classées en catégories selon « le mode de séparation des urines », et selon « la conception, la fréquence des vidanges, et la gestion des excréments ».

- **Caractérisation des toilettes sèches en fonction du mode de séparation des urines**

Il existe deux grandes familles de toilettes à séparation : les toilettes à séparation des urines à la source et les toilettes à séparation gravitaire des urines. (i) La séparation à la source permet de collecter distinctement les urines lors de leur émission sans que celles-ci ne prennent contact avec les déjections. On peut citer comme exemples typiques les modèles Suédois (Separett) et Allemand (Aquatron système sous vide). (ii) Par ailleurs, la séparation gravitaire consiste à récupérer les lixiviats obtenus après le contact des matières fécales avec les urines lors des déjections; c'est le cas du modèle Suédois Clivus Multrum¹ ou du modèle Norvégien (Carroussel aujourd'hui dénommé Ekolet).

- **Caractérisation des toilettes sèches en fonction de la conception, la fréquence des vidanges et la gestion des excréments**

En se référant sur la conception, la fréquence des vidanges et la gestion des résidus des TS on peut distinguer deux modèles de TS: d'une part, « le modèle à compostage continu » ou « modèle compact » ou encore « toilettes à compost », avec un siège et un container de matières fécales intégrés dans le même ensemble. Il est par principe de grande capacité, avec des fréquences de vidanges longues qui peuvent varier de quelques mois à plus d'une année. On peut citer comme exemple type, le modèle Suédois (Clivus

¹ Né en 1939 des travaux de Rikard Lindstrom, le Clivus « *incliné* » Multrum « *chambre à compost* » fait partie des toilettes à compostage en continu, sans séparation initiale des solides et des liquides.

Multrum). D'autre part on a le « modèle à compostage discontinu » ou « modèle dissocié » dans lequel le container est séparable avec le siège. Il est généralement de petit volume (cas de la fameuse TLB), et peut avoir des fréquences de vidanges courtes allant de 2 à 3 jours en fonction du modèle et du nombre d'utilisateurs, à une fois par semaine ou une fois par mois.

1.1.1.3 Toilette à Litière Bio – maitrisée (TLB) et principe de fonctionnement

Les Toilettes à litière bio-maitrisée (TLB) ou encore « toilettes à litières » sont des familles de TS dans lesquelles la maîtrise des odeurs se fait non pas par siphonage comme les toilettes à chasse ou par ventilation comme certaines typologies de TS, mais grâce à une réaction biologique créée au contact des matières fécales avec la litière. Composée de deux éléments; un petit caisson ou meuble sur lequel on s'assied, et d'un un réceptacle de 15 à 20 litres permettant de contenir les déjections, son principe d'utilisation exige que le réceptacle contienne au départ une couche de litière qui peut être de la matière organique végétale riche en cellulose, des déchets de jardins, des feuilles mortes, du carton, de la sciure et du copeaux de bois etc. (Elain, 2007 ; Orszagh, 2011). Après chaque utilisation les déjections doivent être recouvertes par une couche de 1 à 2 cm de litière. Le contact de cette litière cellulosique avec les déjections plutôt humides permet d'estomper les réactions enzymatiques responsables des dégagements de mauvaises odeurs. Une fois le réceptacle plein il doit être sorti et le contenu déversé sur une aire de compostage extérieure.

Plusieurs études ont démontré les avantages de l'utilisation des TS; selon Orszagh, le bénéfice immédiat que l'utilisateur perçoit de l'utilisation des TS modernes (TLB) est la réduction de 25 – 30 % de la facture d'eau. En plus de cette gestion durable des eaux (Elain, 2007 ; Orszagh, 2011), les TS constituent un potentiel de piégeage des agents pathogènes contenus dans les matières fécales (Kazama et Otaki, 2011 ; Sossou *et al.*, 2012a), et un moyen de réduction considérablement de la quantité de micro - polluants pharmaceutiques dans les eaux usées domestiques comparativement aux filières d'assainissement conventionnelles (Winker, 2009). Par ailleurs, la qualité agronomique des résidus solides et liquides provenant des TS a été démontrée par nombreuses études de recherche (Gotaas, 1959 ; Baumeyer, 2003 ; Jenkins, 2005 ; Elain, 2007). **Les réflexions actuelles portent sur les filières de traitement des pollutions (pathogènes et produits pharmaceutiques et éventuellement drogues) présentes dans ces résidus de TS permettant de garantir à une valorisation agricole sans risque pour la santé humaine et l'environnement.** Les prochains chapitres qui suivent, abordent cette problématique en s'orientant particulièrement sur les filières de traitements biologiques des résidus de TS.

1.1.2 Potentiels et normes de valorisation agronomique

1.1.2.1 Potentiels de valorisation

Un constat général sur l'excès d'utilisation d'engrais minéraux solubles est la chute du taux de matière organique et donc l'appauvrissement des sols cultivés (Bresson *et al.*, 2001). L'intérêt particulier remarqué des amendements organiques est la limitation de cet appauvrissement induit par les engrais lixiviables et leur remplacement par des déchets organiques valorisés. La qualité agronomique des résidus solides et liquides provenant des TS a été démontrée au travers de nombreuses études (Gotaas, 1959 ; Mustin, 1987 ; Baumeyer, 2003 ; Jenkins, 2005 ; Elain, 2007 ; Winker, 2009 ; Orszagh, 2011). En effet les différents sous-produits organiques issus des TS (urines, lixiviats, matières solides) sont susceptibles d'être valorisés en agriculture comme amendements (amélioration des qualités physiques et microbiologiques du sol en reconstituant le stock de MO du sol) ou comme engrais (apport d'éléments nutritifs nécessaires aux plantes) compte tenu de leurs richesses en nutriments et en matières essentielles.

1.1.2.2 Normes de valorisation

Des normes de recommandations ont été définies par l'AFNOR afin d'orienter les voies de valorisation (amendements ou engrais) des matières fertilisantes organiques et minérales (*cf.* ANNEXE 2.a, pp 75). De plus une référence normative a été établit pour la valorisation des matières d'intérêt agronomique issues du traitement physico-chimique ou biologique des eaux (cas du compostage de boue de STEP), et prenant en considération les exigences de qualité et d'innocuité du sous-produit à valoriser.

Nous remarquons facilement sur ce tableau que l'urine est un excellent fertilisant pour les plantes et peut être assimilée à un engrais minéral ($N + P + K M.B \geq 7 \%$) (Vinneras et Jonsson, 2002 ; Muskolus, 2008). De même les matières fécales sont riches en éléments nutritifs (N,P,K) ; en tenant compte des pertes d'azote qui surviennent inévitablement pendant le compostage, diverses analyses montrent que le compost obtenu à partir des excréments humains est généralement de qualité équivalente ou même supérieur à bon nombre de fumier d'animaux (Elain, 2007 , Mustin,1987), donc peuvent être considérées comme des amendements organiques, voir engrais organiques. Soulignons par ailleurs que lorsque le rapport C/N est très inférieur à 30, les micro-organismes du compost consomment le carbone disponible et éliminent l'excès d'azote sous forme d'ammoniac (Gotaas, 1959), ce qui favorise les pertes d'azotes lors du compostage, d'où la nécessité de contrôler ce paramètre.

En outre la norme AFNOR NF U 44 - 095 (2009) donne des exigences pour ce qui concerne la valorisation de composts produits à partir de boues de station d'épuration. Il n'existe encore pas de normes faisant ressortir les recommandations sur la qualité et innocuité de valorisation des sous-produits de toilettes sèches obtenus après compostage; nous allons alors nous orienter vers cette norme AFNOR comme référence pour définir la qualité et l'innocuité du compost de résidus de toilettes sèches. Par ailleurs, la norme n'énumère

pas les exigences d'innocuité sur les résidus pharmaceutiques et stupéfiants dans les boues. Une toute autre approche serait donc nécessaire pour définir les directives de valorisation en termes d'innocuité en micropolluants. Nous faisons référence aux seuils de valeurs éco-toxicologiques des molécules pharmaceutiques qui pourraient être présents dans les résidus de TS en fin de compostage, et que nous ne développerons pas dans cette étude.

1.1.3 Filières de traitement biologique et de valorisation des résidus de toilettes sèches

Bien que le principe des TS soit l'isolement à la source de la pollution fécale et la limitation des risques de dispersion des micropolluants et germes pathogènes (Pynnönen et Tuhkanen, 2012), la question se pose toujours sur les voies possibles de gestion de ces résidus obtenus après utilisation. Bien évidemment les options de traitement ne sont pas à exclure dans une perspective d'assainissement, ainsi que de valorisation. En effet les excréments humains sont des sources de pollution en germes pathogènes et en polluants pharmaceutiques (Winker, 2009 ; Pynnönen & Tuhkanen, 2012 ; Sossou *et al.*, 2012a). Pour une éventuelle valorisation (matière ou énergie), il faudrait *a priori* passer par un traitement. La nature organique et le caractère biodégradable des résidus de toilettes nous fait penser à un traitement biologique comme moyen de traitement. Le recours aux méthodes physico – chimiques ou thermiques, ou encore le couplage de ces méthodes avec des méthodes biologiques, sont aussi envisageables pour atteindre une bonne efficacité de traitement.

Notons que les études scientifiques actuelles dans le domaine de traitement des résidus de toilettes sont encore peu nombreuses et souvent incomplètes, notamment dans le traitement simultané des germes pathogènes et des molécules pharmaceutiques. Il existe des revues scientifiques sur les méthodes de traitement des agents pathogènes contenus dans les RTS, mais rien en ce qui concerne le devenir des micropolluants organiques. Nous allons donc illustrer dans ce chapitre les quelques méthodes actuelles de traitement des germes pathogènes dans les résidus de toilettes sèches. Le traitement des micropolluants organiques dans les matières fécales, sera développé dans le chapitre sur le traitement des boues de STEP par compostage et le devenir des molécules pharmaceutiques.

Avant tout, rappelons qu'une valorisation agronomique de déchets organique demande à ce que le sous-produit obtenu après traitement et soumis à la valorisation soit sain et stabilisé (Mustin, 1987). Il a été démontré dans les études de Mustin (1987) que des bactéries pathogènes comme les salmonelles pouvaient contaminer le compost non mûr après compostage, alors que le compost mûr reste indemne. Les techniques de traitement que nous allons aborder actuellement ont pour objectif de réduire le nombre de germes pathogènes des RTS en dessous des seuils acceptables pour la santé, mais toutes n'ont pas la particularité

d'offrir des sous-produits directement valorisables en agriculture.

1.1.3.1 Compostage

Comme définition, le compostage est un procédé biologique contrôlé de conversion des substrats organiques (sous-produits de la biomasse, déchets organiques d'origine biologique) en un produit stabilisé, hygiénisé, assimilable à un terreau, et valorisable comme amendement organique des sols (Mustin, 1987 ; Bayard et Gourdon, 2008). Ce procédé de traitement est divisé en deux phases : (i) une phase de fermentation chaude (forte activité microbienne des organismes responsables de la biodégradation et de la montée rapide de la température) constituée de sous phases mésophile (10 - 40°C) et thermophile (40-70°C) et (ii) une phase de maturation (refroidissement et biodégradations lente). L'élimination des agents pathogènes et la biodégradation au cours de cette technique de traitement intervient essentiellement pendant cette phase de fermentation avec de fortes montées de températures (50 - 70°C) (Gotaas, 1959 ; Mustin, 1987). Pour atteindre cet état d'hygiénisation et de biodégradation, plusieurs recherches s'accordent pour définir des paramètres essentiels à un bon compostage (cf **Tableau 1**):

Tableau 1 : Conditions recommandées pour un compostage rapide (d'après Gotaas, 1959 ; Mustin, 1987 ; Rynk, 1992 ; Turcot, 1999 ; Elain, 2007).

Paramètres	Niveaux acceptables ²	Niveaux préférentiel ³
<i>Rapport C/N</i>	20 à 40	25 - 30
<i>Teneur en eau</i>	40 à 65 %	50 - 60 %
<i>Teneur en en O₂</i>	>5%	>>5%
<i>Diamètre des particules</i>	1/8 à 1/2 pouces	variable
<i>pH</i>	5,5 à 9	6.5 à 8
<i>Température du compost</i>	43 à 65	55 à 60

Pour ce qui concerne les résidus de TS, il existe encore très peu de recherches scientifiques, permettant de définir des conditions optimums de traitement contrôlé par compostage. Les quelques recherches (Baumeyer (2003), Germer *et al.*, (2009)) qui se sont penchées sur le compostage des résidus de toilettes sèches, ont

² Ces valeurs sont pour un compostage rapide. Des valeurs hors de ces intervalles peuvent également permettre la réalisation du compostage.

³ Varie selon la nature des résidus, la taille des andains et/ou les conditions atmosphériques.

comme limites, le manque de précision sur les conditions de suivi des essais de compostage. Dans le cas de l'étude de Germer *et al.*, (2009) sur le co-compostage des résidus de toilettes sèches avec de la matière végétal broyée et des résidus alimentaires (4 mois), bien que des informations soient fournies et en accords avec les valeurs citées ci-dessus (C/N, températures du compost), l'étude manque d'informations sur certains paramètres tels que le pH, la teneur en O₂, la teneur en eau. Par ailleurs dans les recherches de Baumeyer (2003) sur le co compostage des matières fécales de toilettes écologiques avec des déchets de papiers et des déchets secs, les données sont en accord avec les valeurs citées dans le **Tableau 1** mais l'étude ne donne aucune précision sur les teneurs en oxygène en cours d'essais. Cependant, notons que ces deux recherches font ressortir des résultats de traitement par compostage satisfaisants en germes pathogènes (E. coli, salmonelles, Ascaris) et sur les valeurs agronomiques en compost. Quelques recommandations ont été faites pour ce qui concerne l'amélioration de la montée en température du compost nécessaire pour une bonne hygiénisation et une stabilisation du compost. D'une part, l'isolement ou le recouvrement du tas de compost permet d'obtenir des températures plus élevées et des durées de conservation de ces températures plus longues que le compostage à ciel ouvert (Germer *et al.*, 2009). D'autre part, d'après ces auteurs l'ajout de résidus alimentaires (résidus de toilettes sèches, déchets verts + résidus alimentaires) favorise le développement des germes thermophiles et entraîne une augmentation de la température. Tout compte fait en se reportant sur les rapports C/N des matrices initiales (RTS et déchets verts) de l'étude de Germer *et al.*, (2009), nous nous rendons compte que le rapport C/N est en dessous des valeurs de ratio recommandées dans le **Tableau 1** (les rapports C/N étaient compris entre 10 et 23). L'ajout supplémentaire des résidus alimentaire aurait pu permettre d'atteindre des valeurs de ratios préférentiels. Par ailleurs dans l'étude de Baumeyer (2003), malgré un rapport C/N optimal, l'élévation de la température n'est pas suffisante pour assurer une bonne hygiénisation (température < 45°C). L'élimination des germes se fait d'une part par la température (45°C), pour ce qui concerne les E. coli, et d'autre part pour ce qui concerne les ascaris par la forte concentration en ammoniac et du pH élevé (9-10) dû à l'urine mélangée au compost et des temps de compostage de 6 à 12 mois.

En fin de compte, des questions se posent toujours sur le contrôle des paramètres de compostage des résidus de toilettes sèches et la montée en température. Des chercheurs affirment que le rapport C/N, l'humidité, et la taille des particules (en rapport avec le taux d'oxygène lacunaire) du compost sont à l'origine de cette montée en température (Gotaas, 1959 ; Mustin, 1987). Toutefois ces informations restent embryonnaires sur le plan de la composition optimale de la matrice de compost et mériterait un travail scientifique plus approfondie.

1.1.3.2 Lombricompostage

Le lombricompostage est une technique de décomposition des déchets organiques à l'aide de vers de l'espèce *Eisenia fetida* ou *ver rouge de fumier* (Elain, 2007 ; Mustin, 1987). A la différence de la technique de compostage proprement dit, cette technique ne demande pas de fortes montées en températures, mais plutôt des conditions favorables au bon développement des vers (acteurs principaux du compostage). On peut citer notamment une plage de températures se situant entre 15 et 30°C, une humidité moyenne entre 50 et 60%, un pH neutre (6.8 et 8), une forte aération et une présence en matières carbonées en qualité et en quantité de ratio C/N supérieur à 70/30 (Mustin, 1987 ; Elain, 2007 ; Itchon, *et al* 2012). Cette technique aurait l'avantage de réduire de plus de 80% les quantités de RTS, donc de limiter le nombre de vidange des toilettes (Elain, 2007). Par ailleurs sur le plan élimination des germes pathogènes, les travaux d'Itchon *et al.* (2012), ciblent l'élimination des ascaris dans les résidus de toilettes. Selon ces auteurs, le traitement simultané par lactofermentation et par lombricompostage permettrait d'éliminer totalement les ascaris du compost de résidus de toilettes sèches. Le principe consiste à utiliser au cours d'un procédé de compostage de déchets verts avec de la matière fécale, une sélection de micro-organismes non pathogènes permettant de composter les déchets en anaérobiose et de favoriser leur fermentation par production de l'acide lactique. Ce procédé requiert un C/N élevé (70/30), et nécessite un ajout par exemple de charbon de bois. Les principes d'élimination des agents pathogènes au cours de ce traitement ne sont pas encore bien définis par la littérature. Cette technique porte le nom Terra Preta Sanitation (terre noire en portugais).

1.1.3.3 Traitements physico chimiques (stockage - déshydratation et traitement alcalin)

Plusieurs auteurs ont montrés que l'inactivation des bactéries est affectée par les paramètres physico-chimiques suivants : température, humidité, pH, et temps de stockage (Redlinger *et al.*, 2001 ; Kazama et Otaki, 2011 ; Mehl *et al.*, 2011)

- **Stockage – déshydratation**

Le stockage – déshydratation est une technique d'assèchement des RTS par ajout en quantité de matières absorbantes, qui permet de créer des conditions favorables à l'élimination des germes pathogènes lors de la collecte ou le traitement des résidus de toilettes sèches (Mehl *et al.*, 2011). Des conditions de déshydratation des RTS en présence de matières absorbantes (pailles, sciure de bois, papiers toilettes), et des teneurs en humidité inférieures à 40% procurent de meilleurs résultats d'hygiénisation en coliformes fécaux, comparativement aux cas où les matrices à composter seraient à des humidités comprises entre 40 – 60 ou supérieures à 60% (Redlinger *et al.*, 2001). Pour une meilleure hygiénisation des résidus, des taux d'humidité de 25% sont recommandés (Mehl *et al.*, 2011). Une des limites de cette technique est la résistance de certains

germes pathogènes sporulant (ascaris) sur des durées d'au moins 6 mois sous des conditions de déshydratation (Itchon *et al.*, 2008 ; Mehl *et al.*, 2011). Par ailleurs stabilité du compost est insuffisante pour être incorporé directement au sol (Redlinger *et al.*, 2001 ; Elain, 2007). En règle générale, la plupart des « toilettes à compost » ne permettent pas d'atteindre des températures d'hygiénisation sous ces conditions déshydratantes (Mehl *et al.*, 2011). Il est nécessaire de réaliser un traitement secondaire de compostage où les conditions d'humidité permettront de garantir la montée en température (Elain, 2007).

• Traitement alcalin

Le traitement des résidus de TS peut être fait par ajout de chaux ou de la cendre (Sanguinetti *et al.*, 2009 ; Sossou *et al.*, 2012a). Cette technique de stabilisation alcaline permet d'assécher les résidus de toilettes sèches et d'élever leur pH à des valeurs affectant la survie des agents pathogènes. La question se pose alors sur les quantités de cendre ou de chaux à ajouter, et les valeurs de pH nécessaires pour éliminer les germes pathogènes dans résidus de toilettes sèches. Sanguinetti *et al.* (2009) ont mis en évidence la persistance (i) des œufs d'ascaris considérés comme indicateurs de la qualité hygiénique des matières fécales (Feachem *et al.*, 1983 ; Jenkins, 2005 ; EPA, 2008) ; (ii) des coliformes fécaux thermo-tolérant ;et (iii) et des salmonelles dans les RTS en présence de sol sec et de chaux de ratio respectif de 3/1. Les valeurs moyennes des analyses faites pendant les phases de collecte et de déshydratation des excréments sont les suivantes :

Tableau 2 : Evolution de l'humidité, du pH et de la température du compost soumis à l'effet de la chaux (Sanguinetti *et al.*, 2009).

Phases d'études	Valeurs moyennes				
	Température (°C)	pH	Humidité (%)	Coliformes fécaux (NPP/g de MS)	Œufs d'ascaris /10 g de MS
Collecte (80 jours)	12,5	12,4	35,2	4,2	406
Déshydratation (90 jours)	16,4	- 10,6 les 20 premiers jours - 8,7 les 70 jours suivants	27%	$1,6 * 10^5$	39,6

Les notions de déshydrations apparaissent une fois de plus, et nous pouvons remarquer comparativement à l'étude de Redlinger *et al.*, (2001) et de Mehl *et al.*, (2011) que les composts à taux humidités inférieurs à 40%, ne permettent pas d'atteindre des températures thermophiles favorables à la biodégradation aérobie de la matière organique facilement biodégradable; ce qui implique que le compost obtenu ne sera pas stabilisé. D'autre part sur le plan hygiénisation, les valeurs de pH > 12 dû aux ajouts continuels de chaux lors de

l'utilisation des TS (au cours de la phase de collecte) sont les facteurs principaux de la baisse significative des germes pathogènes (coliformes thermo tolérants et *Salmonella sp*). Cependant les œufs d'ascaris sont dénombrés à l'issue du chaulage (400 œufs en moyenne/10 g de Matières Sèches). En outre, 3 mois de stockage après chaulage à pH 12 sont nécessaires pour inactiver les œufs d'Ascaris dans les boues d'épuration (Gaspard *et al.*, 1997). Le faible pourcentage d'inactivation des œufs dans cette étude est dû aux faibles temps de contact des fèces avec la chaux. Par ailleurs, en prenant en considération que ce sont des matières fécales fraîches et non des boues provenant des eaux usées de station d'épuration, nous pourrions supposer qu'un temps de contact plus longs (> 3 mois) à pH > 12 serait nécessaire pour une inactivation des œufs d'Ascaris. En outre, l'arrêt de l'ajout de chaux pendant la phase de déshydratation entraîne la chute du pH (8,7); la matière organique du compost n'étant pas stabilisé, cela provoque une nouvelle recolonisation du compost par les germes pathogènes (Mustin, 1987). En revanche, le nombre d'œufs d'ascaris dénombré au cours de cette phase de déshydratation a chuté à 39.6 œufs/ 10 g MS. Cela est probablement dû à la destruction des œufs par le pH élevé pendant toute la période stockage. Ainsi, le pH est le facteur prédominant dans l'inactivation des coliformes fécaux, et la température celui responsable de l'inactivation des **ascaris** (Moe et Izurieta, 2003). Il serait aussi intéressant de noter qu'après 515 8 mois de déshydratation, la valeur de pH était de 7,9 , la température 17,3 C°, l'humidité 7% et aucun œuf d'**ascaris** n'a été détecté (.Sanguinetti *et al.*, 2009).

Comparativement au traitement par la chaux, un traitement à base de cendre est également un moyen d'alcaliniser les résidus de toilettes sèches. Il a été démontré que la chaux permet d'augmenter le pH beaucoup plus rapidement que la cendre (Sossou *et al.*, 2012a) ; nécessitant cependant une grande quantité de cendre. En effet d'après les auteurs, environ 16 g de chaux sont nécessaires contre environ 2400 g de cendre de bois pour amener 1 kg_{MS} de compost à pH 10. Toutefois, à même niveau de pH, la cendre de bois est plus efficace que la chaux en termes d'élimination de pathogènes (vu la quantité de cendre... cela paraît normal !!!). Certains substrats de mélange (sciure de bois, balles de riz, charbon de bois) ont des propriétés alcalines permettant de rehausser le pH (Sossou *et al.*, 2012b), mais soulignons qu'à part la particularité du substrat à base de charbon de bois qui permet d'atteindre plus rapidement des valeurs de pH élevés que les autres, il n'y a pas de différence significative sur le taux d'inactivation des pathogènes (CF, CT) au bout de deux mois

1.1.3.4 Traitement des urines et lixiviats

Du point de vu pathogénicité, l'urine est considérée comme stérile et peut être utilisée directement comme fertilisant agricole (Baumeyer, 2003). Le plus souvent la contamination des urines se fait par contact direct avec les matières fécales, mais il arrive aussi d'y retrouver quelques germes responsables des infections urinaires (Orumwense, 2012). Il est donc conseillé de passer par un traitement avant une éventuelle

valorisation agricole. La principale méthode de traitement de l'urine dans le cas des TS à séparation des urines à la source est le simple stockage ; cette méthode permet d'entraîner l'augmentation du pH (≈ 9) et la formation d'ammoniac, deux conditions favorables à la destruction des pathogènes (Baumeyer, 2003 ; Orumwense, 2012). Les récents travaux de recherche sur le stockage de l'urine et leur valorisation, montrent que la température de stockage est également importante dans la vitesse d'inactivation des pathogènes (Orumwense, 2012). Le stockage de l'urine à 30°C pendant au moins 5 semaines permet de réduire les risques pathogéniques. Par ailleurs l'OMS recommande des durées de stockage supérieures à 6 mois à 20 °C pour une utilisation de l'urine à grande échelle (Orumwense, 2012).

Dans le cas des toilettes à séparation gravitaire des urines où le lixiviat a été en contact avec les résidus solides, il n'existe pas à notre connaissance d'étude scientifique sur les méthodes de traitement.

1.1.3.5 Méthanisation

La méthanisation est un processus de digestion anaérobie poursuivant en général un double objectif de valorisation énergétique par récupération de méthane (CH₄) et de stabilisation des déchets organiques en vue d'une valorisation matières par sa restitution partielle au sol (Bayard et Gourdon., 2008). Sur le plan valorisation énergétique, la méthanisation des résidus de toilettes sèches est une option avantageuse de production d'électricité dans certaines zones rurales de la Chine. La construction de puits générateurs de biogaz à l'annexe des toilettes sèches permet la collecte de méthane, et d'assurer son approvisionnement sur 45 à 60 % de l'étendu de cette région (Zhou, 2006).

Par ailleurs sur le plan valorisation matières, la méthanisation était considérée à l'origine comme une alternative viable au compostage, et de forts arguments ont été établis en sa faveur : minimisation de la perte d'azote, meilleur contrôle des émissions de gaz à effet de serre. Mais soulignons que ces avantages ne sont pas suffisants pour compenser les inconvénients manifestes de cette technique (UNEP, 2005). Les doutes sur l'efficacité de la méthanisation ont ainsi commencés à accroître dans les années 1960, et depuis cette date, la méthanisation des déchets organiques n'est plus considérée comme une alternative au compostage. Les raisons sont apparentes dans la comparaison des deux techniques. Par rapport à la méthanisation, le compostage présente de meilleurs avantages. Il permet d'assurer une décomposition plus rapidement des déchets organiques, les niveaux de température qui sont mortels pour les agents pathogènes sont atteints, et le nombre et l'intensité des émissions sont fortement réduits (UNEP, 2005).

Bien qu'il existe des méthodes de production de biogaz à l'aide de résidus de toilettes sèches ou même de réutilisation des sous-produits issus du process de méthanisation en agriculture, il existe encore peu de recherches scientifiques portant sur l'élimination des germes pathogènes, ou micropolluants pharmaceutiques au cours de la méthanisation. Les travaux de Redlinger *et al*, (2001) sur les RTS démontrent que le temps

nécessaire à l'élimination des pathogènes (*E. coli*) est plus élevé pour la méthanisation. En effet, selon Gotass (1959), les montées en températures de la méthanisation sont au tour de 35- 40°C (Gotass, 1959), avec des valeurs moyennes comprises entre 15 et 20°C. En tenant compte de ces informations, la question se pose sur l'efficacité de l'élimination des germes les plus persistantes (dont les œufs d'ascaris) sous les conditions de méthanisation. Toutefois, une étude faite sur la méthanisation des déchets et sous-produits organiques semble indiquée que les ascaris ne survivent pas à plus de 30 jours d'incubation en condition de température mésophile 38°C (Salangro *et al.*, 1998).

