

Maîtrise de la méthanisation des fumiers équins et valorisation du digestat en substrat de culture des champignons.

**Delgenès J.P.¹, Torrijos M.¹, Dumas C.¹, Savoie J.M.², Védie V.³, Evanno S.⁴,
Zdanevitch I.⁴, Affeltranger B.⁴, Ribeiro T.⁵, Dupin D.⁶, Battistini B.⁷, Crépon R.⁷**

(1) LBE. INRA. Avenue des étangs. 11 100 Narbonne.

(2) MycSA. INRA. BP 81. 33883 Villenave d'Ornon Cedex

(3) C.T.C. 22 rue Bizard-Munet. 49 400 Distre.

(4) INERIS. Parc technologique Alata. BP 2. 60 550 Verneuil sur Halatte.

(5) Institut LaSalle Beauvais. Rue Pierre Waguet. 60 026 Beauvais.

(6) A.N.I.C.C. 44 rue d'Alésia. 75 014 Paris.

(7) Cuma du Pays Sud Oise. 18 bis Avenue du Général Leclerc. 60 500 Chantilly.

Correspondance : delgenes@supagro.inra.fr

Résumé

L'étude 8068 contractualisée entre le Ministère de l'agriculture, de l'alimentation, de la pêche, de la ruralité et de l'aménagement du territoire et la Cuma du Pays Sud Oise et ses partenaires a pour objectif et objet d'examiner la possibilité d'intégrer une étape de valorisation énergétique au sein de la filière actuelle de gestion des fumiers équins, laquelle les utilise comme support de production du champignon de couche. Les travaux de recherche consistent d'une part à étudier l'aptitude des fumiers équins bruts ou prétraités à être méthanisés seuls ou en présence de co-substrats, avec évaluation des risques et nuisances associés, et d'autre part à définir les modalités d'utilisation du digestat de méthanisation comme ingrédient des substrats pour la culture et production des champignons de couche.

Les partenaires techniques impliqués dans la réalisation du projet et destinataires de financements CASDAR sont la Cuma du Pays Sud Oise (Chantilly), le Laboratoire de biotechnologie de l'environnement (INRA, Narbonne), l'Unité de mycologie et sécurité des aliments (INRA, Bordeaux), le Centre technique du champignon (Distre), l'Association nationale interprofessionnelle du champignon de couche (Paris Alésia), l'INERIS (Verneuil en Halatte) et l'Institut polytechnique Lasalle Beauvais (Beauvais).

Les sept actions du programme de travail sont 1) étude de la biodégradation par digestion anaérobie des fumiers de cheval sur pailles de blé et copeaux de bois, seuls ou en présence de déchets verts et de graisses (LBE-INRA), 2) valorisation du digestat comme ingrédient initial du compostage pour la culture du champignon de couche (MycSA-INRA), 3) évaluation agronomique des substrats et des sous-produits issus de la méthanisation fournis par les autres partenaires et intégrés à différents stades de la culture du champignon (CTC), 4) évaluation environnementale et analyses des risques sanitaires (EQRS) et des nuisances olfactives associés aux différents procédés mis en œuvre (INERIS), 5) évaluation de l'intérêt, sur la matière organique lignocellulosique, d'un prétraitement adapté à la cinétique de méthanisation et proposition d'approches raisonnées de codigestion de matière à l'issue du prétraitement (Institut Polytechnique Lasalle Beauvais), 6) coordination avec les composteurs et producteurs de champignons pour les expérimentations en liaison avec le Centre Technique du Champignon. Diffusion auprès des acteurs de la branche professionnelle des enseignements tirés de ce programme expérimental (ANICC), et 7) coordination administrative et financière de l'étude 8058 (CUMA du Pays Sud Oise, en tant que chef de file).

Les résultats marquants issus de cette étude sont les suivants : (i) le potentiel méthane du fumier équin est digne d'intérêt, plus particulièrement pour le fumier sur paille, (ii) une production stabilisée et performante de méthane a pu être obtenue en réacteurs secs continus thermophiles à partir de

substrats mixtes à base de fumier équin, (iii) les prétraitements physico-chimiques permettent d'améliorer la biodégradabilité anaérobie de la paille, constituant majeur du fumier équin, (iv) la composition du biogaz de fumier équin en composés organiques volatils est diverse, (v) la voie de valorisation par méthanisation-compostage apparaît comme plus intéressante d'un point de vue environnemental que le système actuel qui consiste à transporter et utiliser le fumier directement dans les champignonnières, (vi) il existe des limitations à l'utilisation des digestats de fumier équin comme ingrédient du substrat de culture des champignons.

Mots clefs : Analyse de cycle de vie (ACV), ATEX, biogaz, champignon de couche, composés organiques volatils, compostage, microondes, ozonation, paille, potentiel méthane.

Abstract: Controlling biogas production from horse manure and use of digestate as substrate for mushroom production.

Study No. 8068 contracted between the Ministry of Agriculture, Food, Fisheries, Rural Affairs and Spatial Planning and the CUMA Pays Sud Oise and its partners aims at examining the possibility of incorporating a step for energy recovery in the sector of horse manure management (horse manure is currently used as support for production of mushroom). The research consists on the one hand to study the ability of horse manure (alone or in the presence of co-substrates) to be converted into biogas, with evaluation of risk assessment and associated nuisances, and secondly to define the conditions of use of digestate as a substrate for mushroom cultivation and production.

Technical partners involved in the project are: the CUMA Pays Sud Oise (Chantilly), the Laboratory for Environmental Biotechnology (INRA, Narbonne), the Unit of Mycology and Food Safety (INRA, Bordeaux), the Technical Centre for Mushroom (Distré), the National Interprofessional Association for Mushroom (Paris Alesia), INERIS (Verneuil en Halatte) and the Polytechnic Institute Lasalle Beauvais (Beauvais).

The work program is organized into seven actions:

- Action 1: study of biodegradation, by anaerobic digestion, of manure horses (LBE-INRA)
- Action 2: use of digestate as an ingredient of initial composting for mushroom cultivation (MycSA-INRA)
- Action 3: agronomic evaluation of digestate with its integration at different stages of mushroom cultivation (CTC)
- Action 4: environmental Assessment and analysis of health risks and odors associated with anaerobic digestion (INERIS)
- Action 5: study of the pretreatment of horse manure for enhancement of biogas (Institut Polytechnique LaSalle Beauvais)
- Action 6: coordination with compost and mushroom producers for experiments in conjunction with the Technical Centre for Mushroom, Dissemination of results from this experimental program (ANICC).
- Action 7: administrative and financial coordination of the study 8058 (CUMA Pays Sud Oise, as leader).

