



HAL
open science

Évolution de la maturité de trois déchets urbains en cours de compostage

Jean-Marc van de Kerkhove

► **To cite this version:**

Jean-Marc van de Kerkhove. Évolution de la maturité de trois déchets urbains en cours de compostage. Sciences agricoles. Institut National Polytechnique de Lorraine, 1990. Français. NNT : 1990INPL063N . tel-01776156

HAL Id: tel-01776156

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01776156>

Submitted on 24 Apr 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE LORRAINE

[M] 1990 VAN DE KERKHOVE, J-M

THESE

de Doctorat INPL

en SCIENCES AGRONOMIQUES
soutenue le 14 septembre 1990 à l'INPL par :Jean-Marc VAN DE KERKHOVE
Ingénieur de recherche TECNOMETIS*sujet :*Service Commun de la Documentation
INPL
Nancy-BraboisEVOLUTION DE LA MATURITE DE TROIS DECHETS
URBAINS EN COURS DE COMPOSTAGE

Membres du jury

F. JACQUIN : Professeur INPL	Président
F. ANDREUX : Directeur de recherche au CNRS	Rapporteur
M. METCHE : Professeur INPL	Rapporteur
A. POLO : Investigador CSIC, Madrid	Rapporteur
J.L. MOREL : Professeur INPL	Examineur
J.C. VEDY : Professeur EPFL, Lausanne	Examineur

A tei, Katharina

Accepter tous les immondices du royaume,

c'est être le Seigneur du sol et des récoltes

LAO-TSEU (Tao Tō King)

REMERCIEMENTS

Au moment d'écrire les dernières lignes de cet ouvrage, je ne peux oublier tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

Je tiens avant tout à remercier les personnes qui ont eu l'obligeance de juger mon travail, monsieur le Pr JACQUIN, Monsieur le Pr METCHE, Dr POLO, Dr ANDREUX, Monsieur le Pr VEDY et Monsieur le Pr MOREL. Merci également à Monsieur BARATIN et l'ensemble du personnel de TECNOMETIS pour leur soutien, pas seulement financier.

Merci à tous ceux qui m'ont rendu la vie quotidienne du labo aussi agréable, E. FROSSARD, TIE BI TRA, S. SINAJ, S. SULZ, S. ALFAIA, H. CHELOUFFI, I. ABOUD, M. OGNALAGA, M. RONDEAU, Madame LEROUVILLOIS, B. COLIN, L. FLORENTIN, P.C. VONG à Nancy ; MARIA ANGELES, MARIA JOSE, CARMEN, FELI, GONZALO à Madrid.

Merci enfin à mes proches, les VAN DE KERKHOVE et mes amis.

TABLE DES MATIERES

Avant propos	1
Introduction	2

PROBLEMATIQUE

<u>I Les déchets</u>	3
I.1 Définition	3
I.1.1 Les déchets solides	3
I.1.1.1 Qualité	3
I.1.1.2 Quantité	4
I.1.2 Les déchets liquides	5
I.2 Modes de traitement	6
I.2.1 La mise en décharge	6
I.2.2 L'incinération	7
I.2.3 Le recyclage	7
<u>II Le compostage</u>	7
II.1 Définition	7
II.2 Les axes de recherche fondamentale	8
II.2.1 Microbiologie	8
II.2.2 Biochimie et chimie	9
II.3 La valeur agronomique	9
II.3.1 Les différents types d'utilisation	9
II.3.2 Les effets sur le sol et la plante	9
II.4 Démarche expérimentale adoptée	10
II.4.1 Problématique	10
II.4.2 Les substrats choisis	11
II.4.2.1 Les ordures ménagères	11
II.4.2.2 La boue	13
II.4.2.3 La pulpe	13
II.4.3 Le protocole	13
II.4.3.1 Le compostage	14
II.4.3.2 Les prélèvements d'échantillon	15

Première partie

DEROULEMENT DU COMPOSTAGE APPLICATION D'INDICES DE MATURITE CLASSIQUES

1 <u>Déroulement du compostage</u>	16
2 <u>Minéralisation</u>	17
3 <u>Modification de paramètres chimiques</u>	19
3.1 pH	19
3.2 La conductivité électrique	20
4 <u>Application d'un certain nombre d'indices de maturité</u>	20
4.1 A partir de l'extrait brut	21
4.1.1 Les teneurs en C et N, le rapport C/N	21
4.1.2 La capacité d'échange cationique	23
4.2 A partir de l'extrait hydrosoluble	24
4.2.1 Les teneurs en C et N, le rapport C/N	24
4.2.2 La densité optique en spectroscopie visible	25
4.3 A partir de l'extrait alcalin	25
<u>Conclusion</u>	27

Deuxième partie

EVOLUTION DE LA PHYTOTOXICITE

1 <u>Mesure du niveau de phytotoxicité</u>	28
1.1 Objectifs	28
1.2 Les résultats obtenus sur les différents substrats	28
2 <u>Tentative d'explication</u>	31
2.1 Phytotoxicité due à la présence d'ions ammonium	32
2.2 Phytotoxicité due à la présence d'acides gras volatils	32
<u>Conclusion</u>	37

Troisième partie

EVOLUTION DE LA MATIERE ORGANIQUE

1 <u>Choix de la fraction</u>	38
2 <u>Les résultats</u>	38
2.1 Variation de masse	38
2.2 Variation de l'encombrement moléculaire	40
2.2.1 Chromatographie sur gel	40
2.2.2 Rapport E ₄ /E ₆	41
2.3 Les modifications chimiques	41
2.3.1 Analyse élémentaire	41
2.3.2 La spectrophotométrie en UV et visible	45
2.3.2.1 La spectrophotométrie en UV	45
2.3.2.2 La spectrophotométrie en visible	46
2.3.3 La spectrophotométrie en Infra-Rouge	46
2.3.4 La spectrophotométrie en RMN du ¹³ C	52
2.3.5 Pyrolyse couplée à une chromatographie de gaz	56
<u>Conclusion</u>	57

Quatrième partie

DISPONIBILITE DE L'AZOTE MINERAL

1 <u>Evolution de l'azote minéral dans l'extrait hydrosoluble</u>	59
1.1 Résultats	59
1.2 Discussion	62
2 <u>Apport de l'Electro-Ultra-Filtration</u>	64
2.1 Evolution des fractions azotées	64
2.1.1 Résultats	64
2.1.2 Discussion	66
2.2 Evolution d'autres ions minéraux	68
3 <u>Biodisponibilité de l'azote</u>	69
3.1 Résultats	70
3.2 Discussion	72
<u>Conclusion</u>	74

CONCLUSIONS GENERALES

75

ANNEXES

<u>Déroulement du compostage utilisation de test de maturité</u>	I
1 Dosage du CO ₂ dégagé	I
2 Mesure du taux de cendres	I
3 Extrait aqueux	I
4 Extraits alcalins	I
5 Capacité d'échange cationique	I
6 Dosage des éléments totaux	II
6.1 Dosage du carbone	II
6.2 Dosage de l'azote	II
6.2.1 azote total	II
6.2.2 azote minéral	II
6.2.2.1 Méthode colorimétrique	II
6.2.2.2 Distillation par entraînement à la vapeur	III
7 Mesures colorimétriques	III
<u>Etude des niveaux de phytotoxicité</u>	IV
1 Evaluation des niveaux de phytotoxicité	IV
2 Mesure de la teneur en ions NH ₄	IV
3 Mesure de la teneur en acides gras volatils	IV
<u>Evolution de la matière organique</u>	V
1 Extraction	V
2 Chromatographie sur gel	V
3 Microanalyse	V
4 Spectrophotométrie UV - Visible	V
5 Spectrophotométrie Infra-Rouge	VI
6 Spectrophotométrie en RMN du ¹³ C	VI
7 Pyrolyse couplée à une chromatographie en phase gazeuse	VII
<u>Disponibilité des éléments nutritifs</u>	VIII
1 Dosage de NO ₃ et NH ₄	VIII
2 Electro-ultra-filtration (EUF)	VIII
3 La biodisponibilité de l'azote	IX

BIBLIOGRAPHIE

AVANT PROPOS

Cette étude a été possible grâce à TECNOMETIS, une jeune entreprise de démarrage d'innovations. En effet un de ses projets consistait en un mode de traitement des déchets innovant : la presse P300 dont le principe peut se résumer par un tri des déchets entre :

- une partie riche en matière organique et humide
- un bloc sec riche en matière minérale.

L'objectif de TECNOMETIS était de montrer la crédibilité du projet en valorisant les deux sous-produits. La valorisation de la pulpe (matière organique) est de type agricole mais nécessite auparavant une transformation.

La recherche a été effectuée dans les laboratoires de l'ENSAIA et pour une durée de 16 mois, qui correspond au temps du service en coopération, à Madrid à l'Instituto de Edafologia du CSIC, deux équipes qui depuis déjà plus de dix ans travaillent sur le compostage des déchets urbains.

INTRODUCTION

"Nous entrons dans la civilisation du déchet" c'est la profession de foi de Roger CANS (1990) et il est vrai que tous les jours, dans les quotidiens de tout bord, une place de plus en plus large est laissée aux problèmes d'environnement.

Tous les milieux semblent s'y intéresser, les universitaires et les politiques ne sont pas les derniers à prendre le train en marche.

Mais trop souvent encore, on ne considère que les déchets dangereux, les 18 Millions de tonnes de déchets ménagers produits annuellement en France ne semblent pas trop troubler la quiétude de nos concitoyens ; ils arrivent rarement au premier plan de l'actualité. En 1987, pourtant, le "Break of Dawn" chargé des ordures ménagères du New Jersey marque un tournant ; la presse mondiale rend compte jour après jour de ses pérégrinations. Résultat une prise de conscience aux Etas-Unis : les déchets ménagers sont l'affaire de tous et la politique de l'autruche qui prévalait jusqu'alors doit faire place à des actions plus rationnelles.

En France, les choses ne sont pas si avancées mais quelques signes encourageants font espérer un progrès. On est prêt à défendre de beaux projets mais pas encore à les financer.

Aussi c'est à chacun, responsable de ses propres compétences, à travailler dans ce sens. Ce mémoire a la prétention d'apporter des connaissances supplémentaires concernant un mode de traitement déjà ancien mais encore marginal, le compostage.

Cette étude a été menée avec un oeil d'agronome et c'est ce point de vue qui sera le fil conducteur de cet ouvrage.

PROBLEMATIQUE

PROBLEMATIQUE

I LES DECHETS

I.1. Définition

Qui dit consommation dit rebut de consommation.

Nous ne nous intéresserons ici qu'aux déchets de consommation ménagère, ce qui nous ramène donc à deux types bien distincts : les déchets solides et liquides sachant que tous deux suivent des filières de traitement bien différenciées.

I.1.1. Les déchets solides.

Ils existent depuis la nuit des temps et sont donc la passion des archéologues qui s'ingénient à partir de ces restes à rétablir les régimes alimentaires de nos aïeux ainsi que leurs habitudes de vie.

Plus tard les Romains avaient pour habitude de les laisser en bordure de ville à disposition des agriculteurs.

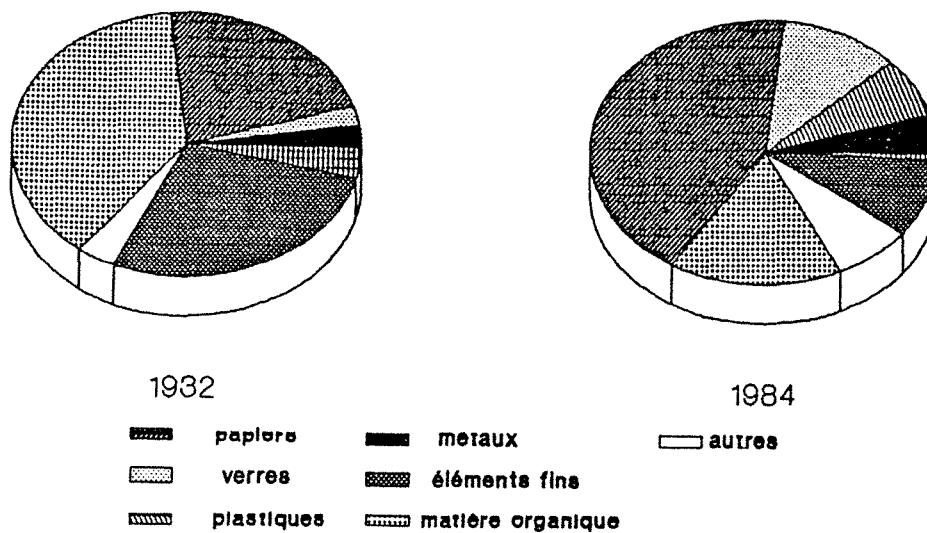
Leur existence a commencé à poser de graves problèmes avec l'extension des centres urbains ; en effet leur accumulation désordonnée, voire anarchique, "empoisonnait" au sens premier du terme le citadin et au XIXe siècle, en pleine période pastorienne on a pris conscience du risque hygiénique de leur proximité, c'est en 1860 que le préfet POUBELLE (DE SILGUY 1989) impose aux Parisiens de déposer dans un seau sur la rue leurs déchets ménagers ; ceux-ci étaient ensuite évacués puis éliminés vaille que vaille.

I.1.1.1. Qualité

Les déchets étaient autrefois principalement constitués de matière organique issue de la préparation de la nourriture. Cette part a décliné très fortement ces dernières années (voir figure 1) au profit de matières synthétiques stables et de matières minérales (verre, métaux).

**Figure 1 : Evolution de la composition
des ordures ménagères de Paris**

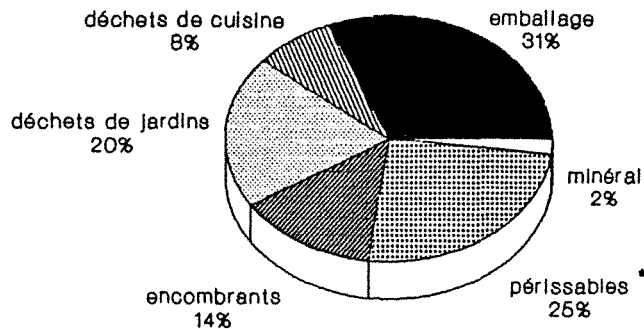
sources : société TIRU



Ces modifications sont le résultat de changements très importants dans les habitudes de consommation et on note que les ordures ménagères sont plus organiques dans les pays les moins développés alors qu'une part de plus en plus importante correspond aux produits d'emballage (Figure 2) dans les pays les plus développés.

Figure 2 : Provenance des déchets dans les Ordures Ménagères des USA

sources : Office of Technology Assessment



* périssables : journaux, livres, tissus...

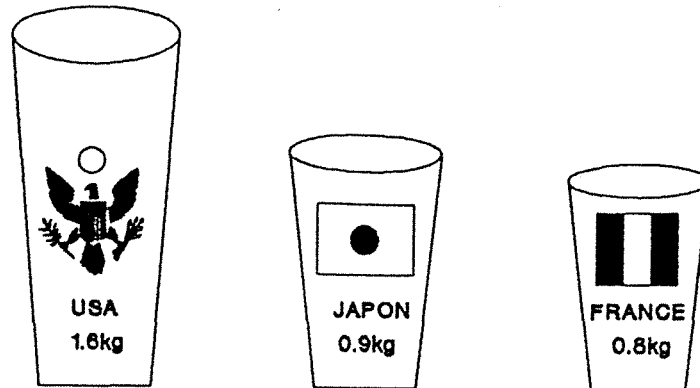
Du fait de ce changement de composition, les risques inhérents au stockage des déchets urbains sont d'une nature nouvelle ; les ordures sont moins vecteurs de pathogènes, grâce à une teneur plus faible de sa matière organique ; en revanche, on note l'apparition d'un nouveau type de contamination, minérale par la présence de métaux lourds (Hg, Cd, Zn...) ou bien due à la présence de molécules stables et toxiques (détergents, produits chimiques d'utilisation courante).

1.1.1.2. Quantité

L'événement le plus frappant ces dernières années est cette boulimie de production de déchets, c'est à qui produira le plus. Alors qu'au XIXe siècle le parisien produisait 200g d'ordures, il a dépassé le kilogramme ces dernières années. Ici encore, c'est une lutte entre les grands pays industrialisés (figure 3) et la palme revient aux Américains avec 1.6 kg d'ordures ménagères produits par jour et par habitant, les Français se limitant à 800g.

Figure 3 : PRODUCTION PAR HABITANT ET PAR JOUR

*sources : US Environmental Protection Agency
Clean Japan Center
Ministère de l'environnement*



Certains ont illustré l'importance de cette production en la comparant à des trains entiers entre la terre et la lune, d'autres empilent des stades de football américain atteignant des hauteurs himalayennes. la réalité veut hélas que des trains continuent effectivement de silloner le globe chargés de leur encombrante cargaison ; ainsi à Marseille et dans nombre d'endroits à travers le monde, plumes et poils des mouettes et des rats (TOURNIER 1975) combattent féroceement afin d'en tirer bénéfice.

I.1.2. Les déchets liquides

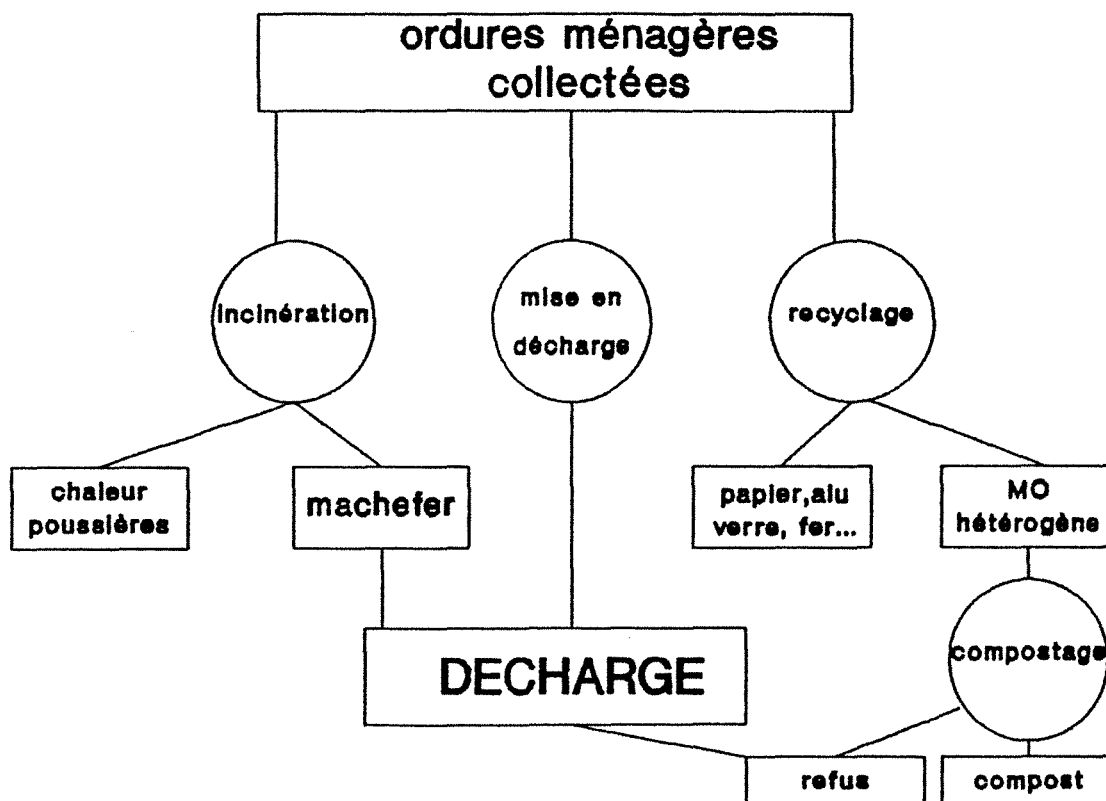
Leur existence remonte également à des siècles, mais c'est surtout depuis l'arrivée de l'eau courante et donc une consommation accrue, augmentant proportionnellement les effluents, que l'on en a une connaissance aigüe.

En France, le traitement de ces déchets liquides génèrent 510 000t (matière sèche) de boues qui sont mises en décharge (45%), incinérées (31%) ou bien valorisées en agriculture (24%).

I.2 Modes de traitement

Ces déchets une fois générés encombrant notre espace vital et c'est donc une absolue nécessité de les traiter de façon à les rendre inoffensifs. Le législateur est finalement confronté à un dilemme : s'arranger avec un imposant volume de déchets mais de faible toxicité ou bien réduire ce volume avec pour conséquence une augmentation de la toxicité. Les choix sont limités et peuvent se regrouper en trois grandes catégories (figure 4).

Figure 4 : filières de traitement



I.2.1 La mise en décharge

C'est la solution la plus simple mais peut-être pas la plus élégante. C'est le choix de ceux qui ont un grand espace : 80% des ordures américaines finissent en décharges. On ne se limite pas à la terre, on va parfois jusqu'à déverser les ordures ménagères dans l'océan mais les législations deviennent à ce propos de plus en plus contraignantes.

I.2.2 L'incinération

Avec ou sans récupération de chaleur, c'est la solution de ceux qui n'ont pas d'espace suffisant : 75% des ordures japonaises sont ainsi brûlées, ce qui permet une importante diminution de volumes.

Des techniques sont devenues très sophistiquées et des efforts portent maintenant sur les émanations gazeuses, avec l'apparition d'une législation drastique ainsi que sur le machefer résiduel dont on essaie de limiter la toxicité.

I.2.3 Le recyclage

C'est certainement là la solution la plus élégante mais rarement celle que l'on privilégie.

L'énorme difficulté tient en fait à l'hétérogénéité des ordures ménagères ; effectivement le recyclage implique un tri efficace des déchets, aussi les industriels se sont-ils ingéniés à réaliser des machines capables de séparer les déchets en différentes fractions homogènes. La solution qui paraît idéale est le tri à la source, c'est à dire que le producteur sépare lui-même ses déchets ; quelques pays montrent l'exemple depuis longtemps : les Japonais ont ainsi deux poubelles : celle des combustibles et une autre pour les incombustibles (VAN DE KERKHOVE 1987) ; les Allemands ont mis en place la poubelle verte où toutes les matières organiques sont entassées et une autre pour les autres déchets (BIDLINMAIER et KRANERT, 1988).

Pour les matières organiques récoltées, on peut alors les traiter suivant deux modes, la méthanisation et le compostage. La méthanisation est un procédé qui fait appel à des réactions microbiennes en conditions anaérobies.

II LE COMPOSTAGE

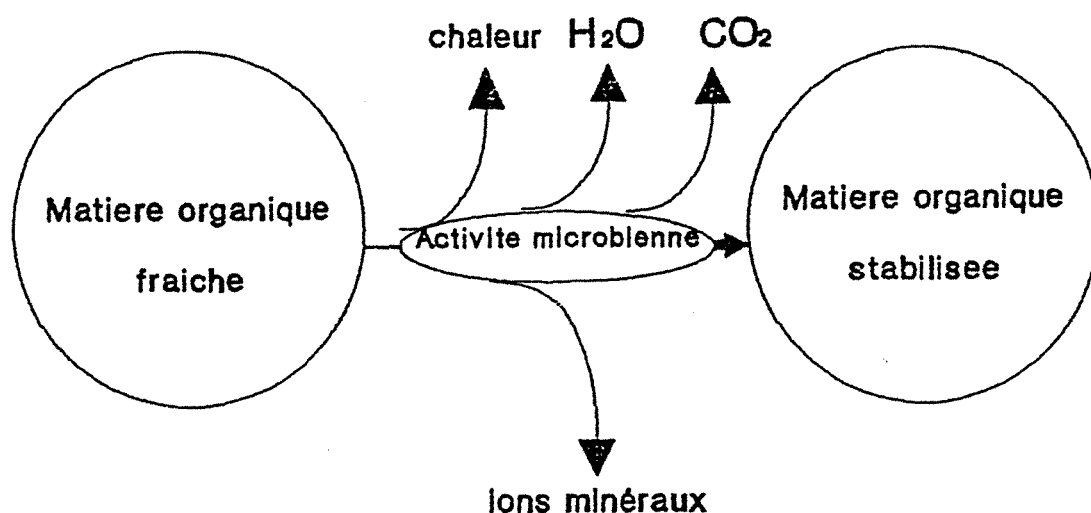
Le compostage n'est pas seulement l'acte qui consiste à insérer un billet de train dans une petite boîte orange.

Jusqu'au siècle dernier, on faisait du compostage comme Monsieur JOURDAIN faisait de la prose, sans vraiment le savoir et peut-être pas dans les meilleures conditions ; et le XXe siècle nous a apporté une importante connaissance du procédé.

II.1 Définition

De nombreux chercheurs se sont penchés pour trouver la juste définition de ce procédé (GOLUEKE 1976, ZUCCONI et DE BERTOLDI 1986, 1987, GRABBE 1988, FINSTEIN 1989), la CEE a également essayé de normaliser le procédé, après que l'AFNOR ait apporté sa contribution.

La définition proposée par un groupe de travail CEE est la suivante : "le compostage est un procédé de type biooxydatif mené sous conditions contrôlées qui, transformant un substrat organique solide hétérogène en passant par une phase thermophile et un dégagement de phytotoxines, aboutit à la production de CO₂, H₂O, de minéraux et de matière organique stabilisée" (figure 5).

Figure 5 : Principe du compostage

Comme le soulignent FINSTEIN et MILLER (1984, 1985), NAKASAKI et al. (1985), SIKORA et SOWERS (1985), FINSTEIN et al. (1986) il nous paraît important de rappeler que c'est l'activité microbienne qui est responsable de toutes ces transformations et donc optimiser le procédé c'est se placer dans les conditions optimales de développement de la biomasse microbienne.

Pour l'industriel enfin, le procédé n'a d'intérêt que parce qu'il transforme un produit non valorisable en tant que tel, la matière organique présente dans les ordures ménagères, en un substrat utilisable en agriculture ; en effet au cours de la phase thermophile, les pathogènes sont éliminés (GOLUEKE 1982, BOLLEN 1984, LOPEZ-REAL et FOSTER 1984, LOGSON 1988, BARDOS et LOPEZ-REAL 1988, DE BERTOLDI et al. 1988a) puis pendant la maturation, la matière organique très réactive subit un processus de stabilisation.

II.2 Les axes de recherche fondamentale

Des chercheurs de tous horizons ont découvert peu à peu les mécanismes du compostage et dans les différents domaines concernés par le procédé.

II.2.1 Microbiologie

Deux types de démarches microbiologiques ont été appliqués aux composts :

- les techniques directes : comptage, numération, reconnaissance (DE BERTOLDI et al. 1983, 1984, ANID 1983) mais aussi l'isolement d'une souche et l'étude de son action. On a pu ainsi classer les microorganismes présents suivant divers critères.

Mais c'est un labeur ingrat ; en effet devant l'hétérogénéité des substrats en présence, face à leur complexité, les quelques travaux d'innoculation de souche n'ont pas abouti (GOLUEKE 1974, GOLUEKE et DIAZ 1989) ou bien alors uniquement dans le cas de déchets organiques homogènes (ALMENDROS et MARTINEZ 1987, ALMENDROS et al. 1987).

- les techniques indirectes : mesure de biomasse, dégagement de CO_2 (NAKASAKI et al. 1987, DE BERTOLDI et al. 1988b, HOGAN et al. 1989). Elles sont en fait le reflet de l'activité microbienne.

II.2.2 Biochimie et chimie

L'objet de ces recherches était de comprendre les changements observés en cours de compostage. Les travaux ont porté sur les différents composés organiques, MOREL (1977) a observé l'évolution des glucides et a constaté que le compostage avait pour effet de dégrader les polysaccharides. REGAN et JERIS (1970), LOSSIN (1970), POINCELOT et DAY (1973), POINCELOT (1974) ont observé l'évolution de la cellulose et de la lignine et ont souligné leur caractère résistant à la biodégradation; VISWANATHAN et al. (1962), KANEDA (1967), STRACHAN et al. (1983) ont montré l'importance de la fraction lipidique dans les composts.

D'autres chercheurs, plus spécialisés dans la chimie du sol se sont inspirés des techniques spécifiques à la pédologie et ont observé les substances humiques des composts. GOMEZ et LEJEUNE (1986) ont comparé les acides humiques de sol et de composts pour constater leur différence. KUMADA (1965), GODDEN et PENNINCK (1986a), SENESI (1989) ont caractérisé cette fraction, en montrant l'effet du compostage sur ses transformations.

II.3 La valeur agronomique

Comme nous le rappelions en début de chapitre, le compostage a pour finalité une valorisation agricole et c'est donc logiquement qu'une grande quantité de travaux ont été réalisés dans ce sens.

II.3.1 Les différents types d'utilisation

DE BLIGNERES (1983) nous montre qu'il existe trois grands utilisateurs de compost d'ordures ménagères en France : les champignonnistes, les viticulteurs et les agriculteurs. Cette différence de débouché se traduit aussi par une qualité demandée qui varie : le champignonniste attend un substrat très réactif pour "chauffer" son compost de champignons, le viticulteur recherche une amélioration physique de lutte contre l'érosion, quant au grand cultivateur il désire un amendement organique, donc une matière organique stabilisée qui ait un effet bénéfique sur ses cultures et son sol (ANRED 1987). Les horticulteurs enfin, qui sont un débouché marginal, recherchent un produit bien calibré, aux caractéristiques connues ; PENNINCK et al. (1985), CHARPENTIER et VASSOUT (1985), BAUDUIN et IMPENS (1985), GOUIN (1989) ont montré combien il était difficile d'aboutir à un tel résultat.

II.3.2 Les effets sur le sol et la plante

On peut noter en fait deux types d'effets du compost :

- un effet amendement, l'apport de la matière organique et donc une amélioration du sol.
- l'effet engrais : les éléments nutritifs présents, N, P, K mais aussi les oligoéléments, peuvent représenter une source non négligeable pour la plante.

II.4 Démarche expérimentale adoptée

II.4.1 Problématique.

A ce point des connaissances, l'agronome est en droit de se poser la question suivante : A QUEL MOMENT UTILISER LE COMPOST?

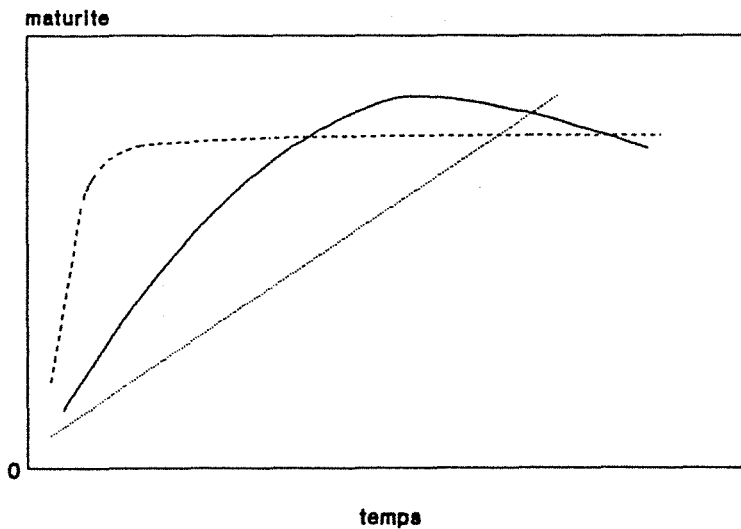
Il est d'abord nécessaire de connaître l'utilisation finale du compost : nous n'étudierons ici que sa valorisation en grande culture.

La réponse passe par la caractérisation de la maturité du produit. ce concept est parfois utilisé dans des sens différents dans la littérature, nous nous attacherons ici à une définition selon trois critères :

- un niveau faible ou nul de phytotoxicité
- une matière organique stabilisée
- des éléments nutritifs disponibles pour la plante

A partir de ces 3 caractérisations, nous pouvons déterminer le type d'évolution de la maturité au cours du compostage, savoir plus précisément s'il s'agit comme pour les fruits d'une période non stable (nous pourrions ainsi qualifier un compost comme une poire, vert, mûr ou blette), ou bien si l'évolution de cette maturité est linéaire ou logarithmique (figure 6)

Figure 6 : Types possibles d'évolution de la maturité d'un compost



C'est à partir de cette connaissance que l'agronome pourra déterminer la date optimale d'utilisation du compost et en faire ainsi le meilleur usage.

L'objectif de ce travail est donc de trouver une réponse à cette question de l'agronome.

Nous avons mis en place une simulation de compostage, sous conditions contrôlées. Nous avons travaillé sur trois types de déchets urbains et à partir d'échantillons prélevés tout au long du processus, nous avons suivi l'évolution de la maturité suivant les trois critères définis précédemment.

Pour le niveau de phytotoxicité, il s'agissait d'observer dans un premier temps l'effet du compostage (à l'aide de test de germination sur *Lepidium sativum*) puis par la suite d'expliquer cette toxicité.

La caractérisation de la matière organique a été effectuée tout au long du processus sur les extraits alcalinosolubles et qui précipitent à pH 1 et suivant des techniques d'analyses chimiques et physiques.

La disponibilité d'éléments nutritifs a été étudiée avec l'azote. Une caractérisation a d'abord été effectuée sur l'azote hydrosoluble et l'azote extractible par Electro-ultra-filtration (NEMETH 1979, NEMETH et al. 1979, SIMAN 1982, SHEEHAN 1985), puis des essais en vase avec *Lolium perenne* nous ont permis de déterminer la biodisponibilité de cet azote. L'ensemble des techniques utilisées est présenté en annexe.

II.4.2 Les substrats choisis

Nous avons choisi de travailler sur trois substances distinctes:

- Des ordures ménagères grossièrement triées.
- Des boues de station d'épuration en mélange avec des déchets de bois
- De la pulpe de déchets de cuisine (sous produit issu de la technologie TECNOMETIS)

Ce choix s'explique par la volonté d'étudier l'effet du compostage sur des substrats différant tant par leur provenance que par leur composition : les deux premiers ont déjà fait l'objet d'études importantes mais pas toujours dans les mêmes conditions; quant au troisième, il s'agit d'un produit TECNOMETIS spécifique pour lequel aucun travail n'a encore été réalisé.

II.4.2.1 Les ordures ménagères.

Ce sont des ordures espagnoles, donc sensiblement différentes de ce que l'on trouve en France, plus humides et aussi plus riches en matière organique non cellulosique : une collecte de vieux papiers étant bien organisée dans Madrid, sur l'ensemble du pays 45% du papier sont recyclés (Ambassade de France, 1985).

Ces déchets viennent de l'usine de compostage de Valdemingomez dans la banlieue sud-est de Madrid. Après la collecte où les ordures ont été lacérées dans des bennes tournantes, elles sont passées ensuite sur un trommel (tri granulométrique). Nous avons effectué le prélèvement à ce stade puis à la main avons trié les ordures en ôtant, autant que faire se peut, les plastiques et les éléments minéraux grossiers.