1.2 Rémanence des produits pharmaceutiques dans les boues de STEP conventionnelles

Aujourd'hui, près de 3 000 produits pharmaceutiques à usage humain sont utilisés couramment en Europe (Soulie *et al.*, 2011). Ces Produits Pharmaceutiques (PP) peuvent être partiellement ou totalement dégradés par l'organisme ou encore se retrouver sous forme de métabolites à travers nos excrétiens et dans les milieux de réception en particulier les STEP (64% \pm 27% des MPP excrétés dans les urines et 35% \pm 26% dans les matières fécales) (Lienert *et al.*, 2007). Les STEP domestiques ne sont pas conçues pour traiter efficacement les micropolluants, notamment les substances émergentes telles que les Micropolluants Pharmaceutiques (MPP), et les hormones naturelles ou de synthèse, (Projet AMPERES, 2006-2009) ; D'après cette étude, le rendement moyen d'épuration des MPP dans les systèmes de traitements primaires (décantation primaire avec traitement physico-chimique) est inférieur à 30%, compris entre 30 - 70% pour les traitements secondaires (boues activées), et supérieur à 70% pour les traitements tertiaires (ozonation, filtration à charbon actifs, osmose inverse) (Soulie *et al.*, 2011). D'une manière générale, les MPP hydrophiles se retrouvent dans les effluents traités de STEP, tandis que les MPP lipophiles ont tendance à s'accumuler dans les boues avec des concentrations de l'ordre de 1 à 245 ng/g de boue (Belden, 2007 ; Chenxi *et al.*, 2008 ; Coetsier, 2009 ; Soulie *et al.*, 2011). Malgré les faibles concentrations observées, le rejet en continu des MPP dans le milieu aquatique et le caractère diffus de cette émission confèrent à ces molécules un caractère de pseudo-persistance (AQUAREF, 2009). Les préoccupations majeures actuelles concernent donc les éventuels impacts sur les écosystèmes et sur la santé humaine.

1.2.1 Problématique générale des micropolluants pharmaceutiques dans l'environnement

Les risques liés à la persistance et à la bioaccumulation des MPP dans la nature ou lors de la valorisation agricole des boues de STEP ne sont pas à négliger sur le plan des risques sanitaires et environnementaux

(Winker, 2009, Orszagh, 2011 ; Sanna, 2012). Les notions de persistance et de bioaccumulation sont d'une importance particulière, car elles augmentent le risque d'exposition qui pourrait à long terme être responsable de toxicité chronique et des effets subtils sur les écosystèmes, les animaux ou même chez l'Homme (Coestier *et al.*, 2007 ; Soulier, 2011). En effet (i) les MPP non dégradés ou non adsorbés par les boues se retrouvent *in fine* dans les milieux aquatiques. Les préoccupations majeures actuelles concernent les pollutions aquatiques et la bioaccumulation dans la chaîne trophique. Aujourd'hui certaines études font le lien entre la présence de résidus médicamenteux dans l'eau potable, l'autisme et des troubles du comportement (<http://www.asef-asso.fr>; Gielen, 2007 ; Winker, 2009). Par ailleurs (ii) il y a lieu de se préoccuper également sur le devenir de ces MPP dans les sols agricoles après leur amendement avec des boues de STEP. Des études montrent que ces résidus pourraient entrer dans la chaîne alimentaire et dans l'écosystème via les eaux de ruissellement (AQUAREF, 2009; Winker, 2009), et engendrer des risques sur l'Homme. En outre, les antibiotiques sont reconnus pour avoir des effets négatifs sur les processus microbiens et l'induction de la résistance de ces derniers (Gielen, 2007). Les antibiotiques auraient également pour effet de ralentir la biodégradation de la matière organique et la minéralisation de l'azote organique dans les procédés biologiques de traitement des eaux usées (Sommer et Bibby, 2002; Dolliver *et al.*, 2008). Toutefois, aucun effet n'a été observé pour ce qui concerne la faune microbienne du sol ou sur le processus de nitrification dans le traitement des eaux de STEP (Thiele – Brun, 2003).

1.2.2 Les micropolluants pharmaceutiques cibles

En novembre 2012 une sonnette d'alarme a été tirée par le Parlement Européen portant un regard particulier sur la surveillance de certaines MPP à usage humain; c'est le cas du 17 α – éthinylestradiol et le 17- β -estradiol (hormones) et le Diclofénac (anti-inflammatoires). D'autres substances qui mériteraient un contrôle surveillé dans les eaux de surface européennes en terme de priorisation de MPP à usage humain, d'occurrence et de persistance dans les effluents de STEP, de toxicité reconnus et de disponibilité de méthodes d'analyse par plusieurs auteurs sont dans le tableau suivant :

Tableau 3 : Synthèse sur les MPP analysés dans les boues d'épuration, méthodes d'extraction et d'analyse (d'après Gielen, 2007 ; Mieges *et al.*, 2010 ; Soulier *et al.*, 2011, Commission Européenne 2012).

Classes thérapeutiques	Observations	Principaux micro polluants pharmaceutiques étudiés
Antibiotiques	Médicaments utilisés couramment et occurrence dans les milieux aquatiques (<i>Besse et Garric, 2007</i>)	Ciprofloxacine Sulfaméthoxazole
Antidépresseurs,		Carbamazépine Diazépam
Anti-inflammatoires		Diclofénac Ibuprofène
Bêtabloquants	Médicaments les plus consommés en France (<i>Besse et Garric, 2007</i>)	Propranolol Acébutolol

Hormones	Effets perturbateurs endocriniens (<i>Fent et al., 2006</i>)	17 α – ethinylestradiol 17 β - œstradiol
-----------------	--	--

1.3 Devenir des micropolluants pharmaceutiques et agents pathogènes dans les résidus solides (boues) en condition de compostage

1.3.1 Micropolluants pharmaceutiques et compostage

Le besoin de traitement des MPP dans les boues et dans les eaux de rejet de STEP est une notion très ressentie. La mise en place de traitements tertiaires avancés est la solution préconisée par le programme AMPERES (2006 - 2009). Toutefois ces traitements sont encore marginaux du fait de leurs coûts élevés et du développement limité de la réutilisation de ces eaux usées traitées dans certaines régions. Le compostage des boues est donc une solution envisageable. Il existe encore peu de retour d'expérience sur ce traitement pour ce qui concerne les résidus de MPP dans boues de STEP. Les travaux de Gielen (2007) qui ont porté sur le co compostage des boues de STEP (70% de boues finales obtenues après traitement par boues activées, et 30% obtenues après un traitement primaire) en présence de déchets verts et de sciures (ratio V/V 1/1/1) ont permis de suivre cinq MPP : la caféine (stimulant), la Carbamazepine (antidépresseur), le Naproxène, et l'Ibuprofène (anti inflammatoires) et le 17 α -ethinylestradiole (hormone). Dans cette étude l'auteur simule un procédé de compostage en reconstituant un échantillon de compost final grâce aux proportions matricielles cité ci-dessous et à un facteur de dilution permettant de traduire ces matrices initiales en un échantillon de compost final. L'auteur observe une élimination totale de l'Ibuprofène et du 17 α -ethinylestradiole, une élimination de plus de 90% de la caféine, et une persistance de la Carbamazepine dans le compost. Le Naproxène n'a pas été identifié dans les boues initiales. Bien que cette technique permette de simuler le caractère fini d'un compost, la question se pose toujours sur les effets d'un compostage en temps réels sur le devenir des MPP. Le manque d'informations scientifiques sur un tel procédé pour ce qui concerne l'élimination des MPP dans les boues d'épuration nous amène à nous orienter vers un co - compostage en temps réel de RTS avec les déchets organiques. Cette étude serait un grand avantage scientifique du point de vue élimination des micropolluants pharmaceutiques.

Par ailleurs certaines études confirment l'efficacité d'élimination des produits MPP au cours du compostage d'excrément d'animaux (Dolliver *et al.*, 2008 ; Ramaswamy, 2010), tous en soulignant que certaines MPP gardent toujours leur caractère de persistance et ont tendance à se retrouver en fin de compostage (Dolliver *et al.*, 2008 ; Orszagh, 2011 ; Selvam *et al.*, 2012)

1.3.2 Agents pathogènes et compostage

En termes d'élimination des AP au cours du compostage de boues de STEP, de nombreuses études ont permis de démontrer l'innocuité du compost et le respect des recommandations de l'OMS (Meekings *et al.*, 1996 ; Omanhene, 2003 ; Kone *et al.*, 2007). En effet l'investigation sur le co-compostage de boues de vidange de toilettes publiques et de fosses septiques ou encore de boue de STEP en présence de déchets solides organiques municipaux (en rapport 1/2 ou 1/3) montre qu'une aération régulière des andains de compost et une bonne humidité (50 – 60%) permet d'avoir de bonnes montées de température supérieures 55C° et la destruction des œufs d'helminthes (Omanhene, 2003 ; Koné *et al.*, 2007).

1.4 Conclusion de la bibliographie

L'utilisation des toilettes sèches remonte il y a bien longtemps, un peu avant l'entrée en jeu des toilettes à chasse à la fin du 19 siècle. Depuis cette époque plusieurs systèmes se sont succédés jusqu'à nos jours, sous différentes formes, fonctions et appellations (toilettes à compost, toilettes à séparation, ou bien encore toilettes à litière (Elain, 2007). En comparaison avec les systèmes d'assainissement conventionnels, les toilettes sèches sont des technologies qui permettent de gérer durablement les eaux et de réduire de 25 – 30% les consommations d'eau (Orszagh, 2011). Une autre vertu de ces systèmes serait le confinement de façon durable des agents pathogènes présents dans les matières fécales (Kazama et Otaki, 2011; Sossou *et al.*, 2012a), et de constituer également un moyen de réduction de la quantité de MPP et de stupéfiants dans les eaux usées domestiques comparativement aux filières d'assainissement conventionnelles (Winker, 2009). Cependant, la principale problématique que rencontrent les toilettes sèches est la gestion immédiate des résidus obtenus après utilisation. Une solution à ce problème serait la valorisation agricole de ces résidus, mais des réflexions se portent sur les filières de traitement permettant d'aboutir à un sous-produit sain (sans pathogènes, produits pharmaceutiques et stupéfiants) et valorisable en termes de qualité et d'innocuité. De toutes les méthodes explorées par les recherches scientifiques sur le traitement des résidus de toilettes sèches, le co - compostage se révèle être le meilleur moyen pour le traitement des pathogènes et MPP, et permettant d'aboutir à un compost stabilisé. Toutefois les études sont encore rares pour ce qui concerne la définition et le contrôle des paramètres de co- compostage des résidus des toilettes sèches (ratio RTS/déchets organique, ratio C/N, teneur en eau, teneur en O₂, pH) permettant de favoriser les conditions optimales à l'hygiénisation et à la stabilisation du compost.

Sur la base de cette étude bibliographique, nous allons orienter nos recherches sur le co compostage des résidus de TS en présence de déchets verts dans des conditions pilotes en laboratoire avec des proportions variées de résidus de toilettes sèches (25, 35,50% RTS_{MH}). Cette étude permettra d'évaluer durant une

période de 3 semaines d'incubation (fermentation chaude), l'efficacité d'un tel procédé sur l'élimination des germes pathogènes, la biodégradation des produits pharmaceutiques et stupéfiants potentiellement présents et la qualité agronomique du compost final.

Trois échelles expérimentales de traitement seront considérées. La première échelle (1) aura pour objectif d'effectuer la caractérisation bio-physico chimique des matrices initiales et de mettre en évidence la constitution agronomique et l'innocuité biologique et chimique de ces deux matrices. Elle permettra également d'évaluer s'il y a des risques d'intégration dans les matrices d'essai (25%, 35%, 50% RTS), des germes pathogènes provenant des résidus initiaux de toilettes sèches (100% RTS) ou des déchets verts (témoin avec 0% RTS), ou encore s'il y a des risques d'intégration des MPP par les RTS. La seconde échelle (2) évaluera la réactivité des différents mélanges de matrices d'essai à travers une approche multi échelles permettant de tester l'effet des proportions et quantité de matrices initiales, et également des conditions opératoires sur leur comportement biologique. Des tests de mesure d'activité respiratoire seront ainsi développés, permettant d'une part (2a) de tester de petites quantités de matrices d'essai 25%, 35%, 50%, 100% RTS et témoin (quelque grammes broyés <1 mm), sous des conditions statiques d'aération, complétés par une étude de mesure de capacité d'auto échauffement (test CAE). D'autre part (2b) nous testerons également les matrices d'essais 25%, 35%, 50% RTS et témoin (0% RTS) sous des conditions dynamiques d'aération sur un pilote de biodégradation (banc d'essai respirométrie, 3 litres/réacteur) avec des quantités représentatives (quelques kilogrammes broyées <10 mm). Enfin la troisième échelle (échelle pilote 150 litres) étudiera le comportement des MPP, des stupéfiants et agents pathogènes dans les matrices (25%, 35%, 50% RTS et témoin 0% RTS) en condition de co-compostage, avec une plus grande quantité de matrices non broyées (> 10 mm) et sous des conditions d'aération continue, contrôlée en fonction de la consommation d'oxygène dans les réacteurs. Cette échelle aura pour particularité d'effectuer un co-compostage de déchets verts et de résidus de toilettes sèches tout en cherchant à se rapprocher des conditions réelles d'un compostage à l'échelle du terrain. Elle aura également pour but de fournir des quantités suffisantes d'échantillons à caractériser avant et après incubation.

2 Matériel et méthode

Le volet expérimental de nos travaux de recherche est structuré de la manière suivante : dans un premier temps nous avons sélectionné les matrices d'étude, et procédé à une caractérisation bio-physico-chimique afin de connaître leurs compositions initiales et du même coup connaître leur innocuité et qualité agronomique face aux exigences de valorisation d'un compost. Dans une seconde étape, nous avons procédé au choix des proportions des résidus de toilettes sèches (25%, 35%, 50%, 100% RTS) à étudier face à la matrice témoin (0% RTS), et nous avons effectué d'une part des tests de mesures de réactivité sur celles-ci en conditions statiques d'aération et en petites quantités de matrices (10 g de masse humide). Nous avons également effectué des tests en conditions dynamiques d'aération avec des échantillons (25%, 35%, 50% RTS et témoin 0% RTS) en quantités plus représentatives (1,5 kg). Cette approche multi échelle permet de faire ressortir le comportement biologique des matrices sous l'effet des proportions et quantité de matrices initiales et aussi des conditions opératoires. Dans les tests en conditions statiques d'aération, nous mettons plus une évidence sur la cinétique de consommation d'oxygène des matrices à travers les mesures d'ARS (précédés d'une étude de mesure des montées en température des matrices par le test de capacité d'auto échauffement permettant de classer nos matrices en classes de compost en fonction de leur biodégradabilité). Les tests en conditions dynamiques d'aération sur le banc respirométrie mettent par ailleurs l'accent sur cinétique production de CO₂ produit au cours des essais et mesurée grâce aux appareils de mesure à précision du banc. Ce volet permet d'évaluer la cinétique de biodégradation de la matière organique dans nos matrices et également de déduire le taux de conversion de cette matière organique. Le dernier volet expérimental, permet de suivre le comportement des matrices (25%, 35%, 50% RTS et témoin 0% RTS) en quantités plus importantes (50 - 70 kg) sous des conditions d'oxygénation contrôlés en fonction de la consommation en oxygène dans les réacteurs. Ce volet permet également d'évaluer la cinétique de biodégradation de la matière organique présente dans les différentes matrices, d'estimer théoriquement les valeurs de taux de conversion de la matière organique et de bilan matière (eau et matière organique) que nous comparerons avec les valeurs obtenues expérimentalement. Enfin, nous aborderons le dernier volet de notre étude qui consistera à estimer si les baisses de concentrations de MPP, stupéfiants et germes pathogènes observées initialement sont importantes avant et après incubation.

2.1 Sélection et caractérisation des matrices testées

2.1.1 Origine et conditions de prélèvement

-- Résidus de toilettes sèches solides de plusieurs mois d'âge collectés dans des cuves de stockage à la Ferme du Morlet. Ce déchet provient d'un grand festival de musique électronique (Région Rhône - Alpes) et est essentiellement constitué d'excréments solides et liquides, et d'un mélange d'essence de différentes sciures et copeaux de bois issus de scieries. Le prélèvement des échantillons a été effectué sur un choix aléatoire de deux cuves de stockage, dont le contenu a été soigneusement brassé afin de collecter un échantillon d'une centaine de kilogrammes représentatif du lot initial. Ce prélèvement a été mélangé une seconde fois, puis reparti en lots identiques dans quatre fûts de collecte stockés en chambre froide (4°C).

- Déchet Vert frais (DV) issus de la plateforme de compostage " Tarvel" (Décines - Rhône). Ce déchet est essentiellement composé de tontes de pelouses, de déchets de jardins, de débris d'arbustes et de feuilles mortes. Toutefois, la présence de fumiers équins et de litières d'élevage de rats de laboratoire a été évoquée par l'ingénieur responsable de la gestion du site. Environ 200 kg de déchets organique ont été collecté le 6 et 7 juin 2013 sur un andain de 24h. Les DV récupérés (deux séries de collectes) de nature très hétérogène et contenant des débris grossiers (> 20 mm) ont été soigneusement mélangés, répartis dans des sacs en plastique et stockés ensuite dans une chambre froide (4°C).

Tableau 4 : Préparation des matrices initiales pour la caractérisation des échantillons et la réalisation des essais expérimentaux.

Matrices	Nature	Caractérisation et essais expérimentaux
RTS solides	Echantillon brut	<ul style="list-style-type: none"> - Caractérisation initiale : mesure de la Capacité d'Auto-Echauffement (CAE) ; analyses préliminaires microbiologiques, stupéfiants, et agronomiques ; - Mesure de l'activité respiratoire en condition dynamique d'aération (ARD) : mesure sur banc SODIMEL ; - Essais sur pilote de laboratoire (150 L) de co-compostage en condition contrôlé d'oxygénation.
	Echantillon brut séché à 40°C et broyé sur le broyeur à couteaux RETSCH SM200 (1 mm)	<ul style="list-style-type: none"> - Caractérisation initiale : mesure de l'activité respiratoire en conditions statique d'aération (ARS) ; analyses préliminaires de MPP et stupéfiants, mesures de DCO sur solide.
DV	Echantillon brut (> 20mm)	<ul style="list-style-type: none"> - Essais sur pilote de laboratoire (150 L) de co-compostage en condition contrôlé d'oxygénation.
	Echantillon brut broyé sur le broyeur à couteaux Blikmonorotor 420 (<10mm)	<ul style="list-style-type: none"> - Caractérisation initiale : mesure de la Capacité d'Auto-Echauffement (CAE) ; analyses préliminaires microbiologiques, et agronomiques ; - Mesure de l'activité respiratoire en condition dynamique d'aération (ARD) : mesure sur banc SODIMEL ;
	Echantillon séché à 40°C et broyé sur le broyeur à couteaux RETSCH SM200 (1 mm)	<ul style="list-style-type: none"> - Caractérisation initiale : mesure de l'activité respiratoire en conditions statique d'aération (ARS) ; mesures de DCO sur solide

2.1.2 Caractérisation bio-physico-chimique des matrices solides

Les matrices initiales (RTS solides et déchets organiques) ont été caractérisées : mesure de la Matière Sèche (MS), Matière Volatile (MV), de l'Activité Respiratoire en condition Statique d'aération (ARS), mesure de la Capacité d'Auto-Echauffement (CAE), et mesures de pH, conductivité et Demande Chimique en Oxygène (DCO).

Le **Tableau 7** résume les caractéristiques globales des deux matrices initiales. Les **Tableau 8**, **Tableau 9**, **Tableau 10** et Les analyses de stupéfiants par screening ont permis de détecter la présence de la kétamine (perturbateurs) et ses métabolites, l'ecstasy (perturbateur et stimulant) et ses métabolites, et enfin les opiacés (dépresseurs). Les techniques spécifiques aux familles de stupéfiants (opiacés et cocaïniques, amphétaminiques, morphine et cannabinoïdes) ont donné les résultats d'analyses du **Tableau 11**.

Nous remarquons que la détection des composés amphétaminiques est plus représentative dans les RTS solides secs que dans les RTS solides humides. Par ailleurs les composés cannabinoïdes sont plutôt mieux détectés dans les RTS humides que dans les RTS sèches. En outre la détection des composés opiacés et cocaïniques est du même ordre dans les RTS humides que dans les TS secs.

Soulignons par ailleurs des teneurs de l'ordre du $\mu\text{g/g}$ aux dizaines de $\mu\text{g/g}$ pour la molécule d'ecstasy et ses métabolites. Nous observons cependant une absence de la morphine et de l'héroïne dans les échantillons humides et secs.

Tableau 11 fournissent respectivement les données d'analyses agronomiques, microbiologiques, micropolluants pharmaceutiques et stupéfiants dans les matrices initiales.

L'analyse des matières fertilisantes et l'analyse biologique ont été effectuées par le Laboratoire Départementale d'Analyse de Recherche (LDAR) suivant les normes ISO spécifiques aux analyses menées.

Quant à l'analyse préliminaire des micropolluants pharmaceutiques dans les échantillons solides des résidus de toilettes sèches, elle a été effectuée par screening par l'Institut des Sciences Analytiques (ISA, CNRS) de Lyon. Le choix des molécules cibles dans cette analyse par screening a été effectué en tenant compte des classes thérapeutiques des médicaments les plus prescrits en France. Nous avons également croisé ces informations avec les données de la littérature en prenant en considération leurs critères d'occurrence dans les effluents de stations d'épuration urbaines, et aussi en fonction de leur persistance dans l'environnement. En plus de cela, d'un point de vue analytique, nous avons souhaité disposer de méthodes de détection, d'extraction et de quantification de ces composés dans les matrices solides (compost).

L'analyse préliminaire des stupéfiants dans les échantillons solides secs et humides des résidus de toilettes sèches a été effectuée par screening dans le laboratoire d'analyse toxicologique LATLUMTOX de Lyon. Les

familles de stupéfiants détectées sont principalement la kétamine et ses métabolites, l'ecstasy et ses métabolites, et enfin les opiacés. Les techniques spécifiques aux familles de stupéfiants (opiacés et cocaïniques, amphétaminiques, morphine et cannabinoïdes) ont permis de fournir des résultats d'analyses plus détaillés. L'intérêt principal d'intégrer ces composés dans notre étude était de connaître leur devenir après un co - compostage. Un second intérêt en rapport avec les axes de recherche du laboratoire d'analyse était d'évaluer les conditions d'extraction de ces composés dans les matrices solides secs et humides, et d'établir des méthodes analytiques en relation avec la nature de la matrice et le type de stupefiant.

2.1.3 Méthodes d'analyse

Les matrices initiales de RTS et de déchets organiques ont été préparées suivant les recommandations du **Tableau 4** afin de réaliser le programme d'analyse décrit dans l'ANNEXE 3.a (p 76).

2.2 Test de mesure d'activité respiratoire en co compostage

2.2.1 Evaluation de la capacité d'auto échauffement

Le principe de cette étude consiste à rechercher le degré de décomposition de la matière organique biodégradable dans un compost ou un déchet organique donné par le test d'échauffement naturel. Ce test permet d'évaluer les montées en température des déchets verts en fonction des ajouts de RTS, et de distinguer nos matrices d'essai selon une classe de biodégradabilité. Le mode opératoire est décrit dans l'ANNEXE 3.b (p 77).

2.2.2 Activité respiratoire en conditions statiques

Le test d'Activité Respiratoire en conditions Statiques d'aération (ARS) est un test de respirométrie en jarres type OXITOP qui permet de déterminer la consommation en oxygène dans un déchet organique sous des conditions de renouvellement de l'oxygène. Ce test a été utilisée pour évaluer l'activité microbienne et, du même coup, la biodégradabilité du compost (Ligne directrice 304A de l'OCDE). Sa particularité est qu'il est moins couteux par rapport aux essais ARD, utilise de petite quantité déchets organiques et est assez précis pour estimer la consommation en oxygène d'un déchet organique. Le mode opératoire est décrit dans l'O (p 77).

2.2.3 Activité respiratoire en conditions dynamiques d'aération

2.2.3.1 Principe général

L'évaluation du comportement des déchets est basée sur le suivi de la cinétique d'évolution de la température, de la consommation en oxygène et de la production de dioxyde de carbone au cours de son incubation. Le banc d'essai respirométrie sur lequel porte notre étude a été conçu de manière à suivre en continue ces trois paramètres, en condition dynamique d'apport de l'oxygène ou encore mesure de l'Activité Respiratoire en mode Dynamique « ARD » (test ARD). Le principe consiste à faire circuler continuellement un débit d'air dans l'atmosphère des réacteurs, et à mesurer en continu les concentrations d'O₂ et de CO₂ contenues dans l'atmosphère des réacteurs et dans l'air ambiant, grâce à une sonde d'oxygène (de contrôle) et un analyseur de CO₂. Sur la base des concentrations mesurées dans l'air des réacteurs, de la teneur initiale (CO₂ et O₂) dans l'air injectée, et en tenant compte du débit d'injection de l'air entrant, la consommation d'O₂ et production de CO₂ cumulées au cours du temps sont calculées. Ces valeurs de mesure exprimées en mg d'O₂ consommé et mg de CO₂ produit sont traduites en mg d'O₂ et mg de CO₂ par gramme de matière sèche présente dans les réacteurs.

Ces valeurs de données permettent également de déterminer la cinétique de biodégradation de la matière organique contenue dans les déchets et aussi son taux de conversion au cours des essais. Le mode calcul de ce paramètre est développé dans l'ANNEXE 5.b et ANNEXE 5.c (p 80 et 81)

Par ailleurs la température des réacteurs est aussi un paramètre dont nous pouvons suivre et contrôler à l'aide de colliers chauffants placés sur la paroi externe des réacteurs.

L'intérêt technique d'effectuer des mesures d'activité respiratoire avec ce banc de respirométrie est la capacité de travailler en condition dynamique avec des échantillons représentatifs en termes de quantité et la répétabilité des essais sur plusieurs réacteurs (8 réacteurs extensibles à 16 réacteurs). Une autre particularité est la capacité de mesure avec précision des valeurs de CO₂ grâce à un analyseur Xstream de CO₂ de plage standard de précision comprises entre 0 – 50 ppm. Par ailleurs, les inconvénients du banc sont aussi d'ordre technique en rapport avec la standardisation du mode opératoire : les débits d'air sont fixes et indépendants de l'évolution de l'activité du déchet et de la composition de l'atmosphère des réacteurs. De même les réacteurs sont non adiabatiques et sont conçus pour fonctionner en conditions isothermes. Des essais préliminaires avec du déchet organique sans régulation de la température du collier chauffant ont montré une inactivité du déchet due au système de refroidissement interne de l'air dans les réacteurs, induisant ainsi la non réactivité du compost à cause des basses températures (15°C environ). Enfin la sonde de mesure de l'oxygène n'est pas dotée d'une grande précision ($\pm 1\%$).

2.2.3.2 Description du banc respirométrique

Le schéma du dispositif expérimental est présenté dans sur l'ANNEXE 6.a (p 84) et son principe de fonctionnement décrite dans la **Figure 1**.

Ce dispositif est composé principalement d'un support métallique comportant 8 réacteurs de 3 litres (extensibles à 16 réacteurs) et d'un système de contrôle et de suivi des paramètres de mesure (automate). Chaque réacteur est susceptible de réaliser des expériences en milieu liquide (anaérobie), ou en conditions de compostage (aérobie), et peut être configuré de façon flexible et indépendante des autres.