Significant results from this study are: (i) the methane potential of horse manure is attractive, especially for straw horse manure, (ii) a stable and efficient production of methane could be obtained in continuous dry thermophilic reactors from mixed substrates with horse manure, (iii) the physico-chemical pretreatment can improve the anaerobic biodegradability of wheat straw, a major constituent of horse manure, (iv) the composition of biogas from horse equine in volatile organic compounds is diverse, (v) the process including the anaerobic digestion of horse manure + digestate composting appears to be more interesting from an environmental point of view than the current process of horse manure management, (vi) there are limitations to the use of digestate as an ingredient of mushroom growing substrate.

Keywords: Life cycle analysis (LCA), ATEX, biogas, mushroom, volatile organic compounds, composting, microwave, ozonation, wheat straw, biochemical methane potential.

Introduction

Le nombre de cavaliers augmente d'années en années, la filière *cheval*, en France, se caractérisant par un effectif actuel de plus de 500 000 équidés. Son développement n'est pas sans poser des problèmes dans la gestion et l'élimination du fumier de cheval. Avec l'épandage sur cultures, la production de champignons est un des principaux débouchés pour le fumier équin. Cependant, la réduction et la restructuration de l'activité des champignonnières ont notamment entraîné une diminution des débouchés possibles, conduisant de nombreux professionnels à supporter un coût non négligeable pour l'enlèvement de leur fumier. La valorisation des déchets organiques agricoles doit être réfléchie dans une logique de développement durable et de gestion territoriale, et, dans ce contexte, la digestion anaérobie possède des caractéristiques très intéressantes. La méthanisation ou digestion anaérobie transforme la matière organique des déchets en méthane et gaz carbonique. Ce biogaz peut être valorisé sous forme de gaz après injection en réseaux, de chaleur, d'électricité, de carburant. La méthanisation conduit également à la production d'un digestat pouvant être utilisé comme amendement organique pour les terres agricoles ou comme supports de culture. Dans ce contexte, les écuries de l'aire cantilienne regroupées sous la Cuma du Pays Sud Oise ont développé, en partenariat avec le Ministère de l'agriculture, de l'alimentation, de la pêche, de la ruralité et de l'aménagement du territoire, un projet de recherche visant à étudier le traitement du fumier équin par méthanisation et la valorisation du digestat produit comme ingrédient des supports de culture pour la production de champignons de couche. Le projet a reposé sur un partenariat entre le Laboratoire de biotechnologie de l'environnement (INRA, Narbonne), l'Unité de mycologie et sécurité des aliments (INRA, Bordeaux), le Centre technique du champignon (Distré), l'Association nationale interprofessionnelle du champignon de couche (Paris Alésia), l'INERIS (Verneuil en Halatte) et l'Institut polytechnique Lasalle Beauvais (Beauvais).

Ce projet s'est articulé en quatre volets dont les objectifs étaient les suivants :

- 1- étudier la faisabilité technique de la digestion anaérobie en voie sèche des fumiers équins, et évaluer leur co-digestion avec des déchets verts non ligneux et des graisses de restauration,
- 2- étudier la faisabilité technique des prétraitements de type microondes et ozonation sur des fumiers équins en amont de la digestion anaérobie, ceci en vue d'optimiser la production de méthane en améliorant la transformation des composés difficilement ou lentement dégradables,
- 3- évaluer les risques technologiques, sanitaires et environnementaux inhérents à la mise en place et au fonctionnement d'une installation de méthanisation des fumiers équins,
- 4- étudier l'aptitude du digestat de méthanisation à être incorporé au substrat de production des champignons, et à en définir le positionnement dans le schéma de culture ainsi que les modalités techniques.

1. Etude de la biodégradation, par digestion anaérobie, des fumiers équins.

Le fumier équin peut constituer un substrat de choix pour la production de bioénergie, notamment par méthanisation. Les objectifs des travaux sont d'une part d'effectuer une caractérisation approfondie du fumier afin de déterminer sa biodégradabilité anaérobie et son potentiel énergétique et d'autre part d'apporter des éléments de performances d'un réacteur anaérobie fonctionnant en voie sèche et alimenté avec du fumier équin. L'évaluation d'une co-digestion avec des déchets verts non ligneux et des graisses est également effectuée.

1.1 Caractérisation des fumiers équins et mesure de leur potentiel méthane.

Deux types de fumiers sont générés sur les écuries de l'aire cantilienne : le fumier sur paille de blé et le fumier sur copeaux de bois. Leurs caractéristiques physico-chimiques sont présentées dans le Tableau 1.

Paramètres mesurés	Unité	Fumier sur paille de blé	Fumier sur copeaux
Matière Sèche (MS)	g/kg	671,3	542,4
Matière Volatile (MV)	g/kg	572,7	500,1
Rapport MV/MS	-	0,85	0,92
DCO	gO ₂ /gMS	0,93	1,04
Carbone total (C)	gC/100gMS	29,15	45,68
Azote total (N)	gN/100gMS	1,62	1,30
Phosphore total (P _t)	gP/100gMS	0,48	0,38
Rapport C/N	-	18	35

Tableau 1 : Caractéristiques physico-chimiques des fumiers équins de l'aire cantilienne.

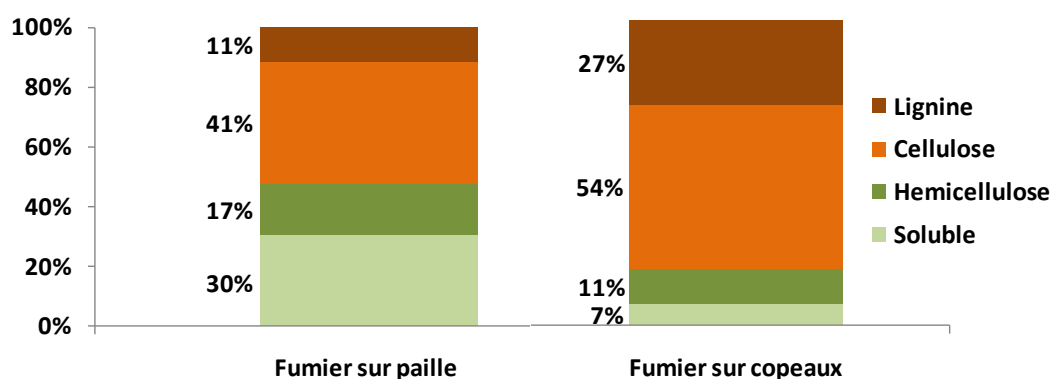


Figure 1 : Caractérisation de la matière organique des fumiers selon la méthode Van Soest.

Le rapport C/N du fumier sur paille de blé est de 18 contre 35 pour le fumier sur copeaux de bois. Cette différence est principalement due à la plus grande teneur de carbone total dans le second fumier (Tableau 1). Par ailleurs, Les résultats de la caractérisation de la matière organique selon la méthode Van Soest (Figure 1) indiquent que la part de la fraction assimilée à la lignine dans le fumier sur copeaux de bois (27 %) est plus de deux fois supérieure à celle contenue dans le fumier sur paille de blé (11 %).