En début de compostage, nous étions donc en présence d'un substrat hétérogène où il était encore facile de deviner l'origine de chaque déchet ; cette hétérogénéité nous posera par la suite quelques problèmes d'échantillonnage.

La composition chimique (voir tableau 1) est proche de la moyenne des Ordures Ménagères avec toutefois une teneur plus importante en azote qui s'explique par la présence de nombreux déchets de cuisine ; les teneurs en métaux lourds se situent bien en-deçà des normes les plus drastiques (tableau 2).

C'est le substrat qui nous servira, tout au long de cet ouvrage, de référence et il sera donc l'objet d'une attention toute particulière dans les différentes caractérisations.

TABLEAU 1 : caractérisation des trois déchets.

	%	*	*	*	\$	\$	\$		**	**	**	**	**	#	#	#	#	#	#	#	#	#	#
	humidité	cenclres	C	N	N-NH4	N-NO3	Nmin	C/N	P205	K20	CaO	MgO	Na2O	B	Mn	Fe	Zn	Cr	Cu	Pb	Co	Ni	Cd
+ordures ménagères																							
+Série M	58	36,0	33,8	1,4	21,5	ND	21,5	24,1	7,5	9,4	32,8	3,8	7,4	28,7	97	1810	169	40	42	87	1,8	20	1,08
+boues+déchets bois																							
+Série B	64	31,0	37,2	2,3	44,1	ND	44,1	16,2	17,3	3,7	36,7	6,0	1,1	20,3	84	3598	496	81	142	312	2,9	29	1,31
+pulpe TECNOMETIS																							
+Série P	70	8,9	34,8	3,4	33,6	6,7	40,3	10,2	7,0	7,8	9,4	1,4	11,0	8,2	55	1203	63	12	48	11	0,1	12	0,03

* : exprimé en % de Matière Sèche

** : exprimé en % de MS

: exprimé en ppm de MS

\$: exprimé en mg/100g de MS

TABLEAU 2 : normes européennes concernant les teneurs en métaux lourds dans les composts

+Métaux	+ FRANCE	+ AUTRICHE	+ ITALIE	+ SUISSE	+ BELGIQUE	+ CEE
	+compost urbain	+ compost	+ compost	+ compost	+ compost	+boues d'épuration
	+ label NF	+ ONORM		+ordonnance sur	+ arrêté royal	+ directives
				+ les substances	+ maraî.	+ autres
				+ dangereuses		
	+ 1986		+ 1984	+ 1986	+ 1986	+ 1986
+Pb	+ 800	+ 900	+ 500	+ 150	+ 600	+ 1200
+Hg	+ 8	+ 4	+ 10	+ 3	+ 5	+ 25
+Cd	+ 8	+ 6	+ 10	+ 3	+ 5	+ 40
+Ni	+ 200	+ 200	+ 200	+ 50	+ 50	+ 400
+Cu	+ 1000	+ 1000	+ 600	+ 150	+ 100	+ 1750
+Zn	+ 1500	+ 1500	+ 2500	+ 500	+ 1000	+ 4000
+Cr	+ 300	+ 300	+ 500-10	+ 150	+ 150	+ 200
+Co	+ 25	+ 25	+ 25	+ 25	+ 10	+ 20
+Mo	+ 5	+ 5	+ 5	+ 5	+ 5	+ 5

en ppm

II.4.2.2 La boue.

La boue provient de la station d'épuration des eaux usées de la ville de Madrid, la China. Le traitement concerne exclusivement les eaux domestiques et on ne note pas de problème de contamination métallique (voir tableaux 1 et 2).

Les eaux arrivant en tête de station subissent les traitements suivants :

- décantations primaire et secondaire, oxygénation
- digestion anaérobiques des boues
- déshydratation des boues par pressage sur filtres à bandes.

Le gâteau sortant a une humidité d'environ 70% et est donc sous forme solide et très compact. Nous avons nous-mêmes prélevé l'échantillon sur la station, en sortie des filtres et en une fois (60kg environ).

Afin d'assurer de bonnes conditions aérobies au cours du compostage, nous avons ajouté un agent structurant : des déchets de bois de la ville de Madrid (résidus d'élagage des parcs et avenues). Nous avons ensuite préparé un mélange à raison de 1 volume de boue pour 1 volume de déchets de bois.

Le mélange reste assez riche en N, avec 2.1% de Nt, et présente un C/N peu élevé malgré l'apport de substrat carboné.

II.5.1.3 La pulpe

Il s'agit de déchets de cuisine (cantine de collectivités) qui ont subi le traitement propre à TECNOMETIS.

C'est un tri entre les matières organiques et minérales ; cet effet est obtenu par une presse ; dans la chambre de compression perforée d'une multitude d'orifices de quelques millimètres et sous l'effet de la pression (900 bars) la matière organique flue au travers des trous, alors qu'à l'intérieur on ne retrouve qu'un bloc sec riche en plastique et minéraux.

La pulpe qui correspond à la matière organique, présente une consistance très élastique.

C'est le substrat le plus organique (tableau 1), avec seulement 9% de cendres ; il est également très riche en matières azotées, 3.2% de Nt, et de fait a un rapport C/N peu élevé, 11. C'est enfin le substrat le moins chargé en métaux, ce qui s'explique par son origine.

II.4.3 Le protocole

L'objectif de la démarche comportait la mise en place d'une simulation de compostage en laboratoire. Différents auteurs ont réalisé des pilotes de laboratoires. (JERIS et REGAN 1973, MORI et al. 1981, SUKMANA 1983, FINSTEIN et al. 1985, CITTERIO et al. 1986, FINSTEIN et al. 1986, DE BERTOLDI et al. 1988b, HOGAN et al. 1989), nous avons voulu un matériel capable de composter une quarantaine de kilogrammes de substrat, où il était possible de contrôler les paramètres essentiels que sont la température et l'aération.

II.4.3.1 Le compostage

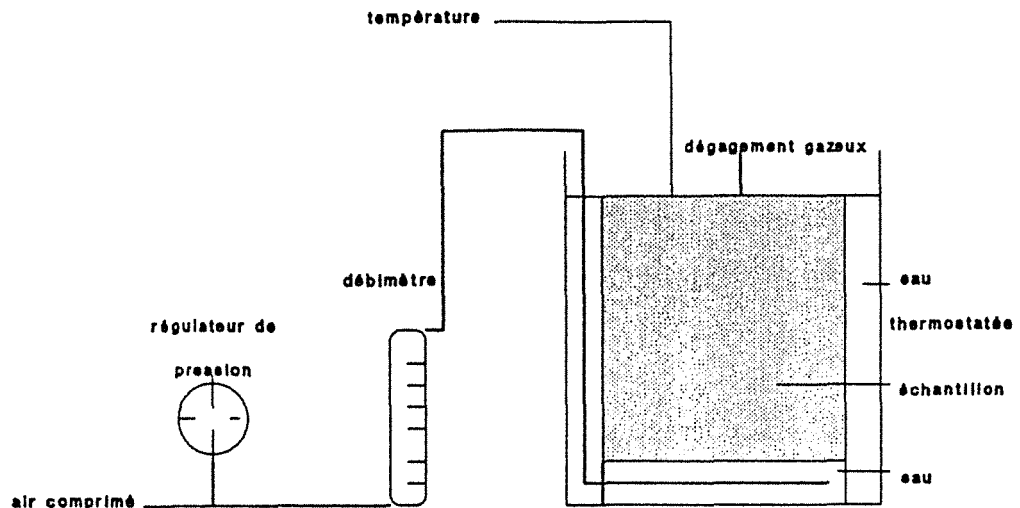
Aussi nous avons décidé d'effectuer le compostage en deux temps :

- un compostage "accéléré" pendant 15 jours.

- une maturation lente jusqu'à 180 jours.

La première phase a été réalisé sur le composteur présenté à la figure 7

Figure 7 : protocole expérimental



- L'arrivée d'air était contrôlée par un débitmètre, nous avons travaillé avec un débit d'air de 300ml/l de substrat/mn, valeur proposée par MORI et al. (1981) ; FINSTEIN et al. (1984) conseillent de très forts débits pendant la phase thermophile afin d'éviter des températures trop importantes et inhibitrices de l'activité microbienne mais comme dans le même temps nous pouvions contrôler la température, il nous est apparu plus simple de travailler avec un seul débit tout au long du processus.

- L'eau en bas du réacteur était placée afin de saturer l'air en humidité et éviter ainsi un dessèchement du substrat et donc une baisse de l'activité microbienne.

- Le bain thermorégulé nous a permis de contrôler la température ; nous avons évité de trop grandes pertes de chaleur, la masse étant relativement faible, la phase thermophile aurait été pratiquement inexistante ; nous avons aussi la possibilité de baisser la température en cas de montée trop importante (ce qui ne fut pas le cas au cours de nos différentes expérimentations).

- La sortie forcée du gaz nous a permis de suivre la nature des gaz exportés. En fait nous n'avons travaillé que sur la production de CO₂ et uniquement pour le cas des ordures ménagères.

- Le système de fermeture simple facilitait les prises d'échantillon.

Après les quinze premiers jours, les échantillons étaient retirés du bioréacteur et placés dans un bac lui-même situé dans une salle thermostatée (28°C) et à atmosphère saturée en humidité. Afin de conserver de bonnes conditions d'oxygénation, les substrats étaient remués une fois par semaine à la main. Les substrats restaient ainsi jusqu'à 180 jours.

II.4.3.2 Les prélèvements d'échantillon.

Tout le long du processus des échantillons ont été prélevés de la façon la plus rigoureuse possible. Mais l'échantillonnage reste un problème clé dans l'étude des déchets ; différents travaux (GOMEZ et al. 1985, HERKELMANN et KOPPE 1985, HARKNESS 1985) ont montré la difficulté du travail, l'AFNOR a réalisé une norme sur l'échantillonnage des boues. Nous nous sommes en fait inspirés des conseils de l'AFNOR dans nos techniques d'échantillonnage mais il s'est avéré que dans le cas du substrat le plus hétérogène -les ordures ménagères- c'était insuffisant. Dans tous les cas, nous avons effectué quatre sondages dans le substrat, nous avons ensuite homogénéisé l'ensemble puis nous l'avons réduit. A partir de cette aliquote, une partie était conservée au congélateur à -24°C, une autre partie était séchée à l'air puis broyée et tamisée à 0,5 mm. Les échantillons étaient ensuite conservés dans des flacons en polyéthylène puis stockés dans un endroit sec. Nous avons effectué des prélèvements tout au long du compostage avec des prises plus rapprochées en début de processus. Chaque échantillon est indiqué de la façon suivante:

M4 = ORDURÉS MENAGERES à t = 4 jours.

P15 = PULPE à t = 15 jours.

B180 = BOUES + DECHETS DE BOIS à t = 180 jours.

PREMIERE PARTIE

**DEROULEMENT DU COMPOSTAGE
APPLICATION D'INDICES DE
MATURITE CLASSIQUES**

DEROULEMENT DU COMPOSTAGE

APPLICATION D'INDICES DE MATURITE

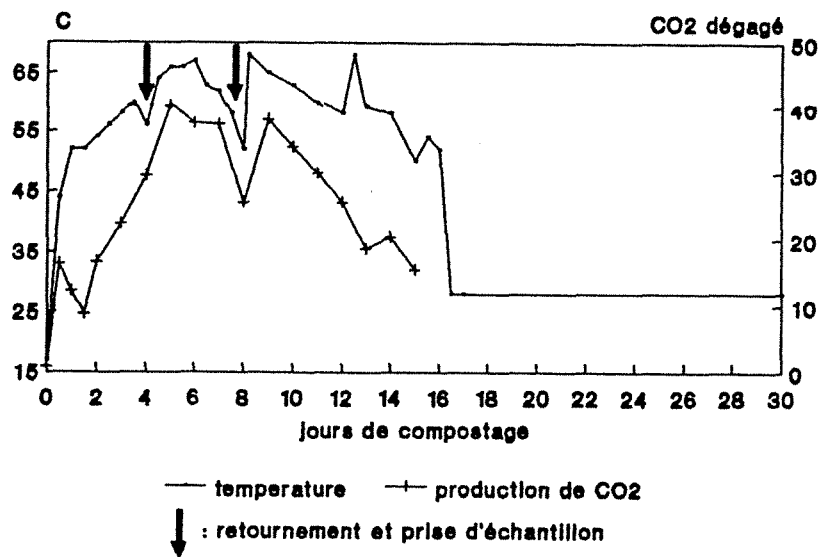
CLASSIQUES

1 Déroulement du compostage

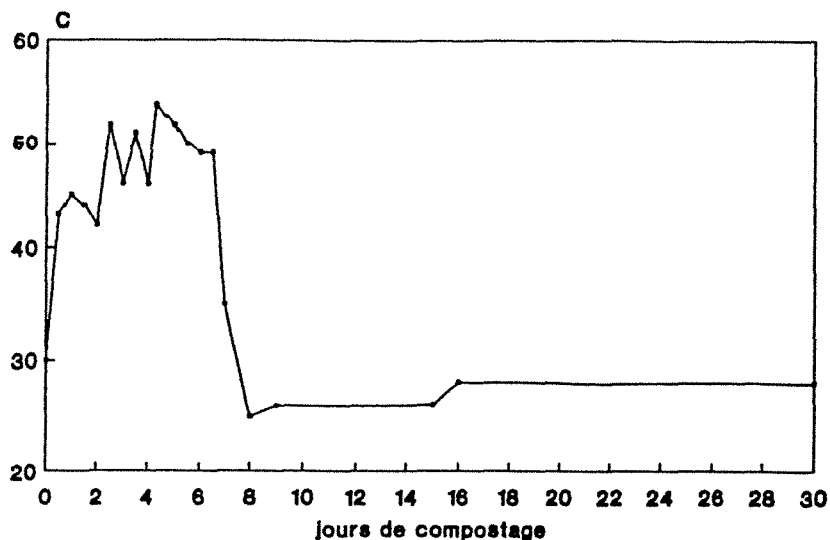
Le protocole de compostage était le même pour les trois substrats et dès la première phase, dans le bioréacteur, nous avons pu noter des différences importantes.

Les figures 8 et 9 montrent que dans le cas des séries M et B, il y a eu une phase thermophile (les températures atteignant 66°C pour la série M), cette phase fut plus longue pour les ordures ménagères, ce qui indique une réactivité plus grande.

**Figure 8 : Courbe de température et
de production de CO₂
Série M**



**Figure 9 : Courbe de température
Série B**



En revanche la série P semble ne pas agir, en effet nous n'avons observé que des augmentations légères de la température, jusqu'à 36°C ; l'explication tient au fait que le compostage étant un processus aérobie, il est nécessaire que des conditions d'aération soient assurées, or les pulpes présentaient une structure très plastique, à tel point qu'il a fallu reprendre l'expérimentation après que, une première fois, le bioréacteur ait éclaté à cause d'une surpression (les gaz circulant difficilement dans le substrat). Un deuxième indice de ces mauvaises conditions d'aération était le dégagement d'odeurs pestilentielles.

Avec la série M, nous avons dosé les dégagements de CO₂ ; nous observons que leur évolution est parallèle à la courbe de température ; vers 60°C le dégagement de CO₂ est le plus important et confirme les résultats de SULER et FINSTEIN (1977) ainsi que HARDY et SIVASITHAMPARAM (1989).

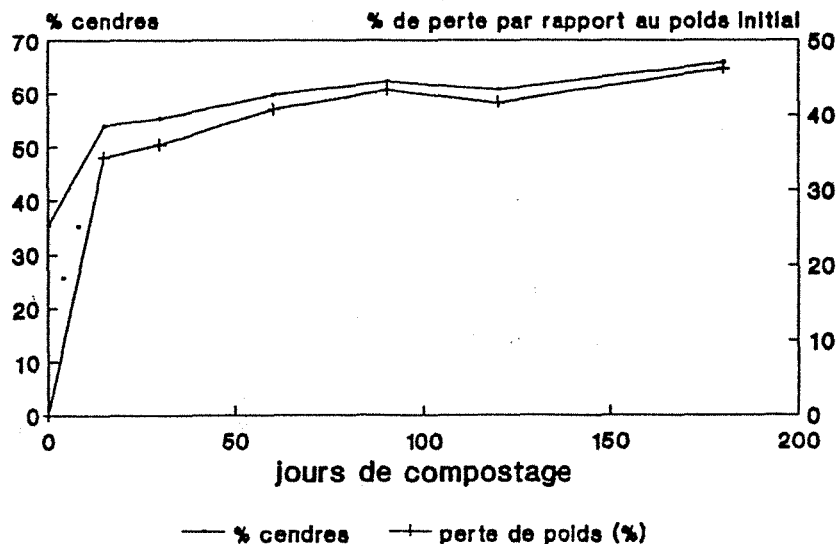
2 Minéralisation

Dans les trois séries nous observons que le compostage est accompagné par une minéralisation. Ce phénomène reflète l'importance de l'activité microbienne.

La série M présente certaines aberrations en tout début de compostage, le taux de cendres diminuant après quatre jours ; il s'agit là d'un problème d'échantillonnage et nous prendrons M0 (Ordures ménagères à 0 jour) comme point de référence.

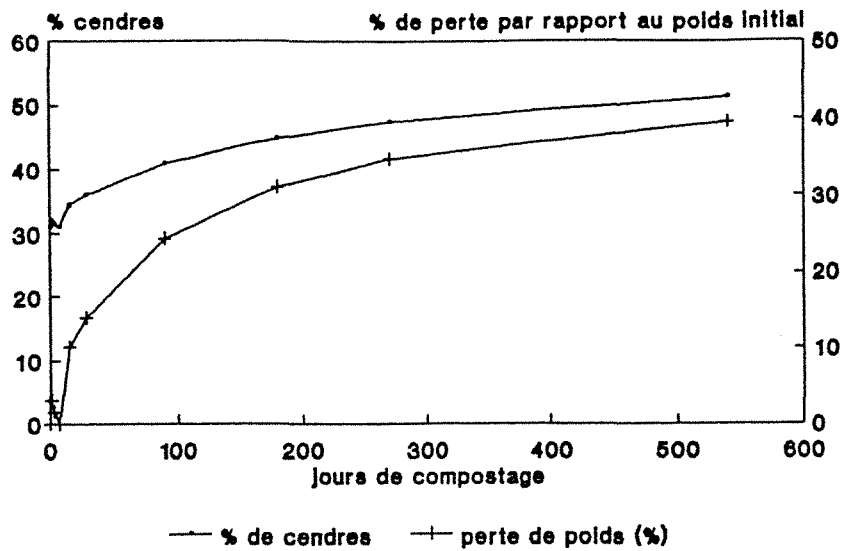
Nous notons que la minéralisation est la plus forte pendant les quinze premiers jours pour la série M (figure 10 et tableau 3) ce qui correspond à la phase thermophile.

**Figure 10 : Perte de poids
Serie M**

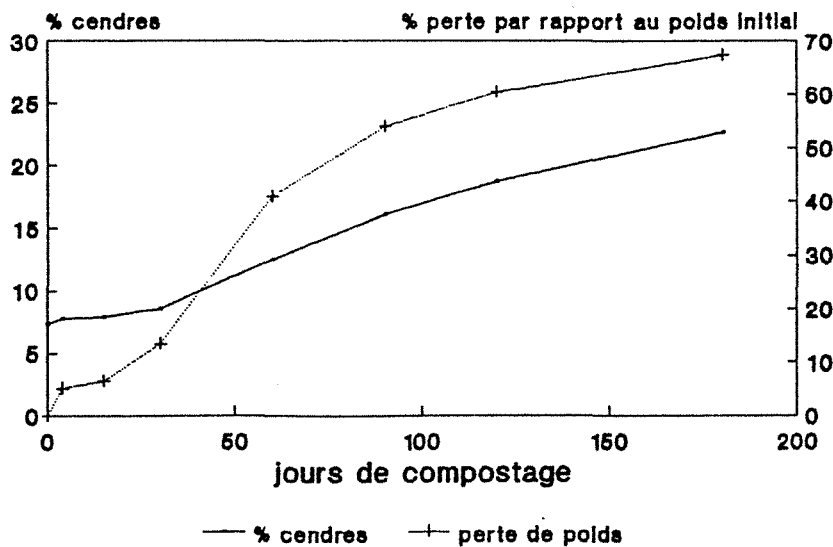


Ce phénomène n'est pas si net sur les boues et la perte de poids se poursuit jusqu'à 540 jours (figure 11 et tableau 4).

**Figure 11 : Perte de poids
Serie B**



**Figure 12 : perte de poids
Serie P**



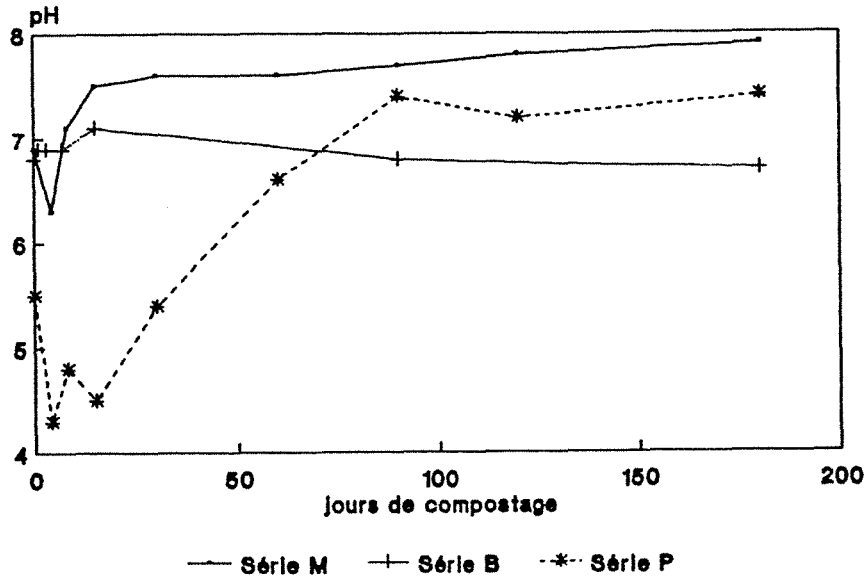
Enfin la série P (figure 12 et tableau 5), quoiqu'elle nous soit apparue moins réactive montre également des modifications importantes. La minéralisation s'intensifie à partir de 30 jours, au moment où le substrat commence à perdre sa structure plastique. Sa perte de poids est estimée à 68% sur l'ensemble des 180 jours et est donc supérieure aux deux séries M et B. Ceci s'explique aussi par un substrat qui au départ est plus organique, le taux des cendres ne dépasse pas 9% en début de compostage.

3 Modifications des paramètres chimiques.

3.1 pH

Le pH montre des variations importantes pour la série P, plus faibles pour les séries M et B (figure 13 et tableaux 6, 7, 8).

Figure 13 : variations du pH



La série M, après une acidification rapide subit une alcalinisation qui dure jusqu'à 180 jours pour atteindre 7,9.

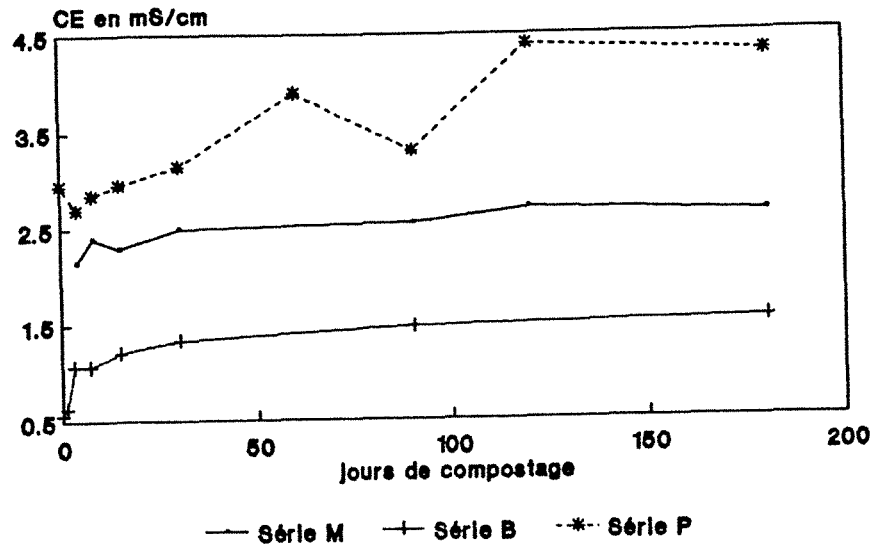
La série P présente une acidification plus longue et intense, (le pH baisse jusqu'à 4,3) probablement due à la libération d'acides gras pendant cette phase anaérobie qui caractérise la première phase ; à partir de 30 jours, le pH remonte pour atteindre 7,4. Ces pH alcalins ont été observés par JUSTE (1980), MOREL et al. (1984), GODDEN et PENNINCK (1988b) sur les ordures ménagères et peuvent être expliqués (tableau 1) par la présence importante d'ions Ca^{2+} qui en cours de compostage augmentent relativement et jouent un rôle de tampon.

La série B semble suivre le même chemin mais à 30 jours, le pH s'abaisse pour redescendre à 6,7 à 180 jours. HARDY et SIVASITHAMPARAM (1989), DIAZ (1990) ont observé des variations identiques sur des mélanges ligneux et on peut trouver une explication de cette baisse de pH dans l'utilisation des résidus de bois : en effet, plus résistant à la dégradation microbienne dans un premier temps, les composés ligneux vont peu à peu se dégrader sous l'action des microorganismes et libérer ainsi des acides de type phénol (DIAZ 1990), ayant pour effet de baisser le pH.

3.2 La conductivité électrique

Dans les trois séries, elle évolue dans le même sens, croissant (figure 14 et tableaux 6, 7, 8), pourtant on note des différences significatives.

Figure 14: variations de la Conductivité électrique (CE)



La série M subit une faible augmentation passant de 2,15 à 2,65 mS/cm alors que la série B multiplie sa valeur de 0,56 à 1,54 ainsi que la série P passant de 2,90 à 4,30.

L'augmentation s'explique par la minéralisation qui a lieu et qui libère donc des ions. Toutefois, on peut s'étonner que le substrat pour lequel l'augmentation de la CE est la plus forte (B) subit la minéralisation la plus faible, cette valeur reste toutefois inférieure aux 2 autres séries.

4 Application d'un certain nombre d'indices de maturité.

Nous avons choisi, dans la longue liste des tests existants et dont NICOLARDOT (1979), ANID (1983), MOREL et al. (1984), DIAZ (1990) dressent le catalogue, ceux qui nous sont apparus les plus simples à mettre en place et dont l'interprétation est aisée ; un certain nombre feront l'objet de développements dans les chapitres suivants et n'apparaîtront donc pas ici : ce sont en particulier les tests de phytotoxicité (que certains assimilent à des tests de maturité) et quelques caractéristiques de la fraction "acide humique".

4.1 A partir de l'extrait brut

4.1.1 les teneurs en C et N, le rapport C/N

La minéralisation s'accompagne, comme vu précédemment par une importante production de CO_2 , soulignée ici par une importante baisse du carbone organique. Il passe de 34 à 18% pour les ordures ménagères ; la baisse est moins nette pour les séries B et P passant respectivement de 37% à 30% et de 34% à 29% (tableaux 3, 4, 5). Plus de 70% du C présent en début de compostage a disparu après 180 jours (Série M)

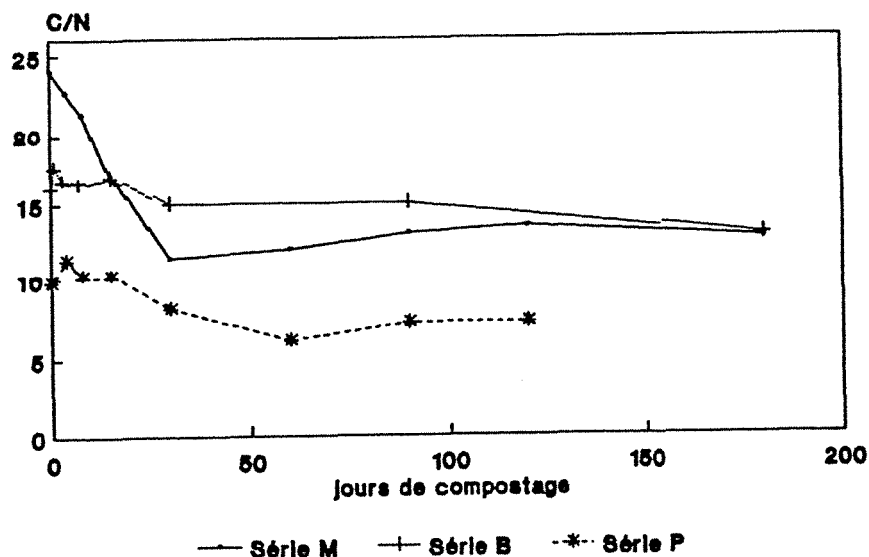
L'azote total semble rester stable et ne subit que des variations faibles ; ceci est vrai en valeur relative si l'on ne tient pas compte de la perte de poids. Les pertes sont certes plus faibles que pour C mais après 180 jours, 46% de N ont disparu dans les ordures ménagères ; ce chiffre atteint même 64% pour la série P, la plus riche en N. HAMOUDA et ADAMS (1986) ont noté des pertes du même ordre et d'autant plus fortes que le C/N de départ était proche de 10.

En début de compostage, nous notons sur les trois substrats un enrichissement en N : s'agit-il une nouvelle fois de problème d'échantillonnage ou faut-il y voir comme JODICE et NAPPI (1986) de la fixation non symbiotique d'azote ?

Le bilan d'azote reste très négatif et ces pertes, loin d'être négligeables, représentent un important manque à gagner pour l'agronome.

Ainsi la baisse du rapport C/N (figure 15 et tableaux 3, 4, 5) au cours du compostage s'explique principalement par une baisse plus importante en C qu'en N.

Figure 15: variations du C/N



Pour les séries M et B, le rapport C/N se stabilise autour de 13 et correspond aux valeurs couramment trouvées dans la littérature (MOREL et al. 1979, JUSTE 1980).

La valeur de C/N de la série P qui se situe à 10 en début de compostage décroît faiblement jusqu'à 6 pour ensuite se stabiliser autour de 7.

TABLEAU 3 : Caractérisation en cours de compostage (série M)

	% cendres	perte de poids	% C	perte de C	% N	perte de N	C/N	CEC
+M0	35,4 (d)	0	33,8 (a)	0	1,4	0	24,1	62 (d) +
+M4	25,6 (e)		36,3 (a)		1,6		22,7	54 (e) +
+M8	35,1 (d)		34,1 (a)		1,6		21,3	67 (d) +
+M15	53,9 (c)	34	27,3 (b)	47	1,6	25	17,1	81 (c) +
+M30	55,3 (c)	36	22,8 (c)	57	2,0	9	11,4	83 (bc) +
+M60	59,7 (b)	41	22,6 (c)	60	1,9	20	11,9	99 (a) +
+M90	62,4 (b)	43	21,9 (c)	63	1,7	31	12,9	95 (ab) +
+M120	60,7 (b)	42	22,6 (c)	61	1,7	29	13,3	99 (a) +
+M180	65,9 (a)	46	17,6 (d)	72	1,4	46	12,6	90 (b) +

pertes en %

CEC en méq/100g de matière organique

TABLEAU 4 : caractérisation au cours du compostage (série B)

	+ % cendres	perte de poids	% C	perte de C	% N	perte de N	C/N	CEC
+B0	31,0	0	37,2	0	2,3	0	16,2	81 (c) +
+B1	32,0	3	35,6	7	2,0	16	17,8	73 (cd) +
+B3	31,5	2	33,6	11	2,0	14	16,8	72 (d) +
+B7	32,0	3	36,4	5	2,2	7	16,5	75 (cd) +
+B15	34,5	10	33,9	18	2,0	22	17,0	74 (cd) +
+B30	36,0	14	34,6	20	2,3	14	15,0	82 (c) +
+B90	41,0	24	31,5	36	2,1	31	15,0	103 (b) +
+B180	45,0	31	29,4	46	2,3	31	12,8	120 (a) +
+B270	47,5	35			2,2	38		
+B540	51,3	40			2,2	42		

TABLEAU 5 : caractérisation au cours du temps (série P)

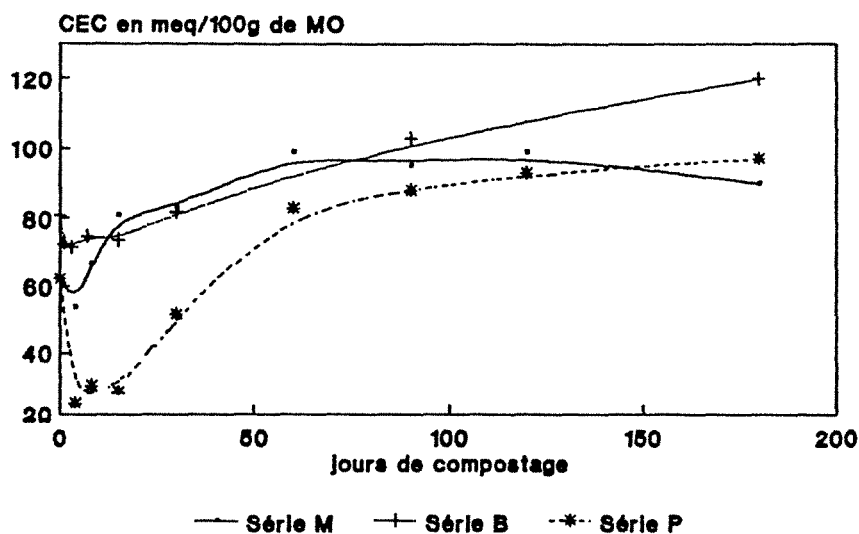
	+ % cendres	% perte	extraits C	bruts N	perte de C	bruts N	perte de N	C/N	CEC
+P0	7,4	0,0	33,3	3,4		3,4		9,8	62 (b) +
+P4	7,8	5,1	35,2	3,1		3,1	13,5	11,3	24 (c) +
+P8	7,3		33,0	3,2		3,2		10,3	30 (c) +
+P15	7,9	6,3	35,1	1,4		3,4	6,3	10,3	28 (c) +
+P30	8,5	12,9	28,5	25,5		3,5	10,4	8,1	52 (b) +
+P60	12,5	40,8	25,5	54,7		4,2	26,9	6,1	83 (a) +
+P90	16,1	54,0	30,2	58,3		4,2	43,2	7,2	88 (a) +
+P120	18,7	60,4	28,9	65,7		4,0	53,4	7,2	93 (a) +
+P180	22,7	67,4				3,8	63,6		97 (a) +

Le C/N est considéré comme un bon indice de maturité (HARADA et INOKO 1980b, MOREL et al. 1984, ANID 1986, JUSTE et al. 1986) mais plutôt qu'une valeur précise, c'est davantage l'évolution du rapport qui est indicatrice du niveau de l'activité microbienne et donc de son état de maturation.