Les réacteurs sont munis d'un collier chauffant électrique sur leur partie externe, qui permet de réguler individuellement par impulsion la température interne et de faciliter le démarrage de la réactivité du déchet organique au cours d'une expérimentation. Une sonde de température permet de mesurer et d'enregistrer de façon régulière la température interne du réacteur, avec une consigne maximale de 70°C. Une autre sonde placée à l'extérieur permet de mesurer la température ambiante de la pièce (pièce dans notre cas thermostatée à 20°C).

A l'intérieur des réacteurs se trouvent deux compartiments séparés par une grille en inox. La partie supérieure plus grande (1) permet de contenir les déchets de l'expérimentation et la partie inférieure vide (2) et plus petite, est destinée à la bonne répartition de l'air et à la récupération des lixiviats issus de l'ajout initial d'eau et de l'hydrolyse de la matière organique.

Une fois l'expérimentation en cours, l'électrovanne d'arrivée d'air (3) s'ouvre automatiquement, et un compresseur externe (11) permet d'apporter de l'air dans les réacteurs *via* une nourrice principale, commune à l'ensemble des réacteurs. L'atmosphère interne des réacteurs est continuellement renouvelée par une conduite centrale traversant les réacteurs de haut en bas. Le débit d'alimentation est au préalable réglé par un rotamètre (12) placé en amont (0,5 l/min dans notre cas d'étude). Son étalonnage est effectué à l'aide d'un débitmètre massique à air de type (Brooks smart mass flow II, 2NL/min air) placé en amont du rotamètre. Les données d'étalonnage sont répertoriées dans l'ANNEXE 4.c (p 79). Pour éviter d'assécher les échantillons soumis à l'étude, un dispositif de refroidissement (condenseur) de l'air interne des réacteurs permet de limiter la siccité. Par ailleurs, en fonction du type d'essai souhaité, le banc est muni d'un dispositif d'injection de liquide dans les réacteurs par l'intermédiaire de la conduite centrale citée précédemment.

En sortie des réacteurs, il existe deux conduites d'évacuation d'air. La première permet d'évacuer l'air des réacteurs vers la pièce où se trouve le banc expérimental, et la seconde vers la boucle d'analyse. Ces conduites sont contrôlées par deux électrovannes (4, 5). programmées pour fonctionner en opposition l'une par rapport à l'autre (lorsque l'une est ouverte, l'autre est automatiquement fermée).

La phase d'analyse se matérialise d'une part par une séquence d'analyse de l'air d'un réacteur, et d'autre part, par une séquence de purge (analyse de l'air ambiant et initialisation de l'atmosphère de la boucle

d'analyse) par de l'air ambiant. Ces deux phases sont aussi contrôlées par deux électrovannes (6,7) programmées à fonctionner en opposition l'une par rapport à l'autre. En cours d'analyse (séquence analyse), l'électrovanne N°1 d'analyse (5) s'ouvre et celle d'évacuation (4) vers la pièce se referme automatiquement. De même l'électrovanne N°2 (6) d'analyse s'ouvre et celle de purge (7) reste fermée. L'air du réacteur suit son cours dans la boucle d'analyse en passant par un condenseur (augmentation de la siccité) avant d'être dirigé vers un débitmètre massique à air (8) (Brooks smart mass flow II, 2Nl/min air) qui régule le débit d'air à une valeur supérieure au débit minimal de consigne de l'analyseur CO₂. L'analyseur (9) (EMERSON Xtream-2M) fonctionne avec des capteurs Infra-rouges non dispersifs dont la plage de mesure varie de 0 à 100% et la précision des mesures en conditions standards de 0 à 50 ppm. Pendant cette période d'analyse le CO₂ de l'air est conduit vers une sonde électrochimique de mesure de l'oxygène (10) (GS Oxygen Sensor KE), pour les mesures d'O₂. Les plages de mesure de cette sonde sont de 0-100% avec une erreur de lecture de ± 1%. Les valeurs de mesures (O₂, CO₂, température) sont automatiquement enregistrées sur un ordinateur (13).

En outre, pendant la phase de purge, les électrovannes d'analyse N°1 et 2 (5,6) se referment automatiquement et celle de purge s'ouvre pour permettre l'analyse du CO₂ et de l'O₂ de l'air ambiant. Lorsque plusieurs réacteurs sont en fonctionnement, le processus est le même : une séquence d'analyse et une séquence de purge pour un réacteur à la fois, avant de passer aux suivants.

Il est à noter que ces essais ont été les premiers effectués au laboratoire à l'aide de ce dispositif et qu'une longue phase de prise en main, de détection de problèmes (matériels, informatiques) et de résolution avec le constructeur a été nécessaire avant de pouvoir effectuer les essais.

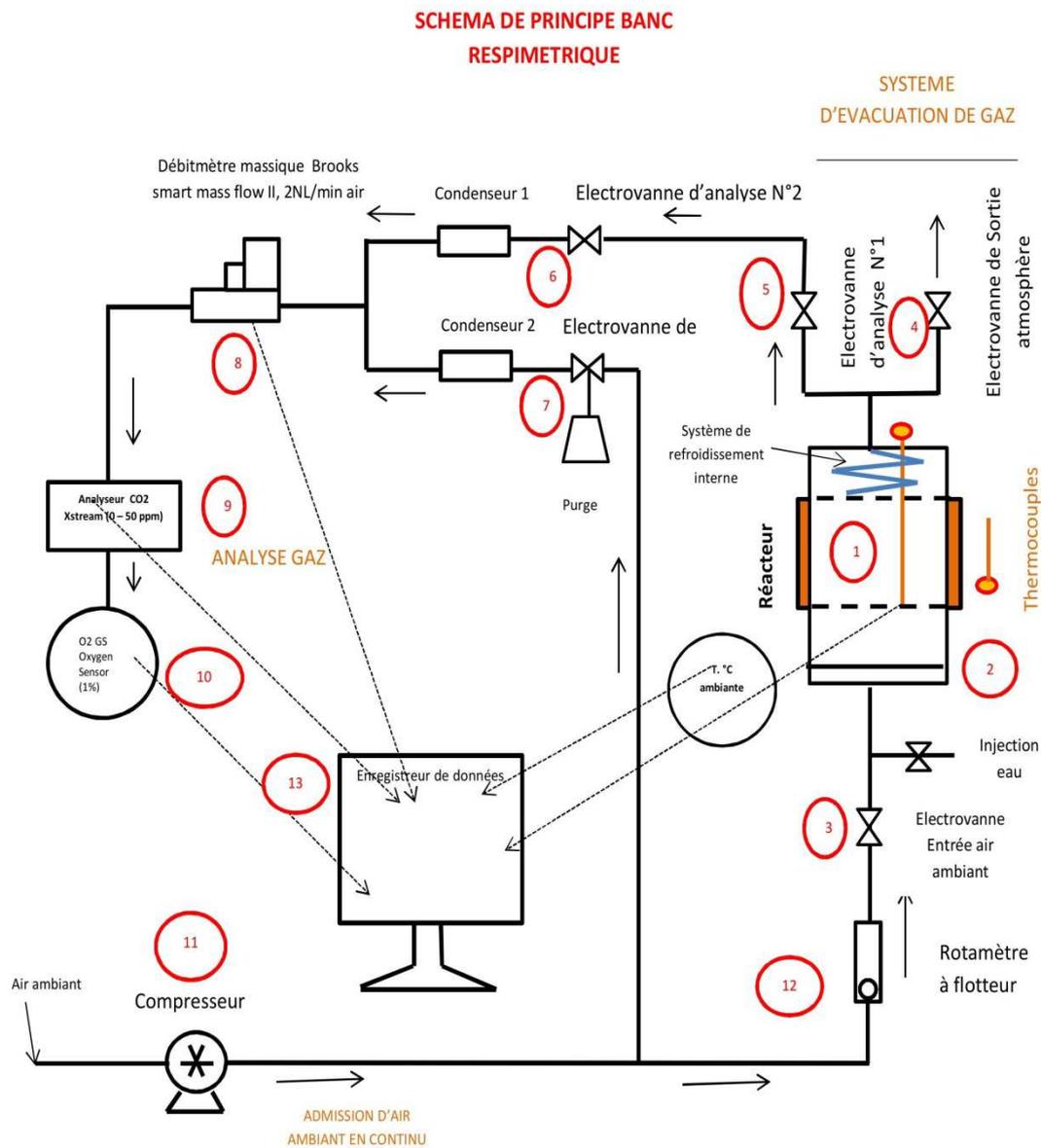


Figure 1 : Schéma de principe banc de mesure de respirométrie.

2.2.3.3 Conditions opératoires

- Humidité : siccité initiale pour les RTS (80% en humidité), et humidité fixée à la Capacité de Rétention en Eau (CRE) pour les déchets verts broyés (66 %) ;
- Quantité : 1, 5 kg de déchets humides par réacteur de 3 l ; essai en triplicats ;
- Homogénéisation des déchets avant injection dans le réacteur ;
- Aération : Apport en continu de l'air ambiant (0,5 l/min) ;

- Température : Une température minimale testée (35°C), régulation de la température sur le collier chauffant ;

- Suivi des essais : analyse en continu de l'atmosphère des réacteurs (mesure des gaz majeurs : O₂, CO₂) ; mesure de la température dans les réacteurs; mesure de la température ambiante.

Les essais seront réalisés en triplicats et en deux étapes. Une première étape avec les matrices témoin (0% RTS et 100% DV) et 25% RTS, et la seconde avec les matrices 35% et 50% RTS.

2.2.1 Présentation des essais ARD

Quatre essais pilotes ont été réalisés afin d'évaluer l'influence des ajouts proportionnels des résidus de toilettes sèches sur la biodégradabilité aérobie des déchets verts. Les conditions spécifiques de réalisation des essais sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau 5 : Conditions initiales des essais ARD sur banc respirométrique.

# Essai	Déchet Organique % _{MH}	RTS % _{MH}	Siccité (% _{MH})	Masse humide (kg _{MH})	Masse sèche (kg _{MS}) DV et RTS	Matière Organique (kg _{MV}) DV et RTS	Densité	Hauteur (m)
E1	100	-	Initiale (66,8 ± 0,0%)	1,315 ± 0.010	0,44	0,33	0,603	0,21 ± 0,00
E2	75	25	Initiale (70,1 ± 0,1%)	1,311 ± 0.08	0,39 DV : 0,33 (83%) RTS : 0,06 (17%)	0,31 DV: 0,248 (80%) RTS : 0,057(20%)	0,641	0,20 ± 0,03
E3	65	35	Initiale (73,8 ± 0,1%)	1,256 ± 0,016	0,33 DV : 0,24 (72,7%) RTS : 0,09(27,3%)	0,27 DV:0,180 (68%) RTS : 0,086(32%)	0,617 2	0,20 ± 0,04
E4	50	50	Initiale (78,9 ± 0,2%)	1,248 ± 0,022	0,26 DV : 0,14 (54%) RTS : 0,12(46%)	0,22 DV: 0,105 (48%) RTS : 0,114(52%)	0,619 7	0,20 ± 0,06

2.3 Etude du comportement des micropolluants et germes pathogènes en condition de compostage

L'objectif de travailler sur un tel pilote de compostage est de pouvoir effectuer des essais dont nous pourrions contrôler et suivre les paramètres d'analyses, avec une maximum de données collectées. Ces essais permettront également de simuler une phase de fermentation chaude à l'échelle du terrain et d'estimer si les baisses de MPP et stupéfiants et germes pathogènes sont importantes

2.3.1 Pilote de compostage

2.3.1.1 Principe général

Le pilote de compostage a été conçu de manière à suivre en continu en condition dynamique d'apport en oxygène, la cinétique d'évolution de la température, la consommation en oxygène et la production de dioxyde de carbone au cours des essais. Le principe consiste à faire re-circuler en continu l'atmosphère des réacteurs au travers de la colonne du déchet et à mesurer en continu les concentrations d'O₂ et de CO₂. Cet air est renouvelé automatiquement et asservi en fonction de la consommation d'oxygène du déchet dans le réacteur. Une détection en continu de l'oxygène de l'air en circulation dans le réacteur (boucle principal) permet de mesurer indirectement sa consommation et de déduire les apports conséquents selon la valeur de contrôle fixée initialement (15% dans notre cas). Sur la base des concentrations mesurées, de la teneur initiale (CO₂ et O₂) dans l'air injectée (0,04%), et en tenant compte du débit d'injection d'air entrant mesuré par un débitmètre massique, la consommation d'O₂ et production de CO₂ cumulées au cours du temps est calculée. Ces valeurs de mesure exprimées en mg d'O₂ consommé et mg de CO₂ produit sont traduites en mg d'O₂ et mg de CO₂ par gramme de matière sèche présente dans les réacteurs.

Ces valeurs de données permettent également de déterminer la cinétique de biodégradation de la matière organique contenue dans le déchet et aussi le taux de conversion de la matière organique au cours d'un essai. Le mode calcul de ce paramètre est développé dans ANNEXE 5.b, ANNEXE 5.c (p 80 et .81)

A la différence du banc de respirométrie, le pilote est adiabatique et non muni d'un collier chauffant pour le contrôle et la régulation de la température. Il est muni d'une paroi isolante permettant de limiter les pertes thermiques et ne comporte pas de système de refroidissement interne au sein du réacteur

L'intérêt d'effectuer des mesures d'activité respiratoire avec ce pilote est la capacité de mesure avec précision des valeurs d'O₂ grâce à sa sonde oxygéno-mètre, ICARE OTUS SUPERVISION de 0,1% précision. Une autre particularité est la capacité de pouvoir effectuer des essais pilotes tout en se rapprochant des conditions du terrain, avec des échantillons représentatifs en termes de quantité, permettant d'avoir des quantités suffisantes d'échantillons à analyser avant et après incubation. Les inconvénients du pilote se trouvent par ailleurs au niveau de l'air de recirculation au préalable refroidit par des condenseurs avant leur retour dans le réacteur. Cet air est à une température et une humidité inférieure à celles de l'air ambiant, et pourrait influencer la réactivité optimale du déchet : assèchement du déchet d'une part, et limitation des montées en température d'autre part.

2.3.1.2 Description du pilote expérimental

Le schéma du dispositif expérimental est présenté dans **Figure 2**. Le dispositif est composé principalement de 2 réacteurs de 150 litres destinés à recevoir les déchets et d'un système de contrôle et de suivi des

paramètres de mesure. Chaque réacteur est isolé thermiquement de l'extérieur par une couverture isolante qui permet de limiter les pertes de chaleur et d'eau lors des essais. A l'intérieur se trouve deux compartiments (1 et 2) séparés par une grille en inox. La partie supérieure plus grande (1) permet de contenir les déchets de l'expérimentation, et la partie inférieure vide et plus petite (2), est destinée à la bonne répartition de l'air et la récupération des lixiviats issus de l'ajout initial d'eau et de l'hydrolyse de la matière organique.

Une fois l'expérimentation en cours, l'atmosphère des réacteurs est continuellement approvisionnée avec l'air du circuit principal (parcours cyclique) à 16,5 litre/mn. L'apport en air ambiant est fait automatiquement par un compresseur d'air (9) lorsque le taux d'oxygène dans les réacteurs chute à 15% (choix arbitraire). Cela permet d'éviter que la teneur interne en oxygène ne soit un facteur limitant pour l'activité biologique des déchets. Un détecteur d'oxygène (6) (sonde électrochimique, ICARE OTUS SUPERVISION, précision 0,1%) est placé en aval du réacteur (sur une boucle de dérivation), et est relié à un régulateur électronique (7) (régulateur EUROTHERM, type 3216N/CC/VH/DR). Celui-ci permet l'asservissement d'un débitmètre massique / régulateur (8), qui autorise ou non l'entrée d'air comprimé par le compresseur (9), et mesure cette quantité d'air.

Pour assurer une bonne mesure des gaz sortant dans l'air humide alimentant le déchet, deux refroidisseurs (un en aval du réacteur et l'autre placé sur la boucle d'analyse (4) de type refroidisseur double voie JCT-2-2 Midi Class, Analysentechnik GmbH), permettent d'éviter toute condensation d'eau au niveau du capteur électrochimique (6). Après le passage par les refroidisseurs, des flacons de 2 l (15) de capacité sont implémentés sur la boucle pour collecter toute condensation de l'eau (nécessaire dans le calcul de bilan eau que nous développerons dans le point 3.3.1.1).

Les gaz issus de la dégradation de la matière organique, le CO₂ et l'oxygène qui n'a pas été consommé vont sortir par la partie haute du pilote et vont être dirigés vers les appareils de mesure par un circulateur (3). Le CO₂ est analysé avec un capteur infrarouge (Analyseur MADUR-D01P-CO₂, échelle 0-10 %) et l'O₂ avec un capteur électrochimique CO 61® (6).

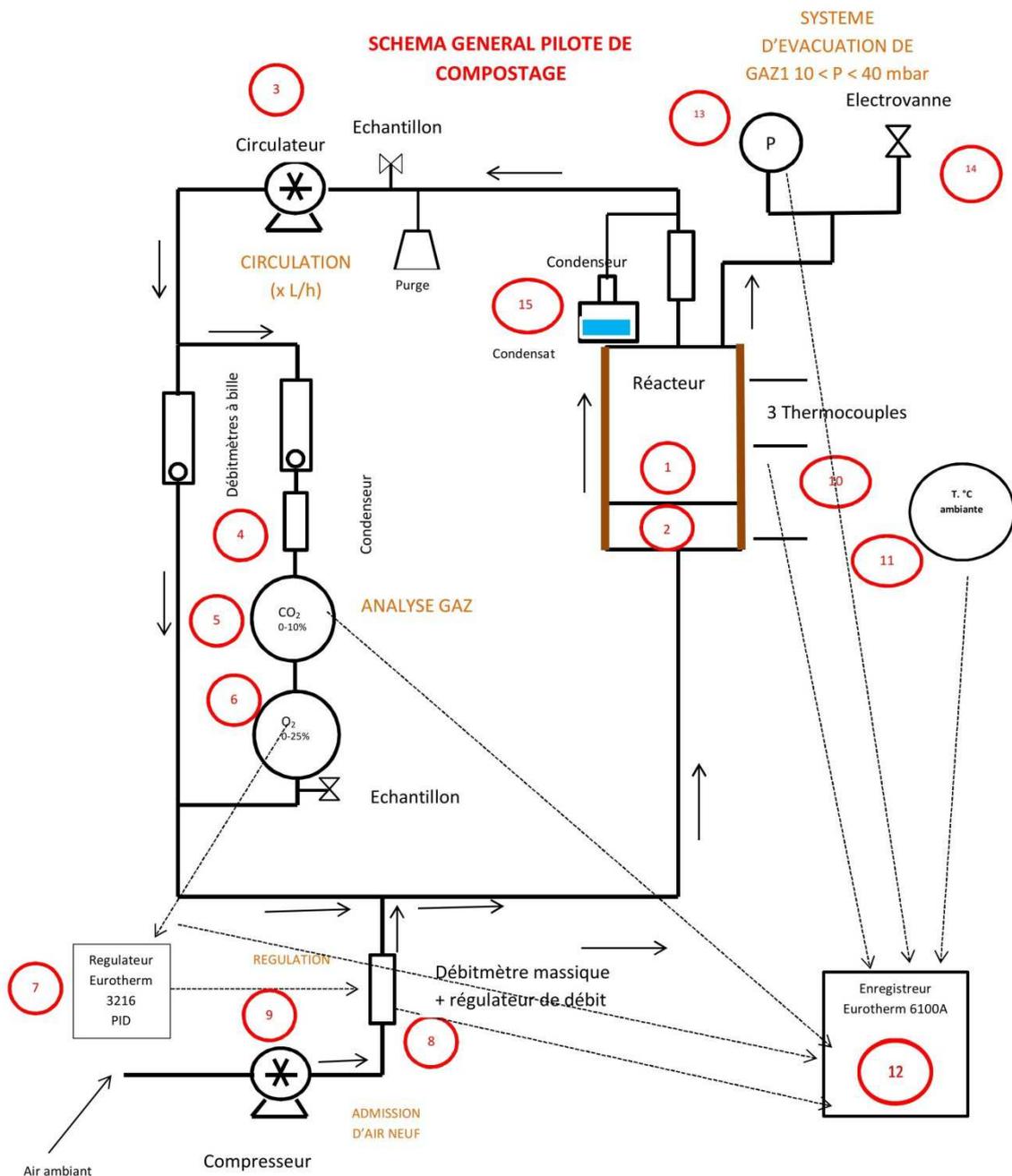


Figure 2 : Schéma général du pilote de compostage.

La partie haute des réacteurs est percée sur les côtés pour faire passer des thermocouples (10). Ces thermocouples au nombre de trois servent à mesurer à différentes hauteurs (bas, milieu, haut) la température au sein de la matrice testée, permettant ainsi d'évaluer le gradient de température de bas en haut de la masse de déchets. Un quatrième thermocouple (11) est placé dans la salle d'incubation de manière à mesurer la température (T_{amb}) de l'air injecté dans les pilotes.

Une centrale d'acquisition (12) (centrale d'enregistrement 18 voies à écran vidéo Modèle 6100A) assure la collecte et l'enregistrement en continu des données des 4 thermocouples (T1, T2, T3 et T_{amb}), du débitmètre massique, des détecteurs d'O₂ et CO₂, et assure la totalisation du volume d'air entrant.

Etant donné qu'il y a un apport d'air dans une enceinte étanche à volume fixe, il faut prévoir un système pour évacuer le surplus de gaz afin d'éviter toute montée en pression du pilote. Pour cela, un régulateur de pression (13) permet de mesurer la pression dans le réacteur. Il commande une électrovanne (14) qui assure l'évacuation du surplus de gaz.

2.3.1.3 Appareillages de mesure

Pour des raisons de fiabilité des données d'analyse (CO₂ et O₂), et le besoin d'avoir plus d'informations sur la totalité des gaz sortants (CO₂, O₂, CO, NO, NO_x, CH₄, H₂S), nous avons choisi d'utiliser des analyseurs externes en complément des capteurs en ligne pour faire la mesure des gaz sortants. Nous avons donc utilisé deux analyseurs : en premier lieu le détecteur multifonctions (SPRINT V4, TELEGAN) pour les mesures de O₂, CO₂, CO, NO, et en second lieu le détecteur GA2000® avec une cellule infrarouge interne pour les mesures de CH₄, et cellule électrochimique interne pour les mesures de NH₃ et H₂S. Les valeurs de précisions de mesure de ces appareils sont résumées dans l'ANNEXE 4.b (p 78)

2.3.1.1 Conditions opératoires

- Humidité : siccité initiale des deux matrices testées (61 % pour les DV et 80 % pour les RTS) ;
- Quantité : 51 kg de déchets humides (réacteur de 150 l) ;
- Homogénéisation des déchets avant injection dans le réacteur ;
- Aération : Apport d'air assujéti à la teneur en oxygène de l'atmosphère des réacteurs ; injection d'air automatique lorsque teneur en O₂ dans le réacteur <15%. Débit 16.5 l/mn soit environ 50 l.h⁻¹.kg⁻¹ de MS (plages de valeurs d'aération optimale durant la phase active varient de 3 l.h⁻¹.kg⁻¹ de MS à 150 l.h⁻¹.kg⁻¹ de MS (Francou, 2003) ;
- Température : pas de régulation de la température mais limitation des pertes thermiques par isolation du réacteur et des circuits périphériques (circuit d'air et circuit de lixiviats) ;
- Suivi des essais : mesure en continu du débit d'air entrant dans les réacteurs et analyse de l'atmosphère (mesure des gaz majeurs : O₂, CO₂, CO, NO, CH₄, H₂S et NH₃), mesure de la pression et de la température dans les réacteurs (sur trois hauteurs) ; mesure de la température ambiante ; quantification des condensats air-eau issus de chaque condenseur.

2.3.2 Présentation des essais pilotes

Quatre essais pilotes ont été réalisés afin d'évaluer l'influence des ajouts proportionnels des résidus de toilettes sèches sur la biodégradabilité aérobie des déchets verts et sur l'élimination des micropolluants pharmaceutiques, stupéfiants et germes pathogènes. Les conditions spécifiques de réalisation des essais sont résumées dans le tableau suivant.

Tableau 6 : Conditions initiales des essais pilotes de compostage.

# Essai	Déchet Organique % _{MH}	RTS % _{MH}	Siccité (% _{MH})	Masse humide (kg _{MH})	Masse sèche (kg _{MS}) DV et RTS	Matière Organique (kg _{MV}) DV et RTS	Densité	Hauteur (m)
E1	100	-	Initiale (61,3 ± 0,9%)	51,1	19,8	14,9	0,415	0,65
E2	75	25	Initiale (68,3 ± 0,6%)	51,1	17,4 DV : 14,8 (85%) RTS : 2,5 (15%)	13,49 DV : 11,11 (83%) RTS : 2,38 (17%)	0,429	0,63
E3	65	35	Initiale (70,6 ± 0,9%)	51,2	16,4 DV : 12,9 (78,7%) RTS : 3,5 (21,3%)	13,00 DV : 9,7 (75%) RTS : 3,3 (25%)	0,494	0,55
E4	50	50	Initiale (73,4 ± 0,5%)	51,2	15 DV : 9,9 (66%) RTS : 5,1 (34%)	12,3 DV : 7,4 (60%) RTS : 4,9 (40%)	0,513	0,53

2.3.3 Analyses des échantillons

- Des analyses de masse humides, de masse sèche et de matière volatile ont été effectuées sur le lot final de compost afin d'évaluer la biodégradation de la matière organique. Ces analyses permettent d'autre part d'établir le bilan matière volatiles du compost.

- Les analyses de micropolluants pharmaceutiques cibles, de stupéfiants, d'agents pathogènes et de matières fertilisantes, ont été également effectuées avant et après incubation. L'identification des produits de dégradation éventuels n'est pas intégrée dans cette étude de faisabilité. L'objectif est d'estimer si les baisses de concentrations observées lors de la fermentation chaude du processus de compostage sont importantes. Des analyses préliminaires ont été également effectuées sur les matrices initiales de déchets verts et de résidus toilettes sèches. La nature des échantillons pour chaque série d'analyse est décrite dans le **Tableau 4**.

Quant aux analyses finales sur pilotes, des prélèvements d'échantillons ont été effectués sur 5 couches d'environ 10 kg de compost dans chaque réacteur. Cette stratification permettra d'évaluer la répartition de l'humidité dans la colonne de compost. Un échantillon représentatif des 5 couches de compost a permis de constituer un lot final de compost qui a été soumis aux analyses.

3 Résultats et Discussion.

3.1 Caractérisation des matrices initiales

3.1.1 Analyse globale et agronomique

Les résultats d'analyse globale et agronomique des échantillons initiaux collectés sont présentés dans les **Tableau 7**, et **Tableau 8**.

Tableau 7 : Caractéristiques globales des matrices initiales.

Matrices	Humidité (% _{MH})	MS (% _{MH})	MV (% _{MS})	ARS ₁₄ (mgO ₂ /g _{MS}) T = 20°C	ARD (mgO ₂ /g _{MS})	CAE ₁₀ Δ□ (°C)	pH	Conductivité (μS)	DCO (mg/g _{MS})
RTS Solides	80,1	19,9±0,2	95,9±0,4	102,1± 7,0	ND	2,3± 0,4	8,9±0,1	600	1456±144
Déchets verts	61,3	38,7±0,9	75,1±3,6	159,4±0,2	155,7 ± 8,0	35,4±1,7	8,9±0,03	13200	1070±19

MS : matière sèche (séchage à 105°C, 24h)

MV : matière volatile (calcination à 550°C, 4h).

ARS₁₄ : Activité respiratoire en conditions statique d'aération (équivalent à la mesure AT₄⁴ préconisée en Allemagne. Mesure sur 14 jours d'incubation à 20°C. Consommation exprimée en mg d'oxygène par gramme de matière sèche.

CAE₁₀ : Capacité d'Auto-Echauffement réalisée en vase DEWAR, sur dix jours d'incubation. Résultat exprimé sur ΔT (ΔT = T_{Max} substrat - T_{amb}) permettant de classer les substrats sur une gamme de stabilité.