Ces différences de composition biochimique ont un impact sur la valeur énergétique des deux types de fumiers. Les potentiels méthane ultimes (BMP) des fumiers mesurés en conditions discontinues et thermophiles sont : 289 ml CH₄ / g MV_{fumier} pour le fumier sur paille de blé et 100 ml CH₄ / g MV_{fumier} pour le fumier sur copeaux de bois. La teneur en lignine est élevée pour les deux types de fumier et particulièrement pour celui sur copeaux de bois, ce qui peut expliquer son plus faible BMP. Concernant le fumier sur paille, les résultats de BMP sont conformes à ceux rapportés dans la littérature (Kush et al, 2008).

Les différences observées pour les valeurs BMP ont été confirmées en réacteurs. Des essais de dégradation du fumier en réacteurs alimentés en conditions semi-continues et thermophiles donnent des valeurs en potentiels méthane de 170 ml CH₄/g MV_{fumier} pour le fumier sur paille de blé et de 40 ml CH₄/g MV_{fumier} pour le fumier sur copeaux de bois.

1.2 Méthanisation par voie sèche thermophile du fumier équin pailleux en présence de co-substrats.

Conformément aux gisements présents sur l'aire cantilienne, des expérimentations de co-digestion du fumier équin ont été pratiquées en réacteurs secs thermophiles, avec des déchets verts non ligneux et des déchets gras.

Les réacteurs en voie sèche utilisés (40 l et 15 l) disposent des mêmes caractéristiques techniques (Figure 2). Le volume utile du réacteur de 40 l est de 33 l, et celui du réacteur de 15 l est de 10 l.

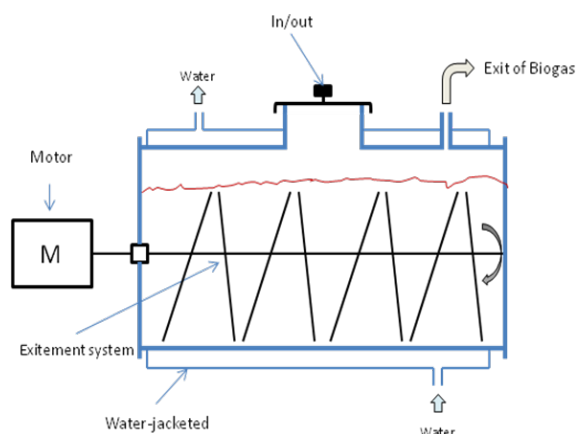


Figure 2 : Réacteur de 15 L en voie sèche (gauche) et vue schématique (droite).

Des essais en réacteur de 40 l alimenté en mode semi-continu à une charge volumique appliquée de 5,5 gMV/l/j, ont été réalisés sur une période de 75 semaines afin d'identifier la stabilité et les performances du procédé dans les conditions d'alimentation choisies. Dans ces conditions opératoires, le fumier pailleux présente une production spécifique de 245 ml CH₄/gMV. Le mélange « fumier pailleux + déchets verts (90/10) » donne une production spécifique allant de 260 à 320 ml CH₄/gMV selon que le fumier soit respectivement semi-sec ou frais. Le bilan matière a été réalisé sur la période où le réacteur fonctionne en co-digestion fumier pailleux + déchets verts (Figure 3).

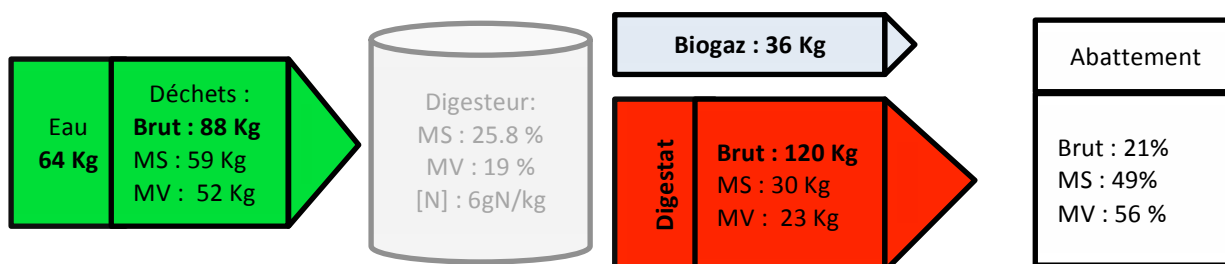


Figure 3 : Bilan matière sur les entrants et les sortants réalisés sur 50 semaines.

Le bilan matière, calculé sur une période de 50 semaines, met en évidence des performances d'abattement du substrat intéressantes. En effet, 21% de la matière brute sont transformés en biogaz et 49 % de la matière sèche sont transformés en biogaz (soit une valorisation de 56 % des MV en biogaz). Le biogaz produit est composé de 52 % de méthane en moyenne, ce qui est suffisant pour être valorisé.

Des essais de co-digestion en réacteur de 15 l ont été réalisés pour étudier l'effet de l'ajout de résidus gras sur les performances de méthanisation du mélange « fumier pailleux + déchets verts ».

(90/10) ». Les deux résidus étudiés ont été la graisse de friture et la glycérine (Torrijos et al, 2008). Tous deux augmentent la production spécifique du mélange, avec un écart de 60 ml CH₄/gMV pour l'ajout de glycérine (à un taux de 20%) et de 30-40 ml CH₄/gMV pour l'ajout de graisses (à un taux de 5 %). Les productions spécifiques moyennes calculées varient :

- de 730 à 1450 ml CH₄/gMV pour la graisse, le potentiel méthane théorique étant de 1200 mL CH₄/gMV.
- de 510 à 650 ml CH₄/gMV pour la glycérine, le potentiel méthane théorique étant de 430 ml CH₄/gMV.

Le calcul du bilan matière met en évidence que 20 % de la matière brute, 50 % de la matière sèche et 56 % de la matière volatile sont transformées en biogaz. D'après les résultats obtenus, un effet synergique est suggéré, ainsi qu'un phénomène d'accumulation de la matière volatile. L'observation des débits de biogaz, qui renseignent sur les profils de dégradation des substrats, suppose que les déchets graisseux, qui sont des résidus rapidement biodégradables, sont dégradés au détriment des fractions plus lentement biodégradables du substrat binaire, dans les conditions expérimentales mises en œuvre, notamment en termes de charge appliquée aux réacteurs.

2. Etude de l'effet d'un prétraitement par microondes et par ozonation sur les performances de méthanisation des fumiers équins.