4.1.2 La capacité d'échange cationique

Dans toutes les séries, elle évolue dans le même sens, vers une augmentation (figure 16 et tableaux 3, 4, 5). Nous donnons dans les tableaux les valeurs hors-cendres tant il est vrai que les valeurs sur substrats bruts ne varient pas dans les mêmes proportions. C'est la matière organique qui, par ses sites électronégatifs, va jouer le rôle d'échangeur de cations.

Figure 16: variations de la Capacité d'échange cationique (CEC)



Pour les trois séries, après 180 jours de compostage, des valeurs proches les unes des autres centrées sur 100 meq/100g sont atteintes. HARADA et INOKO (1980a) furent les premiers à proposer la CEC comme indice de maturation ; d'autres auteurs ESTRADA et al. (1986) ont proposé une méthodologie différente mais sont arrivés aux mêmes conclusions. Toutefois HARADA et INOKO (1980b) considèrent qu'au delà de 60 meq/100g le compost peut être considéré comme mûr ; nos valeurs ne correspondent pas à ce seuil et se rapprochent davantage des travaux de LOBO (1985), JACAS et al. (1986) et de DIAZ (1990) pour qui 100 meq/100g est la valeur seuil.

4.2 A partir de l'extrait hydrosoluble.

4.2.1 les teneurs en C et N, le rapport C/N

Les premiers, les japonais, CHANYASAK et al. (1980), CHANYASAK et KUBOTA (1981), CHANYASAK et al. (1982) se sont intéressés à la fraction hydrosoluble pour la recherche d'un test de détermination de la maturité.

Le carbone hydrosoluble et l'azote hydrosoluble baissent considérablement au cours du compostage (tableaux 6, 7, 8) ; SAVIOZZI et al. (1986) considèrent que c'est l'activité microbienne qui provoque cette baisse de la matière organique hydrosoluble qui est minéralisée et/ou organisée dans des structures plus stables. SAVIOZZI et al. (1986) ont montré que l'on trouve des acides aminés en grand nombre dans cette fraction et insistent sur le caractère "simple" des molécules solubles.

Quant au rapport C/N il a tendance à baisser dans la série B alors qu'il fluctue faiblement entre 7 et 8 dans la série M.

CHANYASAK et KUBOTA (1981) proposent que pour un compost mûr le rapport se situe entre 5 et 6 (rapport C/Norg, donc pour notre cas, des valeurs encore supérieures à celles obtenues), cet indice ne semble donc pas adapté.

TABLEAU 6 : caractérisation de l'extrait hydrosoluble (série M).

			extraits hydrosolubles					
+	+		C	N	(C/N)hyd	DO465nm	E4/E6	+
+	pH	CE						+
+M0	+ 6,9		22,6	2,6	8,8	0,20	8,3	+
+M4	+ 6,3	2,15	27,2	2,5	10,7	0,34	11,1	+
+M8	+ 7,1	2,40	22,1	2,8	7,8	0,50	8,3	+
+M15	+ 7,5	2,30	13,8	1,9	7,2	0,33	9,5	+
+M30	+ 7,6	2,50	10,8	1,5	7,1	0,30	13,1	+
+M60	+ 7,6		6,9	1,0	6,9	0,23	14,7	+
+M90	+ 7,7	2,55	6,0	0,9	6,9	0,21	16,5	+
+M120	+ 7,8	2,70	5,1	0,7	7,6	0,16	19,7	+
+M180	+ 7,9	2,65						+

C et N %
CE en mS/cm

TABLEAU 7 : caractérisation de l'extrait hydrosoluble (série B)

+	+		C	N	C/N	DO 465nm	E4/E6	+
+	pH	CE						+
+B0	+ 6,8	0,56	33,6	5,2	6,5	0,193	1,42	+
+B1	+ 6,9	0,64	28,5	5,7	5,0	0,203	1,59	+
+B3	+ 6,9	1,07	23,3	6,6	3,5	0,265	2,02	+
+B7	+ 6,9	1,07	34,7	5,0	7,0	0,303	2,07	+
+B15	+ 7,1	1,21	29,1	5,5	5,3	0,225	1,83	+
+B30	+ 7,1	1,34	21,9	6,1	3,6	0,332	2,30	+
+B90	+ 6,8	1,47	16,7	3,9	4,3	0,137	1,23	+
+B180	+ 6,7	1,54				0,099	1,06	+

TABLEAU 8 : caractérisation de l'extrait hydrosoluble (série P)

+	+				+
+	pH	CE	DO 465nm	E4/E6	+
+P0	+ 5,5	2,95	0,82	3,0	+
+P4	+ 4,3	2,70	0,23	4,9	+
+P8	+ 4,8	2,85	0,23	5,7	+
+P15	+ 4,5	2,95	0,27	7,0	+
+P30	+ 5,4	3,15	0,65	6,6	+
+P60	+ 6,6	3,90	2,43	5,6	+
+P90	+ 7,4	3,30	2,29	5,7	+
+P120	+ 7,2	4,40	1,21	7,0	+
+P180	+ 7,4	4,30	1,10	7,0	+

4.2.2 La densité optique en spectroscopie visible

Nous sommes surpris par la grande variabilité des résultats obtenus. La série P présente un extrait qui s'assombrit dans un premier temps jusqu'à 60 - 90 jours ; à 60 jours l'extrait est brun foncé et si l'on acidifie la solution, un précipité se forme, ce qui laisse à penser qu'il s'agit d'acide humique soluble donc de molécules complexes.

Cette observation ne s'est pas répétée chez les deux autres séries ; on y observe toutefois une évolution vers plus de coloration mais qui prend fin à 30 jours pour la série B et à 8 jours pour la série M.

La coloration dans les deux cas était dans le jaune. La coloration n'est pas corrélée avec la teneur en C et en N et doit donc davantage être sensible à la qualité des composés solubles qu'à leur quantité.

Le rapport E_4/E_6 varie lui comme la densité optique dans le cas de la série P. En revanche dans les séries M et B, il augmente et se stabilise pour B mais continue d'augmenter pour M. Les valeurs de la série M sont enfin très proches de celles obtenues par SAVIOZZI et al. (1986). D'après CHEN et al. (1977) cette augmentation serait accompagnée par une baisse de l'encombrement moléculaire.

Aucune valeur précise ne peut cependant être donnée ici pour l'établissement d'un indice de maturité.

4.3 A partir de l'extrait alcalin

Les observations ont uniquement porté sur la série B, en effet il y avait redondance avec le chapitre sur l'évolution de la fraction humique.

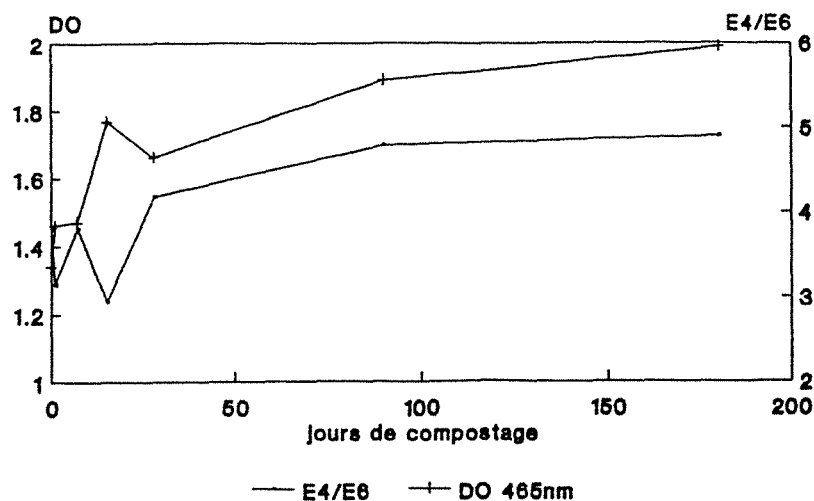
Nous avons aussi effectué la chromatographie circulaire suivant la méthode proposée par HERTELENDY (1974) mais nous ne présenterons pas ici les résultats, l'interprétation nous paraissant par trop douteuse.

La densité optique en spectroscopie visible

C'est MOREL et al. (1979) qui les premiers ont proposé cette technique de détermination de la maturité des composts.

Les résultats (figure 17) montrent une augmentation dans la coloration ; toutefois les valeurs sont différentes de celles obtenues par MOREL et al. (1979), alors que l'évolution reste identique.

**Figure 17 : Densité optique de l'extrait
alcalin
Série B**



L'assombrissement peut être assimilé à un processus d'humification (SCHNITZER et KHAN 1972) alors que l'augmentation du rapport E_4/E_6 à une baisse de l'encombrement moléculaire (CHEN et al. 1977).

CONCLUSION

Les indices de maturité étudiés ici font appel à des modifications directement issues de l'activité microbienne ; les valeurs considérées pour les composts mûrs correspondent donc à un état du compost, mais peut-on réellement parler de maturité ? A partir de ces valeurs du C/N, de la CEC, peut-on considérer que les substrats sont mûrs, tels que nous l'avons défini précédemment ? Ce sont probablement des conditions nécessaires à cette "maturité" mais il n'a jamais été montré qu'elles en étaient aussi les conditions suffisantes

Il apparaît peu raisonnable de continuer dans le sens de la recherche d'un test universel de maturité ; en revanche il semble plus opportun de suivre l'évolution de l'un ou l'autre indice. Ceux-ci évoluent dans le même sens, dépendants qu'ils sont de l'activité microbienne. Nous notons ainsi que, pendant la phase thermophile de la série M, au moment où l'activité est la plus intense, les plus importantes modifications ont lieu :

- forte minéralisation
- chute du rapport C/N ($r=-0.92$ avec % cendres)
- augmentation de la capacité d'échange cationique ($r=0.95$ avec % cendres)
- montée rapide de pH ($r=0.97$ avec % cendres).

Aussi l'étude de l'activité microbienne nous semble le meilleur indice ; les techniques directes d'études (numération, isolement) nous paraissent mal adaptées devant l'hétérogénéité de la flore microbienne, en revanche, la respirométrie, en tant que reflet de cette activité microbienne nous paraît être la technique la plus fiable.

GERMON et al. (1980), NICOLARDOT et al. (1982), à partir d'observations sur la consommation en O_2 , ont mis au point un système utilisable en usine et testé par l'ANRED. Tout récemment, la société américaine Tech-Line vend sur le marché un testeur compact "l'Automatic respirometer" capable d'indiquer la consommation en oxygène d'un substrat en cours de compostage.

DEUXIEME PARTIE

EVOLUTION DE LA
PHYTOTOXICITE

EVOLUTION DE LA PHYTOTOXICITE

1 Mesure du niveau de phytotoxicité

1-1 objectifs

Avant de s'intéresser aux problèmes de phytotoxicité, il est nécessaire de bien se rendre compte des difficultés dues à son évaluation. En effet, chaque plante a une sensibilité propre par rapport à tel ou tel produit.

Nous avons choisi de travailler avec du cresson, *Lepidium Sativum* ; les raisons de ce choix tiennent :

- à la rapidité et la facilité de mise en place du test,
- à sa reproductibilité,
- au fait que de nombreux auteurs (ZUCONNI et al. 1981a et b, ANID 1982, LOBO 1985, SUKMANA 1985, HARDY et SIVASITHAMPARAM 1989, DIAZ 1990) utilisent ce test pour déterminer le niveau de phytotoxicité des composts. D'autres auteurs, JUSTE et al. (1980), CHANYASAK et al. (1983a et b), HADAR et al. (1985), WONG et CHU (1985), ont choisi de travailler sur le compost brut en relation avec une plante mais leur technique ne répond pas aux exigences de rapidité que nous recherchions.

Le test consiste à faire germer dans des boîtes de Pétri des graines de cresson en contact avec des extraits hydrosolubles des différents substrats à étudier (ANID 1982). Après 48 heures d'incubation à 28°C nous mesurons le taux de germination ainsi que le taux d'élongation racinaire, par rapport à un témoin à l'eau distillée, nous calculons ensuite l'indice de germination, produit des deux taux comme ZUCONNI et al. (1981) le proposent.

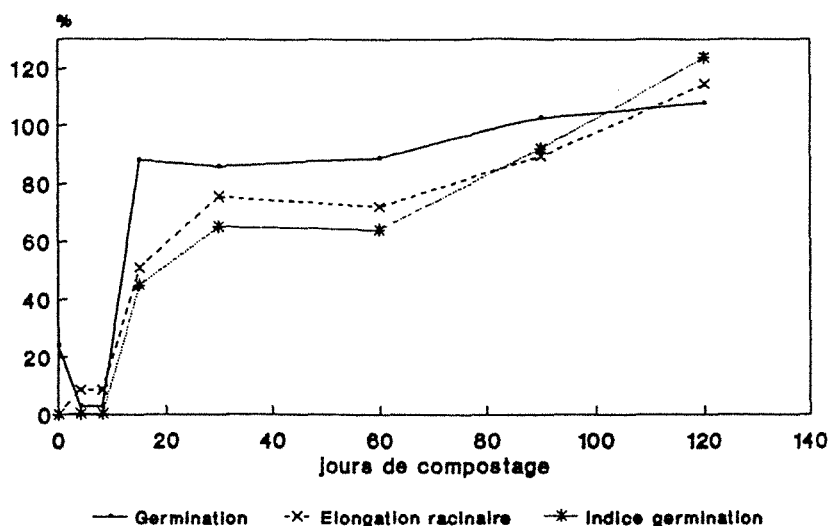
Ces tests ont été effectués sur les extraits séchés, il faut considérer là un premier biais à la mesure précise du niveau de phytotoxicité, en effet certains produits volatils disparaissent presque complètement au moment du séchage, mais nous rappelons que c'est l'évolution de cette toxicité qui polarise notre attention et non sa mesure précise.

1-2 Les résultats obtenus sur les différents substrats

Nous pouvons noter grâce à cette technique, deux types de phytotoxicité, l'une sur la germination, l'autre sur l'élongation racinaire.

- Le compostage a un effet très bénéfique sur la série M, la phytotoxicité concernant la germination a pratiquement disparu après 15 jours (figure 18a et tableau 9) et si nous considérons comme DE BERTOLDI et al. (1988) un seuil à 60% pour l'indice de germination, dès 30 jours le produit a perdu sa phytotoxicité.

**Figure 18a : Test de germination
Série M**



Nous notons aussi qu'après 60 jours, l'élongation racinaire augmente, dépassant même le témoin à l'eau distillée à 120 jours (cette différence n'est pas statistiquement significative) ; aussi considérons-nous comme KATERMAN et DAY (1987, 1989), HARDY et SIVASITHAMPARAM (1989) que sont présents dans la solution des composés activateurs de cette croissance, qui d'ailleurs pouvaient auparavant jouer un rôle inhibiteur par leur trop grande quantité.

- En revanche, cet effet bénéfique disparaît dans les deux autres séries. Pour la série B, (figure 18b et tableau 10) nous partons d'un substrat non phytotoxique pour aboutir à 180 jours à un substrat phytotoxique ; nous pouvons donc légitimement nous interroger sur le bien-fondé d'un compostage.

**Figure 18b : Test de germination
Série B**

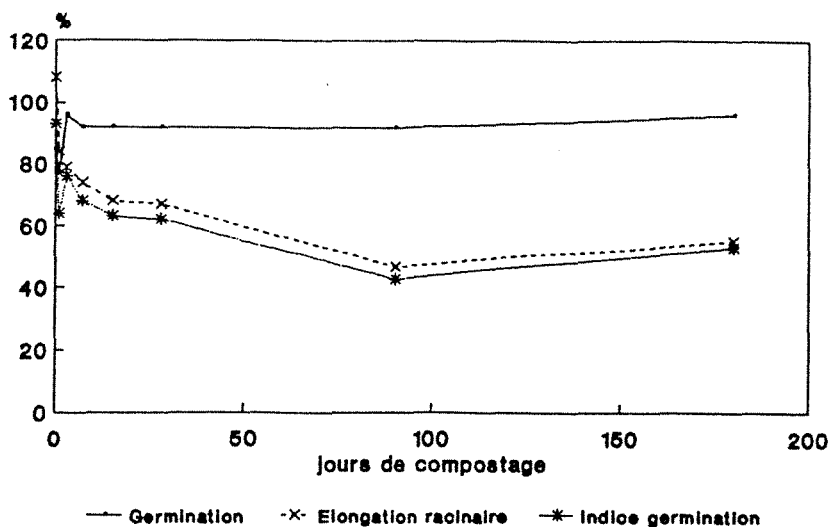


TABLEAU 9 : test de germination (série M).

	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION	
+C	100 (a)	100 (ab)	100 (ab)	+
+M0	24 (d)	0 (d)	0 (d)	+
+M4	3 (b)	9 (d)	<1 (d)	+
+M8	3 (b)	9 (d)	<1 (d)	+
+M15	88 (a)	51 (c)	45 (cd)	+
+M30	86 (a)	76 (bc)	55 (bc)	+
+M60	89 (a)	72 (bc)	64 (bc)	+
+M90	103 (a)	89 (ab)	92 (ab)	+
+M120	108 (a)	115 (a)	124 (a)	+

() groupes homogènes (test de Newman-Keuls)

TABLEAU 10 : test de germination (série B).

	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION	
+C	100	100 (ab)	100 (a)	+
+B0	85	108 (a)	93 (ab)	+
+B1	77	84 (ab)	64 (abc)	+
+B3	96	79 (ab)	76 (abc)	+
+B7	92	74 (ab)	68 (abc)	+
+B15	92	68 (ab)	63 (abc)	+
+B30	92	67 (ab)	62 (abc)	+
+B90	92	47 (b)	43 (c)	+
+B180	96	55 (ab)	53 (bc)	+

() groupes homogènes (test de Newman-Keuls)

- Enfin la série P semble indifférente au compostage, le substrat reste phytotoxique jusqu'à 180 jours avec aucune germination (tableau 11); ce qui confirme nos premières remarques sur le mauvais déroulement du compostage. Dans le cas de la série P il paraît clair que c'est une autre technologie qu'il faut envisager pour transformer la pulpe.

TABLEAU 11 : test de germination (série P).

	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION	
+C	100 (a)	100 (a)	100 (a)	+
+P0	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P4	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P8	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P15	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P30	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P60	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P90	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P120	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+
+P180	0 (b)	0 (b)	0 (b)	+

() groupes homogènes (test de Newman-Keuls)

2 Tentative d'explication

ANID (1982) dresse une liste des causes possibles des niveaux de phytotoxicité élevés chez les composts non mûrs ; DEVLEESCHAUWER et al. (1981) considèrent que l'acide acétique est responsable ; CHANYASAK et al. (1983b) accusent plutôt l'acide butyrique et l'acide propionique. En fait peu de travaux ont porté sur l'explication de cette phytotoxicité dans les composts urbains et c'est souvent par analogie à la dégradation de résidus de culture dans les sols (PATRICK 1971, Mc CALLA et NORSTADT 1974, LYNCH 1977) que les auteurs ont travaillé.

Nous avons orienté notre recherche sur deux axes : une contamination minérale et une contamination organique. Nous avons éliminé certaines options comme des problèmes de contaminations métalliques, il faut se rappeler que nous estimons la phytotoxicité à partir de l'extrait hydrosoluble et la part de métaux lourds dans cette fraction n'atteint jamais les seuils de toxicité (voir chapitre EUF), DIAZ (1990) a observé que la fraction hydrosoluble des métaux lourds augmentait avec le temps de compostage et l'on note simultanément une baisse de la phytotoxicité. Certains auteurs travaillant davantage sur l'utilisation horticole des composts voient dans le pH et la forte conductivité électrique les causes d'échecs (VERDONCK et al. 1982, CHARPENTIER et VASSOUT 1985), nous n'avons pas retenu ici ces hypothèses.

2-1 Phytotoxicité due à la présence d'ions ammonium

Nous notons dans les trois séries une évolution de la teneur en ions NH_4^+ qui va dans le même sens : augmentation importante dans un premier temps puis baisse rapide vers des valeurs faibles (tableau 12). Les valeurs indiquées dans ce tableau sont exprimées par rapport à la matière sèche et il faut donc tenir compte d'un facteur de dilution de 10 pour passer aux extraits hydrosolubles.

TABLEAU 12 : évolution de la teneur en ions ammonium.

	N-NH ₄		N-NH ₄		N-NH ₄
+M0	21,5	+ P0	33,6	+ B0	44,1
+M4	39,0	+ P4	39,6	+ B1	71,2
+M8	55,5	+ P8	49,4	+ B3	60,1
+M15	5,2	+ P15	73,5	+ B7	92,1
+M30	6,1	+ P30	152,0	+ B15	106,9
+M60	3,5	+ P60	243,0	+ B30	113,8
+M90	2,7	+ P90	231,0	+ B90	4,9
+M120	2,9	+ P120	105,0	+ B180	2,9
+M180	1,8	+ P180	66,0		

N-NH₄ en mg/100g

TABLEAU 13 : seuil de phytotoxicité des ions ammonium.

+mg/l	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION
+CONTROLE	100 (a)	100 (a)	100 (a)
+NH-25	106 (a)	104 (a)	110 (a)
+NH-50	104 (a)	89 (ab)	93 (ab)
+NH-100	104 (a)	76 (ab)	79 (ab)
+NH-200	109 (a)	66 (bc)	72 (ab)
+NH-400	89 (ab)	58 (bc)	52 (bc)
+NH-1200	91 (ab)	25 (cd)	22 (d)
+NH-1600	76 (b)	7 (d)	7 (d)

(): groupes homogènes (test de Newman-Keuls)

Après une augmentation, très rapide pour la série M (elle dure 8 jours), plus lente pour la série B (jusqu'à 30 jours), plus lente encore pour la série P (jusqu'à 90 jours), les teneurs ont tendance à baisser fortement. Ces ions NH_4^+ sont probablement issus de la protéolyse qui touche les molécules les plus facilement dégradables.

Les différences sont sensibles entre les trois séries, les ions ne dépassent pas 55 mg de N /100g pour M, alors que la teneur atteint 130 mg/100 chez B et même 250 mg chez P.

Ces différences peuvent s'expliquer par une activité protéolytique plus intense chez B et P, le rapport $\text{N-NH}_4^+/\text{Nt}$ est le plus élevé pour P avec 0.055, il est de 0.049 pour B et est le plus faible pour M avec 0.035 ;

L'importance de ces valeurs, ainsi que leur évolution peuvent faire croire à un effet phytotoxique.

Expérimentalement, nous avons estimé le seuil de phytotoxicité des ions ammonium. Le tableau 13 nous montre clairement qu'il faut atteindre des valeurs plus importantes (400mg/l) pour obtenir une phytotoxicité.

Les ions NH_4^+ , seuls, ne peuvent donc être responsables des niveaux de phytotoxicité observés sur les substrats.

2.2 Phytotoxicité due à la présence d'acides gras volatils

Dans les trois séries, nous pouvons noter la présence d'acides gras volatils, nous retrouvons principalement l'acide acétique et l'acide butyrique ; chez la série P, l'acide isovalérique est également très présent.

* La série M (tableau 14): nous observons, surtout en début de compostage, la présence d'acides gras volatils, puis après 8 jours, c'est une décroissance qui a lieu, jusqu'à la disparition complète à 180 jours. Ces résultats sont très proches de ceux de DE VLEESCHAUWER et al. (1982).

TABLEAU 14 : évolution de la teneur en acides gras volatils (série M).

		ACIDES					
		acétique	propionique	isobutyrique	butyrique	isovalérique	
+M0	congelé	+ 1,470	0,038	0,008	0,064	*	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+M4	congelé	+ 2,394	ND	ND	ND	ND	+
+	séché	+ 0,067	ND	ND	0,007	ND	+
+M8	congelé	+ 1,688	0,504	1,154	1,764	*	+
+	séché	+ 0,040	ND	ND	ND	ND	+
+M15	congelé	+ 0,056	ND	ND	ND	*	+
+	séché	+ 0,025	ND	ND	ND	*	+
+M30	congelé	+ 0,148	0,044	ND	ND	ND	+
+	séché	+ 0,025	ND	ND	ND	ND	+
+M60	congelé	+ 0,046	ND	ND	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+M90	congelé	+ 0,042	ND	ND	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+M120	congelé	+ 0,076	0,032	ND	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+M180	congelé	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+

en mg/g de MS
 ND : non détecté
 * : détecté, non mesuré

Sur les échantillons séchés à l'air, la disparition intervient à 60 jours, au moment où l'élongation racinaire, sur le test cresson, croît.

*La série B (tableau 15) : il est impossible de détecter des traces d'acides gras sur les échantillons séchés ; c'était le premier substrat chronologiquement étudié et sa conservation (environ 18 mois) a peut-être été fatale quant à la sauvegarde de ces composés volatils ; les échantillons congelés indiquent pourtant des teneurs qui peuvent aller jusqu'à 3 mg/g d'acide acétique à 7 jours.

TABLEAU 15 : évolution de la teneur en acides gras volatils (série B).

		ACIDES					
		acétique	propionique	isobutyrique	butyrique	isovalérique	
+B0	congelé	+ 0,176	0,216	ND	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+B1	congelé	+ 0,106	0,098	ND	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+B3	congelé	+ 0,124	ND	ND	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+B7	congelé	+ 2,886	0,076	0,024	0,014	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+B15	congelé	+ 0,060	ND	ND	0,006	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+B30	congelé	+ 0,094	ND	0,014	0,026	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+B90	congelé	+ ND	ND	0,112	ND	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+
+B180	congelé	+ ND	ND	0,669	0,442	ND	+
+	séché	+ ND	ND	ND	ND	ND	+

en mg/g de MS
 ND : non détecté

Nous remarquons aussi que si dans un premier temps, jusqu'à 30 jours, ce sont les acides à 2 ou 3 carbones qui sont détectés, à partir de 7 jours de compostage, ce sont plutôt les acides à 4 carbones que l'on retrouve.

* La série P (tableau 16) : P ne semble pas subir de variations le long du compostage. Sur les échantillons séchés, on retrouve des teneurs voisines jusqu'à 30 jours.

TABLEAU 16 : evolution de la teneur en acides gras volatils (série P).

		ACIDES					
		acétique	propionique	isobutyrique	butyrique	isovalérique	
+P0	congelé	+ 1,170	0,482	ND	0,090	*	+
+	séché	+ 0,029	ND	ND	0,021	ND	+
+P4	séché	+ 0,025	ND	ND	0,043	ND	+
+P8	séché	+ 0,025	ND	ND	0,057	ND	+
+P15	séché	+ 0,019	ND	ND	0,039	ND	+
+P30	séché	+ 0,038	ND	ND	0,163	*	+
+P60	congelé	+ 0,136	0,024	0,026	0,050	*	+

en mg/g de MS

ND : non détecté

* : détecté, non mesuré

La présence de ces acides gras volatils peut surprendre si l'on se rappelle qu'ils sont le résultat d'un métabolisme anaérobie, mais LYNCH (1977) précise que même dans un sol bien aéré il existe des micro-environnements anaérobies, aussi par analogie, un tas de compost même bien contrôlé peut présenter de tels sites. Si les conditions d'oxygénation sont suffisantes par la suite, ces acides seront catabolisés en CO₂.

L'étude de l'évolution de ces acides au cours du compostage peut laisser penser qu'ils sont phytotoxique ; afin de confirmer ces hypothèses il a été nécessaire d'évaluer le seuil de phytotoxicité des trois acides les plus représentés, l'acétique, le butyrique et l'isovalérique.

Afin de se placer dans des conditions équivalentes nos extraits hydrosolubles, nous avons ajusté le pH à 7,5. LYNCH (1980) montre que l'effet phytotoxique de l'acide acétique est plus important à pH acide.

- l'acide acétique (tableau 17) est phytotoxique à partir de 400 mg/l et inhibe totalement l'élongation racinaire à 2000 mg/l ; en revanche même à ces concentrations, il n'a pas d'effet sur la germination.

TABLEAU 17 : seuil de phytotoxicité de l'acide acétique à pH 7.5

+ +mg/l	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION	+
+CONTROLE	100(a)	100(a)	100(a)	+
+ACE100	100(a)	84(b)	84(a)	+
+ACE400	97(a)	56(cd)	55(b)	+
+ACE600	89(a)	44(d)	39(b)	+
+ACE1000	91(a)	18(e)	16(c)	+
+ACE2000	91(a)	1(e)	1(c)	+

(): groupes homogènes (test de Newman-Keuls)
pH ajusté à 7.5

- l'acide butyrique (tableau 18) est phytotoxique dès 200 mg/l, inhibe l'élongation racinaire dès 400 mg/l et la germination vers 1000 mg/l.

TABLEAU 18 : seuil de phytotoxicité de l'acide butyrique à pH 7.5

+ +mg/l	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION	+
+CONTROLE	100(a)	100(a)	100(a)	+
+BUT200	89(a)	64(b)	57(b)	+
+BUT400	93(a)	4(c)	4(c)	+
+BUT600	89(a)	0(c)	0(c)	+
+BUT1000	0(c)	0(c)	0(c)	+
+BUT200ac	30(b)	8(c)	2(c)	+

():groupes homogènes (test de Newman-Keuls)
pH ajusté à 7.5 et pour BUT200ac pH=3.7

Les observations de LYNCH (1980) sur l'acide acétique sont confirmées avec l'acide butyrique, puisque 200 mg/l d'acide butyrique à pH 3,7 présente une toxicité statistiquement différente à la même dose à pH 7,5.

- l'acide isovalérique (tableau 19), enfin, présente des seuils de toxicité proche de l'acide butyrique.

TABLEAU 19 : seuil de phytotoxicité de l'acide isovalérique à pH 7.5

+ +mg/l	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION	+
+CONTROLE	100 (a)	100 (ab)	100 (a)	+
+ISOVA100	87 (abc)	109 (ab)	96 (a)	+
+ISOVA200	82 (abc)	75 (bc)	63 (ab)	+
+ISOVA400	67 (abcd)	27 (d)	18 (cd)	+
+ISOVA600	41 (d)	2 (d)	1 (d)	+
+ISOVA1000	0 (e)	0 (d)	0 (d)	+

():groupes homogènes (test de Newman-Keuls)
pH ajusté à 7.5

Ces seuils de phytotoxicité sont nettement supérieurs aux teneurs en acide gras volatils des extraits hydrosolubles ; dans les extraits, nous ne dépassons jamais 10 mg/l (entre les mesures effectués et les teneurs de l'extrait, il y a un facteur de dilution de 10) et donc contrairement à DE VLEESCHAUWER et al. (1980) et CHANYASAK et al. (1983b), nous ne pouvons dire que tel ou tel acide gras volatil est responsable de la phytotoxicité observée.

Dans un deuxième temps nous avons donc mesuré l'effet de mélanges (Acide Acétique + ions NH_4^+ , Acide Acétique + Acide Butyrique) afin de déterminer si un effet synergique pouvait avoir lieu.

TABLEAU 20 : effet de mélanges sur la phytotoxicité

+ +mg/l	GERMINATION	ELONGATION RACINAIRE	INDICE DE GERMINATION	+
+CONTROLE	100 (a)	100 (ab)	100 (a)	+
+ACE50NH20	82 (abc)	118 (a)	97 (ab)	+
+ACE500NH20	90 (abc)	83 (abc)	75 (ab)	+
+ACE50NH200	92 (ab)	99 (ab)	92 (ab)	+
+ACE500NH200	85 (abc)	60 (c)	51 (bc)	+
+ACE50BUT50	79 (abc)	87 (abc)	69 (ab)	+
+ACE500BUT50	67 (abcd)	26 (d)	18 (cd)	+
+ACE50BUT400	62 (bcd)	7 (d)	5 (d)	+
+ACE500BUT400	54 (cd)	3 (d)	2 (d)	+

():groupes homogènes (test de Newman-Keuls)

pH ajusté à 7.5

ACE50BUT400:mélange acide acétique (50mg/l) et acide butyrique (400mg/l)

Ici encore les doses phytotoxiques sont très supérieures aux teneurs des extraits hydrosolubles (tableau 20), les ions NH_4^+ même à la dose de 200 mg/l ne semblent pas accentuer l'effet phytotoxique de l'acide acétique. Nous remarquons toutefois que l'effet phytotoxique intervient davantage sur la germination que l'élongation racinaire pour le mélange acide acétique + acide butyrique.

CONCLUSION

SUKMANA (1983) aboutit, après une étude plus complète, incluant l'effet inhibiteur d'autres acides aliphatiques comme l'acide lactique, l'acide succinique, au même constat : il ne peut expliquer la phytotoxicité observée sur les composts.

MANIOS et al (1988) étudient simultanément plusieurs acides organiques et n'avancent pas non plus d'explications.

INAMATSU (1968) isole l'acide para-coumarique dans un compost de paille de riz mais se garde de relier les niveaux de phytotoxicité à la présence de cet acide.

ZUCCONI et al. (1984, 1981a) éludent la question en expliquant cette phytotoxicité par la présence de métabolites issus de l'activité microbienne qui en cours de compostage disparaîtraient (les acides gras volatils sont à placer dans ce compartiment).

Il faut avoir conscience de la complexité des réactions en jeu, au cours du compostage. La flore microbienne et fongique est aussi abondante que diversifiée et quantité de métabolites sont produits, on peut se perdre en conjectures sur les effets antagonistes ou synergiques de certains composés. Il reste très audacieux de chercher une explication précise à des phytotoxicités qui d'un compost à l'autre peuvent être de nature totalement différentes.

A ces métabolites, s'ajoutent des toxines qui peuvent être synthétisées par la flore fongique. NORSTADT et Mc CALLA (1964) et Mc CALLA et NORSTADT (1974) ont ainsi isolé une phytotoxine, la patuline, qui à des doses très faibles, peut avoir des effets dévastateurs sur la croissance des végétaux. Or *Byssocchlamys spp*, champignon thermophile que ANID (1982) indique dans une liste des microorganismes du compost, est capable de synthétiser cette substance à partir de composés phénoliques.

BACA (1988) a montré que l'activité microbienne du compost était à l'origine de la production d'éthylène, avec un maximum en phase thermophile. LYNCH (1983) rappelle le rôle de l'éthylène comme régulateur de croissance et montre que des faibles variations de sa teneur peuvent entraîner des effets très différents, d'inhibiteur à activateur de croissance.

Ce sont des exemples et ils ne font que souligner la complexité des phénomènes en jeu.

Il paraît essentiel de retenir que dans de bonnes conditions de compostage, la phytotoxicité disparaît. SAVIOZZI et al. (1986) considèrent que les métabolites solubles sont immobilisés sur des molécules plus stables, au cours de la maturation et ainsi rendus inoffensifs ; une partie doit également être catabolisée en CO₂. Un bon contrôle des conditions de compostage ainsi que l'évaluation des niveaux de phytotoxicité à l'aide de tests de germination sont donc les garanties nécessaires à l'obtention d'un bon compost.