ND : Non Déterminé.

pH (MS/ Eau distillée = 1/10)

DCO solide : méthode Walkley-Black modifiée, inspirée de la norme de mesure de matière organique (oxydable) par oxydation sulfo-chromique (NF U 44-161).

Tableau 8 : Analyse de matières fertilisantes.

Matrices	N-NTK (g.kg ⁻¹ _{MS})	N-NH ₄ (g.kg ⁻¹ _{MS})	NO ₃ ⁻ (g.kg ⁻¹ _{MS})	NOrg (g.kg ⁻¹ _{MS})	C/N	CaO (g.kg ⁻¹ _{MS})	Mg (g.kg ⁻¹ _{MS})	K ₂ O (g.kg ⁻¹ _{MS})	P ₂ O ₅ (g.kg ⁻¹ _{MS})
RTS Solides	11,74	1,47	<0,2	9,78	37,3	18,1	2,74	4,89	9,78
Déchets Verts	12,3	<1,03	<0,19	12,07	28,2	28,24	2,57	11,55	4,37

Rapport C/N (Par calcination).

Azote total par analyseur élémentaire NF EN 13654 – 2 adaptée.

Azote ammoniacal NF U42 125 modifié,

Azote organique,

⁴ AT₄: « AtmungAktivität » test de référence du décret Allemand sur le stockage des déchets prétraités.

Azote nitrique (Méth. Griess),

Phosphore (Eau Régale-ICP) (P2O5) NF EN 13 650 mod-NF EN ISO 11885,

Potassium (Eau Régale-ICP) (K2O),

Calcium (Eau Régale- ICP) (CaO) NF EN 13 650 mod-NF EN ISO 11885,

Magnésium (Eau régale-ICP) (MgO) NF EN 13 650 mod-NF EN ISO 11885.

La caractérisation globale des matrices initiales montre une valeur importante de taux d'humidité dans les RTS initiales (80%) qui selon certains auteurs sont nettement supérieur aux valeurs de consigne préconisées pour un bon compostage (cf. **Tableau 1**, pp. 9). Nous remarquons également en plus des informations fournies par les résultats de matières fertilisantes que ces matrices (RTS) sont potentiellement plus riches en matières organiques que les déchets organiques initiaux (MV, DCO). De même le rapport C/N des résidus de toilettes sèches est nettement supérieur à celui des déchets verts (37 contre 28). D'une manière générale, des rapports C/N compris entre 20 et 70 sont favorables pour assurer une meilleure fermentation aérobie (Mustin, 1987). Epar ailleurs, au cours de la fermentation chaude, les micro organiques consomment 15 à 30 fois plus de carbone que d'azote. A priori un rapport C/N de 30 apparait donc comme favorable.

3.1.2 Innocuité biologique

Le **Tableau 9** synthétise les résultats d'analyse biologique des échantillons de RTS et des déchets organiques initiaux collectés.

Tableau 9 : Analyse des agents pathogènes dans les matrices initiales.

Essais	E. coli/g	Clostridium perfringens/g	Entérocoques intestinaux (npp)	Salmonella /25g	Œufs helminthes /1.5 g
RTS Solides	< 100	< 400	2392	Absence	Absence
Déchet organiques	170 000	1 800	>829 940	Présence	Absence

Escherichia coli: NF EN ISO16649-2,

Clostridium perfringens: V 08-056 (04/94) modifiée,

Dénombrement Entérocoques fécaux NPP : NF EN ISO 7899-1,

Recherche de Salmonelles : NF V 08-052 (05/97),

Recherches œufs d'Helminthes avec viabilité par triple flottation (XPX 33 – 017 1.5g V _ RHELFV).

Plusieurs observations :

- *Escherichia coli* : Teneur initiale plus importante dans les déchets verts que dans les RTS, et dépassement du seuil de la norme NFU-44095 sur la valorisation composts (cf. ANNEXE 2.a, p. 75) pour déchets verts.
- *Clostridium perfringens* : Teneur initiale plus importante dans les déchets verts que dans les RTS, et respect du seuil de la norme NFU-44095 sur la valorisation composts pour les deux déchets.

- *Entérocoques* : Teneur initiale plus importante dans les déchets verts que dans les RTS, et dépassement du seuil de la norme NFU-44095 sur la valorisation des composts pour les déchets verts.
- *Salmonella* : Absence dans les RTS et présence dans les déchets verts. Atteinte du seuil de la norme NFU-44095 sur la valorisation des composts pour déchets verts.
- *Œufs d'héminthes* : Absence dans les deux déchets initiaux. Respect du seuil de la norme NFU-44095 sur la valorisation des composts

Les concentrations en germes pathogènes (*E. coli*, *Clostridium*, et entérocoques) sont manifestement plus importantes dans les déchets organiques que dans les résidus de toilettes sèches. Cela est probablement lié à la présence de fumiers équin et de litières d'élevage de rats de laboratoire disposés sur la plateforme de compostage lors de notre campagne de prélèvement.

Par ailleurs les faibles concentrations de ces germes dans les RTS pourraient s'expliquer par la durée de la période de stockage (10 mois environ) entre leur production et la campagne de prélèvement. De même il est probable que les conditions alcalines (pH= 8,9) pendant cette phase de stockage soient également liées à cette diminution en germes pathogènes (Baumeyer, 2003). En effet la biodégradation de l'urée présente dans les urines en ammoniac, pourrait induire à la formation des conditions alcalines dans les résidus humides toilettes sèches. Il est à noter que des RTS initiaux collectés étaient essentiellement constitués de fractions liquides composés d'urine et du lixiviat.

3.1.3 Innocuité chimique

Les résultats de concentrations MPP et de stupéfiants sont présentés dans les **Tableau 10** et Les analyses de stupéfiants par screening ont permis de détecter la présence de la kétamine (perturbateurs) et ses métabolites, l'ecstasy (perturbateur et stimulant) et ses métabolites, et enfin les opiacés (déresseurs). Les techniques spécifiques aux familles de stupéfiants (opiacés et cocaïniques, amphétaminiques, morphine et cannabinoïdes) ont donné les résultats d'analyses du **Tableau 11**.

Nous remarquons que la détection des composés amphétaminiques est plus représentative dans les RTS solides secs que dans les RTS solides humides. Par ailleurs les composés cannabinoïdes sont plutôt mieux détectés dans les RTS humides que dans les RTS sèches. En outre la détection des composés opiacés et cocaïniques est du même ordre dans les RTS humides que dans les TS secs.

Soulignons par ailleurs des teneurs de l'ordre du µg/g aux dizaines de µg/g pour la molécule d'ecstasy et ses métabolites. Nous observons cependant une absence de la morphine et de l'héroïne dans les échantillons humides et secs.

Tableau 11. Sur une vingtaine de composés pharmaceutiques recherchés par screening, les analyses font ressortir les informations suivantes :

Les molécules pharmaceutiques retrouvées dans les matrices sèches de RTS sont principalement des composés de la famille des antalgiques, des anti-inflammatoires non stéroïdiens, des bêtabloquants, et antibiotiques. Nous observons des concentrations supérieures à la barre 500 ng/g pour l'acide salicylique et l'ibuprofène tous deux des anti-inflammatoires non stéroïdiens et aussi pour le ciprofloxacine un antibiotique. Par ailleurs, nous observons une absence des composés hormonaux et des composés antidépresseurs dans les RTS.

Selon la littérature, les valeurs de concentrations des substances pharmaceutiques dans les boues sont faibles, elles sont de l'ordre de la centaine de ng/g de masse sèche (Soulier, 2011), à l'exception du kétoprofène, pour lequel les concentrations vont de la dizaine à la centaine de µg/g. On retrouve par ailleurs en entrée de STEP, des concentrations totales moyennes et en majoritairement inférieures au µg/L, sauf pour certaines substances largement utilisées dans la vie courante comme le paracétamol (179 µg/L), l'aspirine (129 µg/L), la théophylline (14 µg/L), l'ibuprofène (11 µg/L) et la caféine (4 µg/L).

Les concentrations de MPP obtenues dans les RTS sont plutôt du même ordre de grandeur que ceux retrouvés dans les boues. Le constat est que les plus grandes concentrations de MPP de l'ordre du µg se retrouvent plus dans la fraction liquide.

Il est à noter que les composés hormonaux sont photodégradables, et le diclofenac efficacement dégradé dans l'urine stockée après 6 mois à différents pH (Orumwense, 2012). Cela pourrait éventuellement expliquer les faibles teneurs obtenues dans nos échantillons initiaux.

En effet l'absence de normes d'innocuité sur les teneurs de ces résidus dans les déchets organiques est une limite pour définir si les concentrations mesurées sont importantes.

Tableau 10 : Dépistage ciblé de résidus médicamenteux dans les résidus initiaux de toilettes sèches.

Classes thérapeutiques	Molécules	Concentrations (ng/g _{MS})
Antalgiques	Paracétamol	77
Anti-inflammatoire non stéroïdiens	Ac. Salicylique	568
	Diclofenac	17
	Ibuprofène	716
	Ketoprofène	200
Bêtabloquants	Atenolol	ND
	Propanolol	55
Hormones	Ethynil oestradiol	ND
Antibiotiques	Ciprofloxacine	502
	Econazole	87
	Erythromycine	60
Antidépresseurs	Carbamazépine	ND

(ND) Non détecté

(+) Présence

* non recherché dans cette matrice

Les analyses de stupéfiants par screening ont permis de détecter la présence de la kétamine (perturbateurs) et ses métabolites, l'ecstasy (perturbateur et stimulant) et ses métabolites, et enfin les opiacés (déresseurs). Les techniques spécifiques aux familles de stupéfiants (opiacés et cocaïniques, amphétaminiques, morphine et cannabinoïdes) ont donné les résultats d'analyses du **Tableau 11**.

Nous remarquons que la détection des composés amphétaminiques est plus représentative dans les RTS solides secs que dans les RTS solides humides. Par ailleurs les composés cannabinoïdes sont plutôt mieux détectés dans les RTS humides que dans les RTS sèches. En outre la détection des composés opiacés et cocaïniques est du même ordre dans les RTS humides que dans les TS secs.

Soulignons par ailleurs des teneurs de l'ordre du µg/g aux dizaines de µg/g pour la molécule d'ecstasy et ses métabolites. Nous observons cependant une absence de la morphine et de l'héroïne dans les échantillons humides et secs.

Tableau 11 : Dépistage des stupéfiants dans les résidus de toilettes sèches.

Famille stupéfiants et molécules médicamenteuses	Technique spécifique:	Molécule	Concentration dans RTS après séchage (ng/g)	Concentration dans RTS humides (ng/g)
Opiacés et cocaïniques (stimulants et déresseurs)	Opiacés	Morphine	ND	ND
		Héroïne (dérivé morphine)	ND	ND
	Cocaïniques	Benzoylécgonine	ND	ND
Amphétaminiques (stimulants)	Amphétaminiques	Amphétamine	161	90
		Méthamphétamine	ND	ND
		Ecstasy (MDMA)	1162	408
		MDA (dérivé ecstasy)	12980	7091
Cannabinoïdes	Cannabinoïdes	THC	ND	ND
		11-OH-THC	ND	47
		THC-COOH	ND	117

THC : tétrahydrocannabinol ;

11-OH-THC : 11-hydroxy-tétrahydrocannabinol (produit de dégradation du THC) ;

THC-COOH : carboxy-tétracannabinol (produit de dégradation du THC) ;

ND : Non Détecté.

3.2 Test de respirométrie

3.2.1 Evaluation de la Capacité d'Auto Echauffement

L'auto échauffement des matrices d'étude issues du test CAE permet de montrer les résultats suivants (**Figure 3**).

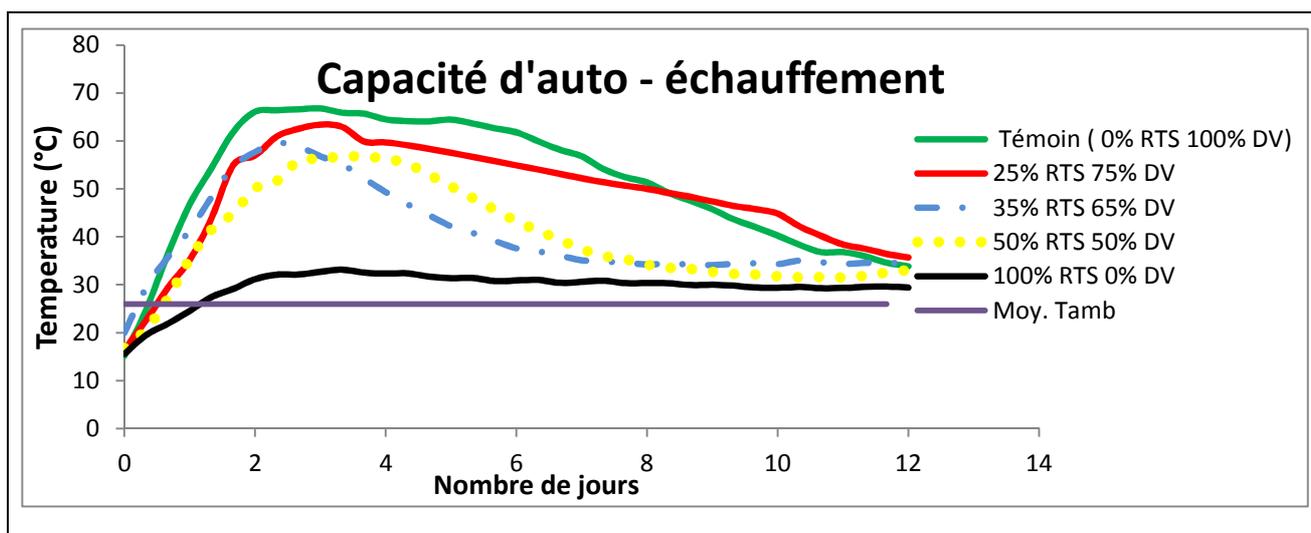


Figure 3 : Capacité d'auto-échauffement des matrices d'étude.

En nous référant à l'évolution de la température moyenne de la salle expérimentale, nous observons qu'avec la matrice 100% RTS il y a une légère activité biologique traduite par une faible augmentation de la température ($T_{max} = 33^{\circ}\text{C}$). Ce faible écart de température entre ces deux milieux (compost – milieu expérimental) permet de classer la matrice 100% RTS en matière de qualité compost, dans un rang de très faible biodégradabilité (**Tableau 26**). Par ailleurs sur un plan proportionnel des déchets verts (DV), nous observons que l'ajout de proportions de plus en plus élevées de déchets induit à une augmentation relative de la température et une amélioration des durées de conservation de ces conditions thermophiles (Soit 56°C pour 50% DV et 50% RTS, 59°C pour 65% DV et 35% RTS et 63°C pour 75% DV et 25% RTS). Nous remarquons également que la matrice témoin (0% RTS 100% DV) donne la meilleure montée en température (66°C) et conservation des conditions thermophiles comparativement aux autres matrices d'essai (25%, 35% 50% RTS) et la matrice initiale 100% RTS.

Par ailleurs, sur le plan hygiénisation, les données bibliographiques (*cf.* Survie des pathogènes au cours du compostage des résidus de TS (Gotaas, 1959 ; Feachem et al., 1983 ; Jenkins, 2005).

Tableau 24) montrent que les matrices 100% DV, et 75% DV sont mieux prédisposées à assurer une hygiénisation thermophile du compost ($T > 60^{\circ}\text{C}$ pendant au moins 20h). De même les matrices 65% DV et 50% DV sont également prédisposées pour assurer une hygiénisation du compost ($T > 50 \pm 5^{\circ}\text{C}$ pendant au moins un jour). En revanche, la matrice 0% DV (100% RTS) est nettement en dessous des plages de températures favorables à l'hygiénisation.

3.2.2 Activité Respiratoire en condition Statique d'aération

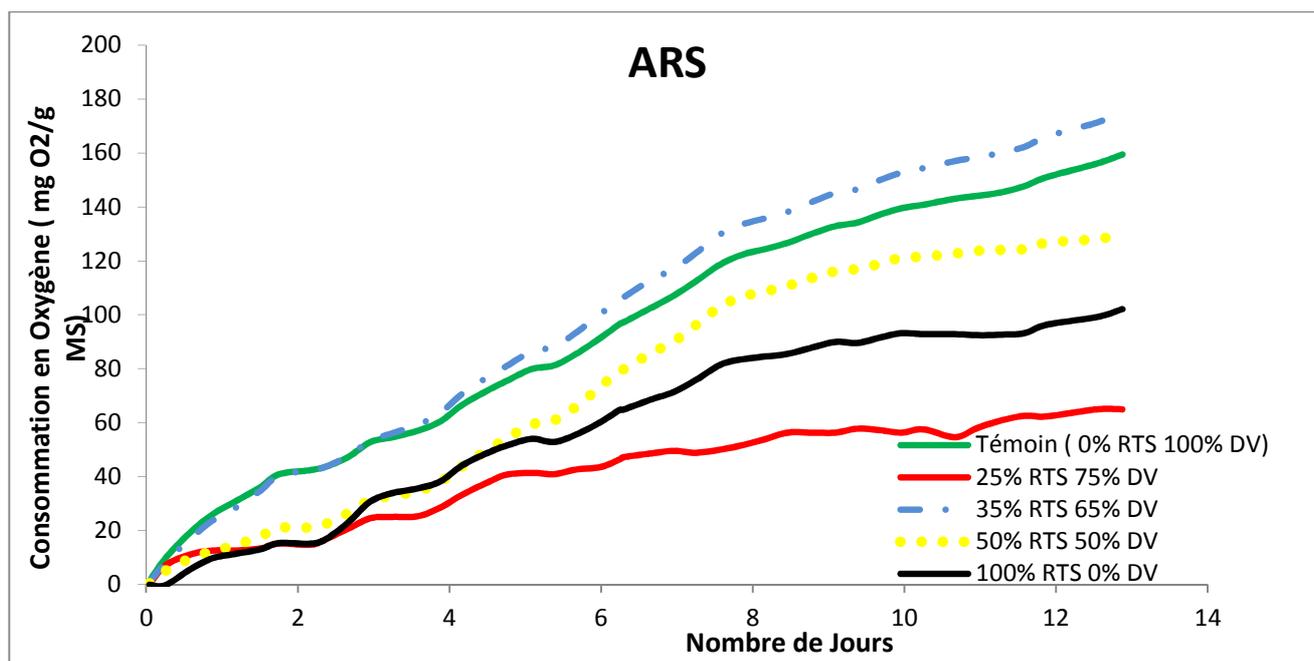


Figure 4 : Activité respiratoire des matrices d'étude en condition d'aération statique.

Les résultats de l'activité respiratoire (Figure 4) des matrices d'étude soumises aux conditions d'aération statiques (ARS) montrent une courbe de consommation en oxygène des matrices 100% RTS qualifiable d'une activité respiratoire dite moyenne selon le Tableau 12. Contrairement à nos prévisions en rapport avec les études de CAE nous remarquons que la matrice 25% RTS a une activité biologique plutôt faible et inférieure par rapport à la matrice 100% RTS. Cela est probablement dû à une erreur de manipulation lors de nos expérimentations (différence d'homogénéité entre triplicats d'échantillons due aux faibles quantités de matrices utilisées 10g MH) car sur trois échantillons testés sur la matrice 25% RTS nous avons obtenu un écart type moyen de 41,25 mg O₂/g MS, avec respectivement les valeurs de mesure des échantillons 1, 2 et 3 de 52, 79, et 158 mg O₂/g MS.

Par ailleurs soulignons sur le plan ratio des matrices que l'effet de l'ajout croissant des déchets organiques sur les RTS permet d'améliorer la réactivité biologique des matrices. Autrement dit, l'ajout croissant des RTS réduit la réactivité biologique. La matrice 35% RTS est vraisemblablement la meilleure composition permettant d'aboutir à une meilleure activité biologique, comparativement aux autres matrices (0%, 25%, 50% RTS et la matrice initiale 100% RTS)

En outre, en observant la variation des valeurs de mesure entre échantillons triplicats d'un même essai, et l'instabilité de l'évolution d'une courbe à l'autre en fonction du ratio des matrices, nous constatons que les essais avec de petites quantités de matrices ne reflètent pas réellement une bonne répétabilité des essais, ce qui n'est le cas dans les études CAE où les quantités des matrices étudiées sont nettement plus importantes

(1,5 kg).

Tableau 12 : Echelle de l'activité respiratoire du compost selon Brinton et al. (1995).

Essais	Consommation O ₂ (mg O ₂ /g MS)	Equivalence prod. CO ₂ (mg CO ₂ /g MS jour)	Taux de respiration
Témoin (0% _{MH} RTS – 100% _{DV})	159,4 ± 0,2	16,9	Med-high rate
25% _{MH} RTS	64,9 ± 13,4	6,9	Moderately low
35% _{MH} RTS	175,2 ± 1,9	18,6	Med-high rate
50% _{MH} RTS	129,9 ± 15	13,8	Medium rate
100% _{MH} RTS	102,1 ± 7	10,8	Medium rate

La traduction des valeurs équivalentes de consommation de O₂ en production de CO₂ a été effectué en utilisant le rapport de masses molaires CO₂ / O₂ de l'équation de biodégradation de la matière organique, cas du glucose (cf. ANNEXE 5.a, p.80).

3.2.3 Activité Respiratoire en condition Dynamique d'aération

Le test de respirométrie en condition dynamique d'aération permet de fournir les informations sur le **Tableau 13**. Les illustrations sont présentées sur la **Figure 5**.

Tableau 13 : Mesure de l'activité respiratoire en condition dynamique.

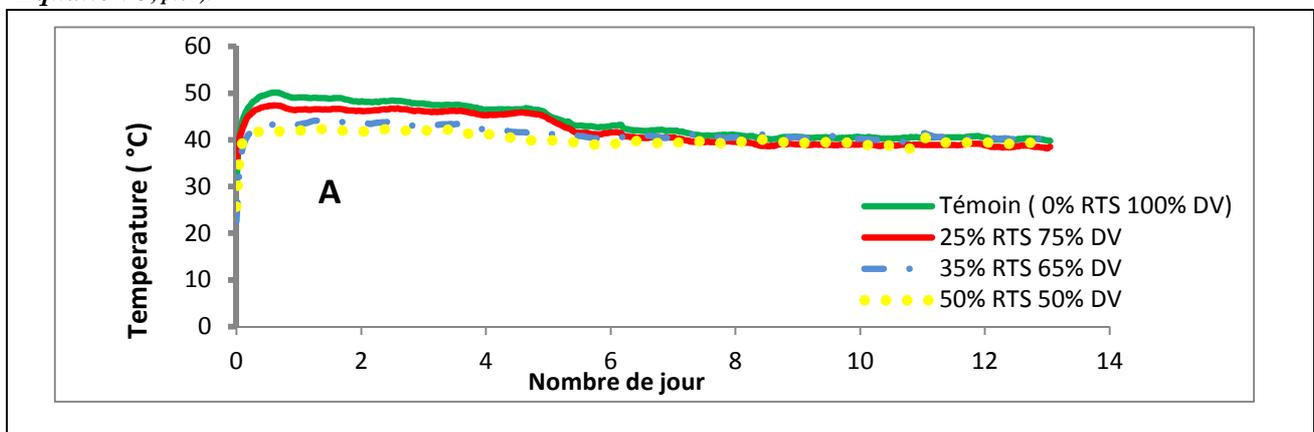
Essais	Température max. (°C°)	Consommation O ₂ (mg O ₂ /g MS)	Prod. CO ₂ (mg CO ₂ /g MS)	Taux de conversion MO τ (% _{MV})	k (J ⁻¹)
Témoin 0% _{MH} RTS (100% _{MH} DV)	50,1 ± 0,5	155,7 ± 8	237,6 ± 13	21,7	0,19
25% _{MH} RTS	47,4 ± 0,6	147,8 ± 7	221,3 ± 14	19,7	0,17
35% _{MH} RTS	44,1 ± 0,7	136,7 ± 8	217,7 ± 17	18,0	0,14
50% _{MH} RTS	42,5 ± 0,2	128,4 ± 8	202,8 ± 14	16,7	0,12

τ = taux de conversion de la matière organique exprimé en pourcentage de matière organique converti en CO₂ (cf. ANNEXE 5 Taux de conversion de la matière organique.

Équation 2, p.80et 81); Q_{CO_2} , la production cumulée de CO₂ et $MV_{\%MS}$ le taux de matière volatile dans la matière sèche présente dans le réacteur ;

k= Constante de cinétique exprimée par rapport à la quantité de MS dans le réacteur (cf. Equation de détermination de la constante de cinétique de premier ordre ANNEXE 5 Equation de cinétique d'ordre 1

Équation 3, p.81).



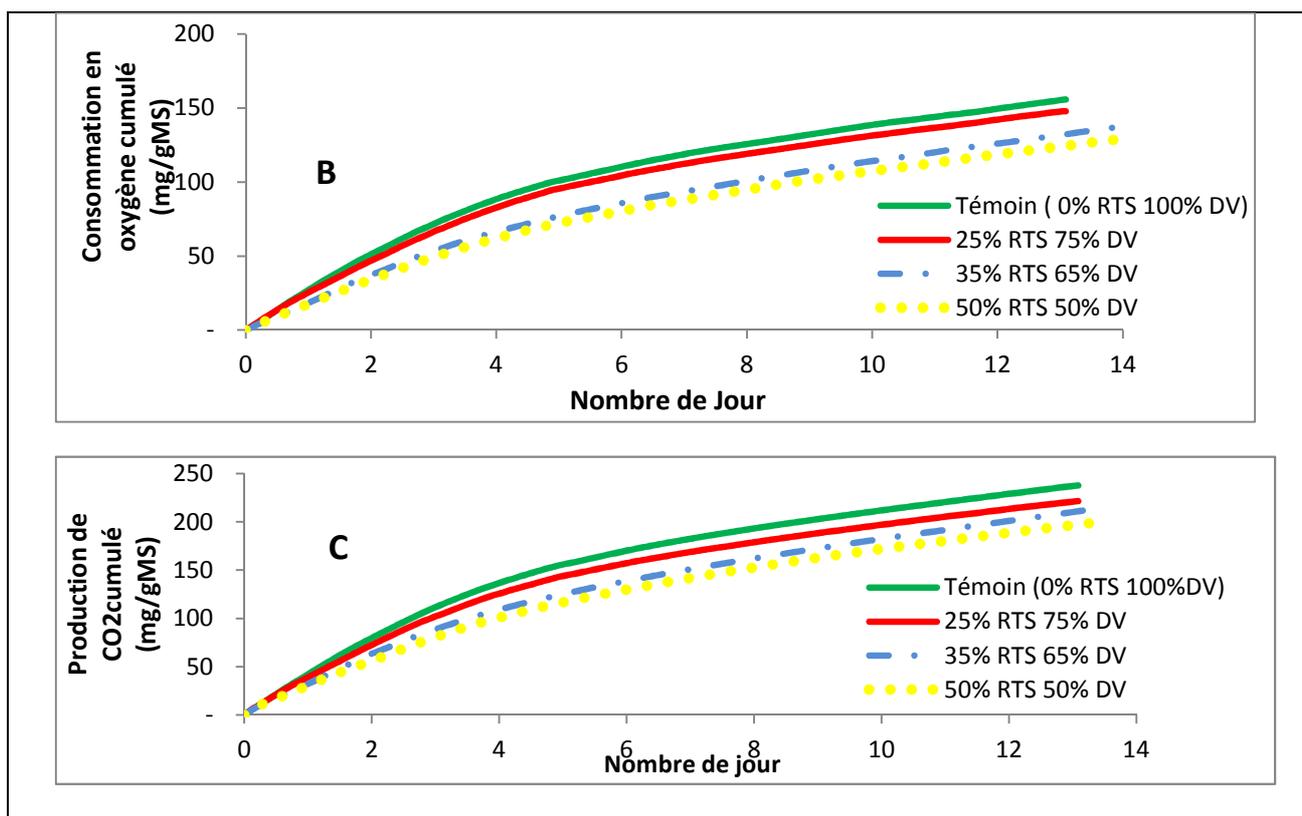


Figure 5 : Résultats de mesure de respirométrie.