La structure du fumier équin ainsi que sa composition par la présence de lignine sont connues comme étant des facteurs limitant la digestion anaérobie. En effet, la lignine forme une barrière physique et limite l'adhésion et l'activité des enzymes. Un prétraitement peut permettre de casser la structure de la matière et d'améliorer l'accessibilité des enzymes à leurs cibles (Kumar et al, 2009 ; Salsabil et al, 2010 ; Jackowiak et al, 2011). L'objectif des travaux est donc d'étudier les effets d'un prétraitement de la matière ligno-cellulosique par microonde ou par ozonation, sur la solubilisation de la matière (bilan sur les matières sèches et organiques et la demande chimique en oxygène), ainsi que sur la digestibilité anaérobie (taux et cinétique de production de méthane).

En raison des soins apportés aux chevaux de course dans les écuries, le fumier équin s'apparente à une paille légèrement souillée par des matières fécales. De ce fait, les expérimentations ont été réalisées sur de la paille en tant que modèle, eu égard à sa composition lignocellulosique, les matières organiques issues des fèces étant considérées comme négligeables. La caractérisation de la paille utilisée (provenant des écuries de l'aire cantilienne) est présentée dans le Tableau 2.

	Paille
Matière sèche (%)	91,8 ± 0,1
Matière organique (%)	86,5 ± 0,1
DCO totale (mg/g matière brute)	1337 ± 61
NDF (%)	77,1 ± 0,2
ADF (%)	51,5 ± 0,2
ADL (%)	6,7 ± 0,1
Cellulose (%)	45 ± 1
Hémicellulose (%)	26 ± 1
Lignine (%)	7 ± 1

Tableau 2 : Caractéristiques de la paille utilisée

Les prétraitements ont porté sur l'utilisation des technologies microondes et ozonation, ainsi que sur la mise en œuvre de techniques chimiques et thermochimiques. Les tests ont été menés à l'aide d'un appareil microonde de laboratoire MARS-5 (CEM μ Wave S.A.S., France), fonctionnant à 2450 MHz,

avec une puissance allant de 40 à 1600 W, pour une température maximale de 260°C et une pression de 33 bars. L'ozonneur utilisé lors des prétraitements des matières lignocellulosiques est un ozonneur OZAT CFS-2G (Ozonla, France). Le réacteur d'ozonation est un flacon Schott Duran de 250 ml. Les tests sont réalisés dans des conditions de basses consistance : 1,5 g de paille brute et 200 ml d'eau distillée, à une concentration d'ozone de 45 g_{O3}/Nm³ et un débit de 0,125 Nm³/h, pour des doses d'ozone consommé entre 0,8 à 2,4 g_{O3}/g paille brute. L'ozone est diffusée dans le réacteur à l'aide d'un fritté. Les prétraitements chimiques ont été réalisés avec de l'acide chlorhydrique et de la soude à des concentrations de 0,1 g/g de matériel lignocellulosique brute (1,5 g), pour un volume d'eau distillée de 40 ou 100 ml. Les prétraitements thermo-chimiques ont été réalisés dans les mêmes conditions chimiques, mais couplés à un prétraitement par microondes.

Le prétraitement des pailles par microondes conduit à une solubilisation accrue de la matière et à une amélioration de leur digestibilité anaérobie. Les paramètres optimaux de prétraitement déterminés sont une température de consigne d'environ 150°C qu'il est préférable d'atteindre rapidement et sans pour autant maintenir cette valeur de température de consigne. Une augmentation de température au-delà de 150°C induit une augmentation de la solubilisation de la matière mais diminue la biodégradabilité de celle-ci. Les observations faites quant à la digestion anaérobie au travers des profils de potentiel méthane montrent qu'une élévation de la température favorise la production ultime de méthane ainsi que sa cinétique de production. En effet, il a été observé pour l'échantillon traité à 150°C par rapport au témoin non traité une amélioration de production de méthane de 28 % et une amélioration de 35 % en termes de cinétique de production pour atteindre les 80 % du volume maximal de méthane d'un échantillon non prétraité.

Tableau 3 : Productions de méthane, cinétiques de production et taux de dégradabilité obtenus après prétraitements de type microondes, ozonation, agents chimiques, combinaison microondes et agents chimiques.

	Production maximale de méthane (NL _{CH4} /kg _{VS})	Amélioration de la production de méthane ^a (%)	Temps pour atteindre 80 % ^b (jours)	Amélioration de cinétique ^c (%)	Dégradabilité maximale ^d (%)	Dégradabilité cellulose et hémicellulose ^e (%)
Non traité	256 ± 13	-	30,0	-	60	83
Ozone 15 min	301 ± 3	18	21,5	28	74	101
Ozone 45 min	309 ± 3	21	21,5	28	76	104
HCl seul	298 ± 8	16	26,0	13	73	99
NaOH seul	261 ± 3	2	21,0	30	64	88
MW	312 ± 5	22	18,0	40	77	105
MW + HCl	330 ± 1	29	19,0	37	82	112
MW + NaOH	322 ± 1	26	19,0	37	80	110

- a) Augmentation de la production de méthane, en pourcentage par rapport à la valeur de l'échantillon non traité
- b) Temps requis pour atteindre 80 % du maximum de la production spécifique de l'échantillon non traité (205 NL_{CH4}/kg_{VS})
- c) Gain de temps pour atteindre 80% du maximum de la production spécifique, en pourcentage par rapport à la valeur de l'échantillon non traité
- d) Production de méthane en pourcentage de la valeur maximale (401 NL_{CH4}/kg_{VS}), calculée à partir de la mesure de DCO de la paille
- e) Production de méthane en pourcentage de la valeur maximale (293 NL_{CH4}/kg_{VS}), estimée à partir des valeurs équivalentes de DCO en cellulose et hémicellulose par stœchiométrie

Le prétraitement des pailles par ozonation montre que le temps de traitement (15 min ; 45 min) n'a pas d'effet significatif sur la solubilisation de la matière. En effet, il n'a pas été constaté d'augmentation des valeurs de matière sèche, de matière organique et de DCO dans la phase soluble. Par contre, l'ozonation a permis d'améliorer la production de méthane et sa cinétique à partir de la matière lignocellulosique de la paille. Les volumes maxima de méthane produits pour les échantillons traités

pendant 15 et 45 min sont respectivement de 301 ± 3 and 309 ± 3 NL_{CH4}/kg_{VS}. En comparaison avec l'échantillon non traité dont le volume est de 256 ± 13 NL_{CH4}/kg_{VS}, une amélioration respective de production de méthane de 18 et 21 % est à noter.

L'objet des travaux a également été d'évaluer et de comparer le prétraitement de la paille par ozonation, les microondes -dans les conditions optimales définies ci-avant-, des milieux acides et basiques (par ajout d'HCl, de NaOH) et par des combinaisons de milieux acides et basiques avec des microondes, en évaluant leur impact sur la solubilisation de la DCO et sur la biodégradabilité anaérobie. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3.