TROISIEME PARTIE

EVOLUTION DE LA
MATIERE ORGANIQUE

EVOLUTION DE LA MATIERE ORGANIQUE

La difficulté principale de cette étude tient dans l'hétérogénéité des substrats, essentiellement la série M. En effet en début de compostage, il était très facile de reconnaître l'origine d'une grande part des déchets ; l'évolution de la matière organique consiste à suivre dans le même temps, le devenir de constituants tels que la cellulose, la lignine, les sucres ou les lipides, démarche rendue difficile par cette hétérogénéité.

C'est pourquoi nous avons choisi à l'image de nombreux chercheurs (SUGAHARA et INOKO 1981, ALMENDROS et al. 1983, DE NOBILI et PETRUZZI 1984, ROLETTO et al. 1985, HURET, 1985), l'étude d'une fraction des substances humiques. Ce choix nous a permis, à partir d'un échantillon rendu homogène d'avoir une idée des transformations observées.

Toutefois, celles-ci ne peuvent être généralisées à l'ensemble de la matière organique ; elles seront traitées comme des indices de la transformation du matériau de départ en composés de type humique, au cours du compostage.

1 Choix de la fraction

Nous avons choisi d'étudier la fraction de type acide humique (AH) ; c'est la fraction soluble en solution alcaline et qui précipite en milieu acide (à pH 1).

Nous avons caractérisé la fraction AH par les différentes méthodes à notre disposition ; on peut classer ces méthodes en trois catégories:

- l'analyse chimique élémentaire
- les techniques spectrales (UV, visible, IR)
- une analyse physique en chromatographie sur gel.

Avec la série M, nous avons été plus loin en analysant une série temporelle plus réduite en RMN du ^{13}C et en pyrolyse couplée à une chromatographie en phase gazeuse.

2 Les résultats

2.1 Variation de masse

Nous avons observé ces variations sur les deux séries M et P. Les fluctuations sont de faible amplitude (figures 19 et 20) et sont marquées en début de compostage.

Figure 19 : teneur de la fraction AH
Série M

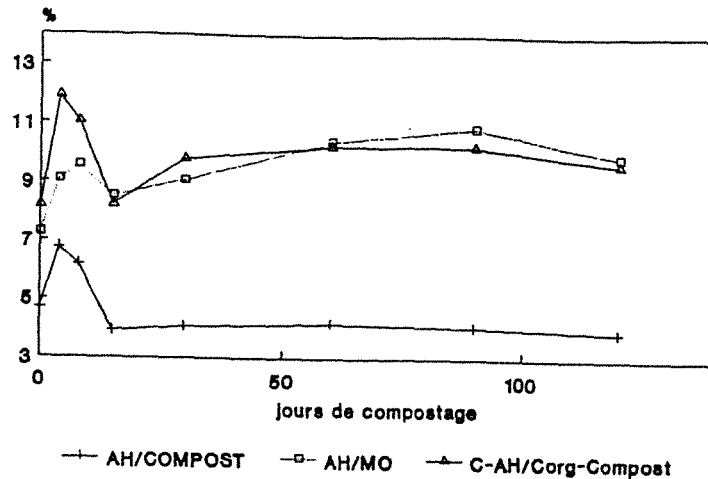
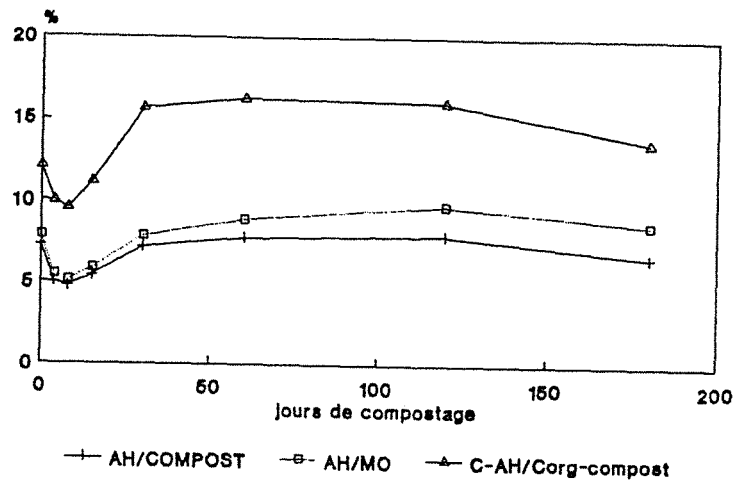


Figure 20 : teneur de la fraction AH
Série P



Les modifications observées sur M sont à relier à celles constatées à propos de la minéralisation (voir première partie): en effet ici encore, un problème d'échantillonnage se fait jour et comme dans le chapitre précédent nous choisirons le point M0 (ordures ménagères à 0 jour) comme référence.

Nous notons donc, après les fluctuations du début de compostage, une très légère augmentation de la fraction, terminée par une phase de stabilisation. Par rapport au carbone organique total, la fraction de type AH ne représente que 10% pour M et 15% environ pour P

Cette stabilisation cache aussi le fait que comme l'ensemble de la matière organique, cette fraction est dégradée, ce qui n'est pas caractéristique des acides humiques des sols réputés stables (KONONOVA 1966, SCHNITZER et KHAN 1972, DUCHAUFOR 1977, STEVENSON 1982).

Enfin cette stabilisation de la teneur est en contradiction avec les travaux de SUGAHARA et INOKO (1981), la différence de méthodologie n'explique pas tout et il faudrait plutôt chercher dans la nature des résidus observés l'explication de cette différence, (nos deux substrats étant assez pauvres en lignine).

2.2 Variations de l'encombrement moléculaire

2.2.1 Chromatographie sur gel

Les tableaux 21 et 22 qui concernent les séries B et M présentent une même tendance, une baisse de l'encombrement moléculaire en cours de compostage.

TABLEAU 21 : chromatographie sur gel (G 100) (série M).

+Kav	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0	1.1	1.2	1.3	+
+M0	43				37							20			+
+M4	23		58											19	+
+M8	41					37						22			+
+M15	31					51						18			+
+M30	29					49							22		+
+M60	24							65							+
+M90	29						57					14		11	+
+M120	33							56				11			+

TABLEAU 22 : chromatographie sur gel (G-100) (série B).

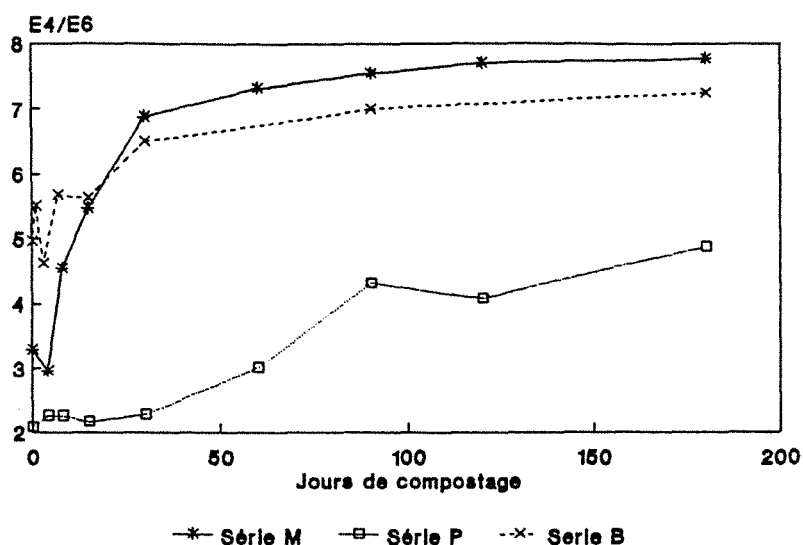
+Kav	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0	1.1	1.2	1.3	+
+B1	21	27			43									9	+
+B3	21		18						61			10			+
+B7	45								45			10			+
+B90	26			61										22	+
+B180	16									70		14			+

Les fractions les plus grosses, (valeurs de Kav proche et égale à 0) qui fluent en premier se trouvent en plus grande quantité en début de compostage. Les variations se font ensuite moins importantes et on constate une certaine stabilisation.

2.2.2 Rapport E_4/E_6

Sur les trois séries, nous avons observé des modifications importantes de ce rapport (figure 21), elles vont toutes dans le même sens de l'augmentation.

Figure 21 : E_4/E_6 de la fraction AH



La série M présente une forte variation pendant les trente premiers jours du compostage le rapport E_4/E_6 passant de 3 à 7, puis on note une stabilisation jusqu'à 180 jours.

La série B présente une certaine similitude mais de moindre ampleur, le rapport E_4/E_6 ne variant ici que de 5 à 7.

La série P présente en revanche une croissance pratiquement linéaire si l'on ôte le point à 90 jours. Ses valeurs sont également plus faibles, fluctuant entre 2 et 5.

CHEN et al. (1977) ont montré les corrélations entre la variation du rapport E_4/E_6 et les modifications de l'encombrement moléculaire ; ici cela va dans le sens d'une diminution de l'encombrement moléculaire, ce qui corrobore les résultats trouvés par chromatographie sur gel.

Les valeurs observées ici sont très différentes des valeurs des acides humiques de sols, et sont plus proches des valeurs d'acides fulviques.

2.3 Modifications chimiques

2.3.1 Analyse élémentaire

Série M : les changements (tableau 23) ont lieu pendant les trente premiers jours du compostage ; nous notons une baisse du C et de H et une augmentation de O et N.

L'augmentation en O s'explique par les conditions d'aérobiose du compostage

Après cette phase de changement et jusqu'à 180 jours, nous notons une stabilisation.

TABLEAU 23 : analyse élémentaire de la fraction AH (série M).

+	N	C	H	O	O/C	H/C	C/N	+
+M0*	4,9	58,9	9,3	26,9	0,34	1,89	12,0	+
+M4*	2,6	64,0	10,3	23,1	0,27	1,93	24,6	+
+M8*	3,0	60,8	9,8	26,4	0,33	1,93	20,3	+
+M15*	4,6	57,1	8,7	29,6	0,39	1,83	12,4	+
+M30*	5,9	55,0	8,3	30,8	0,42	1,81	9,3	+
+M60*	5,9	55,3	8,2	30,6	0,42	1,78	9,4	+
+M90*	6,0	54,9	8,0	31,1	0,42	1,75	9,2	+
+M120*	6,1	55,4	7,8	30,7	0,42	1,69	9,1	+
+M0**					0,40	1,82		+
+M4**					0,42	1,83		+
+M30**					0,50	1,63		+
+M180**					0,48	1,48		+

N, C, H, O en %

O/C, H/C : rapports atomiques

C/N : rapport pondéral

* et ** correspondent à 2 séries d'extraction

Série B : Les observations (voir tableau 24) sont proches de celles de la série M avec une oxygénation importante mais qui dure davantage. En tenant compte du décalage B90-B180 qui s'explique par deux séries d'extraction distinctes, nous remarquons que O augmente jusqu'à 360 jours ; il en est de même pour la baisse du C.

N en revanche fluctue tout au long du compostage mais pas dans un sens particulier et se rapproche des valeurs proposées par LOBO (1985).

TABLEAU 24 : analyse élémentaire de la fraction AH (série B).

+	N	C	H	O	O/C	H/C	C/N	+
+B0*	4,2	52,1	7,5	36,2	0,52	1,74	12,6	+
+B1*	4,7	51,8	7,5	35,9	0,52	1,74	10,9	+
+B3*	5,6	53,2	7,4	33,8	0,48	1,68	9,6	+
+B7*	4,1	49,5	7,2	39,2	0,59	1,74	12,0	+
+B15*	4,3	53,0	7,2	35,6	0,50	1,62	12,4	+
+B30*	5,0	48,3	6,4	40,4	0,63	1,58	9,6	+
+B90*	4,5	47,6	5,9	42,1	0,66	1,48	10,7	+
+B180**	4,4	54,2	6,7	34,7	0,48	1,48	12,3	+
+B270**	4,8	52,1	6,3	36,9	0,53	1,45	11,0	+
+B360**	4,5	51,5	6,2	37,8	0,55	1,44	11,4	+
+B540**	4,6	51,8	6,1	37,5	0,54	1,41	11,3	+

N, C, H, O en %

O/C, H/C : rapports atomiques

C/N : rapport pondéral

* et ** correspondent à 2 séries d'extraction

Série P : ici (tableau 25) nous remarquons une divergence importante avec les deux séries précédentes, c'est la baisse de la teneur en oxygène jusqu'à 30 jours qui s'explique par les conditions d'anaérobiose observées au premier chapitre ; la baisse est sensible puisqu'elle passe de 27 à 21%.

Par la suite, alors que la pulpe a perdu sa structure plastique, nous retrouvons le niveau de départ pour O. Cette baisse de O est accompagnée par une baisse en N (on passe de 6 à 3%) alors que dans le même temps C et H augmente largement comme si les molécules étaient constituées d'hydrocarbures en majorité.

Finalement après 180 jours nous retrouvons une composition proche de l'échantillon à 0 jour.

TABLEAU 25 : analyse élémentaire de la fraction AH (série P).

+	N	C	H	O	O/C	H/C	C/N	+
+P0	6,1	58,0	8,8	27,1	0,35	1,82	9,5	+
+P4	4,6	62,9	9,6	22,9	0,27	1,83	13,7	+
+P8	4,3	62,8	9,6	23,3	0,28	1,83	14,6	+
+P15	4,2	63,2	9,7	22,9	0,27	1,84	15,0	+
+P30	3,0	65,8	10,0	21,2	0,24	1,82	21,9	+
+P60	3,9	63,1	9,6	23,4	0,28	1,83	16,2	+
+P90	5,1	63,0	9,1	22,8	0,27	1,73	12,4	+
+P120	5,3	60,7	8,9	25,1	0,31	1,76	11,5	+
+P180	4,6	59,4	8,7	27,3	0,34	1,76	12,9	+

N, C, H, O en %
 O/C, H/C : rapports atomiques
 C/N : rapport pondéral

Dans de bonnes conditions de compostage LOBO (1985) avait constaté également la baisse de C et l'augmentation de O ; DIAZ (1990) observe des résultats équivalents.

Nous présentons sur les figures 22, 23, 24 les graphiques de VAN KREVALEN (1950).

Figure 22 : relation O/C-H/C
 Série M

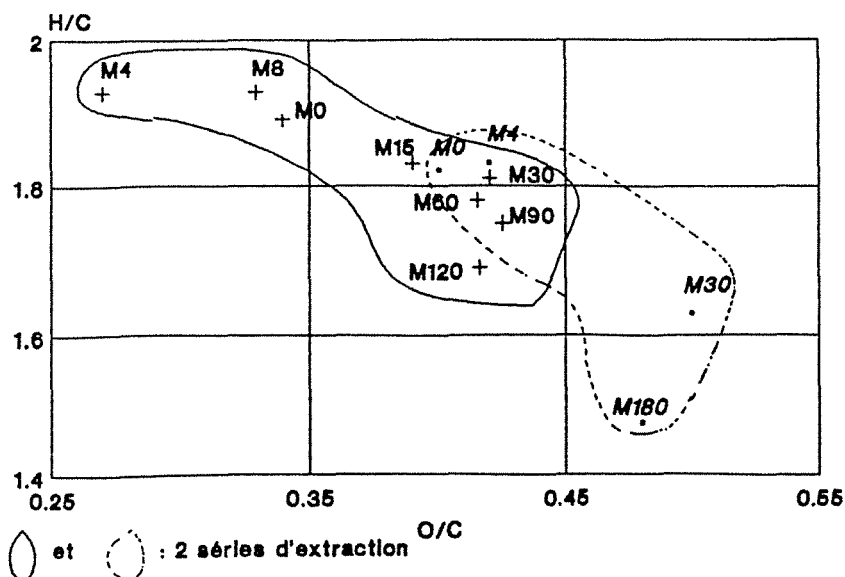
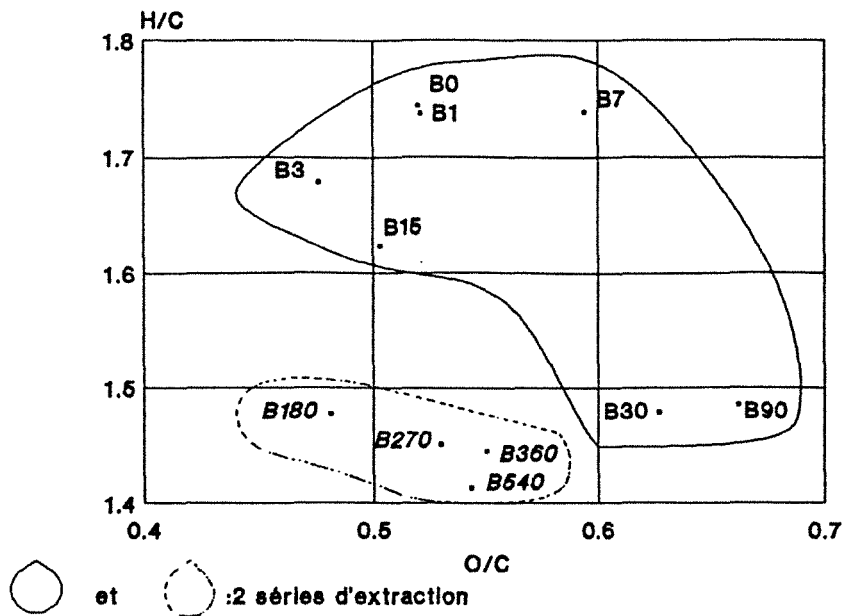
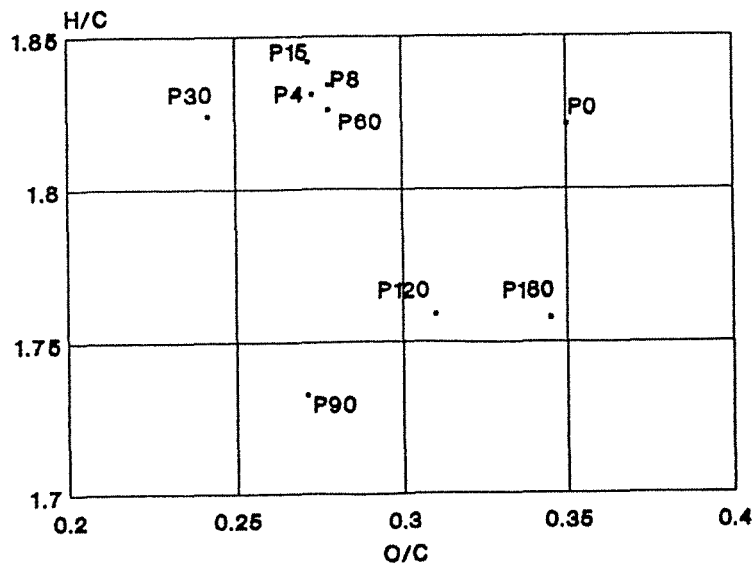


Figure 23 : relation O/C H/C
Serie B



Avec de bonnes conditions de compostage (séries M et B) nous pouvons décomposer les modifications en deux temps : tout d'abord une oxygénation importante (augmentation du rapport O/C) et par la suite, chevauchant sur la première phase, une baisse du rapport H/C qui peut s'expliquer par un processus d'aromatisation (LOBO 1985). Ce phénomène transparait très clairement sur la série M.

Figure 24 : relation O/C-H/C
Série P



La série P présente une évolution contraire avec au départ une baisse du rapport O/C à rapport H/C constant, puis à partir de 60 jours, une baisse du rapport H/C accompagnée d'une augmentation du rapport O/C.

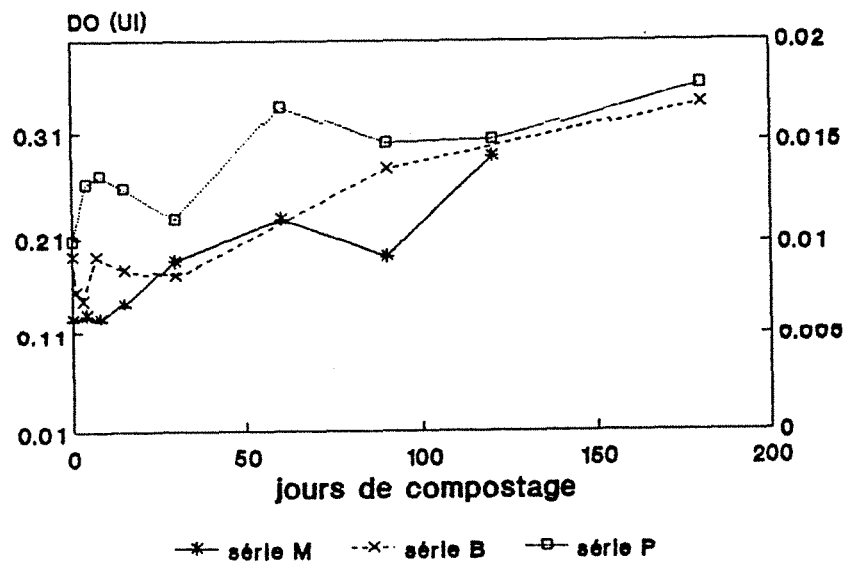
Nous retrouvons pratiquement la même valeur de O/C à 180 jours qu'à 0 jour mais avec une baisse de H/C quoique cette baisse soit de moins forte amplitude que pour les séries M et B.

2.3.2 Spectrophotométrie d'absorption en UV et visible

2.3.2.1 Spectrophotométrie en UV

Nous nous sommes limités à la bande qui paraît à 280 nm, spécifique de produits phénoliques provenant notamment de la dégradation de la lignine ou de ses dérivés, spécifique aussi de protéines. Il n'apparaît d'ailleurs pas de pic clair mais seulement un épaulement bien visible dans la série B, beaucoup moins pour les deux autres séries.

Figure 25 : densité optique vers 280nm

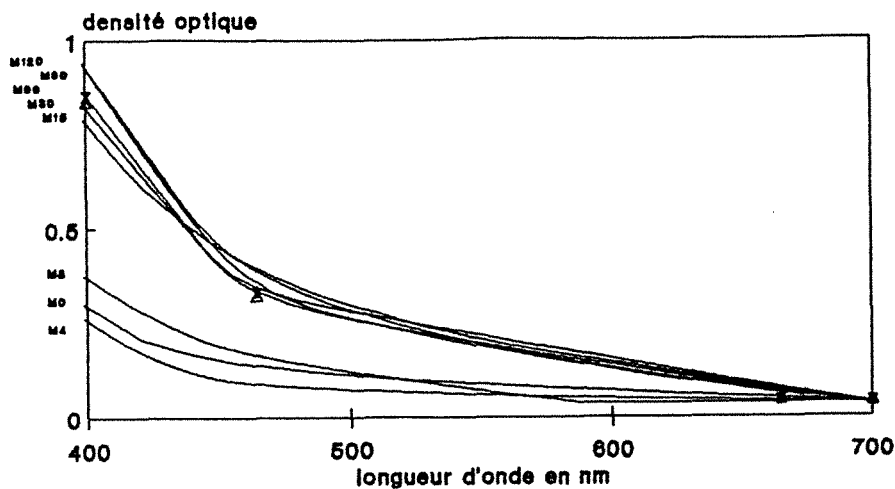


Il apparaît sur les trois séries que le compostage a pour effet d'augmenter la hauteur de cet épaulement (figure 25) ; ce qui s'explique par un enrichissement en composés aromatiques ou/et insaturés (SUGAHARA et INOKO 1981) ou bien à une plus grande résistance à la dégradation microbienne des produits de type lignine et donc un enrichissement relatif de ce type de composés dans la fraction étudiée (VAN DE KERKHOVE et al. 1989).

2.3.2.2 Spectrophotométrie en visible

Nous avons tiré déjà certaines conclusions de l'étude du rapport E_4/E_6 (voir p43), nous nous intéressons ici au spectre complet (figure 26).

**Figure 26 : Spectre en visible
(exemple de la série M)**



Dans tous les cas nous remarquons que les valeurs d'extinction augmentent avec la durée du compostage, ce qui indique selon SCHNITZER et KHAN (1982) un processus d'humification. Ceci corrobore l'observation effectuée en microanalyse qui indiquait une baisse du rapport H/C avec le temps de compostage, si comme DUCHAUFOR (1977), nous voyons dans le processus d'humification s'accompagne d'une aromatisation.

2.3.3 Spectrophotométrie d'absorption en Infra-Rouge

Série M (figures 27 et 28, tableau 26): le point qui apparaît très nettement à la première observation des spectres est l'importance de la bande 2920 cm^{-1} , caractéristique des composés aliphatiques, les bandes à 2850 cm^{-1} et 1450 cm^{-1} sont bien nettes aussi et concernent également les mêmes composés.

La bande à 1720 cm^{-1} augmente au cours du compostage, elle est caractéristique des groupements COOH ou des esters.

La bande à 3400 cm^{-1} , caractéristique des ponts O-H, augmente avec le temps de compostage.

La bande à 1413 cm^{-1} enfin, spécifique de groupement COO, augmente également avec le compostage.

Ces trois derniers points confirment donc l'oxygénation observée en la précisant.

Les bandes à 1660 cm^{-1} et 1540 cm^{-1} spécifiques des N amides, augmentent aussi au cours du temps et confirment l'augmentation de N observée précédemment.

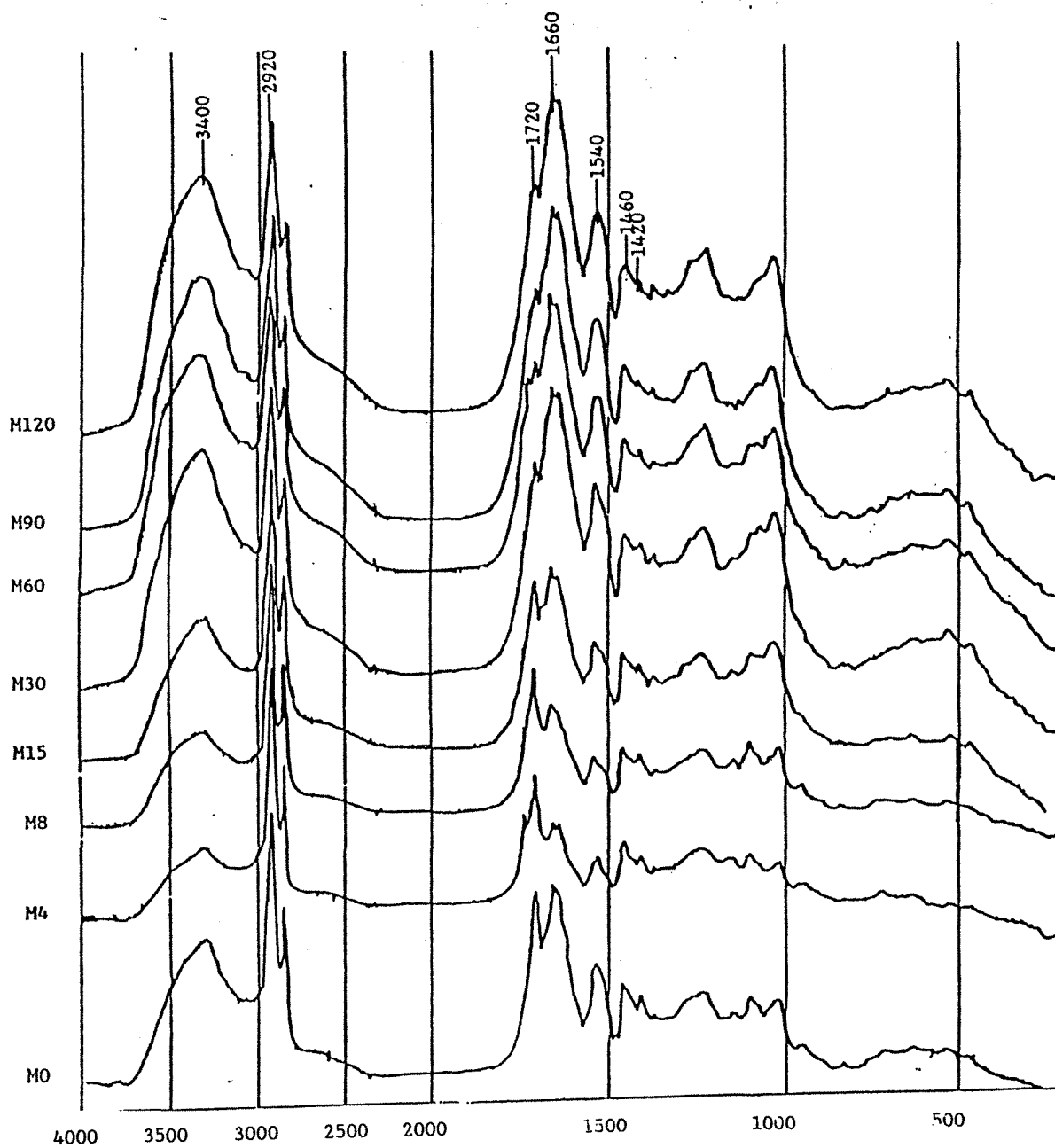


FIGURE 27 : Spectres en Infra-Rouge (série M).

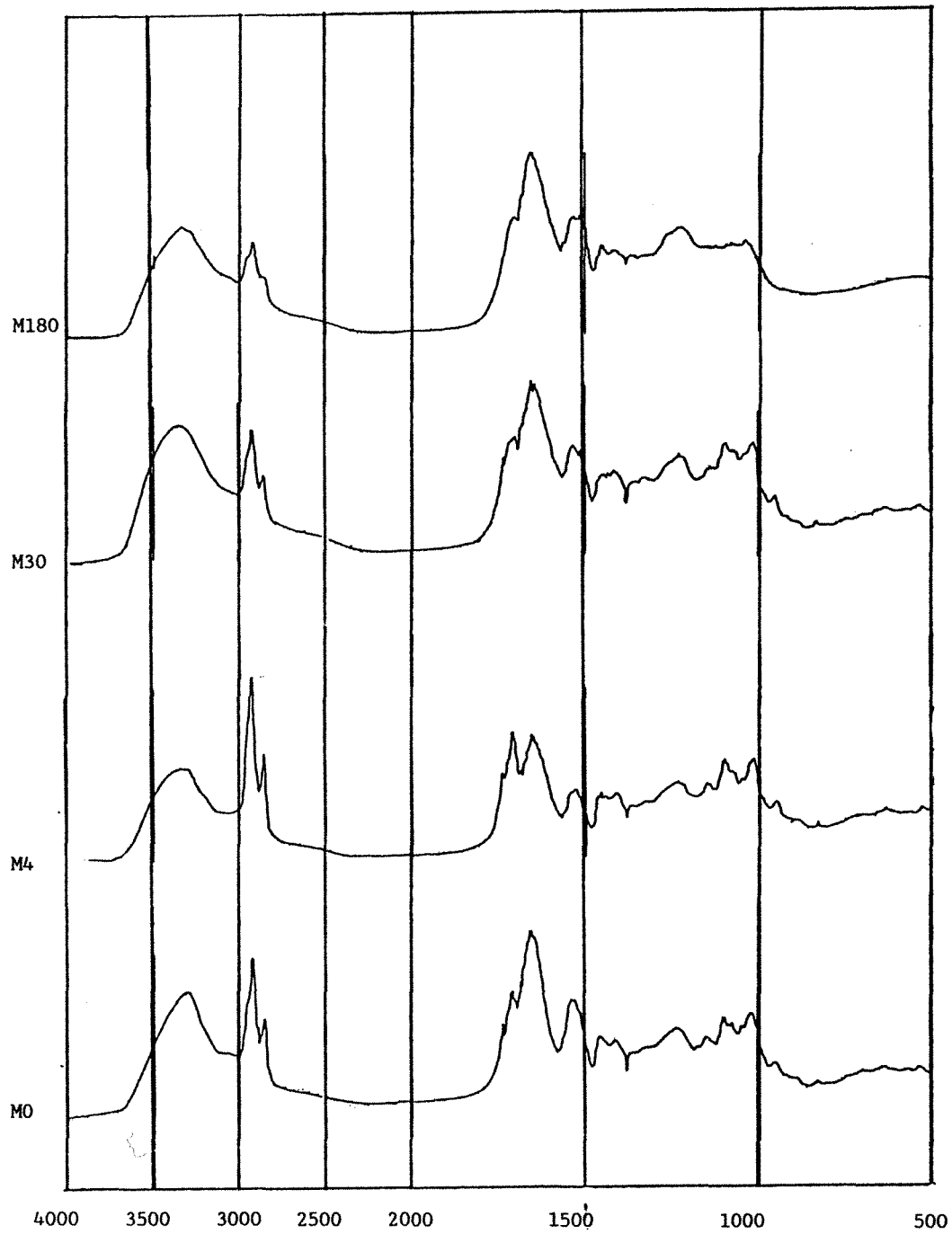


FIGURE 28 : Spectres en Infra-Rouge (série Mbis).

TABLEAU 26 : spectrophotométrie en IR (série M).

+	3400	2850	1720	1660	1540	1450	1413	+
+M0	0,49	0,65	0,69	0,69	0,43	0,36	0,31	+
+M4	0,32	0,65	0,60	0,41	0,29	0,34	0,30	+
+M8	0,41	0,66	0,62	0,49	0,32	0,35	0,32	+
+M15	0,55	0,70	0,67	0,71	0,51	0,47	0,43	+
+M30	0,73	0,74	0,71	0,97	0,71	0,57	0,54	+
+M60	0,77	0,76	0,77	0,98	0,71	0,60	0,56	+
+M90	0,78	0,74	0,75	1,01	0,73	0,60	0,56	+
+M120	0,83	0,72	0,83	1,06	0,74	0,60	0,55	+

hauteur de pic/hauteur de pic à 2920

Série B (figure 29, tableau 27): Les observations sont assez similaires de celles de la série M avec toutefois quelques nuances et tout d'abord la moindre importance de la bande aliphatique à 2920 cm^{-1} qui peut s'expliquer par davantage de composés dérivés de la lignine (issus des déchets de bois), donc plutôt aromatique.

L'oxygénation se confirme avec l'augmentation des bandes 3400 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1420 cm^{-1} , quoique LOBO (1985) voit plutôt dans l'augmentation de la bande 1420 cm^{-1} un enrichissement en groupe vanillyle et syringyle, deux groupements caractéristiques de la dégradation de la lignine.

Nous notons aussi la présence de la bande à 1035 cm^{-1} qui augmente avec la durée du compostage ; cette bande est spécifique de la vibration des groupes O-CH₃ de vanillyle et syringyle (LOBO 1985) confirme donc cette hypothèse.

TABLEAU 27 : spectrophotométrie en IR (série B).