La figure des températures (figure A) montre que moins les ratios de RTS sont élevés, plus les montées en températures sont importantes. Les plages de températures maximales comprises entre 40 et 50°C pour l'ensemble des essais (0% RTS 100% DV, 25, 35, 50% RTS) sont nettement inférieures aux plages optimales de montée en de températures d'un compost (60-75°C). Cet effet de limitation de la montée en température est probablement lié à l'action de l'aération permanente des matrices tout au long des essais, occasionnant ainsi des pertes de chaleur en flux continus. Nous pouvons également évoquer un effet de synergie entre la température du collier chauffant (fixe à 35°C), celle du compost et aussi les basses températures (15°C environ) du système de refroidissement interne de l'air des réacteurs.

a. D'autre part sur le plan hygiénisation, nous observons que les plages de conservation des conditions thermophiles sont remarquables (6 jours) mais ne sont pas susceptibles d'assurer une hygiénisation complète du compost final (cf Survie des pathogènes au cours du compostage des

résidus de TS (Gotaas, 1959 ; Feachem et al., 1983 ; Jenkins, 2005).

Tableau 24 : au moins 9 jours à 45°C sont nécessaires pour éliminer les ascaris).

Par ailleurs nous observons le même profil d'évolution sur les courbes de consommation en oxygène (figure B) et de production de CO₂ (figure C) que sur la courbe de température en fonction des proportions de matrices : plus la quantité RTS est importante dans les matrices d'essai, plus les consommations d'oxygène et biodégradations de la matière organique sont réduites (cf. constante de cinétique k, **Tableau 13**). Le taux de conversion en matière organique calculé évolue également en fonction du ratio RTS (**Tableau 13**). Dans le mélange 50% RTS la conversion de la matière organique est d'environ 16,7% par rapport aux teneurs initiales. Cette diminution relative de matière organique est plus marquée dans l'essai 35% RTS, 25% RTS et 100% DV avec les valeurs respectives de 18%, 19,7% et 21,7 %. Ces écarts de conversion de la matière organique d'une matrice à l'autre ne sont pas très marqués.

Toutefois, avec les valeurs de taux de conversion de la matière organique calculées (**Tableau 13**) il est important de noter qu'il n'y a pas une corrélation de proportionnalité liant ce taux de conversion et les ratios de DV ou RTS dans les matrices. Cela traduit se traduit éventuellement par une synergie qui se crée entre les mélanges de matrices initiales (RTS et DV) et qui varie en fonction des proportions de matrices initiale.

En outre, nous avons souhaité porter un regard sur la validité du mode opératoire de nos essais ARD sur le banc de respirométrie. Nous avons donc fait une comparaison des valeurs de mesure entre échantillons triplicats d'un même essai (essai 100% DV), et notre observation montre que les valeurs d'évolution des courbes (température, consommation d'O₂, production de CO₂) en triplicats sont toutes du même ordre, avec toutefois des écarts types faibles de valeurs comprises entre 5 et 7% de la valeur mesurée de production cumulée de CO₂ tout au long des essais. Ces résultats d'ARD sont nettement plus concluants que les essais en ARS, notamment à cause du mode opératoires et éventuellement en fonction des quantités de matrices plus représentatives (1,5 kg) que dans les essais ARS.

3.3 Suivi des essais pilotes

Dans ce volet nous allons d'une part faire ressortir les valeurs de suivi des émissions gazeuses liées au compostage en dehors du gaz carbonique et de la vapeur d'eau, dans un objectif d'évaluer si les conditions opératoires ainsi réalisées sont satisfaisantes et n'induisent pas des émissions de potentiels gaz à effet de serre liés au compostage.

Dans une seconde étape nous allons présenter les résultats de suivi du comportement biologique (température, consommations d'oxygène et production de CO₂, cinétique de biodégradation et de taux de

conversion de la matière organique) de l'essai 100% DV.

Ensuite dans une troisième étape nous feront une illustration comparative des quatre essais (25, 35 et 50%_{MH} RTS et 0% RTS 100% DV).

Enfin, nous effectuerons une étude d'estimation des bilans matières afin de vérifier et de valider les données d'analyses expérimentales obtenues.

Le Tableau 14 résume les principales valeurs de données au cours des essais pilotes.

Tableau 14 : Exploitation des données de suivi des essais pilotes de compostage.

# Essai	T _{max} (°C)	Cons. d'oxygène (mg O ₂ .g ⁻¹ .MS)	Prod. de CO ₂ (Q _{CO2}) (mgCO ₂ .g ⁻¹ .MS)	k (j ⁻¹)	Taux de conversion de la MO τ (% _{MV})
100%DV	50,7	222	166	0,17	15,07
75%DV +25%RTS	60,8	230	176	0,19	15,75
65%DV, +35%RTS	47,8	181	139	0,15	11,53
50%DV + 50%RTS	47,1	167	128	0,13	10,63

k= Constante de cinétique exprimée par rapport à la quantité de MS dans le réacteur (cf, Equation de détermination de la constante de cinétique de premier ordre ANNEXE 5 Equation de cinétique d'ordre 1

Équation 3)

τ = taux de conversion de la matière, organique exprimé en pourcentage de matière organique converti en CO₂ (cf. ANNEXE 5 Taux de conversion de la matière organique.

Équation 2); Q_{CO2}, la production cumulée de CO₂ et $MV_{\%MS}$ le taux de matière volatile dans la matière sèche présente dans le réacteur.

3.3.1 Analyse de NH₃, H₂S et CH₄

Les principaux gaz à effets de serre possibles en dehors du gaz carbonique et de la vapeur d'eau produits lors du compostage ont été mesurées ponctuellement en cours d'essais en sortie de réacteur (semaine 1, semaine 2, semaine 3 respectivement S₁, S₂, S₃). Les résultats d'analyse sont résumés dans le **Tableau 15** ci-dessous.

Tableau 15 : Analyse de NH₃, H₂S et CH₄ de l'atmosphère gazeuse en cours d'essais.

# Essai	CH ₄ (%)	H ₂ S (ppm)	NH ₃ (ppm)	NO (ppm)	NOx (=NO + N ₂ O) (ppm)
E1 (100%DV)	S ₁ : 0,1 S ₂ : 0,1 S ₃ : 0,1	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 0	S ₁ : 195 S ₂ : 110 S ₃ : 22	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 1	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 1
E2 (75%DV ; 25%RTS)	S ₁ : 0,1 S ₂ : 0,1 S ₃ : 0,1	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 0	S ₁ : 0 S ₂ : 10 S ₃ : 0	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 3	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 3
E3 (65%DV, 35%RTS)	S ₁ : 0,1 S ₂ : 0,1 S ₃ : 0,1	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 0	S ₁ : 0 S ₂ : 0 S ₃ : 4	S ₁ : 40 S ₂ : 31 S ₃ : 7	S ₁ : 42 S ₂ : 33 S ₃ : 7

E4 (50%DV ; 50%RTS)	S ₁ : 0,1	S ₁ : 0	S ₁ : 0	S ₁ : 45	S ₁ : 47
	S ₂ : 0,1	S ₂ : 0	S ₂ : 12	S ₂ : 45	S ₂ : 47
	S ₃ : 0,1	S ₃ : 0	S ₃ : 3	S ₃ : 15	S ₃ : 15

- Détection par GA 2000. H₂S, CH₄ : mesure par capteur infrarouge
- Détection par analyseur Sprint V4, NH₃, NO, CO: mesure par sonde de combustion

Les faibles concentrations de sulfure d'hydrogène (H₂S), de méthane (CH₄) d'ammoniac (NH₃ en baisse au cours de l'incubation), et composés azotés (NOx dont NO et N₂O) mesurées sur les 4 essais au cours de la période d'incubation confirment d'une part l'efficacité du système d'injection d'air, permettant de garantir une oxygénation des matrices, et d'autre part l'exclusion des risques de contribution aux émissions de gaz à effet de serre. Selon les références de l'arrêté préfectoral d'exploitation, des teneurs de 0,3 et 0,2 mg/m⁻³ par semaine respectivement en H₂S, le NH₃, sont préconisées pour le contrôle des dégagements gazeux.

3.3.2 Illustration Essai 1 :100% déchets verts

Les résultats de suivi de l'essai pilotes 100% DV sont illustrés par les 4 figures suivantes. Les principales données sont résumées dans le **Tableau 14**.

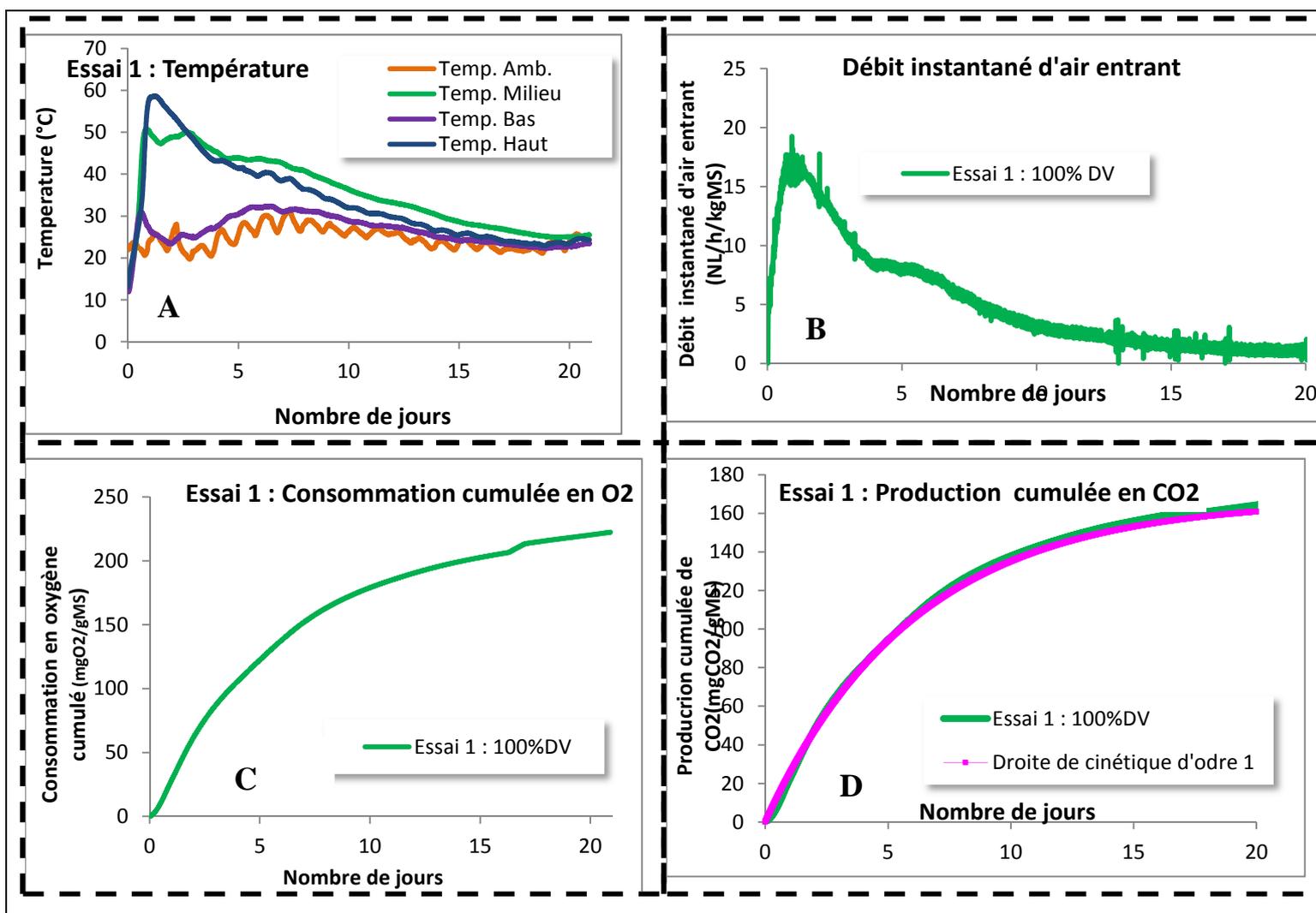


Figure 6 : Schémas Essai "100% DV".

Les données de valeurs enregistrées par les thermocouples placés au sein du réacteur permettent de montrer l'évolution des températures (figure A) dans la matrice d'étude. Nous remarquons a priori des zones de points chauds et de points froids au sein de la colonne de compost. Les fortes températures repérées au niveau des deux tiers supérieurs du réacteur justifient la présence d'une activité biologique dans ces compartiments. Par contre les basses températures (avoisinant la température ambiante de l'air) dans le compartiment inférieur sont l'effet de la re-circulation de l'air refroidi par les condenseurs placés en amont des réacteurs (cf. **Figure 2**, p. 31 ref.15). Cet effet de refroidissement de la colonne du compost pourrait éventuellement limiter les fortes montées en température du compost et aussi les potentiels d'hygiénisation.

b. Nous constatons par ailleurs qu'en une journée d'incubation nous atteignons les conditions

thermophiles maximales (50 - 60°C) dans la moitié supérieure du réacteur. La figure B de débit instantané d'air (besoin en oxygène) permet de confirmer cette affirmation. Le maintien de ces conditions thermophiles sur deux jours permet selon la bibliographie d'hygiéniser le compost (cf. Survie des pathogènes au cours du compostage des résidus de TS (Gotaas, 1959 ; Feachem et al., 1983 ; Jenkins, 2005).

Tableau 24). En revanche, ces valeurs de températures maximales sont inférieures aux valeurs de températures atteintes au cours d'un compostage de déchets verts de 70 – 75 °C (Francou, 2003). Cette limitation des valeurs maximales de température est éventuellement due au système de recirculation de l'air que nous avons précédemment évoqué.

En outre nous constatons un taux de conversion de la matière organique de 15,07%. Comparativement à l'étude faite par Francou (2003) sur le compostage de déchets verts, où le taux de conversion de la matière organique était autour de 20% en 3 semaines d'incubation, nous observons une nette différence de rendement entre les deux essais expérimentaux, dû probablement aux conditions limitant que nous avons évoqué précédemment.

3.3.3 Etude comparative des différents essais

Les résultats de suivi des quatre essais pilotes sont illustrés par les figures suivantes. Les principales données sont résumées dans le **Tableau 14**

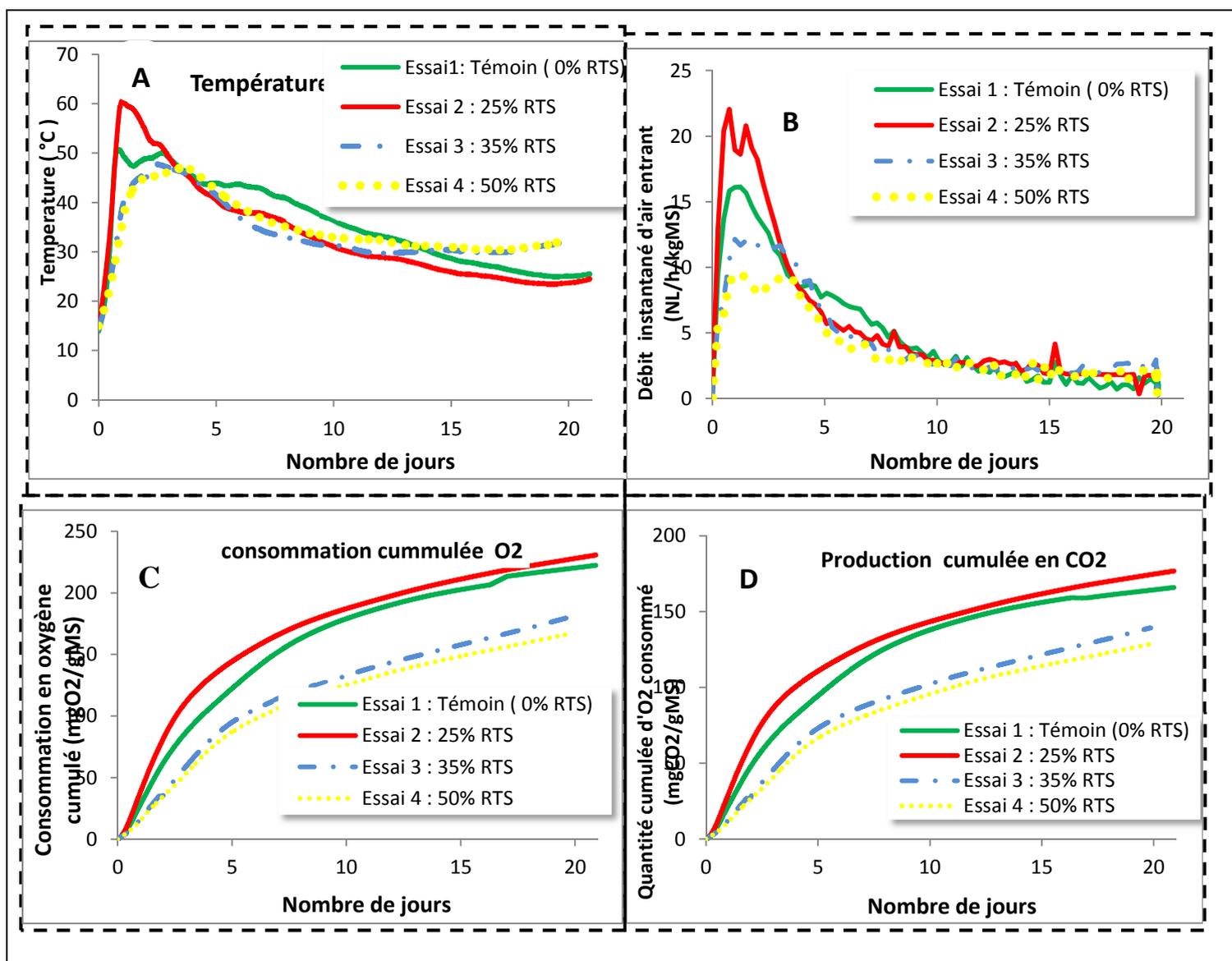


Figure 7 : Etude comparative des différents essais.

Le suivi de l'évolution de la température enregistrée par le thermocouple placé au milieu des réacteurs, montre que l'essai constitué de 75% de déchets verts et 25% de résidus de toilettes sèches est vraisemblablement la meilleure composition de mélange que la matrice témoin 100% DV ainsi que les autres matrices (35%, 50% RTS). Elle permet d'assurer une montée en température de 61°C et une durée de conservation des températures de $55 \pm 5^\circ\text{C}$ sur 48h d'incubation qui selon certains auteurs (Gotaas (1959), Feachem et al., (1983) et Jenkins, (2005)) sont des conditions suffisantes pour éliminer les germes pathogènes les plus résistants, et hygiéniser un compost.

En outre, plus la quantité de RTS augmente moins la réactivité biologique des matrices augmente. Le taux de conversion en matière organique calculé évolue également en fonction du ratio RTS (Tableau 13). Dans le

mélange 50% RTS la conversion de la matière organique est d'environ 10,6% par rapport aux teneurs initiales. Cette diminution relative de matière organique est marquée dans l'essai 35% RTS, 25% RTS et 100% DV avec les valeurs respectives de 11,53%, 15,7% et 15,07%, mais ces écarts de conversion de la matière organique d'une matrice à l'autre sont peu importants. Nous remarquons après 3 semaines d'incubation, les essais 25% RTS + 75% DV et 100% DV (de cinétique de biodégradation différentes) ont un même de potentiel de conversion de la matière organique. Cela traduit la synergie produite dans cette matrice (25% RTS) comparativement aux autres matrices (35%, 50% RTS).

Toutefois, il est important de noter qu'il n'y a pas une corrélation de proportionnalité entre ce taux de conversion et les ajouts proportionnels de DV ou RTS dans les matrices.

3.3.1 Bilans matières

Le calcul de bilan de la matière a permis de suivre et de calculer théoriquement les quantités de matières entrant et sortant des réacteurs au cours des essais.

3.3.1.1 Bilan eau

Le calcul de bilan de masse d'eau dans le déchet au cours des 3 semaines d'incubation a été établi en utilisant l'équation suivante :

$$\text{Eau}_{\text{déchet}}^t = \text{Eau}_{\text{déchet}}^{t_0} + \text{Humidité}_{\text{Air Entrant}} - \text{Eau}_{\text{Bio.Produite}} - Q_{\text{Lixiviat}} - \text{Eau}_{\text{Condensat}}$$

L'expression du calcul du bilan est développée dans l'ANNEXE 5.d, p. 81.

Les résultats obtenus dans le **Tableau 16** permettent de comparer les valeurs d'humidité pesée en fin d'incubation et les valeurs théoriques calculées. Nous observons une similitude entre les deux résultats, synonyme de l'exactitude entre les valeurs de données expérimentales et les valeurs théoriques.

Tableau 16 : Bilan Eau sur essais pilotes.

# Essai	T (j)	Eau ^{t₀} _{déchet} (kg)	Humidité air entrant (kg)	Eau bio produit e (kg)	Q lixiviat (kg)	Q condensat (kg)	Bilan théorique eau (kg)	Bilan Eau pesée (Kg)
E1 (100%DV ; 0% RTS)	21	31,34	1,39	1,34	0	0,111	31,3	31,0
E2 (75%DV ; 25%RTS)	21	33,73	1,33	1,26	0	1,29	32,5	32,2
E3 (65%DV, 35%RTS)	21	34,8	1,018	0,93	0,6	1,67	32,6	32,4
E4 (50%DV ; 50%RTS)	21	36,2	0,787	0,787	4,4	0,127	31,7	31,8

3.3.1.2 Bilan sur la Matière Organique

Le calcul du bilan de masse de matière organique dans le déchet au cours des 3 semaines d'incubation a été établi en utilisant l'équation suivante :

$$MO_{\text{déchet}}^t = MO_{\text{déchet}}^{t0} - MO_{\text{Bio. dégradée}}$$

L'expression du calcul du bilan est développée dans l'ANNEXE 5.e, p.81.

c. Les résultats obtenus sur le Tableau 17 permettent de comparer les valeurs de matière organique pesée en fin d'incubation et le bilan de matière organique théorique. Nous observons un écart de 1 à 11% entre les valeurs de données expérimentales et les valeurs théoriques. C'est écart se justifie notamment par l'utilisation de la masse molaire du glucose de l'Equation générale de dégradation de la matière organique (cas du glucose).

Équation 1 à défaut de formule pour refléter la composition molaire de nos matrices d'essai.

Tableau 17 : Bilan matière volatile sur essais pilotes.

# Essai	MO ^{t0} _{déchet} (kg)	MO Bio. dégradée (kg)	Bilan MO théorique (Kg)	MO finale réelle pesée (Kg)
E1 (100%DV ; 0% RTS)	14,83	2,23	12,6	12,72
E2 (75%DV ; 25%RTS)	13,5	2,12	11,37	11,28
E3 (65%DV, 35%RTS)	13	1,5	11,5	10,86
E4 (50%DV ; 50%RTS)	12,3	1,3	10,99	9,78

3.4 Analyse du compost après incubation

3.4.1 Analyse globale

Les données d'analyses des matrices d'essai après 3 semaines d'incubation (**Tableau 18**) montrent une diminution des teneurs en azote organique dans les échantillons à fortes proportions de RTS, justifiant ainsi une compatibilité avec les valeurs en azote initialement plus faibles dans les résidus de toilettes sèches que dans les déchets verts. Par ailleurs les baisses de DCO et rapport C/N justifie la présence d'une activité biologique au sein des 4 matrices au cours de la période d'incubation. Les valeurs de pH ont légèrement augmentées pour les matrices 100% DV et 25% RTS. Selon toute apparence, cette augmentation du pH est due à la dégradation des acides gras à chaînes courtes et à la libération d'ammoniac dans le processus d'ammonification suite à la dégradation des acides organiques dans le compost.

Par ailleurs, en terme de qualité compost, des valeurs de DCO comprises entre 900 et 1050 mg/g, de rapport C/N compris entre 23 et 34 et de rapport $\text{NO}_3^-/\text{NH}_4^+ < 1$, montrent que le compost après 3 semaines d'incubation est un compost non stabilisé. Selon certains auteurs, ces données de valeurs sont caractéristiques d'un compost dont la qualité de mûr n'est pas atteinte (Mustin, 1987 ; Forster et al., 1993 ; Iglesias-Jimenez & Perez-Garcia, 1989). Mustin souligne que la maturité d'un compost est jugée atteinte lorsque la DCO est inférieure à 350mg/g. De même les autres auteurs contribuent à confirmer cette affirmation en démontrant que des rapports C/N inférieurs à 20 et même 15, complétés par un rapport $\text{NO}_3^-/\text{NH}_4^+$ supérieur à 1 sont caractéristiques des composts mûrs. En effet, le C/N a tendance à diminuer au cours du compostage, tandis que celui $\text{NO}_3^-/\text{NH}_4^+$ augmente se traduisant par un appauvrissement en ammoniac (NH_4) et un enrichissement en nitrates NO_3^- .

Tableau 18 : Analyse globale après incubation.

# Essai	T (j)	pH (dilution 1/10)	Conductivité ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	MS ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MH}}$)	MV ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)	DCO ($\text{mg}/\text{kg}_{\text{MS}}$)	N-NTK ($\text{g}\cdot\text{g}^{-1}_{\text{MS}}$)	N-NH ₄ ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)	NO ₃ ⁻ ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)	N org	COT ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)	C/N	CaO ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)	MgO ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)	K ₂ O ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)	P ₂ O ₅ ($\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}_{\text{MS}}$)
E1 Témoïn	21	9,19	520	349	760	997,8	15,0	<1,15	<0,21	15		23,1	34,6	3,46	15,9	6,1
E2 25%RTS	21	9,13	380	315	764	1068,3	14,3	<0,9	<0,21	14,3		24,5	42,5	3,3	14	6,7
E3 35%RTS	21	8,7	527	310	747	1095,3	12,6	<1	<0,21	12,6		26,6	36,7	3,2	12,3	7,1
E4 50%RTS	21	8,49	543	284	778	1132,9	11,1	<1	<0,21	11,1		34,4	32	3,5	10,8	7,7

3.4.2 Innocuité biologique

Le **Tableau 18** synthétise les résultats d'analyses biologiques sur les matrices d'essai avant et après

incubation, et la **Figure 8** fait une illustration des données d'analyse.

Tableau 19 : Analyse biologique du compost après incubation,

Molécule	Matrices initiales				Matrices finales			
	Témoin (0% RTS 100% DV)	25% RTS	35% RTS	50% RTS	Témoin (0% RTS 100% DV)	25% RTS	35% RTS	50% RTS
E. coli/g	170000	42433	59550	95166	140 000	54000	15000	13000
Clostridium perfringens /g	1800	449	631	902	2 100	10000	10000	6 400
Entérocoques intestinaux npp/g	829940	207160	290723	415582	440780	232040	339210	268240
Salmonella /25 g	Présence	Présence	Présence	Présence	Présence	Absence	Présence	Présence
Œufs d'helminthes/1.5g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence

Les teneurs en germes pathogènes dans les échantillons initiaux (25%, 35%, 50% RTS) ont été estimées en fonction des teneurs initiales des matrices 100%RTS et 100%DV, et aussi en fonction de leur proportion en masse humide dans la composition de la matrice finale.

Contrairement à ce que nous avons évoqué précédemment en rapport avec les plages de températures favorables à l'hygiénisation du compost que procuraient nos matrices d'essai (25%, 35%, 50%RTS et 100% DV), nous observons globalement qu'il y a plutôt une augmentation de la teneur en E. coli, Clostridium, et entérocoques dans lesdites matrices. Cela est éventuellement lié à la formation et le maintien des basses températures dans le compartiment inférieur des recteurs durant toute la période d'essais. Par ailleurs, notons également que ces teneurs en pathogènes sont toutes au-dessus des normes de valorisation compost.