En comparaison avec de la paille non prétraitée, tous les prétraitements conduisent à l'amélioration de la digestibilité anaérobie, avec une amélioration de la production maximale de méthane de 29% pour l'acide chlorhydrique couplé aux microondes, contre une amélioration de 22% pour les microondes. Par rapport à des prétraitements chimiques seuls, la combinaison de microondes a permis une augmentation de la production de méthane de 16 à 29% pour l'acide chlorhydrique, et 2 à 26% pour la soude, et une amélioration cinétique de 13 à 37% pour l'acide chlorhydrique, et 30 à 37 % pour la soude, par rapport à la paille non traitée.

Par ailleurs, compte tenu de la conversion théorique de la DCO en méthane, les résultats montrent que tous les prétraitements augmentent la dégradabilité de la paille. En considérant que seules la cellulose et l'hémicellulose sont biodégradables en conditions anaérobies, les productions de méthane, exprimées en DCO, indiquent que ces deux biopolymères sont totalement dégradés au bout de 60 jours pour la paille prétraitée par microondes, ozonation, et microondes combinées avec HCl et NaOH, alors que la dégradabilité n'excède pas 83 % pour l'échantillon non prétraité. Enfin, les résultats suggèrent également que la combinaison de prétraitements thermiques et chimiques pourrait augmenter la déstructuration de la matière lignocellulosique, et donc favoriser l'accessibilité des molécules convertibles à la biomasse cellulaire. En effet, des tests de potentiel méthane ont été réalisés sur la phase soluble isolée des échantillons prétraités par microondes et sur la fraction solide résiduelle. La valeur de DCO de la phase soluble aurait dû permettre de produire 42,85 normaux litres de méthane par kg de matière volatile. Cependant, la production réelle a été de 13,71 normaux litres, ce qui représente seulement 32 % de la valeur attendue par les calculs stœchiométriques. De plus, cette valeur de 13,71 litres n'explique que 21 % des 65,5 normaux litres par kg de matière volatile équivalent à l'augmentation de la production de méthane des échantillons prétraités à 150°C par rapport aux témoins non prétraités. Ces résultats suggèrent que, dans nos conditions, si seulement une fraction de DCO soluble peut être convertie en méthane, la plupart de la production finale (79%) de méthane vient de la fraction solide qui est probablement solubilisée petit à petit et puis convertie en méthane. La DCO soluble obtenue après prétraitement par microondes ne peut pas être corrélée à la production finale de méthane, ni par l'intermédiaire de sa dégradabilité intrinsèque, ni par l'intermédiaire du potentiel méthane final des matériaux lignocellulosiques. On peut dès lors supposer un changement structural de la paille lors des prétraitements par microondes.

Cette action a également étudié la balance énergétique. L'énergie calculée issue de la différence de production en méthane entre un échantillon traité et non traité ne compense pas l'énergie consommée par le prétraitement par microonde ou par ozonation pour les appareils et procédés utilisés.

3. Evaluation et analyse des risques associés à la méthanisation des fumiers équins.

Les objectifs des travaux sont de recenser et de caractériser les risques technologiques, sanitaires et environnementaux inhérents à la mise en place et à l'exploitation d'une unité de méthanisation. L'évaluation de ces risques est basée d'une part sur la réalisation d'expérimentations à l'échelle laboratoire et pré-pilote et d'autre part sur l'analyse de données techniques et réglementaires disponibles dans la littérature (Rapports INERIS).

3.1 Evaluation des risques accidentels

L'évaluation des risques inhérents au processus de méthanisation du fumier équin en mode mésophile et thermophile a été réalisée à l'aide du pilote de méthanisation de 5 litres en prenant en compte les différentes phases de fonctionnement. Il s'agissait notamment de suivre l'évolution des concentrations en méthane et H₂S au cours du temps, mais aussi d'oxygène afin d'évaluer le potentiel de formation d'une atmosphère explosive. Il ressort de cet essai que les risques associés ont été identifiés. Ils concernent notamment la phase de démarrage et les situations de dysfonctionnement ou d'intervention sur le procédé se traduisant par des entrées d'air dans le digesteur susceptibles d'entraîner la formation d'ATEX. Ces données sont complétées par l'étude générique que l'INERIS a réalisée pour le Ministère de l'Agriculture et de la Pêche en 2009 (Règles de sécurité des installations de méthanisation agricoles, rapport disponible sur le site ineris.fr). Cette étude identifie les zones dans lesquelles une ATEX est susceptible de se former au sein d'une installation type de méthanisation et elle liste aussi les mesures de sécurité qui doivent être appliquées pour maîtriser le risque d'explosion d'ATEX. Par ailleurs, les travaux ont abouti à une identification des barrières de sécurité nécessaires pour assurer la maîtrise des risques accidentels et une note de synthèse a été rédigée qui liste ces barrières en s'appuyant sur l'expertise de l'INERIS dans le cadre d'études de dangers d'installations équivalentes.

3.2 Evaluation des risques sanitaires

Il n'existe pas de données dans la littérature sur les composés organiques volatils (COV) en traces, contenus dans le biogaz issu de fumiers équins. Or, ces données sont nécessaires à la réalisation de l'évaluation des risques sanitaires, partie de l'étude d'impact à réaliser en vue de l'autorisation d'exploiter une installation classée pour la protection de l'environnement. Une expérimentation a donc été réalisée afin de mesurer la composition en COV de biogaz issus de fumiers équins en mélange avec divers co-substrats (paille, copeaux de bois, tontes de pelouse, graisses de restauration). Les prélèvements ont été réalisés en deux campagnes d'essais sur des réacteurs pilotes du LBE - INRA de Narbonne et analysés à l'INERIS.

Les biogaz produits à partir de fumiers équins testés contiennent peu de composés organiques à prendre en compte pour la réalisation d'une Evaluation quantitative des risques sanitaires (EQRS) : en particulier, aucun composé halogéné n'a été détecté. Les composés qui ont une Valeur toxicologique de référence (VTR) pour l'exposition par inhalation, présents dans ces biogaz, sont principalement les hydrocarbures aromatiques (benzène, toluène, styrène). Des composés n'ayant pas de VTR ont été mesurés en concentrations significatives, comme les terpènes. Par ailleurs, la présence de nombreux composés soufrés et cétoniques peuvent représenter une source d'odeurs qui seront à intégrer à l'étude d'impact du dossier de demande d'autorisation d'exploiter.

L'étude a également permis d'élaborer des recommandations pour la réalisation de l'évaluation des risques sanitaires liés à la production de biogaz, à la manipulation des intrants et du digestat, et à la valorisation du biogaz.

3.3 Evaluation environnementale d'une filière de méthanisation des fumiers équins

La performance environnementale de la production de biogaz dépend fortement du processus de production, mais également des étapes de distribution des produits et co-produits issus de la filière de production. L'objectif de l'ACV environnementale réalisée est d'éclairer le décideur sur la performance environnementale globale des différentes voies de valorisation. Elle permet de comparer :

- un scénario de référence (abrégé en « REF »), consistant en la situation actuelle de valorisation des fumiers équins sur l'aire cantilienne;

- un scénario alternatif (abrégé en « SMC »), décrivant le futur site de méthanisation-compostage de l'aire cantilienne.