+	3400	2850	1720	1660	1540	1450	1420	1035	+
+B0	0,63	0,66	0,73	1,05	0,73	0,64	0,54	0,71	+
+B1	0,68	0,69	0,72	1,06	0,77	0,65	0,56	0,71	+
+B3	0,65	0,65	0,72	1,14	0,74	0,63	0,53	0,66	+
+B7	0,69	0,69	0,74	1,00	0,74	0,63	0,55	0,68	+
+B15	0,62	0,65	0,70	0,98	0,69	0,60	0,50	0,68	+
+B30	0,88	0,67	0,89	1,40	0,93	0,79		0,80	+
+B90	0,83	0,67	0,85	1,25	0,84	0,75	0,69	0,98	+
+B180	0,82	0,71	0,91	1,28		0,82	0,76	0,94	+

hauteur de pic/hauteur de pic à 2920

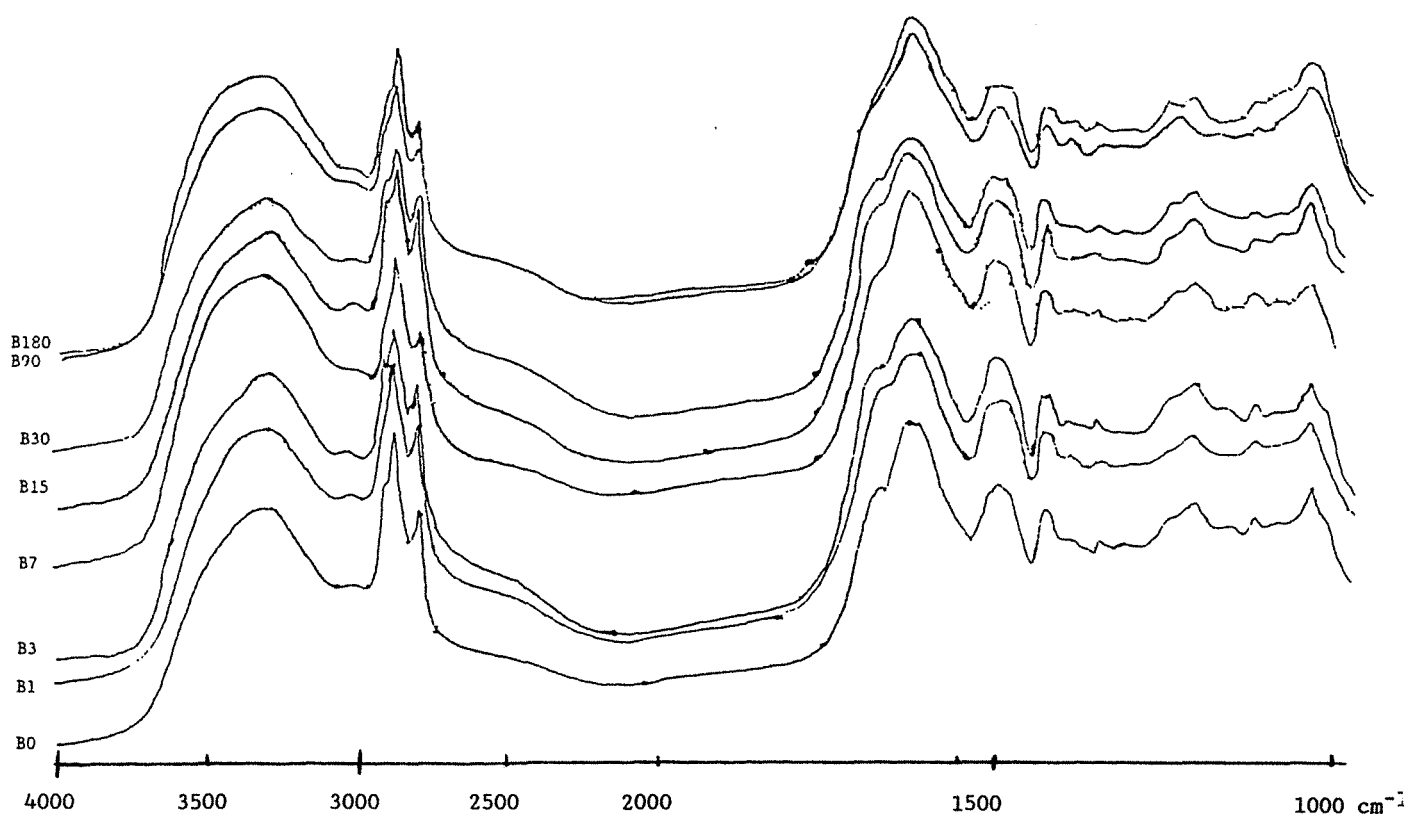


FIGURE 29 : Spectres en Infra-Rouge (série B).

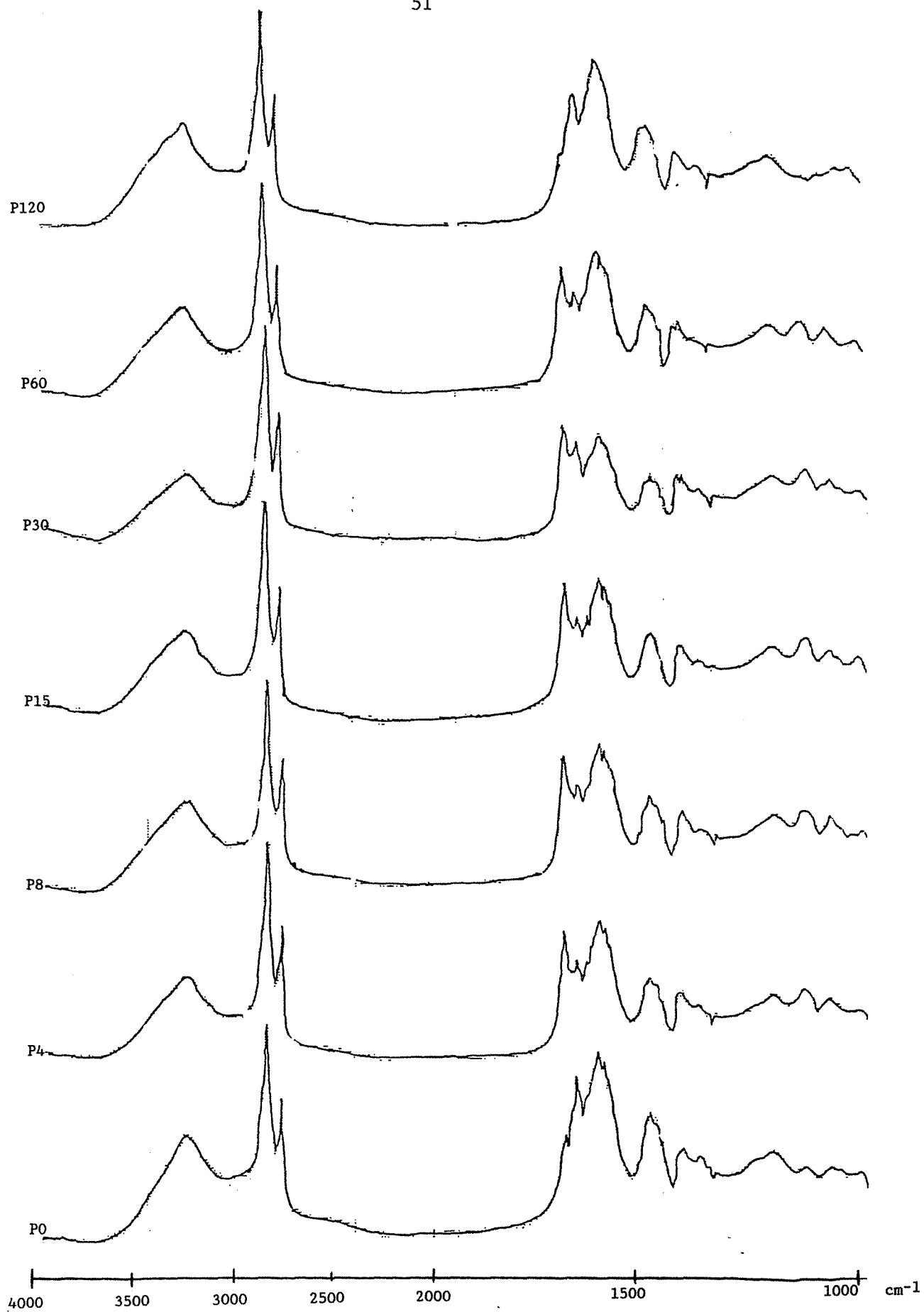


FIGURE 30 : Spectres en Infra-Rouge (série P).

Série P (figure 30, tableau 28): la prédominance des groupements aliphatiques se retrouve ici avec une bande 2920 cm^{-1} très marquée.

La baisse temporaire de l'oxygène observée en microanalyse se confirme par une baisse de la bande 1720 cm^{-1} , et de façon moins marquée sur la bande 3400 cm^{-1} .

La baisse de l'azote se remarque sur les Amide I (bande 1660 cm^{-1}), moins sur les Amides II (bande 1540 cm^{-1}).

TABLEAU 28 : spectrophotométrie en IR, hauteur des pics (série P).

+	3400	2920	2850	1710	1660	1540	1450	1413	+
+P0	0,34	1,00	0,65	0,74	0,85		0,42		+
+P4	0,28	0,99	0,61	0,47	0,64	0,40	0,34	0,27	+
+P8	0,32	1,00	0,61	0,48	0,65	0,43	0,55	0,23	+
+P15	0,36	1,00	0,62	0,51	0,67	0,44	0,39	0,32	+
+P30	0,27	1,00	0,62	0,50	0,51	0,34	0,34	0,28	+
+P60	0,32	1,00	0,61	0,48	0,65	0,43	0,35	0,28	+
+P90	0,43	0,99	0,62	0,60	0,64	0,40	0,34	0,28	+
+P120	0,44	1,00	0,59	0,62	0,76	0,48	0,37	0,30	+
+P180	0,52	0,99	0,63	0,65	0,81	0,52	0,39	0,33	+

Cette étude en spectrophotométrie IR confirme donc les observations déjà faites :

- l'oxygénation s'explique par un enrichissement en groupement fonctionnels oxygénés (carboxyle)
- l'enrichissement en N est confirmé par une augmentation des bandes amides

Mais nous n'avons pu confirmer le processus d'aromatisation qui semblait avoir lieu, les bandes spécifiques, vers 1620 cm^{-1} , étant masquées par d'autres bandes ; nous l'avons seulement aperçu dans l'augmentation des bandes caractéristiques des groupements vanillyle et syringyle. C'est pourquoi nous avons étudié sur une série limitée de M les spectrogrammes en RMN du ^{13}C à l'état solide, l'une des rares techniques à donner des indications précises sur ce point.

2.3.4 Spectrophotométrie en RMN du ^{13}C

Après les progrès récents dans la résolution des spectres en RMN du ^{13}C et surtout depuis l'utilisation en solide, de nombreuses études ont été menées sur les substances humiques des sols (PRESTON et BLACKWEL 1985, WERSHAW 1985, GERASIMOWICZ et BYLER 1985, PRESTON et al. 1986) mais peu de chercheurs encore (THENG et al 1986, INBAR et al. 1989) ont fait des observations concernant l'effet du compostage sur une fraction organique.

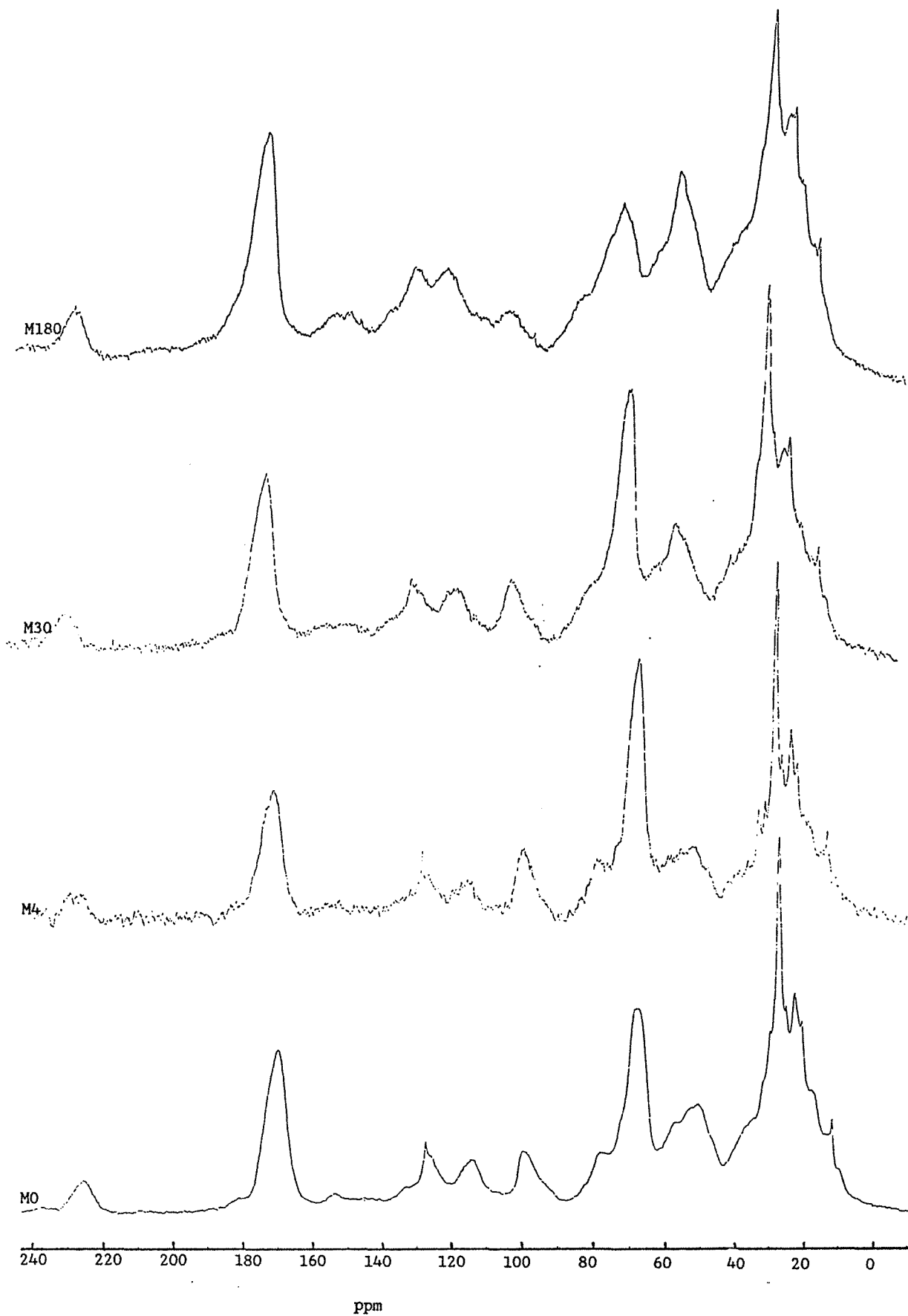


FIGURE 31 : Spectrophotométrie en RMN du carbone 13.

Nous remarquons, à la vue des spectres (figure 31) des pics bien résolus qui se répètent sur les quatre échantillons.

A l'image de THENG et al. (1986), INBAR et al. (1989), FRUND et al. (1989) nous avons segmenté notre spectre en quatre zones:

160-240 ppm : avec un pic bien déterminé à 170 ppm c'est la fraction correspondant aux groupements fonctionnels avec des liaisons C=O, INBAR et al. (1989) l'attribue aux groupements carboxyl, THENG et al. (1986) y ajoute l'association à des amides II (comme dans les peptides sur les protéines)

106-160 ppm : avec un épaulement vers 150 ppm et un pic à 125 ppm ; ce sont les carbones aromatiques (vrais ou de type phénoliques)

42-106 ppm : avec des pics marqués à 100 ppm un épaulement vers 80 ppm et deux pics vers 70 et 50 ppm ; ce sont les carbones liés à O dans des carbohydrates (probablement des polysaccharides dans le cas de composés polycondensés).

5-42 ppm : avec des pics vers 30, 20 et 5 ppm ; ce sont les C aliphatiques des chaines couplées à des lipides ou des protéines.

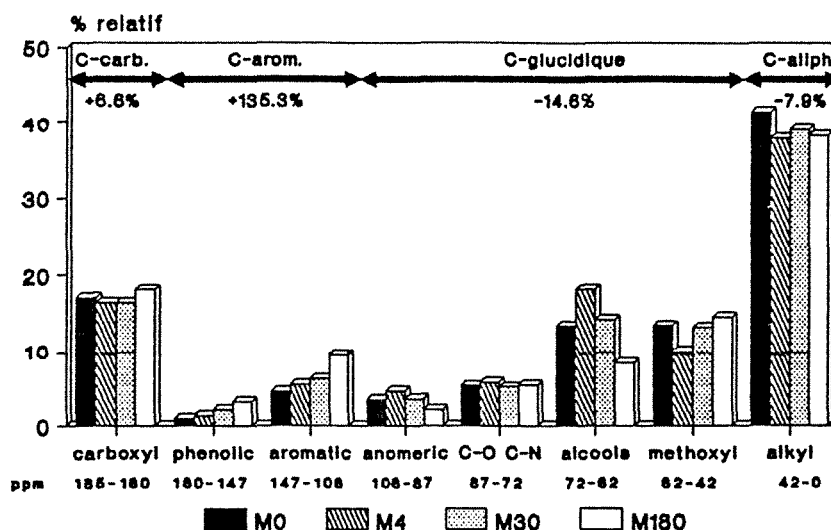
Nous observons tout d'abord la prédominance de la dernière région (figure 32 et tableau 29) qui représente environ 40 % du C total de la fraction et qui confirme nos observations en IR.

Cette fraction subit assez peu de modifications au cours du compostage.

TABEAU 29 : répartition chimique en RMN du carbone 13

+% de C	alkyl	methoxy	alcool	C-O,C-N	anomerique	aromatic	phenolic	carboxyl	carboxyl+	carbo tot	arom vra.
+M0	41,7	13,5	13,4	5,3	3,5	6,8	1,0	12,5	2,3	17,1	4,50
+M4	38,0	10,1	18,2	5,7	4,6	7,7	1,4	12,0	2,2	16,5	5,49
+M30	39,1	13,2	14,2	5,1	3,6	8,2	2,1	12,6	1,9	16,5	6,25
+M180	38,4	14,6	8,3	5,4	2,1	11,6	3,2	14,5	1,9	18,2	9,68

Figure 32 : répartition chimique en RMN Série M



La région 42-106 ppm est principalement modifiée par le changement des intensités des signaux se situant vers 70 et 50 ppm ; le pic à 50 ppm, caractéristique du signal O-méthyl augmente avec le compostage. FRÜND et al. (1989) attribuent cette zone à des produits de la dégradation de la cellulose, et cette observation confirme les travaux de CHINO et al. (1983) qui montraient que la cellulose n'était dégradée qu'en cours de la phase de maturation du compostage. Le pic vers 70 ppm caractéristique de CH-O peut être assimilé à des groupements alcools (INBAR et al 1989) qui seraient donc facilement dégradés au cours du compostage.

Enfin les signaux situés vers 78 et 100 ppm sont peu modifiés par le compostage, mais le C anomérique (100ppm) baisse sensiblement. FRÜND et al. (1989) assimilent ce pic à des polyhexoses qui seraient rapidement dégradés pendant la première partie du compostage.

L'intensité intégrée de la région 106-160 ppm augmente progressivement avec le compostage, elle a plus que doublé.

La zone 145-160 ppm, pratiquement invisible à 0 jour est bien marquée à 180 jours et peut être assimilée au C phénolique, probablement issu de la dégradation de composés ligneux.

Enfin la région 160-240 ppm ne présente qu'une faible variation et une légère tendance à l'augmentation ce qui atténue les résultats de la spectroscopie d'absorption IR qui indiquaient une forte augmentation du pic à 1720 cm^{-1} .

L'augmentation des C-aromatiques est estimée à plus de 130% et le compostage équivaut donc bien à un processus d'aromatisation des fractions humiques.

Cette étude montre à nouveau les différences avec les acides humiques des sols : le degré d'aromaticité est beaucoup plus faible, estimé à 50% (SCHNITZER et PRESTON 1986) pour les acides humiques de sol, il est estimé à 15% seulement après 180 jours de compostage pour la fraction AH.

2.3.5 Pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse

Afin de compléter cette étude, nous avons passé deux échantillons (M0 et M180) à la pyrolyse couplée à la CPG.

Le tableau 30 ne contient que 7 types de composés suivant la méthode de CECCANTI et al. (1986) et repris par DIAZ (1990) sur les boues de stations de stations d'épuration.

Nous nous ne sommes intéressé ici uniquement au processus d'aromatisation et avons cherché dans cette technique une confirmation des résultats précédents.

Les aromatiques (benzène et toluène) passent de 34,9% à 47,3% alors que les phénols passent de 8,7% à 9,6%. Ces résultats vont dans le même sens que la RMN mais avec des valeurs sensiblement différentes qui s'expliquent par le fait que la pyrolyse a un effet d'aromatisation sur les produits étudiés.

TABLEAU 30 : résultats de la pyrolyse couplée à une CPG

	ACETONITRIL	ACETIQUE	BENZENE	PYRROL	TOLUENE	FURFURAL	PHENOL	
+MO	42,2	2,5	10,2	5,0	24,7	6,5	8,7	+
+M180	9,2	6,5	11,5	18,8	35,8	8,5	9,6	+

CONCLUSION

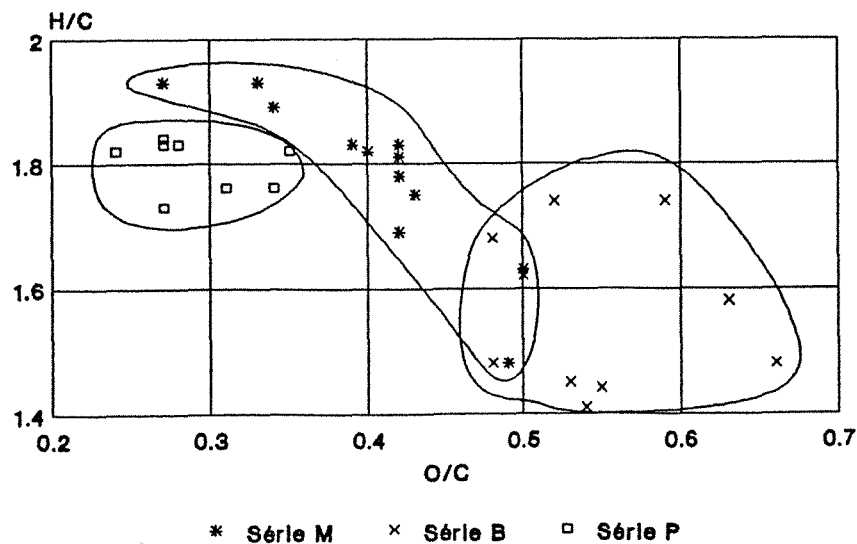
La fraction de type acides humiques dans les composts présente des particularités qui la distinguent des acides humiques des sols ; ALMENDROS et al. (1983), GOMEZ et LEJEUNE (1986) avaient déjà mis en avant ces divergences ; celles-ci se révèlent essentiellement dans les points suivants :

- la fraction AH des composts est largement constituée de chaînes aliphatiques, probablement lipidiques ; ALMENDROS et al. (1989) ont en effet montré que la fraction AH de boues pouvait contenir jusqu'à 40% de lipides.

- le degré d'aromaticité (calculé pour la série M) est très faible et peut s'expliquer par la faible quantité de produits ligneux dans nos substrats de départ ; la série B, du fait de son enrichissement en produits ligneux, présente aussi les rapports H/C les plus bas.

- la fraction AH est très riche en N, avec plus de 6% pour la série M. Nous avons montré que cet azote apparaissait principalement sous forme de liaisons amides I et II, aussi pensons nous qu'il est sous forme protéique, probablement d'origine microbienne ; en effet nous avons constaté, au moins pour la série M, que le rapport C/N de la fraction AH baissait au cours du compostage et tendait vers le C/N des microorganismes (entre 5 et 7), cette variation peut donc être assimilée à un enrichissement en matériel hérité de ces microorganismes. Cette fraction, hétérogène chimiquement, présente une variabilité importante d'un substrat à l'autre (figure 33).

Figure 33 : relation O/C-H/C
Fraction de type AH



Ces différents points nous interpellent : doit-on, comme HUNTER et HEUKELEKIAN (1965), ALMENDROS et al. (1987, 1989), abandonner le vocable "acides humiques" pour le substituer par "fraction organique colloïdale" ? Nos travaux n'ont pas montré le caractère colloïdal de cette fraction et il nous semble donc plus judicieux de conserver l'appellation "fraction de type acides humiques", en arguant de sa définition d'obtention, c'est à dire que c'est la fraction alcalinosoluble et qui précipite à pH 1, provenant de substances naturelles. Un argument supplémentaire tient dans le type de phénomène qui a lieu au cours de la maturation du compostage et qui s'apparente à une humification biologique.

L'effet du compostage sur cette fraction est très net, il suffit pour cela de revoir les modifications observées lors du compostage. Dans de bonnes conditions de compostage (séries M et B) ces effets peuvent être décrits en deux temps :

1. en début de processus, au moment où l'activité microbienne est la plus intense, cette fraction est dégradée, les molécules les plus labiles disparaissent ; cette phase est accompagnée par une baisse de l'encombrement moléculaire. D'un point de vue chimique, nous observons deux modifications, une oxygénation qui se traduit par un enrichissement en groupements fonctionnels oxygénés (type carboxyle) et un enrichissement en composés azotés.

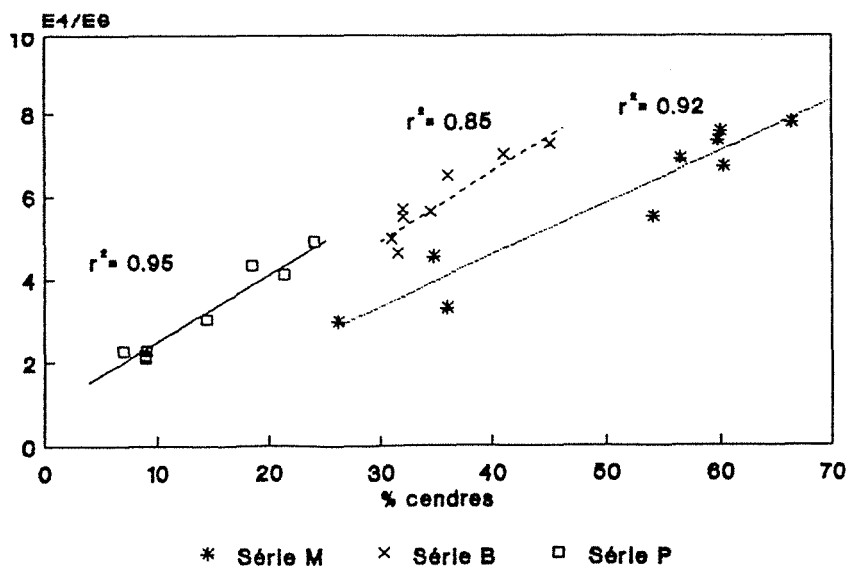
2. pendant la phase de maturation (après 30 jours environ), la fraction semble plus stable et ne subit plus que de légères modifications chimiques : elles concernent le degré d'aromaticité qui s'accroît lentement.

La série P montre encore ici des divergences importantes puisque, au départ de faibles modifications ont lieu, (il s'agit principalement de la baisse de la teneur en oxygène) et c'est surtout à partir de 30 jours que de plus fortes variations ont lieu.

D'un point de vue pratique, le rapport E_4/E_6 est un bon indicateur de ces transformations, il augmente au plus fort de l'activité microbienne et se stabilise par la suite. Sa facilité de mise en place en fait un test pratique de détermination de cette phase de stabilisation. Toutefois, une mesure ponctuelle ne peut suffire : dans le cas des séries M et B, les valeurs de E_4/E_6 sont très proches (autour de 8) pendant cette phase de stabilisation mais LOBO (1985) et DIAZ (1990) donnent des valeurs beaucoup plus élevées pour cette même période.

Nous observons aussi combien les transformations de la fraction de type AH sont liées à l'activité microbienne ; la figure 34 souligne cette relation en comparant l'évolution du taux de cendres (bon indicateur de l'activité de décomposition microbienne) et les variations du rapport E_4/E_6 .

Figure 34: relation E_4/E_6 -minéralisation



QUATRIEME PARTIE

**DISPONIBILITE DE L'AZOTE
MINERAL**

DISPONIBILITE DE L'AZOTE MINERAL

En dehors de l'effet "amendement organique" du compost, du fait de sa forte teneur en matière organique, il faut également compter sur l'effet "engrais" principalement par la présence de N et de P.

Nous avons choisi de nous intéresser à l'azote en sachant qu'assez peu de travaux ont porté sur cet élément. Nos substrats présentent des teneurs élevées en N, de 1,5 % pour la série M à 3,5 % pour la série P ce qui, si l'on se place dans des conditions ordinaires d'amendement (20 T MS/ha), représente un apport de 300 à 700 unités d'azote.

INOKO et al (1979) ont observé l'effet du compostage sur les formes organiques de l'azote suivant le fractionnement proposé par BREMNER (1965) et leurs résultats n'incitent pas à suivre dans ce sens. C'est pourquoi nous avons choisi de travailler sur les formes hydrosolubles et minérales, ceci suivant deux techniques, l'extraction classique à l'eau et l'électro-ultra-filtration (EUF).

Enfin dans un deuxième temps, nous avons déterminé la biodisponibilité de l'azote à l'aide d'essais en vase de végétation avec *Lolium Perenne* comme plante test.

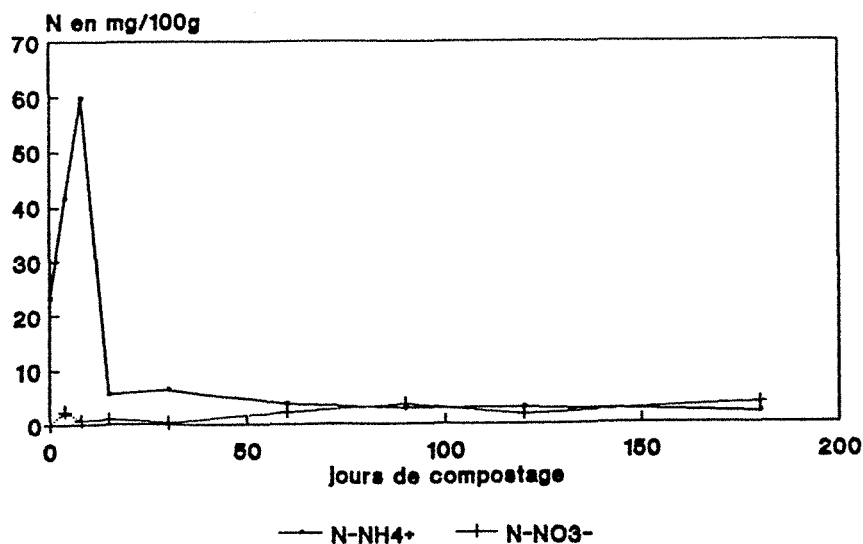
1 Evolution de l'azote minéral dans l'extrait hydrosoluble

1.1 Résultats

Dans toutes les séries, nous retrouvons une évolution similaire : dans un premier temps, une augmentation importante des ions NH_4^+ , puis dans un deuxième temps, une décroissance de ces mêmes ions accompagnée par une augmentation des ions NO_3^- .

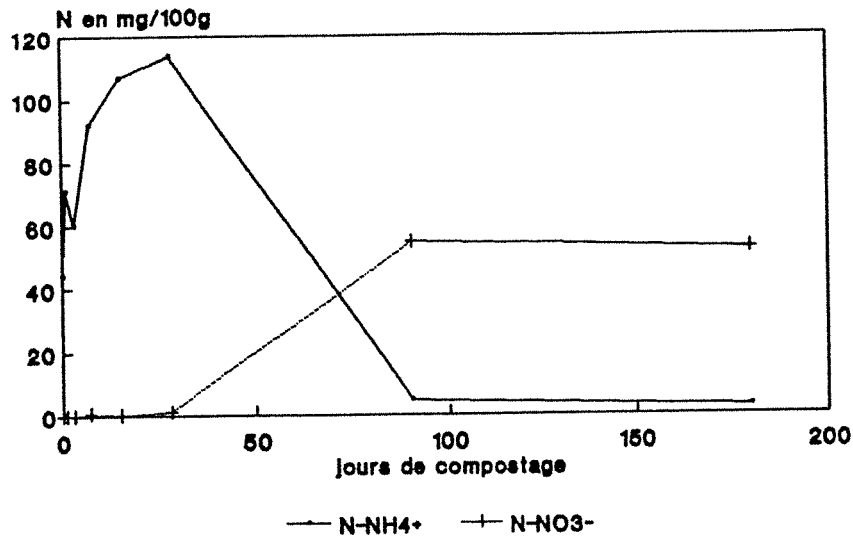
Série M (figure 35 et tableau 31) : l'augmentation en ions ammonium dure jusqu'à 8 jours, puis la décroissance est très rapide (en 7 jours, la teneur passe de 60 à 6 mg/100g de N-NH_4^+) une faible augmentation en ions NO_3^- s'effectue.

**Figure 35 : Evolution de N minéral
Série M**



Série B (figure 36 et tableau 31) : l'augmentation des ions ammonium prend davantage de temps et est à son maximum entre 7 et 30 jours. Alors intervient une chute importante (de 122 à 5 mg de N/100g) accompagnée par une nette augmentation des ions nitrate (de 1 à 55 mg de N/100g).

**Figure 36 : Evolution de N minéral
Série B**



Série P (figure 37 et tableau 31) : l'augmentation des ions NH_4^+ tarde encore davantage pour atteindre ses valeurs les plus fortes entre 60 et 90 jours (avec 260 mg de N/100g). Alors intervient la décroissance accompagnée de l'augmentation des ions NO_3^- .

**Figure 37 : Evolution de N minéral
Série P**

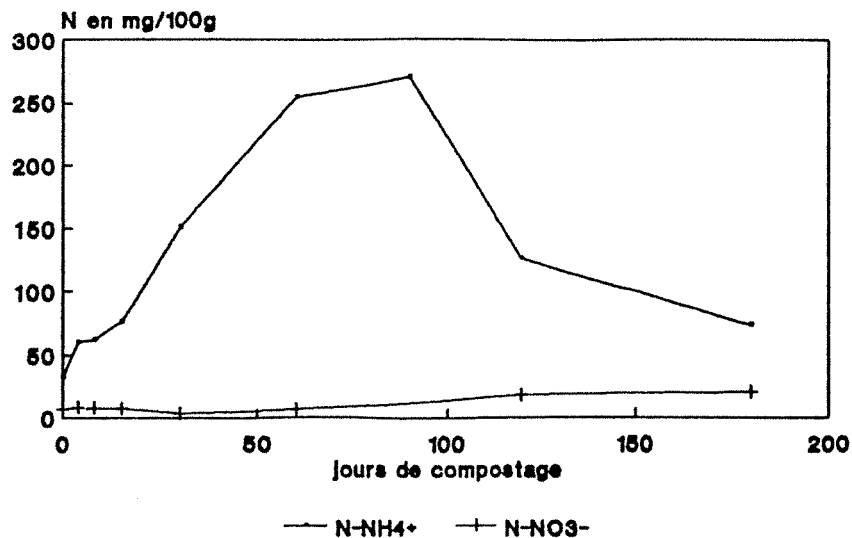


TABLEAU 31 : Teneur en azote minéral.