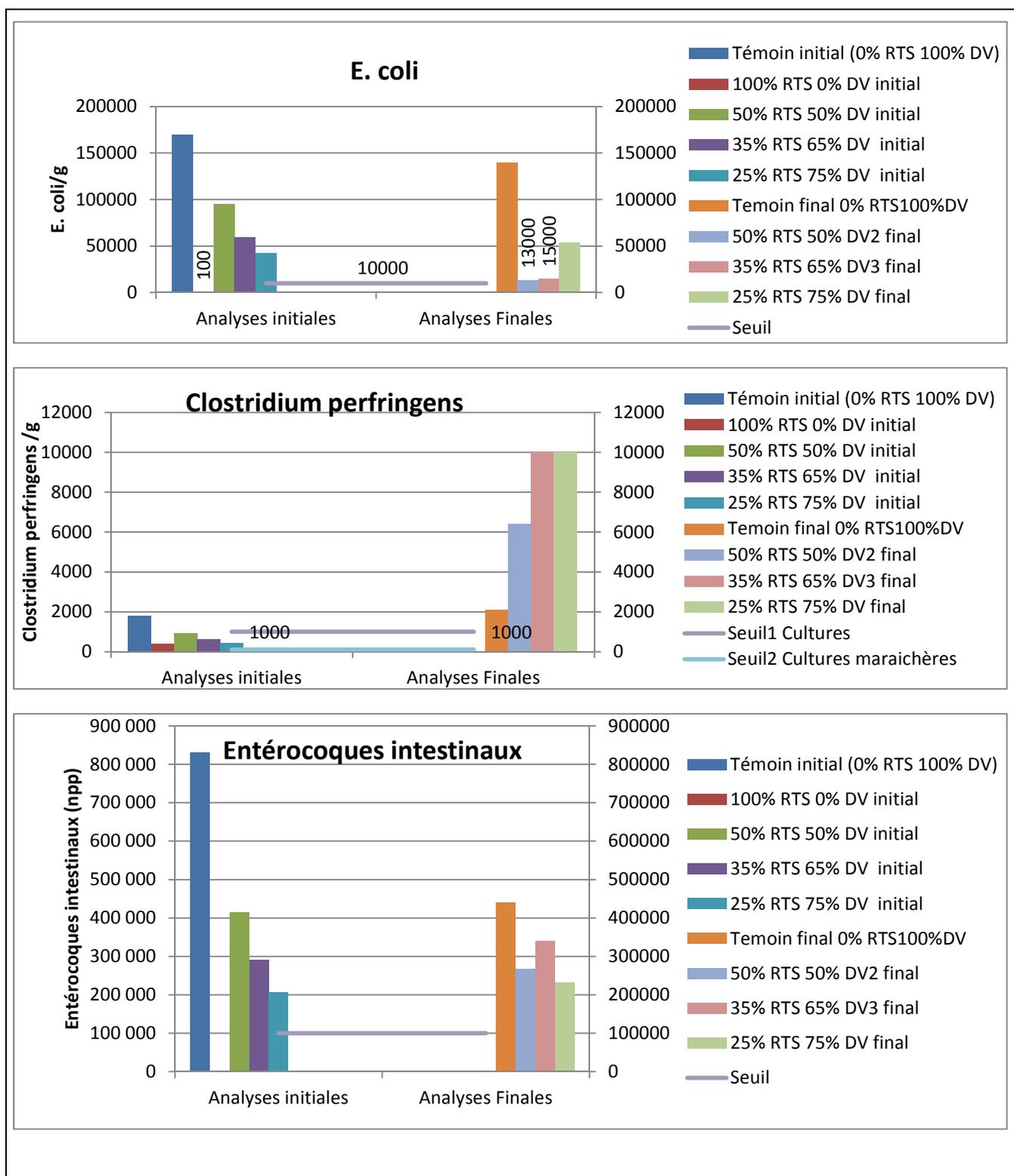


Figure 8 : Analyses des germes pathogènes après incubation.

3.4.3 Innocuité chimique

Les **Tableau 20** ND : non détecté

NQ : non quantifié

Tableau 21 résume les résultats d'analyse des molécules pharmaceutiques et stupéfiants dans les matrices d'études avant et après 3 semaines d'incubation. Le

Tableau 22 illustre les taux d'abattelements de ces composés comparativement à une étude faite par Soulier *et al.*, (2011) sur l'élimination de micropolluants pharmaceutiques dans les systèmes de traitement primaires et secondaires de stations d'épurations.

Tableau 20 : Analyse des micropolluants pharmaceutiques dans le compost après incubation.

Classes thérapeutiques	Molécule	Matières solides sèches initiales (µg/g MS)			Matières solides sèches finale (µg/g MS)		
		75% DV	65% DV	50% DV	75% DV	65% DV	50% DV
Antalgiques	Paracétamol	195	274	390	ND	321	ND
anti-inflammatoire non stéroïdiens	Ac. Salicylique	1437	2022	2880	attente	attente	attente
	Diclofenac	43	61	86	attente	attente	attente
	Ibuprofène	1811	2549	3630	attente	attente	attente
	Ketoprofène	506	712	1014	ND	ND	ND
Bêtabloquants	Atenolol	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	Propranolol	139	196	279	ND	NQ	NQ
Hormones	Ethynil oestradiol	ND	ND	ND	attente	attente	attente
Antibiotiques	Ciprofloxacine	1270	1787	2545	attente	attente	attente
	Econazole	220	310	441	NQ	NQ	23
	Erythromycine	9	13	20	45	66	95
Antidépresseurs	Carbamazépine	ND	ND	ND	ND	ND	ND

ND : non détecté

NQ : non quantifié

Tableau 21: Analyse des stupéfiants dans le compost après incubation.

Famille stupéfiants	Molécule	Matières solides sèches initiales (µg/g MS)			Matières solides sèches finale (µg/g) MS		
		75% DV	65% DV	50% DV	75% DV	65% DV	50% DV
Opiacés et cocaïniques	Morphine	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	Héroïne (dérivé morphine)	ND	ND	ND	ND	ND	ND
Amphétaminiques :	Amphétamine	408	575	818	ND	40	ND
	Méthamphétamine	ND	ND	ND	ND	11	ND
	Ecstasy (MDMA)	2940	4137	5891	941	415	1710
	MDA (dérivé ecstasy)	32839	46209	65809	ND	610	5393
Cannabinoïdes	THC	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	11-OH-THC	296	417	593	ND	ND	ND
	THC-COOH	ND	ND	ND	NQ	169	NQ
Benzodiazépines	Diazépam	4	5	7	ND	ND	ND
	Nordazépam	4	6	8	ND	4	8
	Oxazépam	227	319	454	941	124	228

ND : non détecté

Tableau 22 : Taux d'abattement en composés chimiques

Type	Classes	Molécule	Taux d'abattement (%)				
			Essais pilote après 3 semaines d'incubation			Traitements primaires	Traitement secondaire : cas des boues activées en aération prolongée
			75% DV	65% DV	50% DV		
Molécules pharmaceutiques	Antalgiques	Paracétamol	100	-	100	<30	30 – 70
	anti-inflammatoire non stéroïdiens	Ac. Salicylique				<30	30 – 70
		Diclofenac				<30	<30
		Ibuprofène				<30	>70
		Ketoprofène	100	100	100	<30	> 70
	Bêtabloquants	Atenolol	Non estimé	Non estimé	Non estimé	<30	30 – 70
		Propranolol	100	100	100	<30	<30
	Hormones	Ethynil oestradiol				30 - 70	30 – 70
	Antibiotiques	Ciprofloxacine				<30	30 – 70
		Econazole	100	100	95	<30	30 – 70
		Erythromycine	-	-	-	<30	30 – 70
	Antidépresseurs	Carbamazépine	Non estimé	Non estimé	Non estimé	<30	<30
Famille stupéfiants	Opiacés et cocaïniques	Morphine	Non estimé	Non estimé	Non estimé	Non estimé	Non estimé
		Héroïne (dérivé morphine)	Non estimé	Non estimé	Non estimé	Non estimé	Non estimé
	Amphétaminiques :	Amphétamine	100	93%	100	Non estimé	Non estimé
		Méthamphétamine	Non estimé	-	Non estimé	Non estimé	Non estimé
		Ecstasy (MDMA)	68	90	70	Non estimé	Non estimé
		MDA (dérivé ecstasy)	100	99	92	Non estimé	Non estimé
	Cannabinoïdes	THC	Non estimé	Non estimé	Non estimé	Non estimé	Non estimé
		11-OH-THC	100	100	100	Non estimé	Non estimé
		THC-COOH	-	-	-	Non estimé	Non estimé
	Benzodiazépines	Diazépam	100	100	100	Non estimé	Non estimé
		Nordazépam	100	33	-	Non estimé	Non estimé
Oxazépam		-	61	-	Non estimé	Non estimé	

- : valeurs négatives

Les données de recherche de Soulier *et al.*, (2011) sur les teneurs des composés pharmaceutiques présents dans 17 échantillons de boues traitées de stations d'épuration font ressortir des valeurs suivantes : 126 à 78 ng/g pour le propranolol et de 49 à 15 ng/g pour l'aténolol (composé hydrophile) mesurées sur 98% des échantillons. L'ibuprofène et la carbamazépine (quantifiés dans 67 % et 78 % des échantillons, respectivement) ont également montrés un caractère de rémanence dans les boues traitées avec des concentrations respectives de 245 à 104 ng/g et 195 à 85 ng/g. Par ailleurs les autres substances quantifiées dans moins de 50 % des échantillons analysés telles que le kétoprofène (quantifié dans 28 % des échantillons) ont une teneur moyenne de 3799 ng/g. La plupart de ces composés ont des concentrations moyenne d

Nous remarquons à l'issu de notre étude que les taux d'abattement des MPP dans les trois essais (25%,35%, et 50% RTS) sont tous du même ordre, une absence du propranolol initialement présent en faible quantité dans les trois matrices d'études (25%, 35, et 50 % RTS), et également une diminution du paracétamol et du ketoprofène. Cependant les rendements calculés du paracetamol (65% RTS), de l'erythromycine sont

négatifs à cause des concentrations en sortie d'incubation supérieures à celles quantifiées en entrée, en raison de la dégradation des substances ou des formes conjuguées.

Les rendements globaux calculés sont nettement supérieurs à ceux obtenus après traitements primaires et secondaires. Cependant il est à noter que des études avec des résidus de toilettes sèches jeunes d'âge, dans les mêmes conditions opératoires ne donneraient probablement pas les mêmes rendements en raison des teneurs éventuellement plus élevées dans ces échantillons frais.

En outre, l'abattement des MPP pourrait non seulement être lié au phénomène de biodégradation du compost, mais également à l'effet de la lixiviation. Des analyses n'ont cependant pas été effectuées dans le cadre de cette étude permettant de vérifier cette hypothèse.

Nous remarquons par ailleurs à l'issue de l'incubation que les taux d'abattement des MPP dans les trois essais (25%, 35%, et 50% RTS) sont tous du même ordre pour tous les stupéfiants, excepté pour l'oxazépam et le nordazépam (cannabinoïdes) ou les teneurs varient aléatoirement en fonction des essais et sont moyennement inférieur à 70%. Nous observons en revanche un taux d'abattement satisfaisant pour l'ecstasy, le MDA (dérivé ecstasy) et l'amphétamine compris entre 70-100 (**Figure 9**).

Par ailleurs, les rendements d'élimination des drogues dans les boues de STEP n'ont pas été présentés dans cette étude, en raison de l'absence de références bibliographiques sur la présence de ces composés dans les boues. Nous ne porterons donc pas d'éléments de comparaisons entre ces systèmes de traitement notre étude.

Les rendements d'élimination du THC, n'ont pas été estimés en raison de leur absence et leur non détection dans les matrices de composts initial.

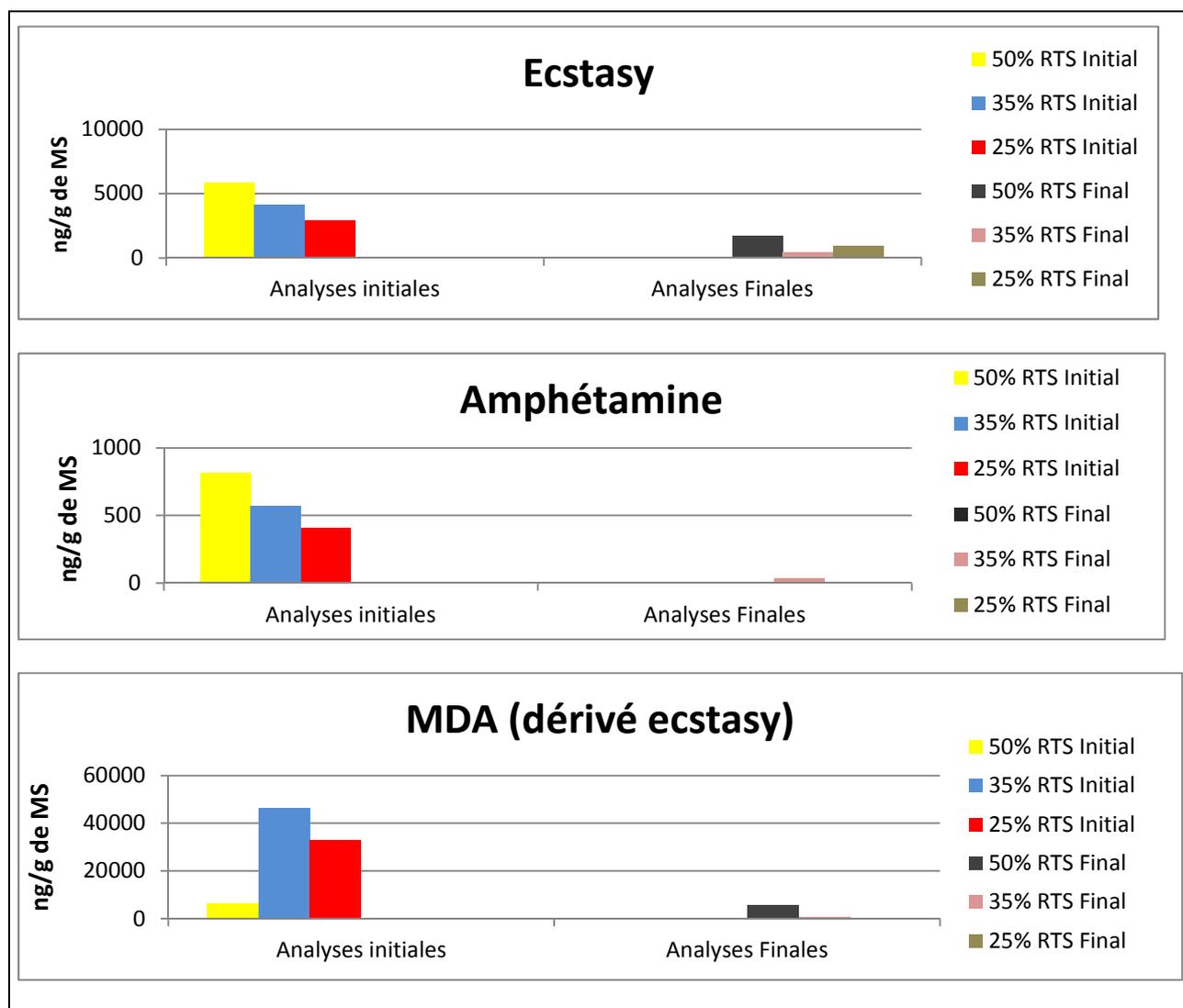


Figure 9: Abattement des stupéfiants à l'issue du co compostage

3.5 Analyse et Discussion

3.5.1 Analyse des modes opératoires

Comparaison des tests ARS et ARD :

Réalisés en condition statique d'aération en mode discontinu (renouvellement quotidien de l'atmosphère des jarres contenant l'échantillon d'environ 10 g) et à la température ambiante contrôlée (20°C), les résultats des essais ARS sont peu satisfaisants : problèmes de répétabilité ; certains essais ne donnent pas de variation de pression ; non atteinte du plateau d'activité, évolution du profil de la consommation d'oxygène en fonction

du pourcentage de RTS. Plusieurs raisons peuvent expliquer les difficultés rencontrées dans l'exploitation et l'interprétation des résultats : les conditions de préparation des échantillons solides (nécessité d'un séchage, broyage et ré-humidification jusqu'à la capacité de rétention en eau, le renouvellement de l'atmosphère dont la fréquence serait trop faible et ne permettant pas de maintenir un taux d'oxygène suffisant et stable et, enfin, des problèmes d'étanchéité d'autant plus problématique du faite du renouvellement de l'atmosphère (ouverture et fermeture).

Les résultats de mesure respiratoire en condition dynamique d'aération (ARD) permettent de constater une bonne reproductibilité des résultats, avec des écart-types situés entre 5 et 7% de la valeur mesurée de production cumulée de CO₂, selon les 4 essais testés au minimum en triplicats. Après quelques difficultés techniques rencontrées lors de la mise en route du dispositif, le banc de respirométrie SODIMEL permet de déterminer l'activité respiratoire d'échantillons solides plus représentatifs (près de 2 kg_{MH} d'échantillon pré broyé à l'état humide) sous flux d'air constant (renouvellement de l'atmosphère) et à température contrôlée (régulation de la température à 35°C). En outre, le test ARD est basé sur le suivi de l'activité microbienne, *via* le suivi de la production de CO₂ avec l'analyseur IR XStream de grande précision et le suivi de la consommation en O₂ avec une sonde électrochimique, contrairement à celui de l'ARS basé sur la mesure de la variation de pression permettant de déterminer par calcul la consommation en O₂. Toutefois, un doute subsiste sur la précision de la mesure en O₂ sur le test ARD, lié au choix de la cellule électrochimique sélectionnée par SODIMEL. La précision de la sonde ($\pm 1\%$) est insuffisante pour le suivi en continu de la consommation en O₂, en raison des faibles variations de concentration d'O₂ mesurée au cours des essais.

Les températures mesurées sont comprises entre 40-50°C en ARD contre 50-60°C dans le cas des mesures de capacité d'auto-échauffement (CAE). Les différences entre la température de régulation du banc d'essai ARD, les températures mesurées au cours des essais et celles enregistrées au cours du test CAE sont liées aux conditions opératoires : la régulation ne permet pas de contrebalancer la montée en température liée aux réactions exothermiques de biodégradation aérobie et le balayage continu (0,5 L/min) des échantillons conduit à des pertes thermiques. Toutefois, nous observons une meilleure conservation des conditions thermophiles pendant toute la période d'essais (deux semaines), comparativement au test CAE, associé probablement au renouvellement de l'air dans le test ARD, plus favorable au maintien des conditions aérobies.

Par ailleurs, en comparant les données sur le test ARD et le test ARS, nous remarquons que les essais en conditions dynamiques d'aération permettent d'assurer une rapide montée de la température des échantillons, se traduisant par une vitesse plus élevée de biodégradation de la matière organique. En effet, la production cumulée de CO₂ en 4 jours correspond environ à 60% de la production cumulée après 2 semaines d'incubation. Cette forte activité biologique sur les 4 premiers jours d'activité justifie l'avantage de

l'aération des matrices. Il est cependant important de noter que la cinétique de biodégradation est plutôt linéaire en ARS, et les valeurs de production cumulée de CO₂ après deux semaines d'incubation, sont du même ordre de grandeur qu'en conditions dynamique d'aération sur le banc respirométrie.

En conclusion sur la comparaison des tests ARD et ARS, le test de respirométrie en mode offre de nombreux avantages associés aux conditions opératoires de contrôle de l'aération, de suivi de la température et la représentativité des échantillons testés. Les conditions opératoires sont par ailleurs plus proches des conditions réels de compostage sans toutefois les reproduire, ce qui n'est pas d'ailleurs son objectif.

Comparaison du test ARD et essais « pilote » :

La comparaison des résultats sur test ARD et sur essais pilotes de compostage offre plusieurs pistes de réflexion sur la mise en œuvre de tels essais d'étude de compostage de déchets organiques. Pour rappel, le test ARD permet d'évaluer, à échelle réduite (échantillons initiaux pré broyés à 10 mm, sans nécessité de sécher les matrices avant broyage, 2 kg_{MH}), l'activité respiratoire d'échantillons solides en conditions dynamiques. Les dimensions du test permettent de réaliser les mesures en duplicat, voir triplicat. Les essais pilotes réalisés sur une cinquantaine de kg (70 kg_{MH} max.) permettent la réalisation de mesure d'activité respiratoire sur des échantillons bruts de déchets organiques, et donc d'envisager des essais sur échantillons non broyés initialement. Les conditions opératoires permettent de se rapprocher des conditions réelles de compostage, avec régulation du renouvellement de l'air en fonction de la consommation d'oxygène, suivi de la teneur en O₂ et CO₂. Rappelons cependant que le système de régulation de la teneur en oxygène (fixée à 15% lors de nos essai) nécessite de condenser (point froids) l'humidité de l'air en recirculation, conduisant à de fortes pertes thermique et se traduisant par une élévation modérée, et probablement peu représentative des conditions réelles in situ de compostage en andains. Cela pourrait notamment favoriser le développement des germes pathogènes dans ces compartiments inférieurs et entraîner éventuellement la non hygiénisation du compost. Par ailleurs, si les productions de CO₂ mesurées sur les deux tests sont globalement proches (237 mgCO₂.g⁻¹_{MS} pour l'essai 100% DV en test ARD, et 166 mgCO₂/g⁻¹_{MS} pour l'essai 100% DV en essais pilote) avec toutefois une production plus élevée en test ARD, nous constatons des différences significatives sur la consommation cumulée de l'oxygène au cours des essais. En effet, les valeurs de consommations cumulées en oxygène sont nettement plus importantes dans les essais pilotes que dans les essais sur banc respirométrie. Cela pourrait éventuellement s'expliquer par l'effet de la taille des matrices plus grandes dans les essais pilotes que sur le banc de respirométrie. En effet plus la matrice est grossière, moins elle a des surfaces d'échange susceptibles d'être facilement biodégradées par les micro-organismes. Etant donné que les matrices ont été broyées (<10 mm) dans les essais sur le banc de respirométrie, nous remarquons que cet effet de broyage permet ainsi d'augmenter la surface d'échange initiale de la matrice, induisant ainsi une consommation en oxygène ou besoin en oxygène moins importante pour dégrader une même quantité de

matière organique en composition plus grossière. Toutefois, il existe un doute sur la fiabilité des mesures d'O₂ sur le banc respirométrique, nécessitant d'être prudent dans l'interprétation des résultats.

3.5.2 Influence du ratio RTS/DV sur l'activité respiratoire

Les données acquises sur les tests de caractérisation initiale des matrices déchets et les essais de mesure respirométrique ARD et essais « pilotes » conduisent à discuter de l'influence du ratio RST/DV sur l'activité respiratoire. Les principales observations sont les suivantes :

A l'échelle des études pilotes, la matrice constituée des proportions 25% de RTS et 75% de DV conduit à un taux de conversion de la matière organique identique à celui déterminé sur les déchets verts sans ajout de RTS (100% DV) après de 3 semaines d'incubation. Cette différence de réactivité en essais pilotes par rapport aux essais sur banc respirométrie pour une même matrice de composition pourrait s'expliquer par :

- un effet de synergie créée par ces proportions de matrices,
- les différences entre les deux modes opératoires : régulation du taux d'oxygène contrôlé en essai pilote, les conditions de préparation des matrices (broyage dans le cas des essais ARD), et les conditions de régulation de la température (maintien de la température minimale pour ARD, pas de régulation de la température pour les essais « pilotes »).

Nous remarquons également au cours des essais ARD, que plus la proportion de résidus de toilettes sèches augmente, plus l'activité biologique, la température et le taux de conversion de la matière organique diminuent. Trois hypothèses nous permettent d'expliquer ces phénomènes.

Hypothèse 1 : Effet de la siccité sur la quantité de matière organique initiale

En nous référant à la loi de Monod qui fait une relation de proportionnalité entre la concentration de substrat et l'activité biologique, nous partons de l'hypothèse que des matrices de compost contenant des teneurs en substrats organiques manifestement différents, devraient réagir biologiquement de manière différente en faveur des matrices contenant de plus grandes quantités de substrat. Dans notre cas de figure, étant donné que les résidus de toilettes sèches sont biologiquement plus riches en matière organique que les déchets verts (95% contre 75%), des compositions de matrices comportant des proportions croissantes de résidus de toilettes sèches avec comme adjuvants les déchets verts devraient permettre d'obtenir de plus grandes quantités de matière organique dans le même sens que les ratios de RTS, et ainsi conduire à une meilleure activité biologique. Cependant, nous observons une évolution inverse de la matière organique par rapport à la quantité de résidus de toilettes ajoutés : plus le pourcentage de RTS augmente plus la matière organique dans la matrice d'étude est faible (**Tableau 6**). Cela s'explique par l'effet des fortes teneurs initiales en eau des

résidus de toilettes sèches (environ 80%) sur la masse humide totale du mélange de composition. En effet la concentration de matière organique des RTS se trouve essentiellement dans la fraction sèche de la matrice, soient dans les 20% restantes de la masse humide. Par comparaison à une matrice composée de 100% de déchets verts, à masse humide égale, lorsque nous augmentons les proportions de RTS dans les matrices de composition, nous contribuons ainsi à réduire le taux de matière organique compensé à son tour par une teneur en eau plus élevée. D'où l'effet des proportions des matières organiques en baisse en fonction des ajouts croissants de RTS.

Hypothèse 2 : Effet de la teneur en eau sur l'activité biologique et le taux de conversion de la matière

Cette hypothèse fait une relation entre les valeurs de teneur en eau initiale des matrices d'études et les données de la littérature sur les valeurs de consigne des teneurs en eau nécessaires pour un bon compostage (**Tableau 1**). Pour rappel, selon certains auteurs des valeurs en humidité comprise entre 40 et 65% sont considérées comme acceptables pour un bon compostage, et des valeurs comprises entre 50 et 60% sont recommandées. Dans notre cas de figure, nous remarquons qu'une teneur en eau initiale de 68,3% permet à la matrice composée de 75% des déchets verts et 25% de résidus de toilettes sèches d'obtenir une meilleure activité biologique et taux de conversion de la matière organique que la matrice composée de 100% de déchets verts initialement constituée de 61% d'humidité et 10% plus riche en matière organique que la matrice d'essai 75% DV (**Tableau 6**). De même, les matrices d'essais 65% DV et 50% DV avec respectivement un taux d'humidité initiale des 70,6% et 73,4% fournissent des activités biologiques et taux de conversion nettement inférieurs aux deux autres essais précédant. Ces informations nous permettent de montrer que la teneur eau est un facteur influençant l'activité biologique et le taux de conversion de la matière organique.

En effet des milieux trop secs ou trop humides freinent la dégradation de la matière organique et la production de CO₂. D'un autre côté, le transfert d'oxygène (responsable de l'activité biologique) est conditionné par l'humidité : si le compost est trop humide, la diffusion de l'oxygène est faible et l'oxydation est ralenti ; ce qui diminue la production de CO₂ (Yulipriyanto, 2001). La **Figure 10** montre les valeurs de teneur en humidité mesurées en fin d'incubation sur 5 couches des matrices d'étude dans les réacteurs. Pour chaque couche, des masses de 10 kg ont été pesées pour la mesure de la teneur moyenne en eau dans chaque compartiment.