Les données d'entrée utilisées sont de trois types : a) données fournies par le partenaire Cuma, et les plus proches possibles de la « réalité » (ex. : flux de transport dans REF ; caractéristiques du site SMC) ; b) données issues de la littérature (valorisation des effluents de cheptel ; documentation technique sur la méthanisation et le compostage etc.) ; c) données génériques fournies par des bases de données spécifiques à l'ACV (principalement la base de données Ecoinvent). Chacune de ces catégories de données a fait l'objet d'une évaluation en termes de qualité/robustesse.

Bien que l'étude ait dû faire recours à des hypothèses suite à l'absence de certaines données, les résultats obtenus permettent de valider l'intérêt environnemental du futur site de méthanisation compostage basé dans les carrières de Gouvieux. La voie de valorisation par méthanisation compostage apparaît comme plus intéressante d'un point de vue environnemental que le système actuel qui consiste à transporter puis épandre le fumier directement dans les champignonnières (Figure 4).

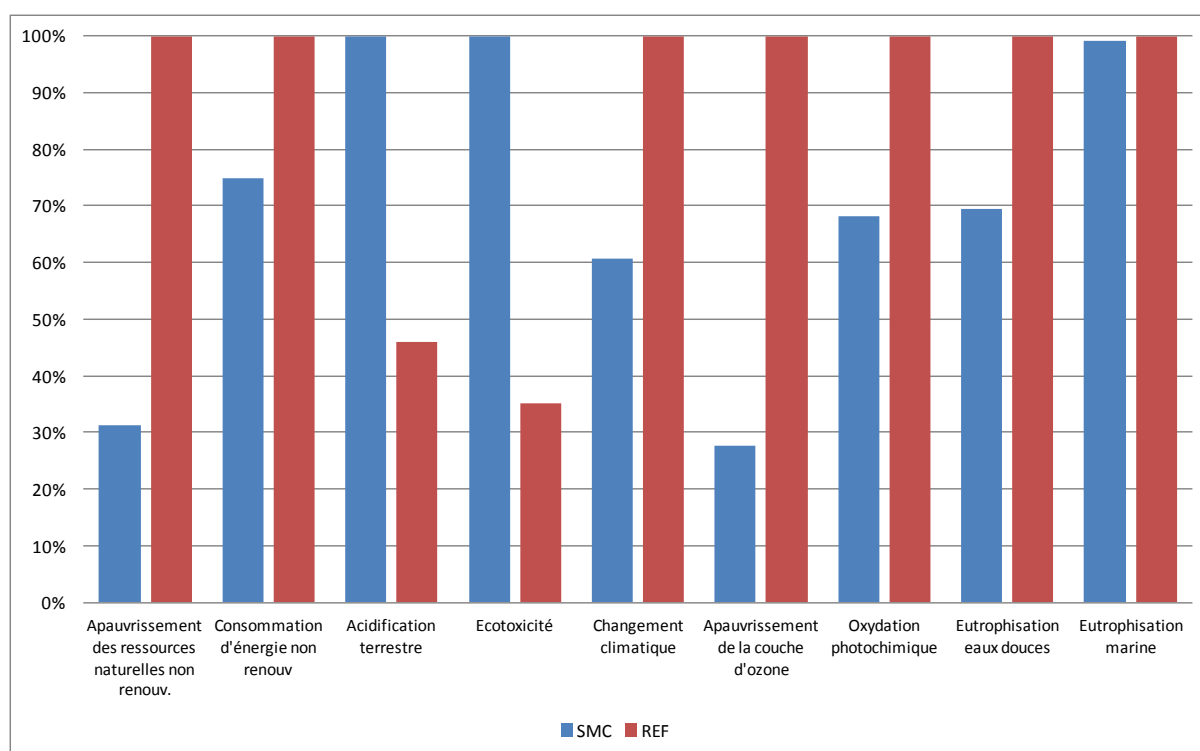


Figure 4 : Résultats de la comparaison entre les scénarios REF et SMC

Comme l'illustre la Figure 4, il apparaît que le scénario SMC est « environnementalement » plus intéressant pour 6 indicateurs sur 9, équivalent sur un indicateur (eutrophisation marine) et moins intéressant sur deux indicateurs (Acidification terrestre et Ecotoxicité). Il est à noter qu'en incluant les impacts évités associés à l'épandage de fumier ou de compost (non production et non épandage d'engrais minéraux) et à la production d'électricité et de chaleur pour le SMC, les résultats restent en faveur du scénario de méthanisation - compostage.

4. Etude de l'aptitude du digestat de méthanisation de fumier équin à être incorporé au substrat de production des champignons

Pour cultiver le champignon de Paris, les producteurs français élaborent un substrat obtenu par compostage contrôlé de fumier de cheval et de paille. L'utilisation du fumier équin pour la production de biogaz nécessite de définir les modalités et conditions d'incorporation du digestat dans le schéma de

production du champignon de couche. Dans ce cadre, deux modalités ont été testées : (i) utiliser le digestat comme ingrédient initial du substrat de culture des champignons, (ii) incorporer le digestat dans le substrat composté et ensemencé. A noter que le digestat utilisé dans les expérimentations est un digestat thermophile de fumier de paille (70%) et de fumier de copeaux (30%), fourni par le LBE-INRA de Narbonne.

4.1 Utilisation du digestat comme ingrédient initial du substrat de culture

Les expérimentations visent à « travailler » le digestat dans un processus de compostage en mélange avec des éléments structurants en vue de substituer le compost actuel obtenu à partir de fumier de cheval par un compost obtenu à partir de digestat de méthanisation du même fumier de cheval.

4.1.1 Utilisation du digestat comme ingrédient principal pour la culture de champignons

Trois formules (digestat brut thermophile de fumier de paille (70%) et de copeaux (30%), fumier équin, compost de champignonnière) ont été placées dans des boîtes stériles et inoculées avec du champignon de Paris pour déterminer leur aptitude à permettre la croissance mycélienne du champignon. Les résultats montrent que le digestat brut ne permet pas la croissance du mycélium du champignon de Paris, *Agaricus bisporus*.

4.1.2 Compostage à l'échelle laboratoire du digestat en mélange avec du fumier de cheval

Un mélange en proportion « 2/3 digestat + 1/3 fumier (en volume) » a été composté en réacteur (Figure 5).