+	N-NO3	N-NH4	Nmin	+	N-NO3	N-NH4	Nmin	+	N-NO3	N-NH4	Nmin	+
+M0	ND	23,1	23,1	+	B0	ND	48,0	+	P0	7,1	32	+
+M4	2,4	41,5	43,9	+	B1	ND	77,0	+	P4	8,5	60	+
+M8	0,7	59,7	60,4	+	B3	ND	64,0	+	P8	8,0	62	+
+M15	1,0	5,5	6,5	+	B7	0,8	99,0	+	P15	7,5	77	+
+M30	0,3	6,5	6,8	+	B15	0,4	116,0	+	P30	3,8	151	+
+M60	2,3	3,7	6,0	+	B30	1,2	122,0	+	P60	6,6	255	+
+M90	3,6	2,9	6,5	+	B90	55,0	5,0	+	P90	ND	270	+
+M120	1,9	3,1	5,0	+	B180	52,9	3,0	+	P120	17,9	127	+
+M180	3,7	1,9	5,6	+				+	P180	20,2	73	+

en mg/100g

ND : non détecté

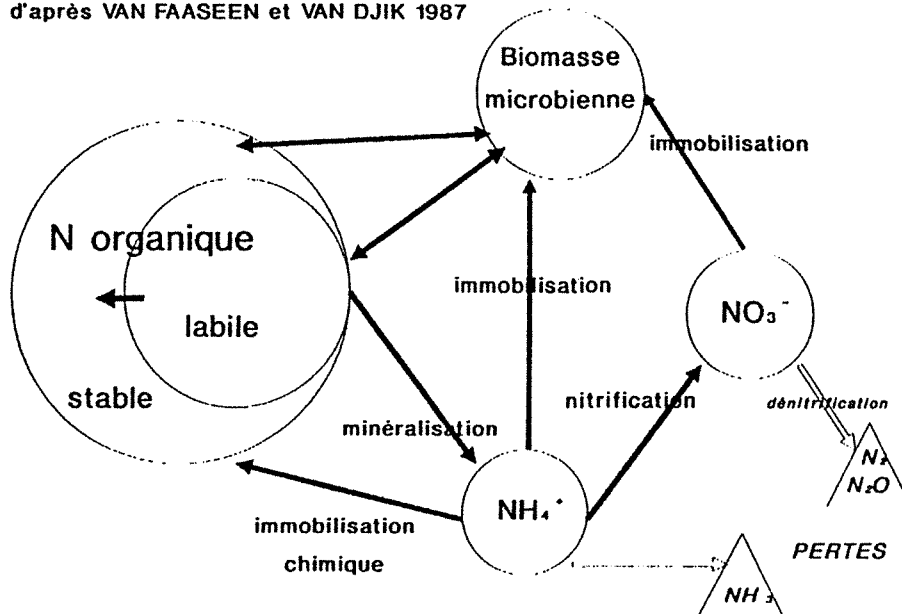
1.2 Discussion

Au vu de ces résultats et si nous gardons en mémoire les conditions de compostage, l'évolution de ces deux fractions reflète tout à fait les observations de la 1ère partie. C'est au moment où l'activité microbienne est la plus forte, que la teneur en ions NH_4^+ est aussi la plus élevée. Ceci est d'autant plus vrai que certains auteurs (SPOHN, 1978 ; CEE 1988) considèrent la relation $\text{N-NO}_3^-/\text{N-NH}_4^+$ comme un bon indice de maturité des composts, l'augmentation du rapport correspondant à la phase de maturation.

L'évolution des différents compartiments d'azote est illustrée par la figure 38.

Figure 38 : Cycle de N dans un compost

d'après VAN FAASEEN et VAN DJIK 1987



La flore microbienne va dégrader l'azote organique labile, libérant ainsi des ions NH_4^+ .

Au plus fort de l'activité microbienne (figure 38bis), ces ions vont être immobilisés par la biomasse, alors qu'une partie va se volatiliser par ammonification, si les conditions de pH le permettent (pH 7-8)

Au moment où l'activité microbienne décroît (figure 38ter) la "production" de NH_4^+ va également décroître, une partie des ions va alors s'immobiliser chimiquement par adsorption sur les molécules organiques électronégatives, une partie va continuer d'être immobilisée par la biomasse, une partie enfin va se transformer en ions NO_3^- par l'intermédiaire des bactéries nitrifiantes.

Ces ions NO_3^- pourront alors être immobilisés par la biomasse ou bien se volatiliser par dénitrification quand des conditions d'anaérobiose seront réunies. Conditions qu'il est difficile d'éviter dans un tas de compost.

Enfin la biomasse microbienne participe et s'incorpore complètement au compartiment de N organique, les microorganismes morts étant une source importante de cet azote.

Figure 38bis : FORTE ACTIVITE MICROBIENNE

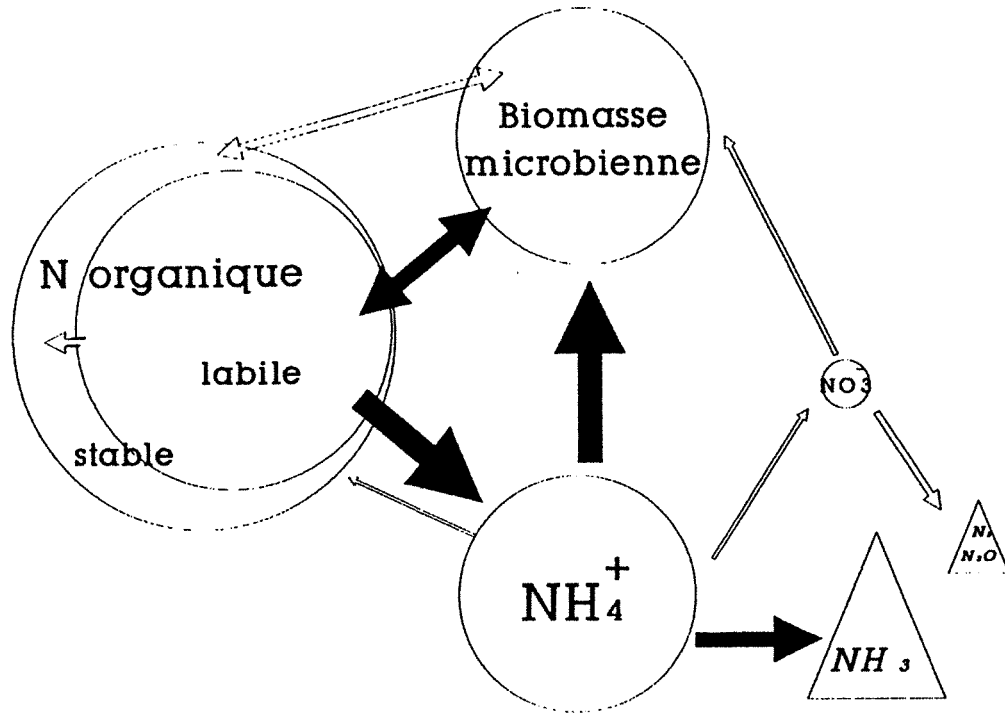
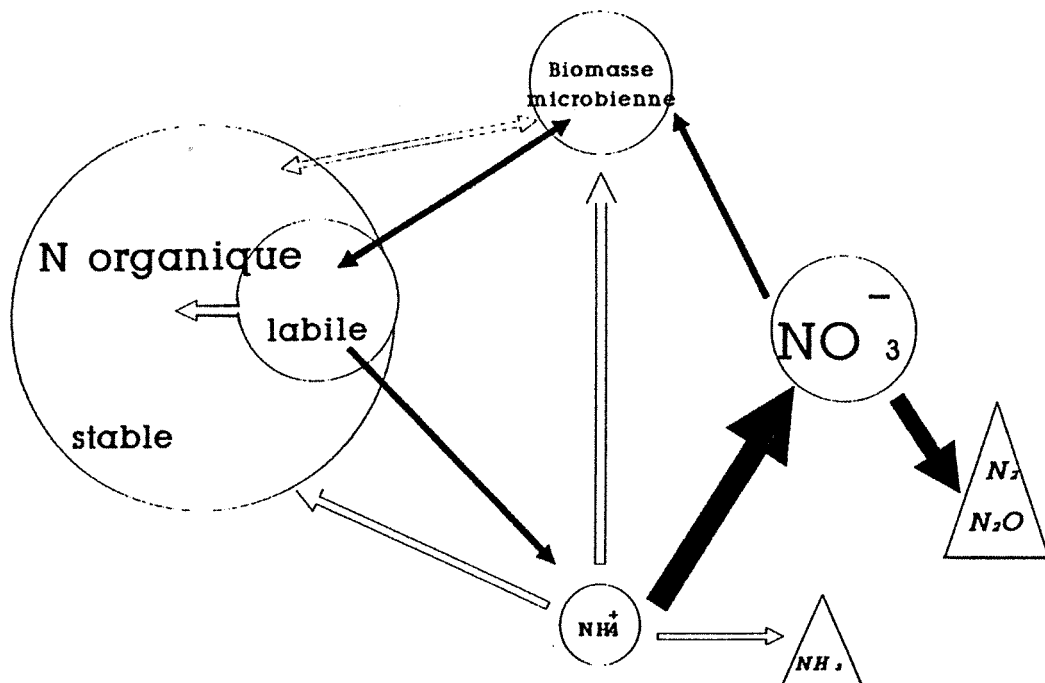


Figure 38ter : FAIBLE ACTIVITE MICROBIENNE



Il s'agit là d'un processus dynamique dont les cinétiques sont très rapides (VONG, 1985). Il suffit pour cela d'observer les variations en cours du compostage (en 7 jours on passe de 60 à 6 mg/100g de N-NH₄⁺).

Aussi cette faible stabilité des ions NO₃⁻ et NH₄⁺ explique-t-elle en partie la proportion limitée d'azote minéral, en effet au moment de l'activité microbienne la plus intense, donc avec le maximum de production de NH₄⁺, le rapport Nminéral/Ntotal ne dépasse pas 10 %.

D'un point de vue agronomique, on ne peut que le déplorer puisque l'azote disponible pour la plante, c'est à dire l'azote minéral, l'est au moment où l'activité microbienne est la plus intense et le niveau de phytotoxicité le plus haut (voir 2ème partie).

2 Apport de l'Electro-Ultra-Filtration (EUF)

Cette étude n'a été menée que sur les séries M et B, la série P par son caractère phytotoxique ayant moins d'intérêt agronomique.

2.1 Evolution des fractions azotées

Nous obtenons grâce à l'EUF, différentes fractions d'azote:

- la fraction correspondant aux ions ammonium (EUF-NH₄⁺)
- celle correspondant aux ions nitrate (EUF-NO₃⁻)
- une troisième qui contient des composés organiques (EUF-Norg).

NEMETH et al (1979) assimilent cette dernière à des composés facilement solubles et de faible encombrement moléculaire, de type acides aminés, polypeptides.

Peu de travaux ont porté sur ces trois fractions, en effet les chercheurs KUTSCHA-LISSBERG et PRILLINGER (1982), NEMETH et RECKE (1982), NEMETH (1985) qui travaillent sur les sols, ont plutôt tendance à n'étudier que deux fractions EUF-NO₃⁻ et EUF-Norg (= EUFN - EUF-NO₃⁻), la fraction EUF-NH₄⁺ étant plutôt liée à des ions immobilisés entre les feuillets d'argile.

2.1.1 Résultats

TABLEAU 32 : fractions d'azote obtenues par EUF (série M).

	EUF-NNO3I	EUF-NNO3II	EUF-N-NO3	+EUF-NNH4I	EUF-NNH4II	EUF-N-NH4	+ EUF-Nmin	+EUF-NorgI	EUF-NorgII	EUF-Norg	+ EUF-Nt
+M0	0,9	0,3	1,1	+ 3,0	ND	3,0	+ 4,2	+ 28,4	9,2	37,6	+ 41,7
+M4	3,2	1,3	4,5	+ 21,0	7,4	28,4	+ 32,9	+ 107,2	44,4	151,6	+ 184,6
+M8	0,5	0,3	0,8	+ 21,7	8,6	30,3	+ 31,1	+ 68,2	39,5	107,6	+ 138,7
+M15	2,6	ND	2,6	+ 1,1	1,1	2,1	+ 4,7	+ 26,2	3,2	29,4	+ 34,0
+M30	0,4	0,3	0,7	+ 11,0	4,3	15,2	+ 15,9	+ 23,0	13,6	36,6	+ 52,4
+M60	1,0	0,4	1,4	+ ND	ND	ND	+ 1,4	+ 18,7	8,1	26,9	+ 28,3
+M90	1,1	0,4	1,5	+ ND	ND	ND	+ 1,5	+ 11,6	4,5	16,1	+ 17,7
+M120	0,9	0,4	1,2	+ ND	ND	ND	+ 1,2	+ 16,2	10,3	26,5	+ 27,7
+M180	1,7	0,7	2,4	+ ND	ND	ND	+ 2,4	+ 14,2	8,5	22,7	+ 25,1

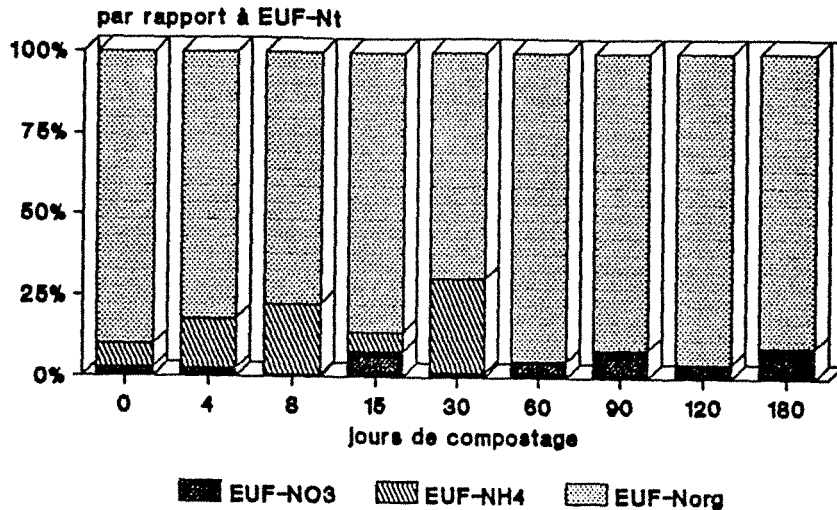
(en mg/100g)

ND: non détecté

Série M (tableau 32) : nous observons, comme pour l'extraction classique, une augmentation des ions NH_4^+ jusqu'à 30mg de N-NH_4^+ /100g, avec un accident à 15 jours ; ensuite il y a une tendance vers une légère augmentation des ions NO_3^- . La fraction organique est prédominante (figure 39) tout au long du compostage, fluctuant entre 70 et 90% de l'azote extrait par EUF.

Pendant la période 4-8 jours, nous notons de très fortes valeurs en N extractible par EUF (184 et 139mg de N/100g à comparer avec une moyenne de 40mg).

Figure 39 : Répartition des différents compartiments d'azote obtenus par EUF Série M



Série B (tableau 33) : pour l'azote minérale l'évolution des ions NH_4^+ et NO_3^- est très proche des résultats obtenus par extraction classique.

TABLEAU 33 : fractions d'azote obtenues par EUF (série B).

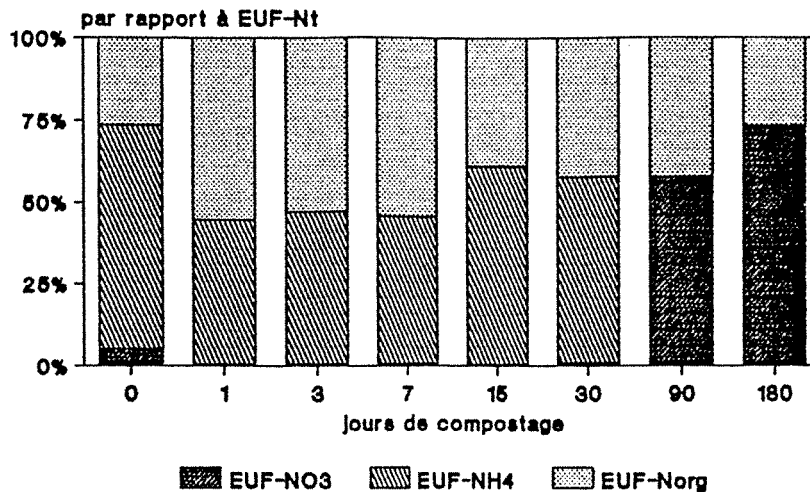
	EUF- NO_3 I	EUF- NO_3 II	EUF-N- NO_3	+EUF-N NH_4 I	EUF-N NH_4 II	EUF-N- NH_4	+ EUF-Nmin	+EUF-NorgI	EUF-NorgII	EUF-Norg	+ EUF-Nt
+B0	1,0	0,3	1,3	+ 12,2	4,6	16,7	+ 18,0	+ 6,4	ND	6,4	+ 24,4
+B1	0,2	0,1	0,3	+ 21,1	14,2	35,3	+ 35,5	+ 21,7	22,3	44,0	+ 79,5
+B3	0,2	0,1	0,3	+ 20,2	8,0	28,2	+ 28,5	+ 18,3	13,4	31,7	+ 60,2
+B7	0,2	0,1	0,3	+ 14,4	8,0	22,4	+ 22,7	+ 13,3	13,4	26,8	+ 49,4
+B15	0,2	0,1	0,3	+ 35,0	18,5	53,5	+ 53,8	+ 19,1	16,2	35,3	+ 89,1
+B30	0,5	0,3	0,8	+ 29,7	16,8	46,5	+ 47,2	+ 15,1	19,5	34,5	+ 81,7
+B90	21,8	13,8	35,6	+ ND	ND	ND	+ 35,6	+ 17,8	8,1	25,9	+ 61,5
+B180	43,6	15,2	58,7	+ ND	ND	ND	+ 58,7	+ 15,4	5,9	21,3	+ 80,0

(en mg/100g)

ND : non détecté

La fraction EUF-Norg est plus stable qu'avec la série M et ne représente plus que 25 à 50% de l'N extractible par EUF (figure 40).

Figure 40 : Evolution des différents compartiments d'azote obtenus par EUF Série B



2.1.2 Discussion

Les deux techniques (EUF et classique) d'étude de l'évolution des deux formes minérales de N sont bien corrélées (figure 41) ; seuls les résultats concernant la fraction NO_3^- de la série M sont médiocres, cela tient aux faibles teneurs observés ainsi qu'aux faibles fluctuations.

Nous remarquons aussi que si l'évolution est la même, les valeurs sont sensiblement différentes surtout pour les ions NH_4^+ , en effet la fraction extraite par EUF ne correspond en général qu'à environ 50% de la teneur obtenue par extraction à l'eau.

Une part de l'explication tient dans le temps d'extraction : l'extraction ne dure pas plus de 35 minutes pour l'EUF, avec certes 30 minutes à 80°C ; la figure 42 montre l'influence du temps d'extraction à l'eau sur la teneur observée.

Figure 41 : Corrélation EUF-extraction à l'eau

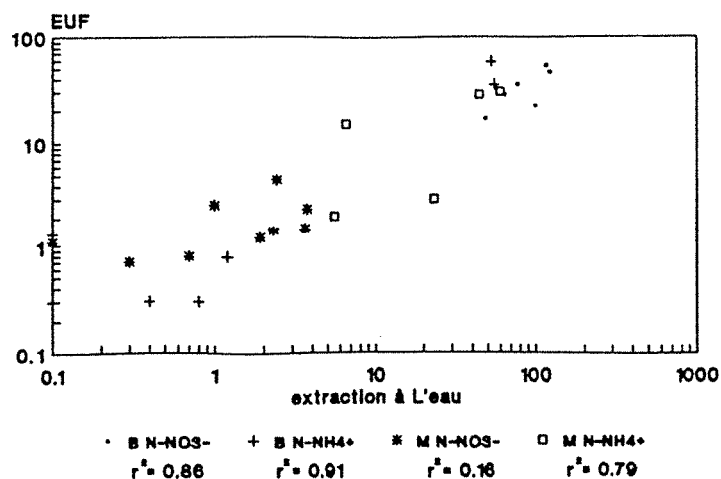
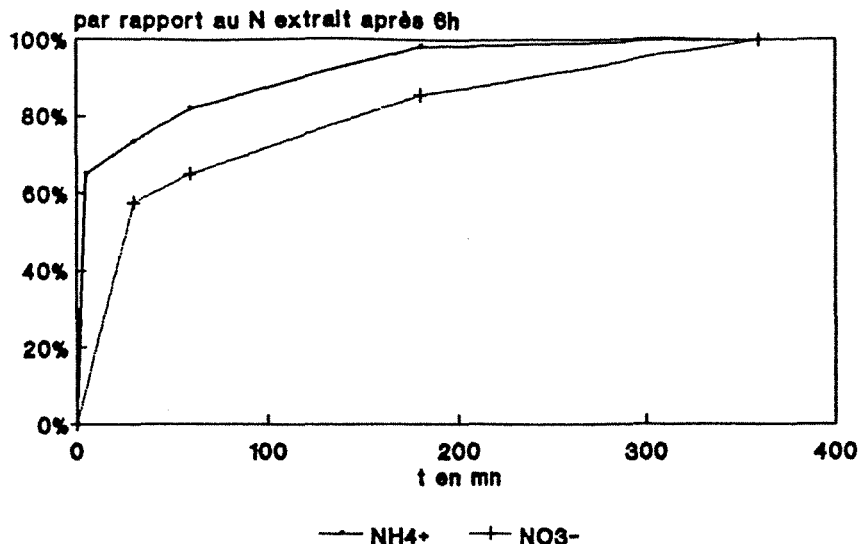


Figure 42 : Influence du temps d'extraction



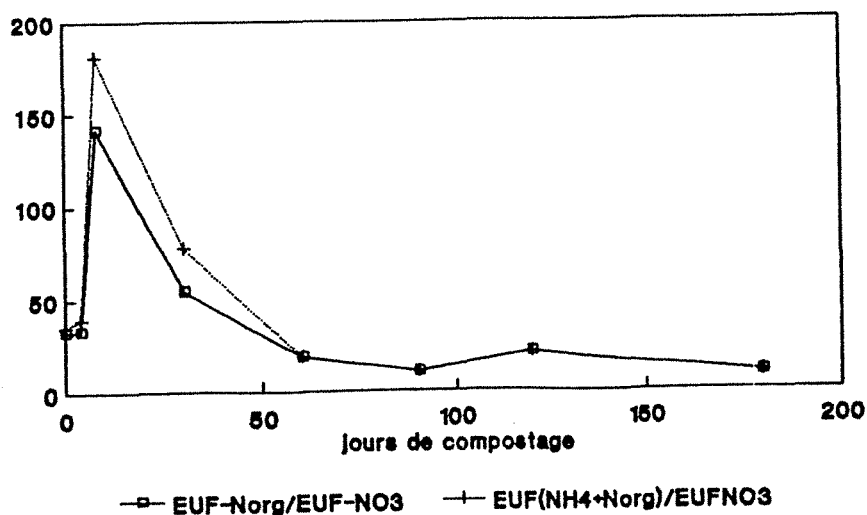
Il faut attendre environ trois heures pour être sûr d'extraire 90% de NH_4^+ total ; après une demi-heure nous n'extrayons que 70% de l'ensemble.

Une deuxième explication tient dans la capacité des ions NH_4^+ à s'adsorber sur de grosses molécules organiques dont l'encombrement moléculaire empêche le passage au travers de la membrane à dialyse.

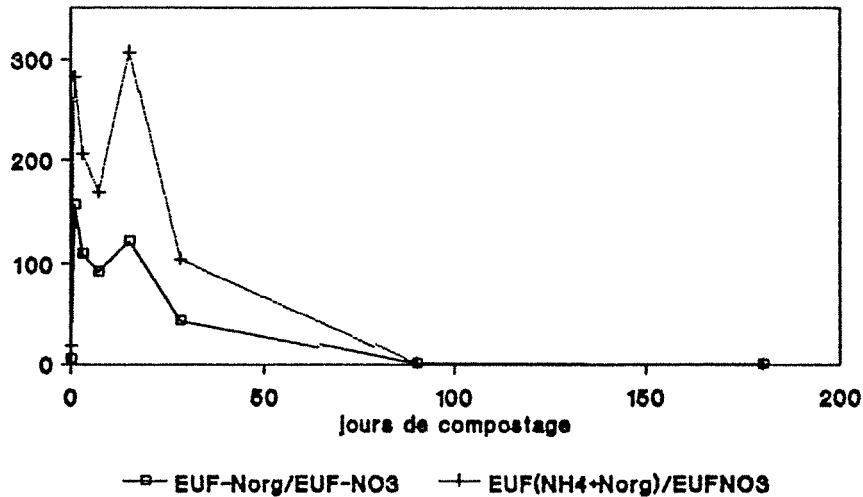
La fraction organique, qui correspond à la fraction d'azote labile, peut s'inclure dans le compartiment de N organique labile de la figure 38 ; ce qui nous apporte un important supplément d'information. Les proportions de chacune des trois fractions sont une bonne indication de l'activité microbienne, en sachant que plus on trouvera EUF-Norg et EUF-NH $_4^+$, plus intense sera cette activité microbienne.

NEMETH (1982) propose le rapport EUF-Norg/EUF-N-NO $_3^-$ comme indice de cette activité microbienne, les valeurs de ce rapport les plus hautes pendant les 30 premiers jours, correspondent aux observations du premier chapitre sur le déroulement du compostage. Nous proposons le rapport (EUF-Norg + EUF-N-NH $_4^+$)/EUF-N-NO $_3^-$ qui reflète davantage encore cette activité et dont l'évolution est d'ailleurs très proche de celle du rapport proposé par NEMETH (figures 43 et 44)

Figure 43 : Indice d'activité microbienne Série M



**Figure 44 : Indice d'activité
microbienne
Série B**



2.2 Evolution d'autres ions minéraux

Nous n'abordons ici les autres nutriments que d'un point de vue anecdotique, leur étude dépassant les objectifs que nous nous étions fixés. Seul le cas du phosphore sera présenté ici, les autres éléments étant repris en annexe.

Nous obtenons deux fractions qui correspondent aux deux époques d'extraction ; NEMETH (1979) attribue la fraction I au P disponible et la fraction II au P de réserve.

Nous notons une augmentation importante en début de compostage de la fraction I puis une stabilisation et à nouveau en fin de compostage une augmentation (tableaux 34 et 35); cette première augmentation peut être assimilée à du P provenant de microorganismes morts, peut-être sous forme d'ATP ; COLIN (1977) et SUKMANA (1983) ont dosé davantage de ATP en début de compostage, au moment où l'activité microbienne est la plus intense.

TABLEAU 34 : évolution de EIF-P (série M).

	EIF-P I	EIF-P II	EIF-P	
+M0	1,1	0,2	1,3	+
+M4	4,4	1,3	5,7	+
+M8	1,8	0,2	2,0	+
+M15				+
+M30	0,9	0,6	1,5	+
+M60	0,6	0,4	1,1	+
+M90	0,6	0,4	1,1	+
+M120	0,9	0,9	1,7	+
+M180	1,1	0,6	1,7	+

en mg/100g

TABLEAU 35 : évolution de EUF-P (série B)

	EUFP I	EUFP II	EUFP	
+B0	3,9	3,3	7,2	+
+B1	4,5	3,0	7,5	+
+B3	5,2	2,8	8,0	+
+B7	4,1	2,8	6,9	+
+B15	5,2	3,3	8,5	+
+B30	3,4	3,4	6,9	+
+B90	4,4	4,2	8,6	+
+B180	6,1	5,5	11,6	+

(en mg/100g)

Nous notons aussi la différence entre les deux séries, la série B étant plus riche en P disponible que la série M ; cette différence ne s'explique pas seulement par une plus forte teneur en P total et ces résultats confirment les travaux de POMMEL (1982 et 1984) qui a montré que les boues étaient de meilleurs fournisseurs de phosphore que les ordures ménagères.

3 Biodisponibilité de l'azote

Afin d'évaluer la biodisponibilité de l'azote des composts, nous avons mis en place une expérimentation en vase avec *Lolium perenne*, dans laquelle l'azote était le seul facteur limitant.

Nous avons travaillé sur un substrat inerte (sable grossier lavé à l'acide) dans des conditions optimales de fertilisation, sauf pour l'azote. Nous avons mesuré l'effet de doses croissantes de N sous forme d'apport minéral d'ammonitrate ; enfin pour chaque série nous avons choisi deux à trois échantillons correspondant à des temps de compostage différents.

Série M : M4 , fortement phytotoxique

M60, faiblement phytotoxique

M180, non phytotoxique et en fin de compostage

Série B : - B*O, la boue seule avant compostage et ajout de déchets de bois, très faiblement phytotoxique
 - B90, faiblement phytotoxique
 - B180, en fin de compostage

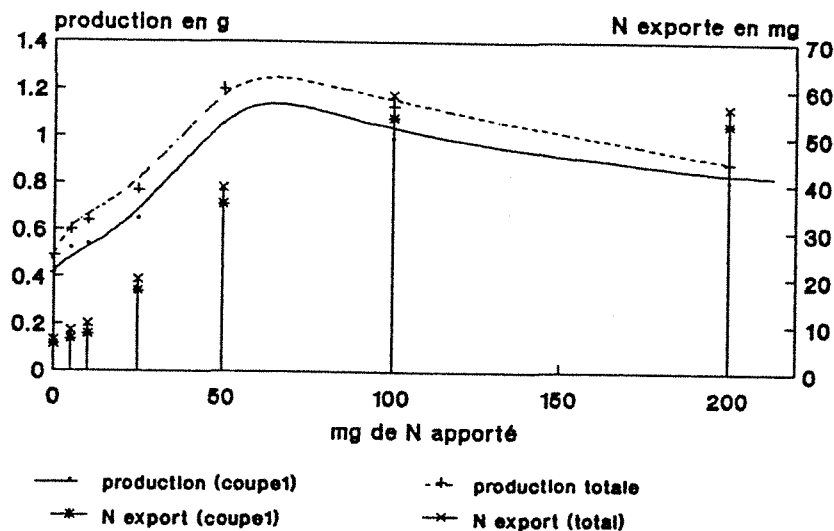
Série P : - P0, produit initial
 - P180, produit final

Nous avons ajouté 10g de substrat dans chaque pot de 500g; ce qui nous place dans des conditions inhabituelles d'excès, d'un point de vue agricole mais présente l'avantage de souligner les caractéristiques de chaque substrat.

3.1 Résultats

La courbe de réponse à l'azote (figure 45 et tableau 36) montre un maximum de production de matière sèche pour les doses comprises entre 50 et 100mg de N apporté ; à partir de ces doses, nous notons une consommation de luxe en N sans observer de gains de productivité.

Figure 45 : courbe de réponse à l'engrais azoté



Nous observons également qu'à la deuxième coupe, la production baisse considérablement : cela tient au fait que l'azote est apporté en une fois et quand il n'atteint pas des doses de phytotoxicité, une partie va disparaître par ammonification ou dénitrification.

Série M (figure 46 et tableau 36): les différences entre les échantillons qui étaient apparues au chapitre de la phytotoxicité s'estompent ici largement. Au niveau de la production de matière sèche, même si les résultats présentent quelques différences, elles ne sont pas statistiquement significatives. M60 donne les meilleurs résultats avant M180 et M4 ; pourtant c'est M4 qui représente le plus fort apport de N minéral mais c'est aussi l'échantillon le plus phytotoxique de cette série. La mesure de l'azote exporté est très supérieure à la dose d'azote minéral apporté : si l'on retire l'azote apporté par la graine, 12mg de N sont exportés à comparer avec 0.8mg de Nmin apporté.

Figure 46 : Production totale de matière sèche

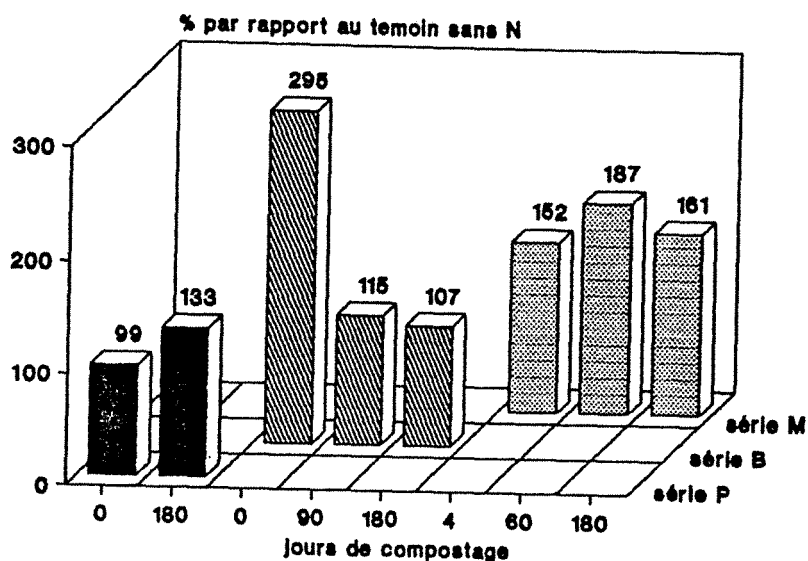


TABLEAU 36 : production de matière sèche et exportation d'azote.