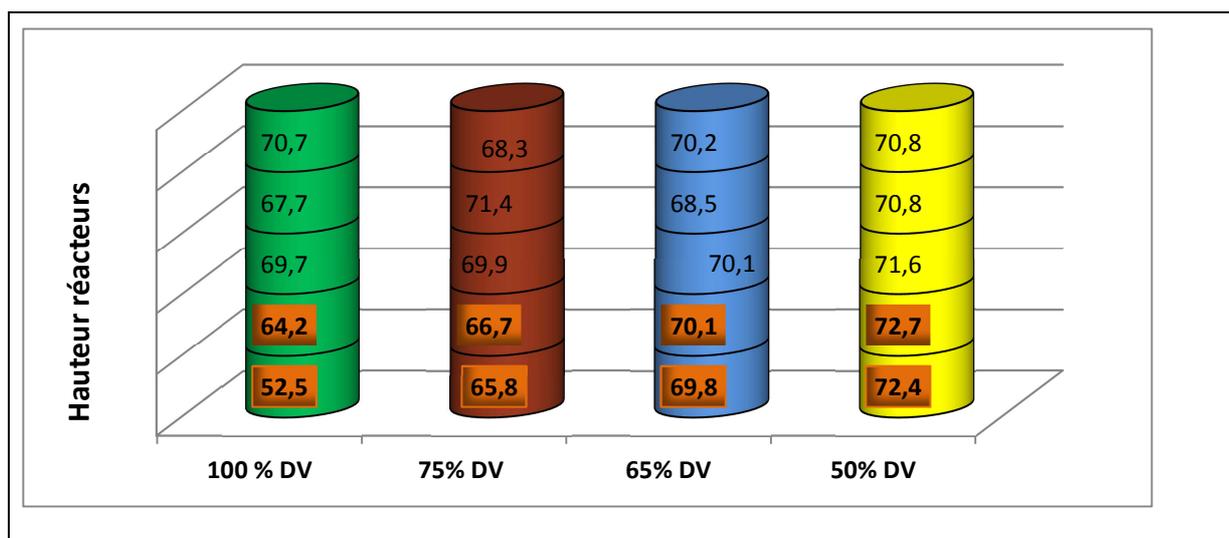


Figure 10 : Répartition de l'humidité au sein des matrices après incubation.

Nous constatons que les matrices d'études 65% DV et 50% DV sont caractérisées par des teneurs en eau importantes au niveau du compartiment inférieur des réacteurs. En effet des quantités de lixiviat assez importantes ont été collectées en fin d'incubation dans chacun de ces deux réacteurs. Nous avons évoqué dans les chapitres précédents que les réacteurs sont alimentés en air de bas en haut. Ces valeurs importantes de teneur en eau dans les compartiments inférieurs des réacteurs ont éventuellement influencées la diffusion de l'air dans toute la matrice (chemins préférentiels) et réduit la production de CO₂. Par ailleurs, il est important de souligner les faibles émissions gazeuses de NO et NO_x au cours de ces deux essais (**Tableau 15**). Les facteurs influençant les émissions d'oxydes d'azote au cours du compostage sont encore peu connus (Yulipriyanto, 2001). Ces composés azotés sont émis pendant les procédés de nitrification et dénitrification. Leur production serait maximale pendant les phases de températures inférieures à 45°C et aussi dans les conditions d'anaérobiose (réf. **Figure 7** : courbes de température pour essais 65%DV et 50% DV). Lorsque la matrice est limitée en oxygène, cela favorisera la production de N₂O (sous-produit du NO et NO_x) par la voie de dénitrification anaérobie des nitrites (cas des essais 65% DV et 50% DV, où la diffusion de l'air est inhibée par les fortes teneurs en eau). Selon certains auteurs, (De Guardia et al, 2010; Habart et al, 2010), la réaction de nitrification est inhibée lorsque les températures sont supérieures à 45°C (cas des essais 25% RTS et 100% DV). Dans ce cas, l'azote reste sous forme ammoniacal et les émissions de NO_x sont minimales.

Soulignons également que l'humidité a une influence sur la quantité d'ammoniac qui peut rester dissout dans l'eau de la matrice : si l'humidité augmente, les émissions potentielles diminuent. La présence d'une forte concentration de NH₃ inhibe la réaction de nitrification, et favorise la formation de NO_x (Bacheley et al, 2008).

Hypothèse 3 : Effet des composés pharmaceutiques sur l'activité biologique

Cette hypothèse fait référence à l'effet des micropolluants sur les micro-organismes responsables de la biodégradation de la matière organique au cours du compostage. En nous référant à une étude faite par Ammaiappan *et al.*, (2012) les antibiotiques à des concentrations élevées ($\mu\text{g/g}$) pourraient avoir un effet perturbateur sur la microflore du compost, contribuant ainsi à retarder sa biodégradation initiale et également la minéralisation de l'azote. Notre étude a permis de révéler la présence de 3 molécules pharmaceutiques de la famille des antibiotiques (Ciprofloxacine, Econazole, Erythromycine) de l'ordre du ng/g . Cependant les études sont encore peu connues sur les familles et doses d'antibiotiques à effet perturbateurs sur la dynamique microbienne durant un compostage. En portant un raisonnement sur l'hypothèse de Ammaiappan *et al.*, (2012) en rapport avec l'effet de la concentration des antibiotiques sur la flore microbienne, nous supposons que plus la concentration des antibiotiques dans le compost est grande, plus les effets perturbateurs ont une grande envergure. Notre hypothèse serait le fait d'avoir pour les essais 75% DV (soit 25 % RTS), 65% DV (soit 35% RTS) et 50% DV (soit 50% RTS) des effets inhibiteurs réciproquement croissants par rapport à la matrice témoin 100% DV. Ce qui n'est pas le cas, car les essais 75% DV en essai pilote ont une activité biologique équivalente à celle de la matrice témoin. Ce qui sous entendrait que les concentrations d'antibiotiques (ng/g) dans le cas de cette étude n'ont donc pas un effet négatif sur la flore microbienne.

4 Conclusion et perspectives de l'étude

Sur la base de cette étude expérimentale, nous avons pu évaluer le comportement des résidus de toilettes sèches sous des conditions de co-compostage en présence de déchets verts. Quatre matrices ont été testées intégrant des proportions variées de résidus de toilettes sèches (0%, 25%, 35%, 50% RTS) dans des conditions de laboratoire afin d'évaluer leur réactivité dans une approche multi-échelles :

- test de mesure de l'activité respiratoire en condition statique d'aération et petites quantités de matrices (10g_{MH} < 1 mm) ;
- Test ARD de mesure d'activité respiratoire sur banc respirométrique (près de 2 kg_{MH} d'échantillon pré broyé à l'état humide) ;
- Essai ARD de mesure d'activité respiratoire sur pilote (70 kg_{MH} d'échantillon brute broyé à l'état humide) et évaluation de l'innocuité biologique et chimique.

Les résultats de mesure respiratoire se sont montrés plus concluants en condition dynamique d'aération (ARD sur banc respirométrie) qu'en condition statique (ARS). Ils permettent de constater une bonne reproductibilité des valeurs expérimentales et une rapide montée de la température des composts que les essais ARS. De même le test en condition dynamique offre de nombreux avantages associés aux conditions opératoires de contrôle de l'aération, de suivi des paramètres biologiques (température, consommation oxygène, production CO₂) et la représentativité des échantillons testés. Cependant, les conditions opératoires sont plus proches des conditions réelles de compostage sans toutefois les reproduire.

Par ailleurs, en comparaison aux essais ARD sur banc respirométrique, les essais pilotes de compostage offrent des conditions opératoires permettant de se rapprocher des conditions réelles de compostage, avec régulation du renouvellement de l'air en fonction de la consommation d'oxygène, suivi de la teneur en O₂ et CO₂. L'analyse des résultats de ces deux tests montre des valeurs de consommations cumulées en oxygène nettement plus importantes dans les essais pilotes que dans les essais sur banc respirométrique sur test ARD. Les raisons justifiant cette différence de consommations seraient éventuellement l'effet de la taille des matrices plus grandes dans les essais pilotes que sur le banc de respirométrie, ou en encore une raison liée à la fiabilité des mesures de la sonde d'oxygène du banc respirométrique. Toutefois la comparaison des données de valeurs théoriques et des expérimentales des bilans eau et matière organique en essai pilote montre des différences peu considérables (<1% en bilan eau, de 1 – 11 % en bilan matière organique) justifiant la représentativité des données expérimentales.

En outre, l'effet des ratios RTS sur le comportement biologique des matrices d'étude (0% RTS 100% DV25, 35, 50% RTS_{MH}) au cours des essais ARD (banc respirométrique, pilotes de compostage) montre que plus

les proportions de RTS augmentent, plus l'activité biologique, la température et le taux de conversion de la matière organique diminuent. Une des raisons expliquant ce phénomène serait la présence de forts taux d'humidité initiale dans les résidus de toilettes sèches. Cependant, une remarque peut se faire sur l'importante activité de la matrice constituée des proportions 25% de RTS et 75% de DV conduisant à un taux de conversion de la matière organique identique à celui déterminé sur les déchets verts sans ajout de RTS (100% DV) après de 3 semaines d'incubation en essai pilote. La bonne réactivité de cette matrice en essais pilotes pourrait être liée à un effet de synergie créée par les proportions de matrices initiales.

Notons par ailleurs que l'étude sur l'innocuité biologique n'a pas été très concluante en raison des fortes teneurs en germes pathogènes retrouvées en fin d'essai (3 semaines d'incubation), dépassant la norme de valorisation compost recommandée par l'AFNOR. Certains chapitres (chp.3.3.2 et 3.5.1) de cette étude ont soulevé quelques défaillances techniques sur le pilote de compostage, notamment sur le système de refroidissement de l'air du circuit principale qui occasionne des effets de formation de points froids favorables au développement des germes. Toutefois des solutions techniques peuvent dénouer ce facteur limitant. La température et l'humidité étant des paramètres importants pour la cinétique des réactions biologiques d'un compost, il est préférable de réinjecter de l'air chaud et saturé en humidité sortant du réacteur plutôt que de l'air froid et sec provenant de la recirculation de l'air refroidi par les condenseurs de la boucle principale. L'installation d'un système de barbotage à l'entrée des pilotes permettrait de rehausser la température et l'humidité de l'air provenant des condenseurs avant leur entrée dans les réacteurs, limitant ainsi les pertes thermiques au cours des essais.

D'autre part, les résultats de la recherche de l'innocuité chimique (molécules pharmaceutiques et stupéfiants) après la période d'essai ont montré de bonnes valeurs de taux d'abattement dans les composts étudiés. Toutefois l'abattement des molécules pharmaceutiques et stupéfiants sont principalement liés à un effet de biodégradation, mais également à un phénomène de lixiviation. Un bilan de matières sur les composés chimiques pourrait éventuellement éclaircir ce point.

Les perspectives à l'issue de cette étude seront orientées d'une part sur une recherche d'optimisation des modes opératoires du pilote de compostage, comme préconisé dans le chapitre précédent, avec comme objectifs, se rapprocher des conditions réelle du terrain.

D'autre part, une étude complémentaire de co compostage serait nécessaire **permettant d'évaluer deux échelles expérimentales : une sous les nouvelles conditions du pilote de compostage** avec systèmes de barbotage de l'air, et la seconde sous les conditions du terrain d'un co compostage en andain, permettant ainsi de confronter les deux échelles d'études sur des période plus longues (quelques mois). Nous préconisons pour cette étude expérimentale l'utilisation de matrices (déchets verts et résidus de toilettes sèches) de préférence jeunes d'âge et dont nous justifions les origines. Cette étude permettrait également

d'évaluer la caractérisation initiale des résidus de toilettes frais, et de tester le comportant des matrices d'études sous différents ratios RTS/DV et éventuellement des ajouts dosés de micro polluants pharmaceutiques et/ou de stupéfiants.

Enfin dans le cadre du banc respirométrie, étant donné que les périodes de conservation des conditions thermophiles sont plus longues, nous préconisons pour des essais en présence de résidus de toilettes sèches d'évaluer l'innocuité biologique et chimique sur des durées plus longues. Il serait également judicieux de vérifier les temps d'hygiénisations réels des germes pathogènes données par la littérature, en fixant les conditions de température minimales du collier chauffant à des valeurs différentes de thermophilie (50°- 70° C).

5 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Achour, F. (2008). Caractérisation de la matière organique dans les ordures ménagères. Recherche d'indicateurs de stabilité ». LGCIE, INSA de Lyon. Ecole Doctorale de Chimie de Lyon. Formation Doctorale : Sciences de l'Environnement Industriel et Urbain. 2008-ISAL-0058, 175 p.
- Adani et al., (1996). Static and dynamic respirometric indexes – Italian research and studies
- Ademe (2012) Programme de recherche de l'ADEME sur les émissions atmosphériques du compostage
- ALBRECHT R. CO-compostage de boues de station d'épuration et de déchets. verts : nouvelle méthodologie du suivi des transformations de la matière organique. [en ligne]. Thèse de l'Université Paul CEZANNE . (2007) 189 pages.
- Ammaiappan et al., (2012) - Composting of swine manure spiked with sulfadiazine, chlortetracycline
- SQUAREF (2009). Les substances émergentes dans l'environnement note de synthèse sur l'état de l'art concernant les produits pharmaceutiques, les cosmétiques et les produits d'hygiène corporelle.
- Association Française de Normalisation (AFNOR Editions) Recueil Normes Matières Fertilisantes et Supports de Culture.[CDROM]. Paris : 11, rue Francis de Pressensé 93571 La Plaine Saint-Denis Cedex ; AFNOR, 2009.
- Bacheley et al, (2008) Control of gas emissions during composting of municipal solid waste, municipal biowaste and industrial biowaste
- Barrena Gómez, R., Vázquez Lima, F., Gordillo Bolasell, M.A., Gea, T. & Sánchez Ferrer, A. (2005). Respirometric assays at fixed and process temperatures to monitor composting process. *Bioresource Technology*, 96, 1153–1159.
- Baumeyer Alexandra, New Toilets for Indian Slums : Nutrients Mass Balance of a Co-Composting Plant in Bangalore, India; [en ligne]. Thèse Université HOCHSCHULE WÄDENSWIL, 2003, 100 p. Disponible sur <http://www2.gtz.de/Dokumente/oe44/ecosan/en-nutrient-mass-balance-co-composting-slum-bangalore-india-2003.pdf>
- Bayard, R. & Gourdon, R. (2008). Traitement Biologique des Déchets. Techniques de l'Ingénieur, traité Environnement, 2006, G2, G2060, 20 p.
- Bayard, R. & Naquin, P. (2007). Evaluation de la stabilité d'ordures ménagères issues du pré-traitement biologique Bio-FERM. Étude effectuée à la demande de la SAUR, en collaboration avec POLDEN - INSAVALOR S.A. Rapport de synthèse des résultats.
- Belden, J. B., Maul, J. D. & Lydy, M. J. (2007). Partitioning and photodegradation of ciprofloxacin in aqueous systems in the presence of organic matter. *Chemosphere* 66, 1390-1395.
- BESSE J.P., GARRIC J. (2007) : Médicaments à usage humain : risques d'exposition et effets sur les milieux récepteurs, Rapport Phase 1, Proposition d'une liste de médicaments à usage humain à surveiller dans les eaux de surfaces continentales. Lyon, Cemagref.
- Bresson, L. M., Koch, C., Le Bissonnais, Y., Barriuso, E. & Lecomte, V. 2001. Soil surface structure stabilization by municipal waste compost application. *Soil Science Society of America Journal* 65, 1804-1811.
- Brinton, W. F., E. Evans, M. L. Droffner, and R. B. Brinton. 1995. Standardized test for evaluation of compost self-heating. *BioCycle*, 64-69.
- FRANCOU C. (2003). Stabilisation de la matière organique au cours du compostage de déchets urbains : influence de la nature des déchets et du procédé de compostage – Recherche d'indicateurs pertinents [en ligne], Thèse de Doctorat d'Agronomie, Institut National Agronomique Paris-Grignon, 2003, 289 pages

Disponible sur <<http://compostagecefrepede.files.wordpress.com/2009/01/these-francou-c-analyse-mat-comp.pdf>> (consulté le 05/02/13)

- ZHOU-Yunxin (2006) New Countryside Ecosan : Construction in Nanning City
- Chenxi, W. Spongberg A.L. and Witter J.D. (2008). Determination of the persistence of pharmaceuticals in biosolids using liquid-chromatography tandem mass spectrometry. *Chemosphere*, 71(4) pp. 513-518. doi:10.1016/j.chemosphere.2008.06.026.
- Coestier C. *et al.*, (2006). Integrated approach to the problem of pharmaceutical products in the environment: an overview. *Anal Bioanal Chem* (2007) 387:1163–1166. DOI 10.1007/s00216-006-0840-4.
- Coetsier C. (2009). Approche intégrée de la gestion environnementale des produits pharmaceutiques dans des rejets de stations d'épuration urbaines et leur milieu récepteur : Occurrence, impact et traitements tertiaires d'élimination [en ligne]. Thèse de l'Université Montpellier II, 2009, 293 p
- De Guardia et al, (2010). Comparison of five organic wastes regarding their behaviour during composting, Part2: nitrogen dynamic 30p
- Directive cadre de l'eau (2012). Environnement et eau: proposition en vue de réduire les risques de pollution de l'eau. Disponible sur : http://europa.eu/rapid/press-release_IP-12-88_fr.htm?locale=FR.
- Dolliver H. , Satish G. and Sally N. (2008) Antibiotic Degradation during Manure Composting. *Journal of Environmental Quality* Vol. 37 No. 3, p. 1245-1253.
- Elain Christophe Un petit coin pour soulager la planète. Edition Eauphilane. 5 rue d'Avesnières 53000 Laval, 2007, 288 pages.. ISBN 978 - 2- 9530877- 0 – 3.
- Environmental Protection Agency (EPA) 2008 Pathogen Equivalency Committee (PEC): Basic Information. retrieved on October 4, 2009 from <http://www.epa.gov/nrmrl/pec/basic.html#fecal>
- Feachem, R.G., Bradley, D.J., Garelick, H. and Mara, D.D. (1983). Sanitation and disease: health aspects of excreta and wastewater management. *World Bank Studies in Water Supply and Sanitation* 3, Wiley, Chichester, UK.
- Fent K., WESTON A.A., CAMINADA D. (2006) : « Ecotoxicology of human pharmaceuticals » [published erratum appears in *Aquatic Toxicology* 2006 ; 78 (2) : 207]. *Aquatic Toxicology* ; 76 (2) : 122-159.
- Gaspard ,P.G. Wiart J. Schwartzbrod,J. , Sludge hygienisation: helminth eggs (Ascaris ova) destruction by lime treatment, *Rec Res Dev Microbiol* 1, pp77-83 , 1997
- Germer J, Michael Y, Schoeffler M, Amoah P, (2010) Temperature and deactivation of microbial faecal indicators during small scale co-composting of faecal matter. *Waste Management* 30 185–191.
- Forster, J. C., W. Zech, and E. Würdinger. 1993. Comparison of chemical and microbial methods for the characterization of the maturity of composts from contrasting sources. *Biol. Fertil. Soils*, 16:93-99.
- Gielen G., The fate and effects of sewage-derived pharmaceuticals in soil [en ligne]. Thèse Université de Canterbury, 2007, 189 p. Disponible sur : http://ir.canterbury.ac.nz/bitstream/10092/1416/1/thesis_fulltext.pdf (consulté le 30.11.2012)
- Gotaas Harold, Compostage et assainissement World Health Organization Library, 1959 , http://www.pseau.org/outils/ouvrages/who_gotaas_compostage_assainissement_fr.pdf
- Habart et al, (2010). The role of aeration intensity, temperature regimes and composting mixture on gaseous emission during composting. *Compost Science & Utilization*

<http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/1065657X.2010.10736955#.UiiiVkp27Mc>

Volume 18, Issue 3, 2010

- Yulipriyanto H. (2001). Emission d'effluents gazeux lors du compostage de substrats organiques en relation avec l'activité microbiologique (nitrification/dénitrification). Thèse de l'Université de Rennes 1, 2001, 210 p. Disponible sur http://tel.archives-ouvertes.fr/docs/00/65/47/01/PDF/These_Hieronymus_Yulipriyanto_2001.pdf (consulté le 21.08. 2013)
- Iglesias-Jimenez, E. and V. Perez-Garcia. 1989. Evaluation of city refuse compost maturity: A review. *Biological Wastes*, 27:115-142.
- Itchon G., Miso A. and Gensch R. (2012) The Effectivity of the Terra Preta Sanitation (TPS) Process in the Elimination of Parasite Eggs in Fecal Matter: A Field Trial of Terra Preta Sanitation in Mindanao, Philippines. 4th International Dry Toilet Conference, Tampere, Finland on 22 - 24 August 2012. The Xavier University Journal of Medicine. Disponible sur : http://www.drytoilet.org/dt2012/full_papers/5/Gina_S_Itchon.pdf
- Jenkins J.C. *Humanure handbook : a guide to composting Human Manure*. Edition Jenkins Publishing. PO Box 428, Grove city, PA 16127 USA, 2005, 255 pages. ISBN -10 : 0 - 9644258-3-1.
- Kazama et Otaki (2011) A fate model of pathogenic viruses in a composting toilet based Journal of Environmental Sciences 2011, Vol 23 (7) pages 1194–1198
- Kone D. *et al.*, (2007) Helminth eggs inactivation efficiency by faecal sludge. *Water Resources*. 2007 Nov;41(19):4397-402. Epub 2007 Jun 15.
- Lienert J., K. Güdel, B.I. Escher (2007) Screening method for ecotoxicological hazard assessment of 42 pharmaceuticals consider. *Water Scnce & Technology* 2007 , Vol 55 No 5, pages 87 – 96.
- Meekings, H. J., Stentiford, E. I. & Lee, D. L. 1996. The effect of sewage sludge compost on the viability of the eggs of a parasitic nematode. *Compost Science & Utilization* 4, 46-54.
- Mehl *et al.*, (2011). Pathogen destruction and solids decomposition in composting latrines. study of fundamental mechanisms and user operation in rural Panama. *Journal of Water and Health* p 187-199
- Miede C., et al.; (2010) : « Development and validation of an analytical method by LC-MS/MS for the quantification of estrogens in sewage sludge ». *Analytical and Bioanalytical Chemistry* ; 396 : 1841-1851.
- Moe, C. Izurieta, R. 2003 Longitudinal study of double vault urine diverting toilets and solar toilets in El Salvador. 2nd International Symposium on Ecological Sanitation. Lübeck, Germany, 7th–11th April 2003.
- Muskulus A. (2008). Anthropogenic plant nutrients as fertilizer. PhD thesis, Institut für Pflanzenbauwissenschaften, Humboldt – Universität zu Berlin, Berlin, Germany.
- Mustin Michel. *LE COMPOST : Gestion de la matière organique*. Editions François DUBUS. 35, rue Marthurin-Régnier 75015 PARIS, 1987, 954 pages. ISBN 2-864-72008-6.
- Omanhene B. (2003) Co-composting of Faecal Sludge and Solid Waste for Urban and Peri-urban Agriculture in Kumasi, Ghana.
- Orumwense P. O., (2012). The Survival of Mycobacteria in Pure Human Urine. 4th International Dry Toilet Conference, Tampere, Finland on 22 - 24 August 2012. Disponible sur

http://www.drytoilet.org/dt2012/full_papers/5/Pedro_Orumwense.pdf

- Orszagh J., (2011) EAUTARCIE, La gestion durable de l'eau dans le monde : La toilette à litière bio maitrisée. [en ligne] Disponible sur <http://www.eautarcie.org/index-fr.html> (consulté le 20.11.2012).
- Orszagh J., (2011) EAUTARCIE, La gestion durable de l'eau dans le monde : SAINECO. [en ligne] Disponible sur <http://www.eautarcie.org/index-fr.html> (consulté le 20.11.2012).
- Programme ECOSANRES, Caroline S. and Thor A. S., Recommandations pour un usage sans risques de l'urine et des matières fécales dans les systèmes d'assainissement écologique. Stockholm Environment Institute Lilla Nygatan 1 Box 2142 SE-103 14 Stockholm, Sweden. ISBN 91 88714 93 4. Disponible sur: http://www.ecosanres.org/pdf_files/ESR-2004-1-Directives-Utilisation-sans-risque.pdf
- Projet ANR AMPERES (2006-2009). Synthèse d'analyse de micropolluants prioritaires et émergents dans les rejets et les eaux superficielles 2006-2009
- Pynnonen and Tuhkanen (2012) Environmental Impact of Micro-pollutants Present in Urine. 4th International Dry Toilet Conference, Tampere, Finland on 22 - 24 August 2012. Disponible sur http://www.drytoilet.org/dt2012/full_papers/4/Sanna_Pynnonen.pdf
- Ramaswamy J., Shiv O. P., Ramanbhai M. P., Syed A. H., Suzelle F. B. (2010) The effect of composting on the degradation of a veterinary pharmaceutical. *Bioresource Technology* 101 (2010) 2294–2299 <http://www.ppiseng.moag.gov.il/NR/rdonlyres/6CA867F8-1028-4785-B61F-8BEF55F64D24/0/Theeffectofcomposting.pdf>
- Redlinger T., Graham J., Corella B. and Avitia V. (2001) Survival of fecal coliforms in dry-composting toilets. *APPLIED AND ENVIRONMENTAL MICROBIOLOGY*, Vol. 67, No. 9 Sept. 2001, p. 4036–4040 <http://aem.asm.org/content/67/9/4036.full.pdf+html?sid=faac8777-1eb7-41ab-ad2f-439d0cb8efd5>
- Rynk, R., van de Kamp, M., Willson, G.B., Singley, M.E., Richard, T.L., Kolega, J.J., Gouin, F.R., Laliberty, L.Jr., Kay, D., Murphy, D.W., Hoitink, H.A.J. et Brinton, W.F. 1992. On-farm composting handbook. NRAES. Ithaca N.Y., 186 p.
- Salangro L. G. et al (1998) PROGRAMME ADEME SANTE-DECHETS, Etat des connaissances sur le devenir des germes pathogènes et des micropolluants au cours de la méthanisation des déchets et sous-produits organiques. N° contrat : 9893024 Disponible sur : http://www.solagro.org/site/im_user/034impacts.pdf
- Scaglia et al (2000) Static and dynamic respirometric indexes – Italian copy
- Selvam A., Zhenyong Z., Jonathan W.C. W. (2012) Composting of swine manure spiked with sulfadiazine, chlortetracycline and ciprofloxacin. *Bioresource Technology* 126 412–417.
- Sommer C et Bibby B. M. (2002) The influence of veterinary medicines on the decomposition of dung organic matter in soil. *European journal of Soil Biology* 38,155-159.
- SOSSOU S. K, TEZUKA R., HIJIKATA N, KAZAMA S, FUNAMIZU N, (2012a), Inactivation mechanism of pathogenic bacteria using lime and ash in composting toilet. . 4th International Dry Toilet

- Conference, Tampere, Finland on 22 - 24 August 2012. Disponible sur : http://www.drytoilet.org/dt2012/full_papers/5/Rui_Tezuka.pdf
- SOSSOU S. K. , Rui T., HIJIKATA N., SOU M. and FUNAMIZU N. (2012b) Inactivation mechanisms of pathogenic bacteria in several matrixes during composting process in composting toilet. 4th International Dry Toilet Conference, Tampere, Finland on 22 - 24 August 2012. Disponible sur : http://www.drytoilet.org/dt2012/full_papers/5/Seyram_K_Sossou.pdf
 - Soulier *et al.*, (2011). Zoom sur les substances pharmaceutiques : présence, partition, devenir en station d'épuration. Extrait numérique de Techniques Sciences Méthodes n° 1/2 de 2011. Disponible sur : <https://projetamperes.cemagref.fr/illustrations/63-77-SOULIER.pdf>
 - Strauch D. Pathogenic microorganisms in sludge anaerobic digestion and disinfection methods to make sludge usable as a fertilizer, *Env. Water Manage.* V.1, pp 12-26, 1998
 - TERNES T.A., JOSS A., eds (2006) : Human Pharmaceuticals, Hormones and Fragrances: The challenge of micropollutants in urban water management. IWA Publishing.
 - Thiele-Brun, S. (2003) Pharmaceutical antibiotic compounds in soils – a review. *Journa of Plant Nutrition and Soil Sciences* 166, 145 – 167.
 - Toilettes Du Monde (2009) Guide Des toilettes sèches à la maison : Comment les choisir, les installer et les utiliser. Disponible sur: <http://www.toilettesdumonde.org/ressources/default.aspx?toid=ressources-419&t=10>.
 - Toilettes Du Monde, Berne B. - Toilettes sèches familiales – Etat de l' Art, Etat des Lieux dans Différents Pays et Propositions pour un Accompagnement en France. F26-Nyons, 2010. Disponible sur: <http://www.toilettesdumonde.org/ressources/default.aspx?toid=ressources-419&t=10>
 - Turcot M, 1999 . Effets d'un apport de composts de résidus verts sur la production de maïs-grain, la disponibilité de l'azote et certaines propriétés du sol providence. Mémoire de la Faculté des études de l'université Laval, 1999 , 93 pages.
 - United Nations Environment Programme, (2005) Solid Waste Management, volume 1. Disponible sur : http://www.unep.or.jp/ietc/publications/spc/solid_waste_management/Vol_I/Binder1.pdf.
 - Vinneras et jonsson (2002) the performance and potential of fecal separation and urine diversion to recycle plant nutrients in household wastewater. *Bioresource Technology*, 84 (3), 275- 282.
 - Waksman, S, A (1938) *Humus*, 2nd édition Baltimore
 - Winker M. .Are pharmaceutical residues in urine a constraint for using urine as a fertilizer [en ligne]. Thèse de l'Université technique de Hambourg harburg, 2009, 118 p. Disponible sur : http://doku.b.tu-harburg.de/volltexte/2009/557/pdf/PhD_Thesis_Winker.pdf (consulté le 26.11. 2012)
 - ZHOU-Yunxin (2006) New Countryside Ecosan : Construction in Nanning City

6 ANNEXES

ANNEXE 2. : Données bibliographiques

a. Norme AFNOR de valorisation amendement ou engrais de matières fertilisantes organiques et minéraux, et exigences de valorisation des sous-produits issus de traitement biologiques des eaux et à intérêts agronomiques

Tableau 23: Norme AFNOR de valorisation amendement ou engrais de matières fertilisantes organiques et minéraux, et exigences de valorisation des sous-produits issus de traitement biologiques des eaux et à intérêts agronomiques (AFNOR, 2009).