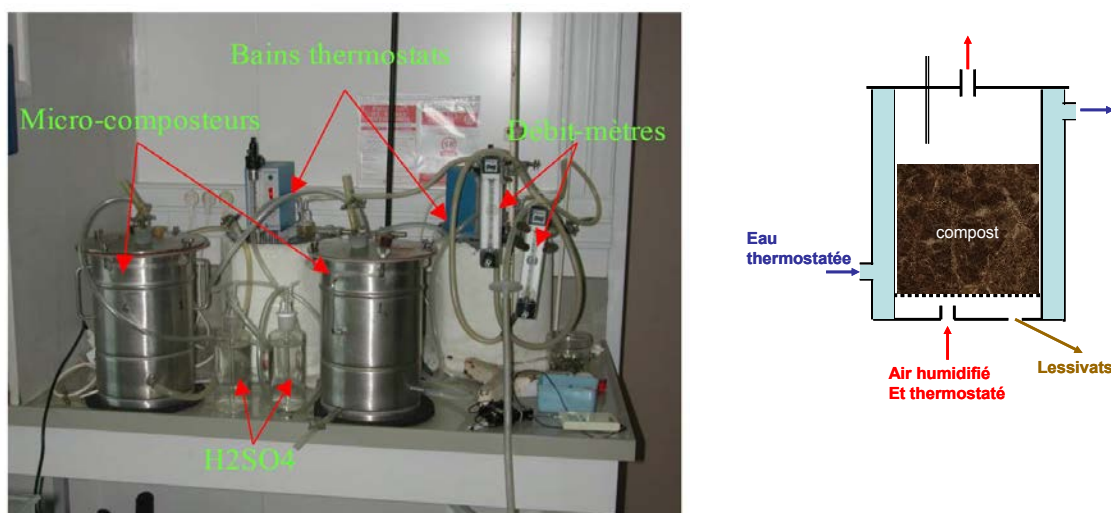


Figure 5 : Dispositif de compostage à échelle laboratoire

Le compost produit avec le digestat n'a pas permis la croissance du champignon de couche qui est resté confiné autour de la zone d'inoculation, alors qu'il envahit et décolore tout le substrat témoin (compost de fumier équin). Des essais complémentaires avec différents mélanges digestat – fumier de cheval ou digestat – compost de champignonnière prêts à être inoculés par le champignon de Paris ont ensuite permis de définir un compost permettant la croissance mycélienne du champignon de Paris, mais uniquement dans le cas où le digestat ne représentait pas plus de 1/3 de la masse totale dans le mélange avec le compost de champignonnière.

4.1.3 Effet de l'ajout d'un « pied de cuve » dans les formulations.

A l'échelle laboratoire, le compostage a été conduit pendant 21 jours avec 30 % de digestat séché à l'air et grossièrement broyé, 45 % de paille, 11% de gypse, 9 % de son de blé et 5 % de compost de champignonnière utilisé comme pied de cuve. Ce mélange 1 (M1) est comparé au même mélange mais

comprenant 3 fois plus de compost de champignonnière (M2). Les tests de croissance mycélienne de plusieurs souches d'*A. bisporus* sur les composts obtenus montrent une faible croissance sur M1 et une meilleure croissance sur M2, mais elle reste à environ la moitié de ce que l'on observe avec un compost de champignonnière.

Les analyses microbiologiques générales (Figure 6) ne montrent pas de grandes différences entre les composts M1, M2, et témoin (compost de champignonnière).

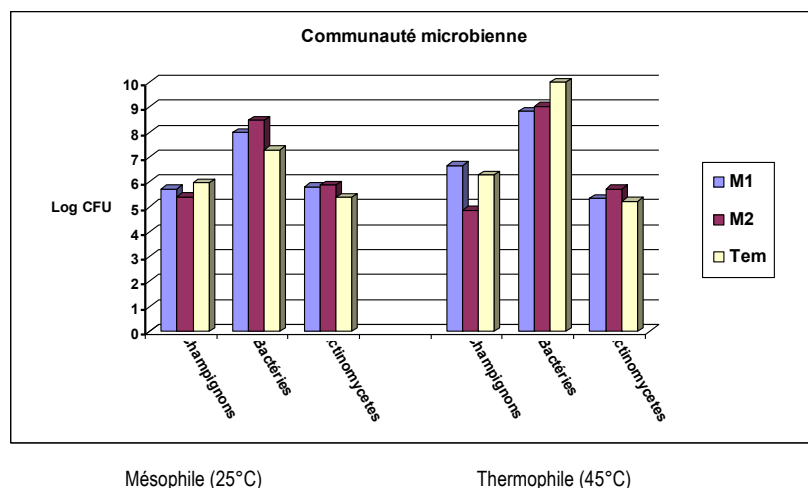


Figure 6 : Teneur des composts en micro-organismes.

Les analyses chimiques du mélange M2 avant et après compostage, en comparaison avec celle du compost de champignonnières mettent en évidence une évolution favorable pendant le compostage avec une dégradation de la matière organique, l'obtention d'un C/N comparable à celui du témoin et une augmentation significative de la stabilité de la matière organique, mais avec une teneur en cellulose supérieure.

Une validation des résultats a été recherchée à l'échelle pilote pour le mélange M1. Le compostage est réalisé dans des bacs ajourés d'une capacité de 300 kg de compost pour la phase 1 et dans des réacteurs pilotes pour la phase 2 (Figure 7). Le compost fini est ensuite inoculé avec du blanc de champignon et placé dans des paniers à raison de 8 kg de compost pour une surface de 0,09 m². La culture est ensuite pratiquée selon les standards des producteurs français. Les champignons sont récoltés au stade de maturité commerciale, comptés et pesés.

Le rendement obtenu avec une souche blanche commerciale de champignon de Paris en utilisant ce compost était de $15,2 \pm 1,64$ Kg/m² alors qu'avec le témoin compost commercial dans les mêmes conditions de culture le rendement était de $25,9 \pm 5,68$ kg/m². Une formulation à base de paille de blé, de digestat séché à l'air et broyé, et d'une faible quantité de compost de champignonnière a permis d'obtenir un substrat de culture favorable à la production de champignons de Paris.



Figure 7 : Dispositif de compostage et culture à échelle pilote

4.2 Incorporation du digestat après ensemencement du compost

Les mises en culture et l'acquisition des données sur les principaux paramètres agronomiques et culturaux sont réalisées dans les installations du CTC selon les pratiques culturales habituelles pratiquées dans la filière. Au total, six essais ont été mis en place (Tableau 4).

Les deux premiers essais (10-15-2.4 et 10-19-2.2) ont eu pour objectifs d'évaluer d'une part l'effet de l'incorporation de digestats frais dans le compost au lardage en comparaison avec un produit de supplémentation, et d'autre part l'effet de l'incorporation de digestats frais dans la terre de gobetage en remplacement de la tourbe. Plusieurs doses d'incorporation ont été étudiées tant au niveau du compost (0.5% à 2%) que de la terre de gobetage (1% à 5%). La texture de la matière première "Digestat" (grosses boulettes très humides et compactes) a rendu le mélange dans le compost ou la terre de gobetage très difficile à effectuer et le résultat est une incorporation hétérogène.