+	Nt	apporte	Nmin	apport	+	COUPE1		+	COUPE2		+	+PRODUCTION		+	TOTALE			
						prod	%N		N exporte	prod		%N	Nexporte		prod	Ntexporte		
+T	0	0,0	0,49	(d)	1,2	(e)	5,6	+	0,07	(bc)	1,2	(f)	0,85	+	0,56	(d)	6,46	+
+TN1	5	5,0	0,60	(d)	1,1	(e)	6,8	+	0,08	(bc)	2,3	(cd)	1,82	+	0,68	(d)	8,62	+
+TN2	10	10,0	0,64	(d)	1,2	(e)	7,8	+	0,10	(bc)	2,2	(def)	2,23	+	0,74	(d)	10,06	+
+TN3	25	25,0	0,77	(cd)	2,2	(d)	17,1	+	0,13	(abc)	1,9	(def)	2,39	+	0,90	(bcd)	19,54	+
+TN4	50	50,0	1,20	(ab)	3,0	(c)	35,6	+	0,17	(abc)	2,1	(cde)	3,47	+	1,37	(ab)	39,11	+
+TN5	100	100,0	1,13	(abc)	4,8	(b)	53,9	+	0,14	(abc)	3,4	(ab)	4,77	+	1,28	(abc)	58,68	+
+TN6	200	200,0	0,89	(bcd)	5,9	(a)	52,5	+	0,08	(bc)	3,5	(a)	2,63	+	0,96	(bcd)	55,08	+
+P0	320	4,0	0,53	(d)	3,4	(c)	18,0	+	0,03	(c)	2,9	(abc)	0,87	+	0,56	(d)	18,88	+
+P180	350	8,4	0,70	(d)	3,1	(c)	21,4	+	0,05	(c)	3,0	(abc)	1,33	+	0,75	(d)	22,75	+
+B0*	250	8,4	1,41	(a)	3,2	(c)	44,4	+	0,25	(a)	3,6	(a)	8,80	+	1,65	(a)	53,19	+
+B90	190	6,0	0,54	(d)	1,9	(de)	10,0	+	0,10	(bc)	2,1	(cde)	2,17	+	0,64	(d)	12,16	+
+B180	220	5,8	0,49	(d)	2,0	(de)	9,7	+	0,11	(bc)	2,3	(cd)	2,48	+	0,60	(d)	12,18	+
+M4	150	2,4	0,72	(d)	1,3	(de)	9,6	+	0,14	(abc)	2,5	(cd)	3,33	+	0,86	(cd)	12,98	+
+M60	180	0,8	0,85	(bcd)	1,7	(de)	14,1	+	0,20	(ab)	2,6	(bcd)	5,12	+	1,05	(bcd)	19,19	+
+M180	130	0,6	0,77	(cd)	1,4	(de)	10,6	+	0,13	(abc)	1,3	(ef)	1,74	+	0,91	(bcd)	12,32	+

Production en g

N exporté et N apporté en mg

(): groupes homogènes (test de Newman-Keuls)

Série B (figure 46 et tableau 36) : la boue seule, avant compostage et sans addition de déchets de bois donne sans conteste les meilleurs résultats et sur ce point nous pouvons à nouveau nous interroger sur l'utilité du compostage.

B90 et B180 donnent des résultats à peine supérieurs aux témoins sans azote. Le N exporté correspond pratiquement à l'azote de la graine, ajouté à l'azote minéral apporté.

Série P (figure 46 et tableau 36) : les pulpes présentent les résultats les plus mauvais (P0) des trois substrats pour ce qui concerne la production de matière sèche, ce qui s'explique par leur caractère phytotoxique observé au chapitre 2. Après la première coupe, des symptômes de dégénérescence sont apparus sur les plantes.

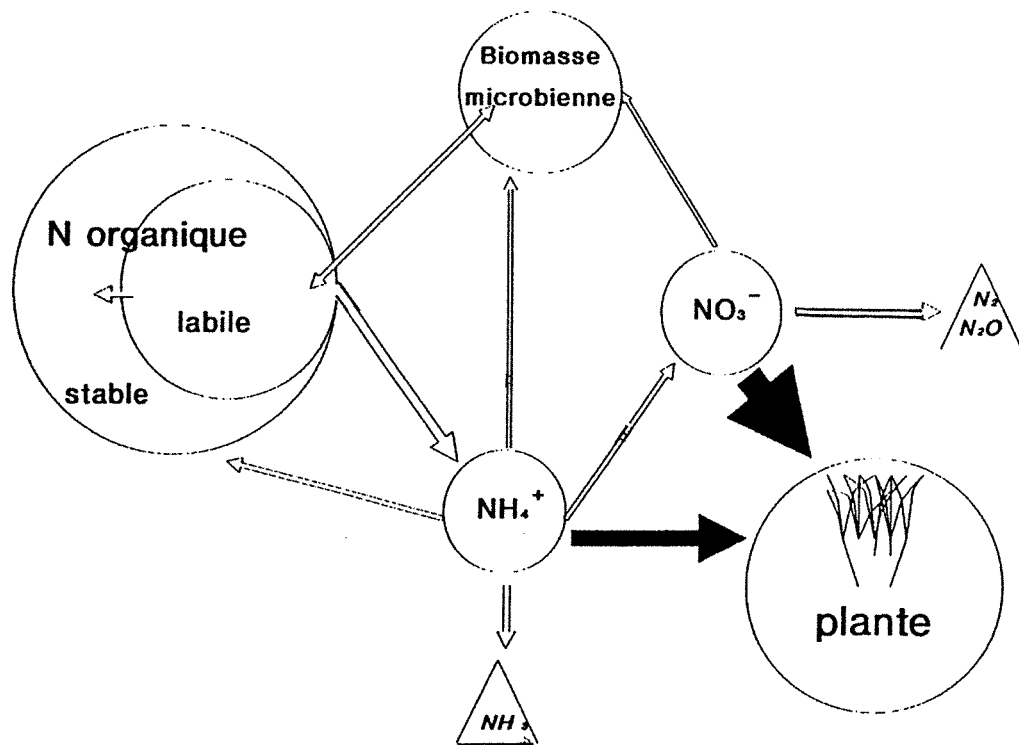
La différence de N exporté entre les deux échantillons (P0 et P180) correspond exactement à la différence de Nmin apporté.

3.2 Discussion

Ces essais montrent clairement que la plante est capable d'absorber de l'azote en dehors du compartiment minéral de départ : entre 5 et 38mg de N (suivant les échantillons) proviennent d'une autre source que l'azote minéral de départ.

La figure 47 reprend la même logique que la figure 38 mais avec la plante en plus.

Figure 47 : Devenir de N dans la relation compost-plant



La plante va absorber les formes minérales de N (NO_3^- et NH_4^+), elle entre ainsi en compétition avec la biomasse microbienne (dans notre expérimentation cette biomasse a subi des dommages certains au moment du séchage mais dès que les conditions d'humidité sont favorables, l'activité microbienne repart) et va créer un déséquilibre.

La plante absorberait alors N à partir du compartiment labile, sous forme organique (FUHR et SAUERBECK 1968, CHOTTE, 1986), ou bien plutôt elle entraîne une minéralisation au niveau de ce compartiment labile ; si nous reprenons l'évolution de Nt (tableau 3 du chapitre 1), nous voyons que jusqu'à 180 jours des minéralisations importantes affectent N : pour la série M à 60 jours, 20% du N de départ sont minéralisés, trente jours plus tard, ce sont 31% qui sont minéralisés. Mais au lieu de se volatiliser comme dans le tas de compost, cet azote minéralisé va pouvoir être absorbé par la plante ou bien être immobilisé et en trente jours sur les 10g de M60 apportés, ce sont donc 18mg de N qui sont ainsi disponibles sous forme minéral, soit un peu plus que l'azote exporté (moins l'azote de la graine et l'azote minéral) : nous avons alors une biomasse qui s'autoentretenait et ne connaissait pas la compétition de la plante.

MAGDOFF et AMADON (1980), O'KEEFE et al (1986), BITZER et SIMS (1988) estiment la biodisponibilité de N de déchets organiques à partir de test de minéralisation en laboratoire, nos résultats soulignent donc la pertinence de ces travaux.

L'extraction de N par EUF ne donne pas en revanche une information très précise de la biodisponibilité de N : la mesure de EUF-Norg pouvait être un bon indicateur, il apparaît clairement que EUF-Norg sous-estime l'azote disponible pour la plante.

CONCLUSION

Cette étude a montré combien la disponibilité de l'azote est liée à l'activité microbienne ; c'est au plus fort de cette activité que cet élément sera disponible, au moment où les niveaux de phytotoxicité sont les plus élevés.

Mais une fois libérés, ces ions minéraux ne sont pas stables : une partie va se volatiliser sous forme de NH_3 ou par dénitrification ; ces pertes sont très importantes (plus de 40% de N sont minéralisés en 180 jours de compostage) et cela représente un manque à gagner pour la plante. D'autre part nous avons montré l'enrichissement protéique d'origine microbienne (chapitre sur la matière organique) qui traduit l'importance des phénomènes d'immobilisation.

En définitive, plus le compostage dure, plus ce potentiel de minéralisation diminue et donc plus faible devient la biodisponibilité de l'azote.

L'utilisateur du compost qu'est l'agronome doit donc avoir le souci de ne pas trop attendre dans le temps s'il veut conserver les qualités d'engrais azoté à son compost : Il s'agit de garder un potentiel de minéralisation suffisamment important pour que des ions minéraux soient libérés et utilisés par la plante.

La mesure de l'azote minéral s'avère insuffisante pour l'évaluation de la biodisponibilité de l'azote ; à un instant donné, elle traduit un état et non des cinétiques. L'électro-ultra-filtration apporte des informations intéressantes sur le potentiel de minéralisation, avec les variations dans le temps du rapport $(\text{EUF-Norg} + \text{EUF-N-NH}_4^+) / \text{EUF-N-NO}_3^-$. Celles-ci sont indicatrices des différences dans les cinétiques de minéralisation. Toutefois les mesures de l'azote extractible par EUF sous-estiment quantitativement la biodisponibilité de N.

Il serait intéressant de changer la membrane de dialyse sur l'appareil pour une membrane laissant passer de plus grosses molécules : la fraction EUF-Norg serait alors augmentée et correspondrait davantage à l'azote disponible.

CONCLUSIONS GENERALES

CONCLUSIONS GENERALES

Les 3 critères définissant le concept de maturité d'un compost sont apparus très liés à l'activité microbienne :

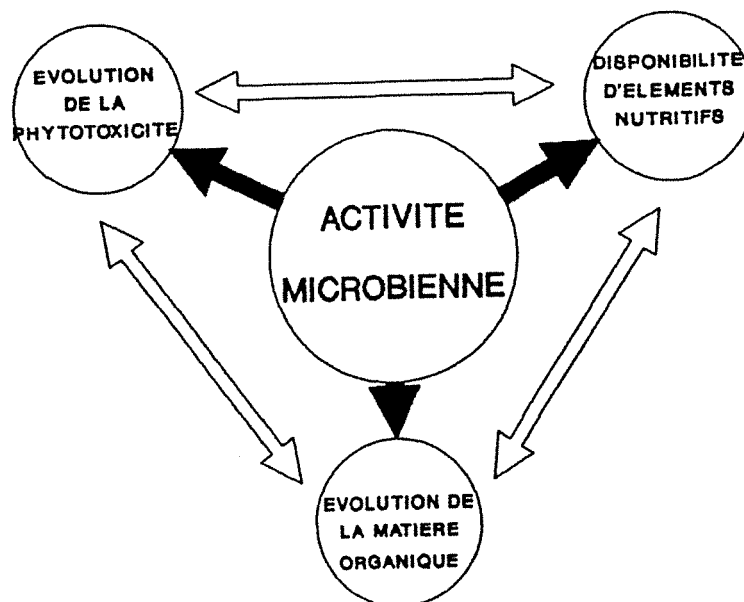
- les niveaux de phytotoxicité sont fonctions des métabolites libérés par la biomasse microbienne.

- la fraction de type AH est transformée ou élaborée par l'action des microorganismes.

- les quantités d'azote disponible sont liées à l'état du compartiment d'azote organique labile, lui-même dépendant de l'action des microorganismes.

Ces 3 critères sont également interdépendants (la matière organique au moment d'être dégradée va libérer des éléments nutritifs et aussi des substances toxiques) et agissent directement sur l'activité microbienne (figure 48).

Figure 48 : rôle de l'activité microbienne dans l'évolution des 3 critères de la maturité



La réponse à la question "QUAND UTILISER LE COMPOST?", passe par l'obtention d'un optimum de ces trois critères.

Dans de bonnes conditions de compostage,

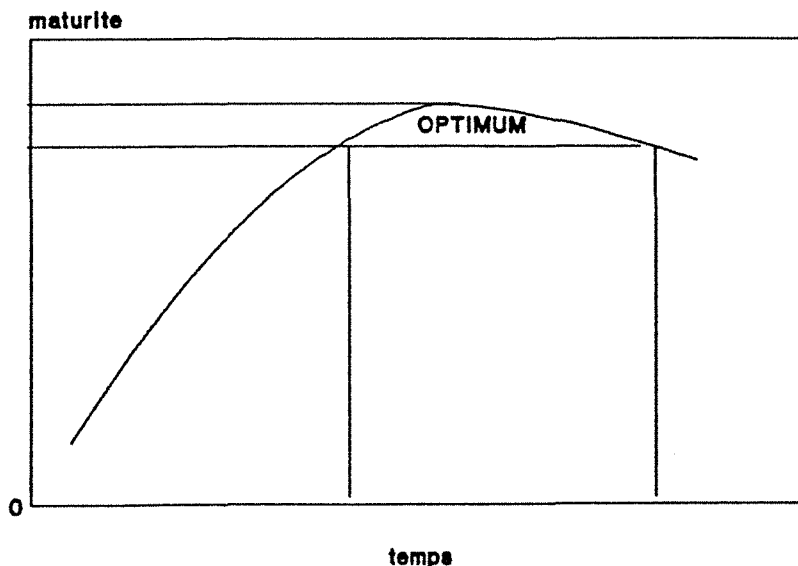
* le niveau de phytotoxicité baisse rapidement. Ce travail a montré que la phytotoxicité n'est pas expliquée par la seule présence d'ions ammonium ou d'acides gras volatils. Il est clair que la phytotoxicité décroît avec l'activité microbienne mais peu d'auteurs ont pu en déterminer la cause ; il est probable que la phytotoxicité soit liée à des mécanismes complexes fournissant des métabolites et des phytotoxines rendus inoffensifs au moment de la maturation.

* la fraction de type AH (alcalinosoluble et qui précipite à pH 1), la plus aisée à isoler par des méthodes chimiques, subit d'importantes transformations. Elle ne représente pas plus de 20% du C_{total} et se dégrade pratiquement à la même vitesse que l'ensemble de la matière organique. Dans un premier temps, l'activité microbienne intense entraîne, pour ces composés de type AH, une baisse de l'encombrement moléculaire ainsi qu'une oxygénation importante et une augmentation en composés azotés ; dans un deuxième temps, se met en place un processus d'aromatisation, probablement gouverné par une activité microbienne prenant le relais de la précédente. Globalement, Le compostage aboutit essentiellement à une fraction à évolution lente, désignée par la plupart des auteurs par le terme de matière organique stable.

* le compartiment d'azote biodisponible diminue ; l'activité microbienne, par son action protéolytique, libère des ions ammonium et c'est en début de compostage que cette libération est la plus importante ; par la suite, le compartiment d'azote minéralisable se réduit, par volatilisation (de 40 à 65% suivant les substrats) et par immobilisation (observé dans l'augmentation de N dans la fraction de type AH) ne représentant plus qu'une faible source d'azote disponible pour la plante.

La maturité, telle que nous l'avons définie, est donc un concept non stable (figure 49).

Figure 49 : évolution de la maturité



L'agronome doit attendre dans un premier temps que disparaisse la phytotoxicité, celle-ci étant fonction de l'état de la matière organique. L'agronome a alors à disposition un amendement organique sans risque pour ses cultures ; risque d'autant plus faible qu'il faut garder à l'esprit le rôle détoxifiant du sol qui peut intégrer ou fixer des molécules toxiques, molécules libres dans l'extrait hydrosoluble au moment du test de germination. S'il veut apporter une valeur nutritive azotée, il doit utiliser le compost avant que le compartiment d'azote biodisponible ne se réduise fortement. Plus le temps passe, moins le compost jouera son rôle d'engrais et on peut craindre qu'à trop attendre le compost perde aussi ses qualités d'amendement organique puisque le carbone organique présent continue également de se minéraliser lentement (après 180 jours de compostage, le taux de cendres des ordures ménagères atteint déjà 66%).

D'un point de vue pratique, il reste à savoir comment déterminer ce moment optimal. Il faut en fait suivre l'évolution d'un paramètre au moins (E_4/E_6 de la fraction de type AH, mesure de la CEC, mesure du taux de cendres) qui traduira le niveau de l'activité microbienne ; en couplant ce travail avec un test de phytotoxicité, il sera alors possible de savoir précisément si l'on a atteint la maturité, soit le degré optimal d'utilisation agricole du compost.

ANNEXES

ANNEXES

DEROULEMENT DU COMPOSTAGE UTILISATION DE TEST DE MATURITE

1 DOSAGE DU CO₂ DEGAGE

Pendant 1 mn. nous recueillons les gaz à la sortie du bioréacteur dans un erlen-meyer rempli de 50ml de NaOH 0.2N.

Le CO₂ produit va réagir pour donner CaCO₃.

Les carbonates sont alors précipités en ajoutant BaCl₂ (20%).

La soude qui n'a pas réagi est titrée avec HCl 0.2N.

$$c = 8.8 * (V - V_0)$$

où c est la production de CO₂ en mg de CO₂, V et V₀ sont les volumes de titration pour l'échantillon et le blanc.

2 MESURE DU TAUX DE CENDRES

Les échantillons, après avoir été séchés à l'étuve à 105°C pendant 48h, sont placés 6h dans un four à moufle à 800°C

3 EXTRAIT AQUEUX

extraction : 3 à 5g de substrat sec sont mélangés à 30 et 50ml (respectivement) d'eau distillée.

L'ensemble est agité pendant 12h. puis est centrifugé et filtré sur papier Whatman 40.

Le pH et la conductivité électrique ont été mesurés à partir de ces extraits.

4 EXTRAITS ALCALINS

extraction : 5 g de substrat sec sont mélangés à 100ml de Na₄P₂O₇ (0.1M).

L'ensemble est agité pendant 6h. puis est centrifugé et filtré.

5 CAPACITE D'ECHANGE CATIONIQUE

Méthode proposée par HARADA et INOKO (1980)

Principe : déplacement des cations par apport d'ions H⁺ puis substitution par des ions Ba⁺. On titre par la suite les protons substitués avec de la soude.

Protocole : * prise de 200 mg dans un flacon de polyéthylène

* on ajoute 25 ml de HCl 0,05 N

* on agite pendant 6 heures

* on filtre par aspiration

* on répète puis on lave abondamment à l'eau distillée

* après récupération du filtre et de son contenu on ajoute 25 ml d'acétate de

Baryum 0.1 N ajusté à pH7

* on agite pendant 6 heures

* on filtre par aspiration

* on répète l'opération

* on récupère les filtrats d'acétate de Ba après avoir abondamment lavé ces derniers (avec 150 ml de H₂O)

* on titre avec NaOH 0,05N

Conditions d'analyse : les résultats peuvent varier (à cause de la variation du pH) d'un jour à l'autre, aussi il est préférable de mettre en place les expérimentations série par série.

- 3 répétitions sont effectuées

- la C.E.C est exprimée en méq/100g

6 DOSAGE DES ELEMENTS TOTAUX

6.1 DOSAGE DU CARBONE

- CARMOGRAPH 12 WOSTHOFF

Principe : combustion à 1000°C puis dosage du CO₂ par mesure de modification de conductivité électrique d'une solution NaOH (N/40)

Echantillons concernés : le substrat brut.

Conditions d'analyse : avant dosage, les échantillons sont mis en contact avec HCl (N/10) afin d'éliminer le carbone sous forme de carbonate ; ceux-ci sont ensuite rincés à l'eau distillée afin d'éliminer les traces de chlore réputé corrosif.

Les prises d'échantillons sont de 50 à 200 mg.

de 3 à 5 répétitions sont effectuées.

- CHN + O CARLO ERBA 1106 :

Principe : combustion à 1035°C avec formation de CO₂, H₂O et NO_x réduit en N₂ ; les gaz sont ensuite dosés en CPG (gaz vecteur : Hélium, détecteur à conductivité thermique).

Echantillons concernés : fraction de type AH, fraction hydrosoluble.

Conditions d'analyse :

- Prise d'échantillon de 0,5 à 2 mg.

- 2 répétitions sont effectuées.

- La difficulté tient au fait que nous ne travaillons pas au moment de la pesée, en condition sèche et on observe une rapide humidification des échantillons.

6.2 DOSAGE DE L'AZOTE

6.2.1 AZOTE TOTAL

- Méthode Kjeldahl

Principe : minéralisation de l'N organique par digestion acide (H₂SO₄ 36N) en présence de S (catalyseur de Wieniger) ; les ions NH₄ formés sont déplacés par NaOH 13N puis entraînés par distillation à la vapeur et recueilli dans une solution de H₂SO₄ 0,01N et enfin titré avec NaOH 0,01N.

- les analyses ont été effectuées manuellement ou automatiquement sur un appareil Gerhardt.

Echantillons concernés : les substrats bruts.

Conditions d'analyse :

prise d'échantillon de 1g en manuel

200 mg en automatique.

2 répétitions.

- CHN-O carlo Erba 1106 :

Principe : voir C.

Echantillons concernés : fraction AH, extraits hydrosolubles, analyse foliaire.

6.2.2 AZOTE MINERAL

6.2.2.1- Méthode colorimétrique.

Principe : à l'aide d'un colorant, dosage colorimétrique de N-NH₄ et N-NO₃ ; NO₃ est au préalable réduit en NO₂ sur une colonne de Cd

Echantillons concernés : extraits hydrosolubles et pour NH₄ au KCl .

Conditions d'analyse :

- 3 répétitions

- pour certains échantillons très colorés et à matrice complexe, la réduction des ions NO₃ en NO₂ s'est avérée inefficace et il a donc fallu manipuler autrement.

6.2.2.2- Distillation par entraînement à la vapeur

Principe : même appareil que pour N Kjeldahl

* après ajout de MgO les ions NH_4^+ vont se déplacer et être entraînés par la vapeur puis recueilli dans une solution de H_2SO_4 N/100. elle même titrée par la suite avec NaOH N/100.

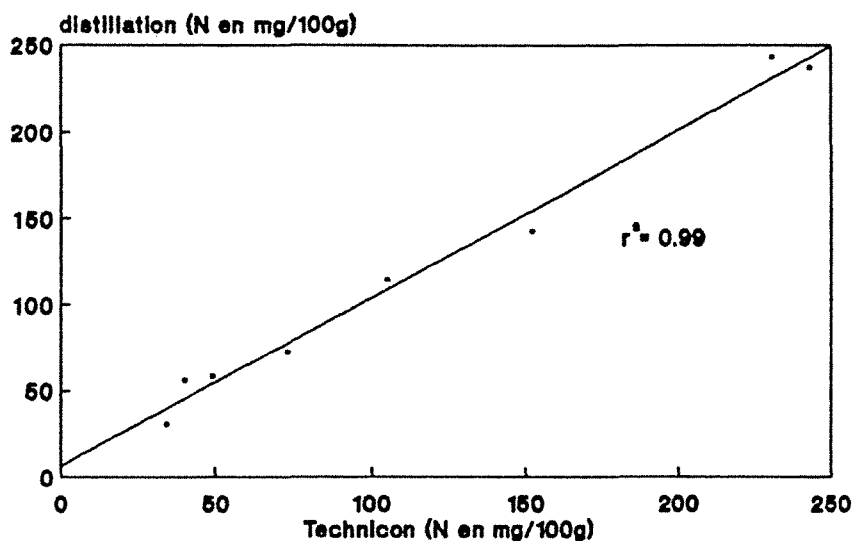
Une fois tous les ions NH_4^+ entraînés on ajoute le réactif DEWARDA qui avec MgO transforme les ions NO_3^- en NH_4^+ recueilli et dosé de la même façon.

Conditions d'analyse :

- 3 répétitions
- technique pour les échantillons ne donnant pas de résultat en colorimétrie.

La figure 50 montre la corrélation entre les 2 techniques

**Figure 50 : corrélation distillation-
méthode colorimétrique
Mesure de NH_4^+**



7 MESURES COLORIMÉTRIQUES

Les extraits aqueux et alcalins ont été observés en spectrophotométrie du visible aux longueurs d'onde 465 et 665nm, ensuite le rapport E_4/E_6 , rapport entre les valeurs d'extinction à 465 et 665nm, a été calculé.

Mesures effectuées sur un BECKMAN DU 70

ETUDE DES NIVEAUX DE PHYTOTOXICITE

1 EVALUATION DES NIVEAUX DE PHYTOXICITE

Dans des boîtes de pétri dont le fond est recouvert d'un papier filtre, nous disposons 25 graines de *Lepidium sativum*.

Nous ajoutons 4ml de l'extrait aqueux étudié, puis nous plaçons l'ensemble des boîtes dans une étuve à 26°C. Le contrôle s'effectue avec de l'eau distillée.

Après 48h, nous reprenons les boîtes : nous comptons le nombre de germination et mesurons l'élongation racinaire. Le produit des 2 indices correspond à l'indice de germination.

2 MESURE DE LA TENEUR EN IONS NH_4^+

Voir l'annexe concernant l'azote

3 MESURE DE LA TENEUR EN ACIDES GRAS VOLATILS

Préparation des échantillons:

les mesures ont été effectuées à partir des échantillons congelés et des échantillons séchés

*échantillons congelés : 5g de substrat sont mélangés avec 30ml d'éther, après que le pH ait été abaissé par l'ajout de quelques gouttes de HCl concentré. L'ensemble est agité pendant 15mn, puis 10ml de la phase étherée sont prélevés à l'aide d'une seringue et sont filtrés au travers de microfiltres à 200 . Le liquide obtenu est réduit à 1ml sur un évaporateur rotatif sous vide et à température ambiante. 2 l de cette solution sont alors injectés dans le chromatographe en phase gazeuse.

*échantillons séchés : 30ml d'extrait aqueux obtenus à partir de 3g de substrat séché sont mélangés à 10ml d'éther, après que le pH ait été abaissé. L'ensemble est agité pendant 15mn, puis centrifugé et congelé à -24°C. A ces températures, la phase étherée est encore liquide et se sépare bien de la phase aqueuse (en effet, l'eau peut détériorer la colonne et produire des pics parasites, aussi est-il important de bien éliminer toute trace d'eau). La phase étherée est alors réduite à 1ml de la même façon que précédemment puis 2 l sont injectés dans le chromatographe.

Le chromatographe : il s'agit d'un PACKARD Mod 427

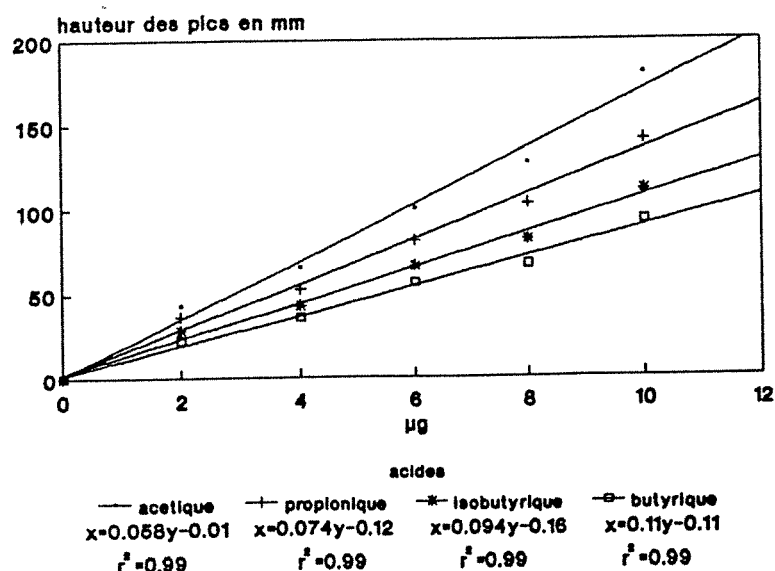
La colonne est remplie de Chromosorb WAW imprégné de 15% de diisodécylphthalate (DDP) et de 2% d'acide phosphorique.

La température est de 90°C pour la colonne, de 250°C pour l'injecteur et de 250°C pour le détecteur à ionisation de flamme.

Le gaz vecteur est de l'azote (p=1bar), pour H_2 , p=1.5 et pour l'air p=1bar.

Les courbes d'étalonnage sont présentées en figure 51 : l'acide isovalérique n'y apparaît pas, puisqu'il n'a pas été dosé mais seulement détecté.

Figure 51 : courbe d'étalonnage



EVOLUTION DE LA MATIERE ORGANIQUE

1 extraction

5g de substrat sont placés dans un flacon de polyéthylène.

125 ml d'un mélange NaOH(0.1N)-Na₂P₂O₇(0.1M) sont ajoutés.

L'ensemble est agité pendant 3h puis centrifugé et filtré.

L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extrait soit incolore.

L'extrait est acidifié à pH1 en ajoutant quelques gouttes de HCl 6N. Un précipité se forme, c'est la fraction de type acide humique.

Après 24h de décantation et une centrifugation, le précipité est solubilisé dans NaOH 0.1N.

L'extrait est alors ultracentrifugé puis à nouveau acidifié à pH1.

Le précipité est recueilli et placé dans un tube à dialyse, lui-même situé dans un bain d'eau distillé qu'on prendra soin de renouveler régulièrement pendant 36h.

La fraction est alors lyophilisée et conservée dans un dessiccateur.

2 Chromatographie sur gel.

principe : la fraction étudiée, une fois mise en solution dans NaOH 0.05N, est injectée dans une colonne remplie d'un gel. Ce gel, par ces qualités de porosité, va retenir les molécules les plus petites alors que les plus grosses seront exclues les premières.

Afin de quantifier cet effet, un coefficient de partage Kav est calculé :

$$K_{av} = (V_e - V_0) / (V_t - V_0)$$

V_t : volume total du gel gonflé

V₀ : volume correspondant au volume d'élution d'une molécule totalement exclue (le bleu de dextrane)

V_e : volume d'élution de la fraction retenue.

Conditions d'analyse : le gel utilisé est un gel sephadex G-100, qui permet la séparation de fractions comprises entre 100.000 et 1000 .

L'eluant est de l'eau distillée additionnée de 0.02% de NaN₃.

L'enregistrement est effectué sur un spectrophotomètre SHIMADSU PR1 en flux continu et à la longueur d'onde de 450nm.

3 Microanalyse.

effectuée au CHN.

4 Spectrophotométrie UV - Visible

Les densités optiques sont mesurées sur un spectrophotomètre BECKMAN DU 70.

Les échantillons sont préparés à partir de [0.136 mg C/ml NaOH 0.1N].

Les spectres complets sont mesurés en visible de 400 à 700 nm, puis le rapport E₄/E₆ est mesuré à partir des densités optiques à 465 nm et 665 nm.

En UV, le spectre complet est mesuré puis la hauteur de l'épaule à 280nm est mesuré par deux techniques :

- calcul de la dérivée seconde afin de déterminer le point d'inflexion puis mesure du pic ainsi trouvé (séries B.M).

- établissement d'une ligne de base entre 270 et 290nm puis mesure de la hauteur de l'épaule (série P).

5 Spectrophotométrie Infra-Rouge

0.5 à 1 mg d'échantillons en sortie de dessiccateur sont broyés et mélangés finement avec 200 mg de KBr dans un mortier en agate.

Le mélange est alors vitrifié sous pression et sous vide.

L'enregistrement du spectre est effectué en densité optique sur un appareil Perkin-Elmer 683, monitoré par un micro-ordinateur.

Le spectre obtenu correspond à la moyenne de 3 spectres ; celui-ci a ensuite été planifié par ajustement des lignes de base, puis a subi une expansion afin d'avoir le pic prédominant à 1 unité en DO ; les pics sont ensuite calculés à partir de leur hauteur.

Les groupements fonctionnels sont indiqués suivant les bandes d'absorption caractéristiques des composés de type humique (ADRIAN 1985, BARRIUSO 1985, LOBO 1985).

Tableau 37: assignation des bandes d'absorption en IR

longueur d'onde en cm^{-1}	groupements fonctionnels
3400	vibration OH liés
2920	vibration CH aliphatique
2850	vibration CH aliphatique
1720	vibration C=O carboxyliques, cétoniques ou esters
1660	vibration NH amide I
1540	vibration NH amide II
1450	vibration CH aliphatique
1420	vibration groupes vanillyle et syringyle
1030	vibration O-CH ₃ des groupes vanillyle et syringyle

6 Spectrophotométrie en RMN du ¹³C

Les spectres sont obtenus suivant la méthodologie RMN haute résolution, à l'état solide proposée par SCHAEFER et al. (1973). Ceux-ci ont été effectués à l'Université de Nancy I, avec découplage dipolaire (DD), rotation à l'angle magique (RAM), polarisation croisée (PP) (TEKELY et DELPUECH 1985, TEKELY et VIGNON 1987) ; les spectres ¹³C sont mesurés à hauts champs ($B_0=7.0\text{T}$, soit une fréquence de 75MHz) ; les déplacements chimiques sont notés à partir du TMS (tétraméthyl-silane), la rotation de l'échantillon est de l'ordre de 4MHz.

Les spectres sont divisés en quatre régions :

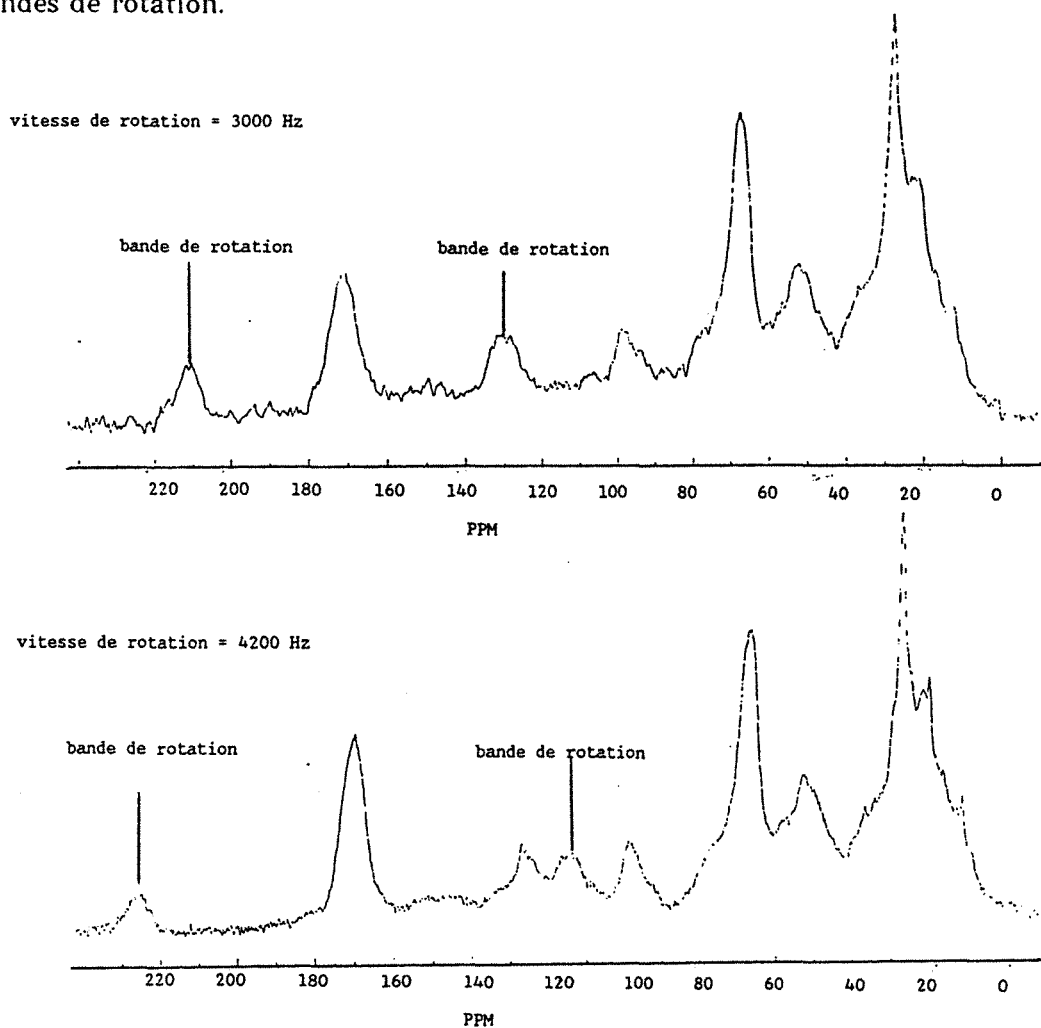
160-210ppm : Carbone des groupements carboxyle et carbonyle.