Exigences	Normes AFNOR				Matières d'intérêts agronomiques	
	Amendements Organiques (NFU 44051)	Engrais organiques (NFU 42001)	Engrais organo-minéraux (NFU 42001 & 42002/1)	Compost de boues de STEP (NFU 44 095)	Urines	Matières fécales
Qualité	N, P et K .organique M.B N, P et K < 3%	N, P et K organique M.B N ou P ou K ≥ 3%	N organique M.B ≥ 1% N ou P ou K M.B ≥ 3% N + P + K M.B ≥ 7 %	N, P et K M.B < 3% N + P + K M.B < 7 %	N= [15-18%] P= [2.5-5%] K= [3-4.5%]	N = [5-7%] P = [3-5.4%] K= [1-2.5%]

Innocuité				<ul style="list-style-type: none"> - E. coli (10^4/g M.B.) - Entérocoques (10^5 /g M.B.) - Salmonelles (Absence dans 1g de M.B.) - Clostridium perfringens <p style="text-align: center;">Cultures : 10^3/g MB</p> <p style="text-align: center;">Cultures maraichères : 10^2/g MB</p> <ul style="list-style-type: none"> - Œufs d'Helminthes viables (Absence dans 1g de M.B.) 		
-----------	--	--	--	--	--	--

b. **Survie des pathogènes au cours du compostage des résidus de TS (Gotaas, 1959 ; Feachem et al., 1983 ; Jenkins, 2005).**

Tableau 24 : Survie des pathogènes au cours du compostage des résidus de TS (Gotaas, 1959 ; Feachem et al., 1983 ; Jenkins, 2005).

Familles de pathogènes	Espèces	Sur trois mois de stockage dans les toilettes sèches à compost	En condition de Compostage Thermophiles
Bactéries	E. coli	Probabilité d'élimination	Éliminés en 20 mn à 60°C ; 1h à 55°C
	Salmonelles	Possibilité de survie en petit nombre	Éliminés en 20heures à 60 °C ; 30mn à 55°C
Helminthes	Œufs d'ascaris	Bonne survie	Éliminés en 2h à 55°C, en 20H à 50°C et 200 H à 45°C.

ANNEXE 3. Modes opératoires

a. **Programme d'analyse des matrices**

Tableau 25 : Programme d'analyse des matrices.

Classe	Méthode	Unité
Analyses globales		
Matière sèche (MS)	Matière sèche (Boue ; Sédiment) NF EN ISO/IEC 17025:2005 COFRAC I-1488	% _{MH}
Matière organique (MV)	Matière volatile Méthode Interne adaptée de XP P 94-04	% _{MH}
pH	pH extrait à l'eau (dilution 1/10 à l'eau déminéralisée) NF EN 12176	
DCO liquide	Méthode HACH N° 8000	mg/g _{MS}
CAE	Dewar Test	Δ□ (°C)
ARS	Ligne directrice 304A de l'OCDE	mgO ₂ /g _{MS}
ARD	Protocole mis au point par le LGCIE sur la base du test DRI (Dynamic Respirometric Indexes) développé par Adani et al., (1996)	mgO ₂ /g _{MS}
Analyses agronomiques		
Azote selon Kjeldahl (NTK)	Azote selon Kjeldahl ; ISO/IEC 17025:2005 COFRAC I-1488 ; Minéralisation et volumétrie - NF EN 13342	g.kg ⁻¹ _{MS}
Azote nitrique	Méth. Griess	
Phosphore (P ₂ O ₅)	Eau Régale-ICP	
Potassium (K ₂ O)	Eau Régale-ICP	
Calcium (CaO)	Eau Régale- ICP	
Magnésium (MgO)	Eau régale-ICP	

Analyses biologiques		
<i>Escherichia coli</i>	NF EN ISO16649-2	/g
<i>Clostridium perfringens</i>	V 08-056 (04/94) modifié.	/g
Entérocoques	NF EN ISO 7899-1	Npp
<i>Salmonella</i>	NF V 08-052 (05/97)	/25g
Recherches œufs d'Helminthes avec viabilité	par triple flottation (XPX 33 – 017 1.5g V _ RHELFBV)	/1,5g
Analyse Micropolluants		
Micropolluants pharmaceutiques	<ul style="list-style-type: none"> - Extraction accélérée par le solvant (ASE) et purification par SPE : pour la Ciprofloxacine - Extraction en phase liquide assistée par les sels et purification par SPE dispersive (QuEChERS®) - Analyse par LC/MSMS en mode d'ionisation electrospray positif et négatif. 	Ng/g
Stupéfiants	<ul style="list-style-type: none"> - Technique d'extraction pour le screening des tissus □ Recherche large. - Techniques spécifiques des 3 familles de stupéfiants (cocainiques, amphétaminiques, cannabinoïdes). - Techniques spécifiques de recherche des benzodiazépines 	Ng/g

b. Test de capacité d'auto échauffement

La capacité d'Auto – Echauffement est également un test qui permet d'évaluer le degré de biodégradabilité de nos matrices soumises aux essais. Elle est réalisée en vase DEWAR, sur dix jours d'incubation avec des mesures en continue de la montée en température du compost. Les résultats exprimés sur ΔT ($\Delta T = T_{\text{Max}} \text{ matrice} - T_{\text{amb}}$) permettent de classer les matrices dans une gamme de stabilité – biodégradabilité des compost (Brinton et al., 1995). Dans le cas notre étude, l'évaluation de la CAE a été intégrée dans l'objectif de faire ressortir des informations complémentaires à l'activité respiratoire en condition statique sur les montées en température sous l'effet des proportions de matrices initiales. Quatre essais ont été effectués (25%, 35%, 50%, 100%, RTS) comparativement à l'essai matrice témoin 100% déchet organique, et 1,5 kg_{MH} de matrice ont été utilisés.

Remarque : le test a été effectué dans une salle non thermostatée donc sous les contraintes de variation de la température ambiante. Le ΔT a été calculé entre le T_{Max} des matrices et le T_{amb} moyen de la salle au cours des essais.

c. Activité respiratoire en conditions statiques

Cinq matrices sont été testées (25%, 35% DV, 50%, 100%, RTS) comparativement à la matrice témoin 100% déchet organique. La respiration a été mesurée à partir de la consommation de dioxygène par les microorganismes du compost. Pour cela, 10 g de compost humide (RTS et DV) à leur capacité au champ et proportions respectives ont été placés dans un jarre ARS de 900 ml contenant une nacelle porte béccher, un manchon en caoutchouc un béccher contenant 30 ml de soude à 2,5 N. La soude piège le dioxyde de carbone présent initialement dans le flacon et celui dégagé au cours de la respiration. Le compost est incubé pendant 10 jours à 20°C. Le système OxiTop OC 110 mesure en continu la dépression dans le flacon et permet de calculer une consommation d'O₂. Les résultats sont exprimés en mg d'O₂ consommé par g de MS.

Quatre essais ont été effectués (25%, 35%, 50%, 100%, RTS) comparativement à l'essai matrice témoin 100% déchet organique, et dix grammes de MH de matrice finale ont été utilisés. Les proportions de mélange entre matrice tiennent compte de l'humidité 80% pour les RTS et 66% pour les déchets organiques à leur capacité de rétention en rétention eau.

ANNEXE 4. : Données expérimentales

a. Mesures de capacité d'auto - échauffement et description de la stabilité - biodégradabilité des matrices d'étude

Tableau 26 : Mesures de capacité d'auto - échauffement et description de la stabilité - biodégradabilité des matrices d'étude selon Brinton et al., (1995).

Substrat	T _{max} (°C)	T _{amb} (°C)	Auto-échauffement Δ(°C)	Classe de stabilité	Description de la classe	Qualité de la matière
Témoin	66,3 ± 1,3	23 - 30	39,3	II	Compost jeune ou très actif	Biodégradabilité élevée
25% RTS	63,4 ± 1,4	21 - 26	39,9	II	Compost jeune ou très actif	Biodégradabilité élevée
35% RTS	59,6 ± 5	27 - 30	34,3	II	Compost jeune ou très actif	Biodégradabilité élevée
50% RTS	56,8 ± 4	21 - 27	32,8	II	Compost jeune ou très actif	Biodégradabilité élevée
100% RTS	33,2 ± 0,4	23 - 30	7	V	Très stable, le compost bien mature	Très faible biodégradabilité

b. : Plage de précision des appareils de mesure

Tableau 27: Plage de précision des appareils de mesure.

Dispositif	Appareil	Gaz mesuré	Résolution d'affichage	Exactitude / Précision
Banc respirométrique	Analyseur Xstream	Dioxyde de carbone		0 – 50 ppm
	Sonde Oxygène (GS Oxygen Sensor KE)	Oxygène		±1 %
Pilote de compostage	Sprint V4	Oxygène	0,1 %	± 0,2 %
		Monoxyde de carbone	1 ppm	<20 ppm ; ±3 ppm >20 ppm ; ±3 %
		Dioxyde de carbone	0,1 %	±0,2 % v/v
		Monoxyde d'azote	1 ppm	±5 ppm
	Analyseur GA2000	H ₂ S	0 – 500 ppm	
		CH ₄	± 0,5%	
		NH ₃		
Sonde électrochimique (Icare otus)	Oxygène			0.1%

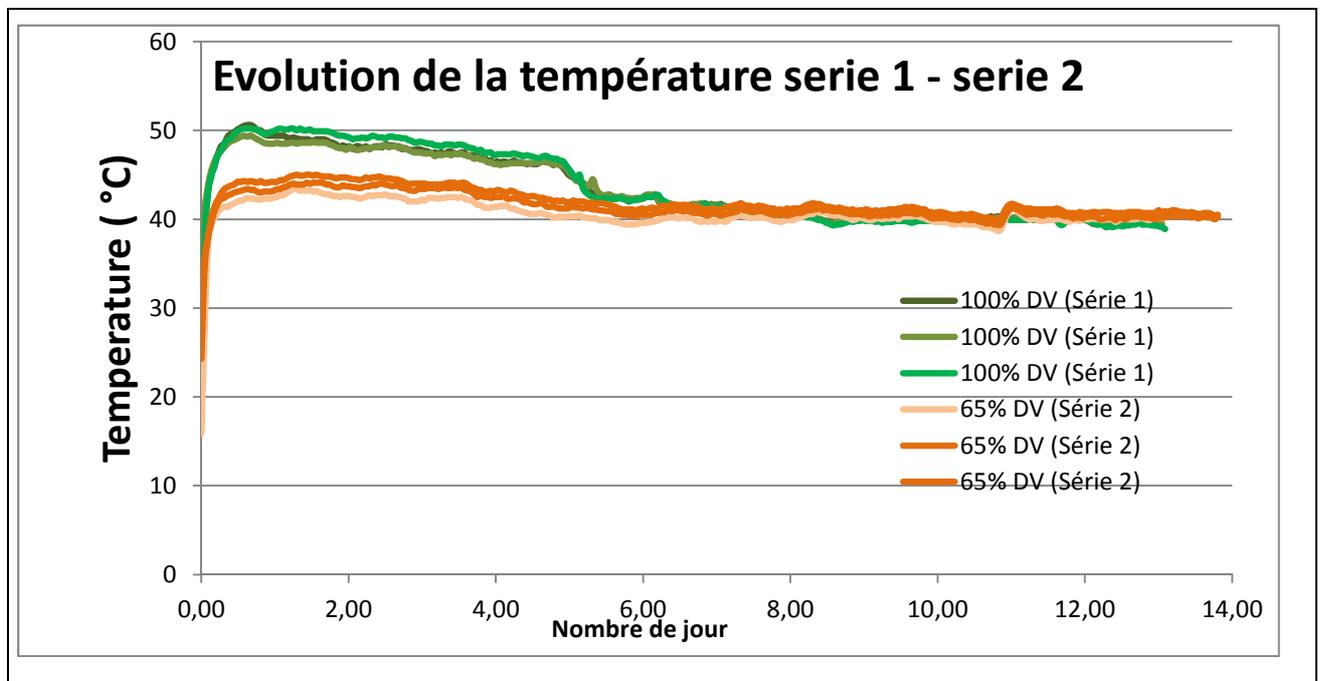
supervision)			
--------------	--	--	--

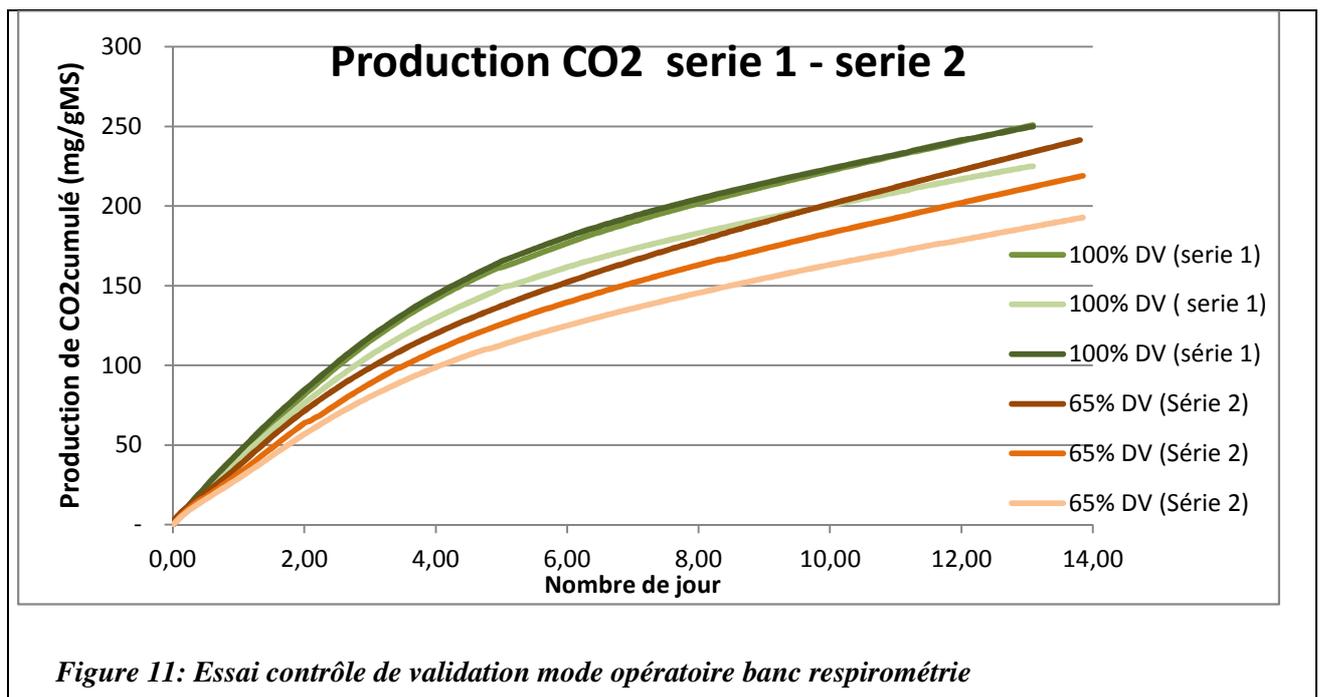
c. : Etalonnage des rotamètres du banc de respirométrie.

Tableau 28 : Etalonnage des rotamètres du banc de respirométrie.

Débits lus sur le Brooks <i>l/min</i>	Graduations sur rotamètres (lecture au milieu du flotteur)		Pression relative mesurée en parallèle <i>mbar</i>
	Réacteur N° 1	Réacteur N° 8	
0,1	9	9	1052
0,2	19	19	1114
0,3	28	29	1176
0,4	35	35	1243
0,5	41	41	1310
0,6	47	46	1380
0,7	52	51	1456
0,8	57	57	1532
0,9	62	62.5	1612
1	Atteinte limite de lecture	Atteinte limite de lecture	ND

d. Essai de contrôle de validation du mode opératoire « banc respirométrie »



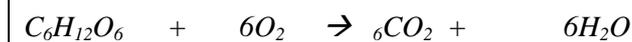


ANNEXE 5. Equations et expression des calculs théoriques

a. Equation générale de dégradation de la matière organique (cas du glucose).

Équation 1 : Equation générale de dégradation de la matière organique (cas du glucose).

Sustance organique + Oxygène → Gaz carbonique + Eau



b. Taux de conversion de la matière organique.

Équation 2 : Taux de conversion de la matière organique.

$$\text{Taux de conversion : } \tau(\%_{MV}) \square = Q_{CO_2} * \frac{MM_{subst.org}}{MM_{CO_2}} * \frac{1}{1000} * 100 * \frac{100}{MV_{\%MS}}$$

c. Equation de cinétique d'ordre 1

Équation 3: Equation de cinétique d'ordre 1

$$Q_{CO_2} = Q_{CO_2} \max(1 - \exp(-k * t))$$

d. Bilan eau

Équation 4: Bilan eau

$$Eau_{déchét}^t = Eau_{déchét}^{t0} + Humidité_{Air Entrant} - Eau_{Bio.Produite} - Q_{Lixiviat} - Eau_{Condensat}$$

e. Bilan matière organique

Équation 5: Bilan matière organique

$$MO_{déchét}^t = MO_{déchét}^{t0} - MO_{Bio. dégradée}$$

f. Cinétique de biodégradation

g. La cinétique de biodégradation de la matière organique a été déterminée en utilisation l'équation de cinétique d'ordre 1 (Equation de cinétique d'ordre 1

Équation 3) et la méthode de différence finie avec la résolution solveur de recherche de la solution minimal pour les sommes des différences (méthode des différences finies)

h. Taux de conversion de la matière organique

i. Le taux de conversion de la matière organique a été calculé en utilisant l'Taux de conversion de la matière organique.

Équation 2. La masse molaire de la substance organique utilisé est celle du glucose. Les pourcentages de matières volatiles (%MV) sont propres à chaque matrice.

j. Bilan de masse d'eau

k. Le bilan de masse d'eau dans le déchet a été calculé en utilisant la formule de l'Bilan eau

Équation 4. Cette équation tient compte de la masse totale de déchet dans le réacteur au cours des essais.

(1) **L'humidité du déchet** au temps $t=0$

$$\text{Eau}_{\text{déchet}}^{t0} = \text{Masse humide déchet réacteur} * \% \text{ humidité}$$

(2) **L'humidité de l'air entrant** est estimée à travers l'équation des gaz parfaits $P_{\text{sat}} * V_{\text{air}} = nRT$.

Nous pouvons déterminer la pression de vapeur saturante expérimentalement par l'application de la loi de Clapeyron. En considérant que la vapeur d'eau se comporte comme un gaz parfait et le volume molaire de liquide est très petit nous avons la relation suivante:

$$L \text{ vap} = T (V_{\text{liq}} - V_{\text{gaz}}) \frac{dp}{dT} = -T * V_{\text{gaz}} * \frac{dp}{dT}; \text{ d'ou } \frac{dp}{p} = \frac{L}{R * T^2} * dT.$$

En intégrant l'équation, nous obtenons : $L n \frac{p}{p_{\text{ref}}} = - \frac{Lv}{R} * \left(\frac{1}{T} * \frac{1}{T_{\text{ref}}} \right)$ avec $p_{\text{ref}} = 1 \text{ atm}$, $T_{\text{ref}} = 100^\circ$

$$C = 373 \text{ K et } Lv = 40550 \text{ J.mol}^{-1}$$

$L n P_{\text{sat}} = 13.8 - \frac{5150}{T} = A - \frac{B}{T}; B = \frac{Lv}{R};$ (P_{sat} est la pression de saturation de l'air, A la constante d'intégration, L la chaleur latente de vaporisation, R la constante de vapeur d'eau, T la température d'équilibre

Cette formule tient compte de la valeur moyenne de la température de l'air dans la boucle d'analyse qui est continuellement ré-circulé dans le réacteur au cours de l'essai, soit $29^\circ\text{C} = 302\text{K}$

Nous obtenons alors $P_{\text{sat}} = 0.0386 \text{ atm}$

La masse de l'air saturée se déduit à travers l'équation suivante :

$$\frac{m}{M} = n = \frac{P_{sat} \cdot V_{air}}{R \cdot T} ; V_{air} \text{ cumulé entrant dans le réacteur en litre ; } R = 0.082 \text{ atm.L.mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}; M =$$

masse molaire eau (soit 18g/mol)

$$m = M_{H_2O} \frac{P_{sat} \cdot V_{air}}{R \cdot T}$$

(3) $L'_{Eau}_{Bio. Produite}$ est déterminée par l'équation générale du phénomène de dégradation de la matière organique.

$$L'_{Eau}_{Bio. Produite} = Q_{CO_2} * \frac{MM_{Eau}}{MM_{CO_2}} * Masse Sèche$$

(4) $Q_{Lixiviat}$ est la quantité de lixiviat recueillie en fin d'essai dans le réacteur.

(5) $Eau_{Condensat}$ est le volume de condensat recueilli en sortit des réacteurs par les refroidisseurs et au niveau des condenseurs de la boucle principale

I. Bilan de matière organique

m. Le bilan de matière organique dans le déchet a été calculé en utilisant la formule de l'Bilan eau

Équation 4. Cette équation tient compte de la masse totale de déchet dans le réacteur au cours des essais.

$MO_{déchet}^{t0}$ est la matière organique initiale du déchet dans le réacteur.

$MO_{Bio. dégradée}$ est la matière organique biologiquement dégradée par les micro-organismes. Elle se traduit par la production de CO_2 , et son calcul se déduit à travers les valeurs de taux conversion des matières volatiles ($\tau(\%_{MV})$) référencées sur le **Tableau 14**.

$$MO_{Bio. dégradée} = MO_{déchet}^{t0} * \tau(\%_{MV})$$

ANNEXE 6. : Images de dispositifs et appareils expérimentaux

a. Schéma globale banc respirométrique

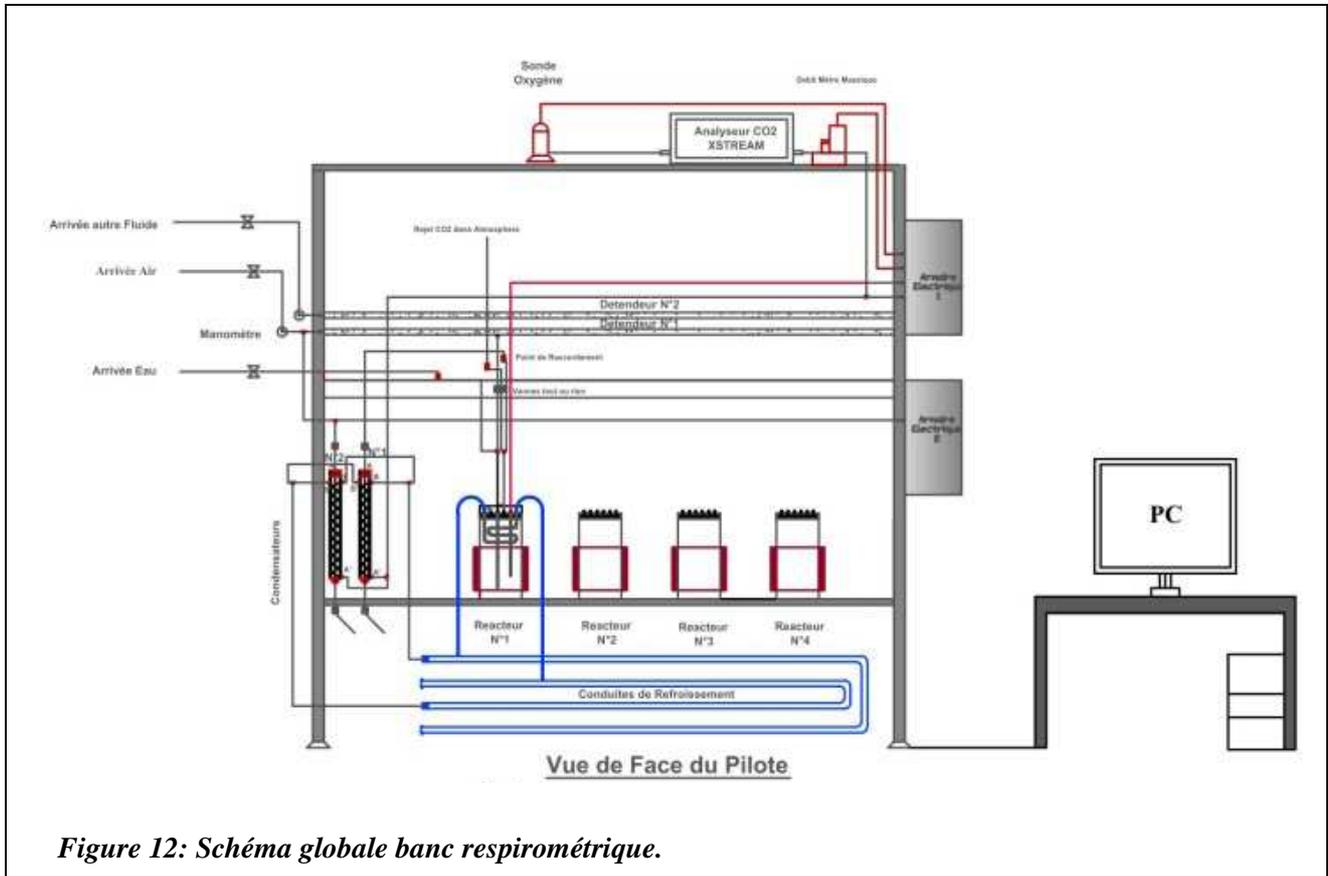


Figure 12: Schéma globale banc respirométrique.

b. Photo du banc respirométrique



Figure 13 : Photo du banc respirométrique.

c. Dispositif expérimental du test ARS



Figure 14: Dispositif expérimental du test ARS.

d. Analyseur Sprint V4 à mesure d'O₂, CO₂ et composés azotés volatils



Figure 15 : Analyseur Sprint V4 à mesure d'O₂, CO₂ et composés azotés volatils