Les données de rendement en champignons sains obtenues sur les deux essais montrent :

- a) incorporation du digestat dans le compost : une absence d'effet positif sur la production de champignons comparativement à l'effet d'un produit de supplémentation (les rendements ne sont pas statistiquement différents de ceux obtenus sur la modalité non supplémenté) ;
- b) incorporation du digestat dans la terre de gobetage : des résultats comparables ou inférieurs à la modalité Témoin. Dans certaines situations, nous avons noté l'apparition de phénomène de blocage du mycélium d'agaric et/ou l'apparition de moisissures compétitrices (*Trichoderma* notamment) avec des conséquences négatives sur le rendement en champignons.

SERIE	N° ESSAI	DISPOSITIF	VARIETE	STADE D'INCORPORATION DU DIGESTAT	NATURE DU DIGESTAT
1	10-15-2.4	6 blocs	Amycel Delta	2 stades étudiés : - au lardage dans le compost - dans la terre de gobetage à son dépôt	digestat "frais" : - non stocké - stocké chambre froide
2	10-19-2.2	6 blocs	Amycel Delta	2 stades étudiés : - au lardage dans le compost - dans la terre de gobetage à son dépôt	digestat "frais" : - non stocké - stocké chambre froide
3	10-49-3.3	4 blocs	Amycel Delta	2 stades étudiés : - au lardage dans le compost - dans la terre de gobetage à son dépôt	digestat "frais"
4	11-45-3.3	4 blocs	Amycel Delta	1 stade étudié : - au lardage dans le compost	digestat "frais" et digestat "sec"
5	11-49-2.4	6 blocs	Amycel Delta	1 stade étudié : - au lardage dans le compost	digestat "frais" et digestat "sec"
6	12-05-3.3	4 blocs	Amycel Delta	1 stade étudié : - au lardage dans le compost	digestat "frais" et digestat "sec"

Tableau 4 : Modalités techniques des essais réalisés au CTC.

Le troisième essai (10-49-3.3) a été réalisé selon le même schéma que les deux précédents mais en modifiant les doses d'incorporation du digestat dans le compost (2% à 5%) ou la terre de gobetage (5% à 20%). Les données de rendement montrent, dans le cas d'une incorporation dans le compost, des résultats inférieurs avec le digestat comparativement au produit de supplémentation (26 à 28 kg/m² contre 32-33 kg/m²). Les données avec le digestat sont un peu supérieures à celles obtenues avec la modalité non supplémentée (23,48 kg/m²). Avec ajout dans la terre de gobetage, on ne note pas d'apport positif du digestat. Avec des doses croissantes d'incorporation, on note même un effet dépressif à la dose la plus forte (20%).

Compte tenu des difficultés rencontrées lors de la mise en œuvre des digestats du fait de la texture du produit (très difficile à mélanger et à homogénéiser), les trois derniers essais (11-45-3.3, 11-49-2.4 et 12-05-3.3) ont été mis en place avec un produit plus sec (environ 15-20% d'humidité contre 75% pour le digestat frais) de manière à pouvoir mieux le mélanger. Ces essais ont eu pour objectif d'évaluer l'incorporation de digestats "frais" dans le compost au lardage en comparaison avec l'incorporation de digestats "secs" au même stade de culture. Plusieurs doses d'incorporation ont été étudiées : 2% et 5% pour le digestat "frais", 0,8% et 2% pour le digestat "sec". Les résultats obtenus indiquent un effet supplémentation (35,01 kg/m² contre 31,62 kg/m² pour la modalité non supplémentée), une absence d'effet digestat qu'il soit "frais" ou "sec" (rendement respectivement de 31,45 et 32,41 kg/m² à comparer avec 31,62 kg/m² sur le témoin). L'ajout de supplément avec le digestat, sous l'une ou l'autre des formes, permet de retrouver l'effet supplémentation (35,5 et 35,45 kg/m²)

L'ensemble des résultats obtenus permet de montrer les limites dans l'utilisation du digestat du fumier de cheval en mode d'incorporation post compostage. Incorporé en l'état dans le compost ou dans la terre de gobetage, le digestat n'apporte pas d'amélioration à la productivité du substrat de culture du Champignon de Couche. Une difficulté particulière a été rencontrée avec le produit "frais" difficile à mélanger dans le compost.

Conclusion

Dans une vision intégrée de la valorisation des fumiers équin, la production combinée d'énergie et d'un substrat est un enjeu économique et écologique intéressant. Le fumier constitue un substrat de choix

pour la production de biogaz. Ce biogaz peut être valorisé sous forme de gaz après injection en réseaux, de chaleur, d'électricité, de carburant. La méthanisation conduit également à la production d'un digestat pouvant être utilisé comme support de culture pour la production de champignons de couche. Cependant, les travaux ont montré des limites dans l'utilisation du digestat en tant qu'ingrédient du substrat de culture des champignons. Un autre système intégré de traitement des fumiers équins pourrait être le processus inversé : fabrication de compost pour la culture de champignon, puis valorisation du substrat de culture usé contenant la biomasse mycélienne fongique par méthanisation, avec utilisation du digestat comme amendement.

Références bibliographiques

Jackowiak D., Bassard D., Pauss A., Ribeiro T., 2011. Optimisation of microwave pretreatment of wheat straw for methane production. *Bioresource Technology* 102, 6750-6756.

Kumar P., Barrett D.M., Delwiche M.J., Stroeve P., 2009. Methods for pretreatment of lignocellulosic biomass for efficient hydrolysis and biofuel production. *Industrial and Engineering Chemistry Research* 48, 3713–3729.

Kusch S., Oechsner H., Jungbluth T., 2008. Biogas production with horse dung in solid-phase digestion systems. *Bioresource Technology* 99, 1280-1292.

Rapports INERIS :

- Opération A : Fourniture de données en vue de l'évaluation des risques accidentels (Ref : INERIS DRA-12-98623-01761A).
- Opération B : Analyses de la composition de biogaz issus de la méthanisation de fumiers équins en vue de l'évaluation des risques sanitaires (Ref : INERIS DRC-12-98623-05052A).
- Opération C : Evaluation environnementale comparative de deux scénarios de gestion de fumier équins. Réalisation d'une Analyse de Cycle de Vie (ACV)(Ref : INERIS DRC-12-98623-05098A).

Salsabil M.R., Laurent J., Casellas M., Dagot C., 2010. Techno-economic evaluation of thermal treatment, ozonation and sonication for the reduction of wastewater biomass volume before aerobic or anaerobic digestion. *Journal of Hazardous Materials* 174, 323–333.

Torrijos M., Arun Kumar Thalla., Sousbie P., Bosque F., Delgenès J.P., 2008. Anaerobic digestion of residues from production and refining of vegetable oils as an alternative to conventional solutions. *Water Science and Technology* 58, 1871-1878.