106-160ppm : carbone aromatique.

42-106ppm : carbone aliphatique portant un hétéroatome de O ou de N (type polysaccharides, carbohydrates)

5-42ppm : carbone aliphatique.

Nous avons observé l'effet de modulation de l'anisotropie du déplacement chimique par la rotation à l'angle magique, sur le pic des carboxyles sous forme de l'apparition de bandes de rotation mises en évidence en faisant varier la vitesse de rotation des échantillons (figure 52) ; aussi pour l'estimation des répartitions chimiques du C-carboxyle, il est nécessaire de corriger l'intensité de la bande centrale en y ajoutant celle des bandes de rotation.



Le calcul de la répartition chimique a été réalisé à partir du calcul des aires, après avoir établi les lignes de base.

7 Pyrolyse couplée à une chromatographie en phase gazeuse.

Principe : des échantillons sont soumis à un gradient de température : au fur et à mesure que la température augmente, les molécules sont dégradées, thermolysées et libèrent des composés qui se volatilisent à une température qui leur est propre. Cet appareil est couplé à un chromatographe en phase gazeuse afin de déterminer la nature des composés volatilisés.

Conditions d'analyse : l'appareil est un CDS PYROPROBE 190 couplé à un chromatographe CARLO ERBA mod 6000.

La pyrolyse s'effectue à 800°C avec une augmentation de 10°C/ms.

La colonne : POROPAK Q; 3m, 6mm, 80/100mesh, SA 1422

Le détecteur est à ionisation de flamme

Le gaz porteur est l'azote, avec un débit de 40ml/mn.

La température monte de 40 à 240°C (8°C/mn), et isotherme à 240°C pendant 1h.

DISPONIBILITE DES ELEMENTS NUTRITIFS

1 dosage de NO_3^- et NH_4^+
voir annexe sur N minéral

2 Electro-ultra-filtration (EUF)

principe : les échantillons sont mis en suspension dans de l'eau distillée et placés dans une chambre parallélépipédique ; la chambre est équipée aux deux extrémités d'orifices bouchés à l'aide de membrane à dialyse. on fait alors passer un champ électrique dans la chambre, parallèle à la direction donnée par les deux orifices : les anions vont alors être extraits d'un côté et les cations de l'autre.

Il est possible de faire varier le temps d'extraction, l'intensité du champ électrique ainsi que la température de la suspension.

Conditions d'analyse : 5 g d'échantillon sont introduits dans la chambre suivant un rapport échantillon:eau, 5:50.

L'extraction se fait en deux temps suivant la méthode proposée par NEMETH (1979) :

- fraction I : 30mn, 20°C, 200V, 15mA maximum
- fraction II: 5mn , 80°C. 400V. 150mA maximum

Après avoir mélangé les deux extraits (anode et cathode), il est procédé à une analyse : K, Na et Ca sont mesurés en photométrie de flamme ; P avec l'autoanalyseur suivant la méthode de MURPHY et RILEY (1962). Pour la mesure de Mg, nous avons récupéré le filtre de la cathode traitée avec HCl 2N (les données correspondent donc à l'extrait plus au filtre).

EUF- NO_3 et EUF- NH_4 sont mesurés par colorimétrie. EUF-Nt est mesuré après avoir transformé les composés azotés en NO_3 (DIEZ 1988) par oxydation au persulfate potassique en milieu alcalin. Enfin EUF-Norg = EUF-Nt-(EUF-N- NO_3 +EUF-N- NH_4).

Les autres éléments sont mesurés au spectrophotomètre d'émission de plasma PERKIN-ELMER ICP/55000.

Les tableaux ci-dessous indiquent les quantités d'éléments extraits autres que N et P.

TABLEAU 38 : extraction de Na, Ca, Mg et K par EUF (série M).

	EUF-Na I	EUF-Na II	EUF-Na	+ EUF-Ca I	EUF-Ca II	EUF-Ca	+ EUF-Mg	+ EUF-K I	EUF-K II	EUF-K	
+M0	22,4	7,5	29,9	+ 101,1	34,4	135,5	+ 14,6	+ 100	40	140	+
+M4	30,4	2,1	32,6	+ 262,8	108,5	371,3	+ 32,7	+ 156	72	228	+
+M8	24,8	14,6	39,5	+ 201,1	116,1	317,2	+ 22,7	+ 132	82	214	+
+M30	23,4	10,2	33,6	+ 97,9	46,8	144,7	+ 20,0	+ 106	54	160	+
+M60	36,2	11,9	48,1	+ 163,8	55,3	219,1	+ 23,8	+ 168	66	234	+
+M90	36,2	12,8	48,9	+ 142,6	48,9	191,5	+ 22,8	+ 164	70	234	+
+M120	42,6	11,5	54,0	+ 183,0	68,1	251,1	+ 25,7	+ 188	60	248	+
+M180	36,2	14,0	50,2	+ 146,8	51,1	197,9	+ 21,5	+ 166	76	242	+

en mg/100g

TABLEAU 39 : extraction de Na, Ca, Mg, et K par EUF (série B).

	EUF-Na I	EUF-Na II	EUF-Na	+ EUF-Ca I	EUF-Ca II	EUF-Ca	+ EUF-Mg	+ EUF-K I	EUF-K II	EUF-K	
+B0	10,0	6,7	16,7	+ 11,3	4,6	15,9	+ 6,5	+ 63,0	54,3	117,3	+
+B1	10,3	9,0	19,4	+ 8,8	9,5	18,3	+ 6,4	+ 64,5	68,8	133,3	+
+B3	8,8	7,1	15,9	+ 9,7	3,9	13,5	+ 4,2	+ 55,9	51,6	107,5	+
+B7	8,2	7,1	15,3	+ 9,5	4,3	13,8	+ 4,3	+ 53,8	55,9	109,7	+
+B15	11,3	8,7	20,0	+ 15,7	11,3	27,0	+ 7,4	+ 69,6	65,2	134,8	+
+B30	10,8	8,2	18,9	+ 18,3	10,8	29,0	+ 7,8	+ 66,7	62,4	129,1	+
+B90	10,1	5,9	16,0	+ 47,5	25,5	73,0	+ 27,0	+ 57,1	44,0	101,1	+
+B180	19,2	6,7	25,9	+ 63,2	29,5	92,6	+ 29,1	+ 94,7	50,5	145,2	+

en mg/100g

TABLEAU 40 : extraction des métaux lourds de Al, Fe, Mn et de B par EUF (série M).

	EUF-B	EUF-Mn	EUF-Fe	EUF-Al	EUF-Zn	EUF-Cu	EUF-Pb	EUF-Cd	
+M0	ND	1,8	5,2	8	2,6	0,2	0,3	ND	+
+M4	ND	2,6	6,8	8	3,0	0,2	0,3	ND	+
+M8	ND	1,6	5,0	6	2,6	0,2	0,3	ND	+
+M30	0,2	1,4	16,4	26	2,4	0,6	1,6	ND	+
+M60	0,3	2,4	36,0	22	5,0	1,0	2,2	ND	+
+M90	0,2	2,2	36,0	24	5,0	0,8	2,6	ND	+
+M120	0,6	2,0	36,0	24	6,6	1,0	2,2	ND	+
+M180	0,3	1,8	36,0	30	5,8	1,0	6,0	ND	+

en ppm

3 La biodisponibilité de l'azote

Le protocole est une adaptation des travaux de LEMAIRE et DRIARD (1977) et POMMEL (1984).

1g de graines de Ray Grass Italien (*Lolium perenne*) a été semé dans des pots contenant 500g de sable grossier préalablement lavé à l'acide ; 0.40g de CaCO_3 ont été ajoutés afin de tamponner le milieu.

L'apport initial correspond à :

* une solution commerciale d'oligoéléments

soit 0.25mg de B

1.25mg de Cu

2.5mg de Fe

1.25mg de Mn

1.25mg de Mo

0.25mg de Zn

1.5mg de Mg

2mg de S

* une solution de KCO_3

soit 70mg de K

* une solution de NaH_2PO_4

soit 180mg de P

Une fois par semaine la même quantité d'oligoéléments était apportée.

Une fois toutes les deux semaines la même quantité de K était apportée.

15 traitements ont été réalisés et pour chacun, quatre répétitions :

T : témoin sans N

TN1 : témoin + 5mg de N

TN2 : témoin + 10mg de N

TN3 : témoin + 25mg de N

TN4 : témoin + 50mg de N

TN5 : témoin + 100mg de N

TN6 : témoin + 200mg de N

M4 : 10g d'ordures ménagères à 4jours de compostage

M60 : 10g d'ordures ménagères à 60jours de compostage

M180 : 10g d'ordures ménagères à 180jours de compostage

B0* : 10g de boue seule avant compostage

B90 : 10g de boue+bois à 90jours de compostage

B180 : 10g de boue+bois à 180jours de compostage

P0 : 10g de pulpe à 0jour de compostage

P180 : 10g de pulpe à 180jours de compostage

N est apporté dans les témoins, sous forme d'ammononitrate.

2 coupes ont été effectuées à 24 jours et 42 jours. la récolte est alors séchée à 70°C puis pesée ; elle est ensuite broyée au broyeur à billes et analysée au CHN pour doser l'azote exporté.

BIBLIOGRAPHIE

ADRIAN P., 1985. Influence des ions Fe^{2+} et Mn^{2+} sur la formation des composés humiques. Autoxydation et polycondensation des systèmes catéchol-aminoacide et catéchol-peptide. Thèse présentée à l'Université de Nancy I, 101p.

ALCANIZ J.M., SERES A., GASSIOT A., CABEZA L. et COMELLAS L., 1987. A multifactorial analysis of soil pyrograms as a criterion for discrimination between humus types. In *The Science of the Total Environment*, 62, 97-106.

ALMENDROS G., POLO A. et DORADO E., 1983. Estudio de la materia organica de diversos tipos de lodos residuales de la provincia de Madrid. In *Agrochimica*, Vol. XXVII (5-6), 440-454.

ALMENDROS G., GONZALEZ-VILA F.J., MARTIN F. et LEAL J.A., 1987. Propiedades agroquímicas de la fracción coloidal orgánica de un lodo de depuradora. In *Química Agrícola y alimentaria-2 EFCE Publication séries 68*, Vol.1, 165-172.

ALMENDROS G. et MARTINEZ A.T., 1987. Biodegradación y compostaje de la paja de trigo inoculada con *Ulocladium atrum*. Producción de sustancias de tipo húmico. In *Agrochimica* Vol. XXXI (1-2), 65-80.

ALMENDROS G., MARTIN F., GONZALEZ-VILA F.J. et MARTINEZ A.T., 1987. Biodegradación y compostaje de la paja de trigo inoculada con "*Ulocladium atrum*". Degradación oxidativa de las sustancias húmicas del compost. In *Agrochimica* Vol. XXXI (4-5), 438-456.

ALMENDROS G., LEAL J.A., MARTIN F. et GONZALEZ-VILA F.J., 1989. The effect of composting on the chemical composition of the organic colloidal fraction from domestic sewage sludge. In *Press Lecture Notes in Earth Sciences*, edited by Springer Verlag.

ALMENDROS G., 1989. An analysis of some wheat straw humification factors and their bearing on the response to compost of soil and plant. In *The Science of the Total Environment*, 81/82, 569-578.

AMBASSADE DE FRANCE EN ESPAGNE. 1985. Le secteur du traitement des résidus solides urbains en Espagne. 33p.

ANID P.J., 1982. Caractérisation de l'état de maturation du compost. In *Annales de Gembloux*. 88, 119-131.

ANID P.J., 1983. Contribution à la caractérisation des composts de déchets urbains : évaluation de leur état de maturation et des risques éventuels de contamination métallique des cultures. Thèse présentée à la Faculté des Sciences Agronomiques de l'Etat, Gembloux, 153p.

ANID P.J., 1986. Evaluating maturity and metal transfer of MSW compost. In *Biocycle*, January, 46-47.

ANRED, 1987. Amendements organiques : guide de l'utilisateur.

BACA GARCIA M.T., 1988. Fertilizantes orgánicos : estudio y preparación de compost para su utilización en agricultura. Tesis doctoral, universidad de Granada, Facultad de Ciencias, 341p.

BARDOS R.P. et LOPEZ-REAL J.M. 1988. The composting process : susceptible feedstocks, temperature, microbiology, sanitization and decomposition. In *compost processes in waste management*, edited by Bidlingmaier W., L'Hermite P. CEC workshop, 179-190.

BARRIUSO BENITO E., 1985. Caractérisation des fractions organo-minérales et des constituants humiques d'un sol de pelouse subalpine. Thèse présentée à l'Université de Nancy I, 170p.

BAUDUIN M. et IMPENS R., 1985. Agronomic valorization of municipal waste composts. In *Acta Horticulturae : Composts as Horticultural Substrates* Number 172 edited by VERDONCK O., 117-124.

BIDLINGMAIER W. et KRANERT M. 1988. Economics from household to compost through a complete system in the Federal Republic of Germany. In *compost processes in waste management*, edited by Bidlingmaier W., L'Hermite P. CEC workshop, 1-46.

BITZER C.C. et SIMS J.T., 1988. Estimating the Availability of Nitrogen in Poultry Manure through Laboratory and Field Studies. In *J. Environ. Qual.*, Vol. 17(1), 47-54.

BOLLEN G.J., 1984. The fate of plant pathogens during composting of crop residues. In *composting of agricultural and other wastes*, edited by GASSER J.K.R. CEC workshop, 282-290.

BREMNER J.M., 1965. Organic forms of nitrogen. In *Methods of Soil Analyses, Part 2*, American Society of Agronomy, Inc publisher Madison Wisconsin. 1238-1255.

CANS R., 1990. *Le monde poubelle*. Editions FIRST Paris, 290p.

CECCANTI B., ALCANIZ-BALDELLOU J.M., GISPERT-NEGRELL M. et GASSIOT-MATAS M., 1986. Characterization of organic matter from two different soils by pyrolysis-gas chromatography and isoelectric focusing. In *Soil Sci.* Vol. 142(2), 83-90.

CEE (working group), 1988 : Quality of the final product. In *Compost Processes in Waste Management*, edited by Bidlingmaier W., L'Hermite P. CEC workshop, 217-220.

CHANYASAK V., YOSHIDA T. et KUBOTA H., 1980. Chemical components in gel chromatographic fractionation of water extract from sewage sludge compost. In *J. Ferment. Technol.* Vol.58(6), 533-539.

CHANYASAK V. et KUBOTA H., 1981. Carbon/Organic Nitrogen Ratio in Water Extract as Measure of Composting Degradation. In *J. Ferment. Technol.*, Vol. 59(3), 215-219.

CHANYAZAK V., HIRAI M. et KUBOTA H., 1982. Changes of chemical components and nitrogen transformation in water extracts during composting of garbage. In *J. Ferment. Technol.* Vol.60(5), 439-446.

CHANYASAK V., KATAYAMA A., HIRAI F., MORI S. et KUBOTA H., 1983a. Effects of compost maturity on growth of komatsuna (*brassica rapa* var. *pervidis*) in neubauer's pot. I. Comparison of growth in compost treatments with that in organic nutrient treatments as controls. In *Soil science plant nutr.*, 29(3), 239-250.

CHANYAZAK V., KATAYAMA A., HIRAI M.F., MORI S. et KUBOTA H., 1983b. Effects of compost maturity on growth of komatsuna (*brassica rapa* var. *pervidis*) in neubauer's pot. II. Growth inhibitory factors and assessment of degree maturity by org.C/org.-N ratio of water extract. In *Soil Sci. Plant Nutr.*, 29(3), 251-259.

CHARPENTIER S. et VASSOUT F., 1985. Soluble salt concentrations and chemical equilibria in water extracts from town refuse composts during composting period. In *Acta Horticulturae : Composts as Horticultural Substrates* Number 172 edited by VERDONCK O., 87-94.

- CHEN Y., SENESI N. et SCHNITZER M., 1977. Information provided on humic substances by E4/E6 ratios. In *Soil Sci. Soc. AM. J.*, Vol.41, 352-358.
- CHINO M., KANAZAWA S., MORI T., ARARAGI M. et KANKE B., 1983. Biochemical studies on composting of municipal sewage sludge mixed with rice hull. In *Soil Sci. Plant Nutr.*, 29(2), 159-173.
- CHOTTE J.L., 1986. Evolution d'une biomasse racinaire doublement marquée (^{14}C , ^{15}N) dans un système sol-plante : étude sur un cycle annuel d'une culture de maïs. Thèse de l'Université de Nancy I, 116p.
- CITTERIO B., CIVILINI M., RUTILI A., PERA A. et DE BERTOLDI M., 1986. Control of a composting process in bioreactor by monitoring chemical and microbial parameters. In *Compost : production, quality and use*, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 633-642.
- COLIN F., 1977. Mise au point d'une méthode de détermination de l'ATP dans les composts. In *Sols et déchets solides* 11, 355-360.
- DABIN B., 1971. Etude d'une méthode d'extraction de la matière humique du sol. *Science du Sol* 1, p47-64.
- DE BERTOLDI M., VALLINI G. et PERA A., 1983. The biology of composting : a review. In *Waste Management & Research* 1, 157-176
- DE BERTOLDI M., VALLINI G., PERA A. et ZUCCONI F. 1984 Technological aspects of composting including modelling and microbiology. In *composting of agricultural and other wastes*, edited by GASSER J.K.R., CEC workshop, 27-41.
- DE BERTOLDI M., ZUCCONI F. et CIVILINI M. 1988a. Temperature, pathogen control and product quality. In *Biocycle* February, 43-50.
- DE BERTOLDI M., RUTILI A., CITTERIO B. et CIVILINI M., 1988b. Composting management : a new process control through O₂ feedback. In *Waste Management & Research* 6., 239-259.
- DE BLIGNIERES F.X., 1985. Production et débouchés du compost urbain en France en 1984. In *Compost Information* (20), 2-8.
- DE NOBILI M. et PETRUSSI F., 1988. Humification Index (HI) as Evaluation of the Stabilization Degree during Composting. In *J. Ferment. Technol.* Vol. 66(5), 1-6.
- DE SILGUY C., 1989. La saga des ordures, du Moyen Age à nos jours. Editions de l'Instant, Paris, 192p.
- DEVLEESCHAUWER D., VERDONCK O. et Van ASSCHE P., 1981. Phytotoxicity of refuse compost. In *Biocycle*, 44-46.
- DIAZ BURGOS M.A., 1990. Compostaje de lodos residuales : aplicacion agronomica y criterios de madurez. Tesis doctoral, Facultad de Ciencias, Universidad Autonoma de Madrid. 202p
- DIEZ J.A., 1988. Revision del metodo de determinacion automatizado de nitrogeno UV oxidable en extracto de suelo. In *An. Edafol. Agrobiol.* 47, 1029-1039.
- DUCHAUFOR Ph., 1977. *Pédologie*. Masson Ed. Paris. 224p.

EPFL, 1985. Recherche interdisciplinaire sur la préparation des composts de boues d'épuration et sur leur utilisation en agriculture. Lausanne, 189p.

ESTRADA J. et SANA J., 1986. Application of a new method for C.E.C. determination as a compost maturity index. In compost : production, quality and use, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 334-340.

FINSTEIN M.S. et MILLER F.C. 1984. Principles of composting leading to maximization of decomposition rate, odor control, and cost effectiveness. In composting of agricultural and other wastes, edited y Gasser J.K.R., CEC workshop, 13-26.

FINSTEIN M.S., MILLER F.C., Mac GREGOR S.T. et PSARIANOS K.M., 1985. The rutgers strategy for composting : process design and control. Research and Developpment EPA/600/S2-85/059, 1-5.

FINSTEIN M.S., MILLER F.C. et STROM P.F., 1986. Monitoring and evaluating composting process performance. In Journal Water Pollution Control. April, 272-278.

FINSTEIN M.S., 1989. Report : Activities on composting as a waste treatment technology at the department of environmental science, Rutgers university. In Waste Management & Research 7(3), 291-294.

FRUND R., LÜDEMANN H.D., GONZALEZ-VILLA F.J., ALMENDROS G., DEL RIO J.C. et MARTIN F., 1989. Structural differences between humic fractions from different soil types as determined by FT-IR and ¹³C-NMR studies. In the Science of the Total Environment, 81/82, 187-194.

FUHR F. et SAUERBECK D., 1968. Decomposition of wheat straw in the field as influenced by cropping and rotation. In proceedings IAEA/FAO symposium VIENNA, 241-250.

GERASIMOWICZ W.V. et BYLER D.M., 1985. Carbon-13 CPMAS NMR and FT-IR spectroscopic studies of humic acids. In Soil Science 139(3), 270-279.

GERMON J.C., NICOLARDOT B. et CATROUX G., 1980. Mise au point d'un test rapide de détermination de la maturité des composts. Ministère de l'environnement et du cadre de vie, convention d'étude n°79-509 laboratoire de microbiologie des sols.

GODDEN B. et PENNINCKX M., 1986a. Biochemistry of manure composting : lignin biotransformation and humification. In compost : production, quality and use, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 238-244.

GODDEN B. et PENNINCKX.1986b. On the use of biological and chemical indexes for determininig agricultural compost maturity : extension to the field scale. In Agricultural Wastes 15, 169-178.

GOLUEKE C.G., 1974. Biological Reactions in Solid Waste Recovery Systems. In Sanitary Engineering Reseach Laboratory University of California, Berkeley, California, 2-6.

GOLUEKE C.G., 1976. Composting : A review of rationale, Principles and Public Health. In Research biologist and lecturer sanitary Eng. Res. Lab., 11-15.

GOLUEKE C.G., 1982. When is compost "safe" ? In Biocycle March/April, 28-38.

GOLUEKE C.G. et DIAZ L.F., 1989. "Starters" Inoculums and enzymes. In Biocycle April, 53-57.

GOMEZ A., LESCHBER R. et COLIN F., 1986. Sampling techniques for sludge, soils and plants. In *Sampling Problems for the Chemical Analysis of Sludge, Soils and Plants*, edited by GOMEZ A., LESCHBER R. et L'HERMITE P. CEC workshop, 80-90.

GOMEZ A. et LEJEUNE C., 1986. Comparaison of the physical and chemical properties of humic acids extrated from a podzolic soil and a mature city refuse compost. In *compost : production, quality and use*, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 495-500.

GOUIN F.R., 1989. Compost standards for horticultural industries. In *Biocycle* August, 42-48.

GRABBE K., 1988. Definition of compost-quality - a need of environmental protection. In *compost processes in waste management*, edited by Bidlingmaier W. and L'Hermite P., CEC workshop, 91-124.

HADAR Y., INBAR Y. et CHEN Y., 1985. Effect of compost maturity on tomato seedling growth. In *Scientia Horticulturae*, 27, 199-208.

HAMMOUDA G.H. et ADAMS W.A., 1986. The decomposition, humification and fate of nitrogen during the composting of some plant residues. In *compost : production, quality and use*, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 245-253.

HARADA Y. et INOKO A., 1980a. The measurement of the cation-exchange capacity of composts for the estimation of the degree of maturity. In *Soil Sci. Plant Nutr.*, 26(1), 127-134.

HARADA Y. et INOKO A., 1980b. Relationship between cation-exchange capacity and degree of maturity of city refuse composts. In *Soil Sci. Plant Nutr.*, 26(3), 353-362.

HARADA Y., INOKO A., TADAKI M. et IZAWA T., 1981. Maturing process of city refuse compost during piling. In *Soil Sci.Plant Nutr.*, 27(3), 357-364.

HARDY G.E. et SIVASITHAMPARAM K., 1989. Microbial, chemical and physical changes during composting of a eucalyptus (*Eucalyptus colophylla* and *Eucalyptus diversicolor*) bark mix. In *Biol. Fertil. Soils* 8, 260-270.

HARKNESS N., 1986. Sampling and analysis of sludges and soils in England and Wales for the management of agricultural utilisation of sewage sludge. In *Sampling Problems for the Chemical Analysis of Sludge, Soils and Plants*, edited by GOMEZ A., LESCHBER R. et L'HERMITE P., CEC workshop, 18-26.

HERKELMANN H. et KOPPE P, 1986. Experiences with sludge sampling in the Ruhr River basin. In *Sampling Problems for the Chemical Analysis of Sludge, Soils and Plants*, edited by GOMEZ A., LESCHBER R. et L'HERMITE P., CEC workshop, 27-37.

HERTELENDY K., 1974. Paper chromatography, a quick method to determing the degree of humidification of refuse compost. In *IRCWD News* 7, 1-3

HIRAI M.F., CHANYASAK V. et KUBOTA H., 1983. A standard measurement for compost maturity. In *Biocycle* November/December, 54-57.

HOGAN J.A., MILLER F.C. et FINSTEIN M.S., 1989. Physical medeling of the composting ecosystem. In *Applied and Environmental Microbiology* Vol.55(5), 1082-1092.

HUNTER J.V. et HEUKELEKIAN H.,1965. The composition of domestic sewage fractions. *Journal WPCF*, 37, 1142-1163.

HURET F., 1985. Contribution à l'étude de substances humiques provenant de matériaux végétaux fermentescibles. In *Compost Information* (19), 9-17.

INAMATSU K., 1968. Isolation of p-coumaric acid and sterols from rice straw compost. In *Soil Sci. Plant Nut.*, Vol.14 (2), 62-67.

INBAR Y., CHEN Y. et HADAR Y., 1989. Solid-state Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance and Infrared Spectroscopy of Composed Organic Matter. In *Soil Sci. Soc. Am. J.* 53, 1695-1701.

INOKO A., MIYAMATSU K., SUGAHARA K., et HARADA Y., 1979. On some organic constituents of city refuse composts produced in Japan. In *Soil Sci. Plant Nutr.*, 25(25), 225-234.

JACAS J., MARZA J., FLORENSA P. et SOLIVA M., 1986. Cation exchange capacity variation during the composting of different materials. In *compost : production, quality and use*, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 309-320.

JERIS J. et REGAN R., 1973. Controlling environmental parameters for optimum composting. In *Compost Science* Jan/Feb, 10-15.

JODICE R. et NAPPI P., 1986. Microbial Aspects of compost application in relation to mycorrhizae and nitrogen fixing microorganisms. In *compost : production, quality and use*, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 420-430.

JUSTE C., SOLDA P. et DUREAU P., 1980. Mise au point de tests agronomiques légers permettant de déterminer simultanément la phytotoxicité globale des composts d'ordures ménagères et leur degré de maturation. *Ministère de l'environnement et du cadre de vie* (convention d'étude 77-147), 19p.

JUSTE C., 1980. Avantages et inconvénients de l'utilisation des composts d'ordure ménagère comme amendement organique des sols ou supports de culture. *Journées internationales sur le compost* Madrid, 16p.

JUSTE C., SOLDA P. et LINERES M., 1986. Factors influencing the agronomic value of city refuse composts. In *compost : production, quality and use*, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 388-398.

KANEDA T., 1967. Fatty acids in the genus bacillus. Iso-and anteiso-fatty acids as characteristic constituents of lipids in 10 species. In *journal of bacteriology* vol.93(3), 894-903.

KATTERMAN F.R.H. et DAY A.D., 1987. Plant growth factors in municipal wastewater. In *Biocycle* May/June, 62-63.

KATTERMAN F.R.H. et DAY A.D., 1989. Boosting crop yields. *Plant Growth Factors in Sewage Sludge*. In *Biocycle* March, 64-65.

KONONOVA M.M., 1966. *Soil organic matter*. Pergammon Press, Oxford. 544p.

KUTSHA-LISSBERG P. et PRILLINGER F. 1982. Rapid determination of EUF-extractable nitrogen and boron. In *Application of EUF in Agricultural Production*, edited by Nemeth, Martinus Nijhoff/Dr Junk Publishers, 63-66.

- KUMADA K., 1965. Studies on the colour of humic acids. In Soil Sci. Plant Nut. Vol.11(4), 11-16.
- KUMADA K., 1987. Chemistry of Soil ORGANIC MATTER J. Scientific Society Press, Elsevier Amsterdam. 241p.
- LEMAIRE F. et DRIARD N., 1977. Nouvelles observations sur l'appréciation de la fertilité des sols cultivés au moyen de l'expérimentation en petits vases de végétation. In Ann. Agron., 28(4), 425-441.
- LOBO M.C., 1985. Biodegradacion y humificacion del sarmiento de vid. Caracterizacion agrobiologica de los compost obtenidos. Tesis doctoral Facultad de Ciencias Universidad Autonoma de Madrid. 190p.
- LOGSDON G., 1988. Compost stops pathogens. In Biocycle October, 28.
- LOPEZ-REAL J. et FOSTER M., 1984. Plant pathogen survival during the composting of agricultural organic wastes. In composting of agricultural and other wastes, edited by GASSER J.K.R., CEC workshop, 291-302.
- LOSSIN R., 1970. Compost studies. Part I. In Compost Science 11, 16-17.
- LYNCH J.M., 1977. Production and phytotoxicity of acetic acid in anaerobic soils containing plant residues. In Soil Biol. Biochem. vol.10, 131-135.
- LYNCH J.M., GUNN K.B. et PANTING L.M., 1980. On the concentration of acetic acid in straw and soil. In Plant and Soil 56, 93-98.
- LYNCH J.M., 1983. Plant growth regulators and phytotoxics from micro-organisms. In Soil Biotechnology Microbiological factors in crop productivity, Backwell Scientific Publication Chap.7, 107-120.
- Mc CALLA M. et NORSTADT F.A., 1974. Toxicity problems in mulch tillage. In Agriculture and environment, 1, 153-174.
- MAGDOFF F.R. et AMADON J.F., 1980. Nitrogen Availability from Sewage Sludge. In J. Environ. Qual., Vol. 9(3), 451-455.
- MALLAVAN A.M., MINOUM N. et ROTMAN G., 1986. La croissance des déchets ménagers. In économie et statistique 185, 57-64.
- MANIOS V.I., TSIKALAS P.E. et SIMINIS H.I., 1986. Phytotoxicity of olive tree leaf compost. In compost : production, quality and use, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 296-308.
- MERCIK S. et NEMETH K., 1985. Effects of 60-year N, P, K and Ca fertilization on EUF-nutrient fractions in the soil and on yields of rye and potato crops. In Plant and Soil 83, 151-159.
- MILLER F.C. et FINSTEIN M.S., 1985. Materials balance in the composting of wastewater sludge as affected by process control strategy. In Journal Water Pollution Control February, 122-127.
- MOREL J.L., 1977. Contribution à l'étude de l'évolution des boues résiduares dans le sol. Thèse présentée à l'Université de Nancy I, 117p.

MOREL J.L., JACQUIN F. et GUCKERT A., 1979. Contribution à la réalisation de tests de détermination de la maturation des composts urbains. Ministère de l'environnement et du Cadre de Vie convention n° 75124-77137, 30p.

MOREL J.L., COLIN F., GERMON J.C., GODIN P. et JUSTE C. 1984. Methods for the evaluation of the maturity of municipal refuse compost. In composting of agricultural and other wastes, edited by GASSER J.K.R., CEC workshop, 56-72.

MORI T., NARITA A., AMIMOTO T., et CHINO M., 1981. Composting of municipal sewage sludge mixed with rice hulls. In Soil Sci. Plant Nutr., 27(4), 477-486.

MURPHY J. et RILEY JP., 1962. A modified single solution method for determination of phosphate in natural waters. In Anal. Chim. Acta 27, 31-36.

NAKASAKI K., SHODA M. et KUBOTA H., 1985. Effect of temperature on composting of sewage sludge. In Applied and Environmental Microbiology vol.50(6), 1526-1530.

NAKASAKI K., NAKANO Y., AKIYAMA T., SHODA M. et KUBOTA H., 1987. Oxygen Diffusion and Microbial Activity in the Composting of Dehydrated Sewage Sludge Cakes. In J. Ferment. Technol., Vol.65(1), 43-48.

NEMETH K., 1979. The availability of nutrients in the soil as determined by electroultrafiltration (EUF). In Adv. Agron. 31, 155-187.

NEMETH, MAKHDUM, KOCH, et BERINGER. 1979. Determination of categories of soil nitrogen by electroultrafiltration (EUF). In Plant Soil 53, 445-453.

NEMETH K., 1982. Electro-ultrafiltration of aqueous soil suspension with simultaneously varying temperature and voltage. In Application of EUF in Agricultural Production, edited by Nemeth, Martinus Nijhoff/Dr Junk Publishers. 7-23.

NEMETH K., 1985. Recent advances in EUF research (1980-1983). In Plant and Soil 83, 1-19.

NEMETH K. et RECKE H., 1985. EUF-N fractions in different soils during a vegetation period in pot and field experiments. In Plant and Soil 83, 39-46.

NEMETH K. 1988. EUF-Nitrogen determination and EUF-Nitrogen fertilizer recommendation. EUF-Symposium Mannheim (FRG), 14-16.

NICOLARDOT B., 1979. Valorisation agricole des composts d'ordures ménagères. Caractérisation de leur maturité. Accélération de leur évolution dans le sol. Mémoire de fin d'études option agronomie, 59p.

NICOLARDOT B., GERMON J.C., CHAUSSOD R. et CATROUX G., 1982. Une technique simple pour déterminer la maturité des composts urbains. In Compost Information (10), 2-4.

NORSTADT F.A., McCALLA T.M., 1963. Phytotoxic substance from a species of penicillium. In Science, vol.140, 410-411.

OFFICE of TECHNOLOGY ASSESSMENT, 1989. Facing America's Trash. What next for municipal solid waste ? OTA-O-424 Washington D.C. : U.S. Government Printing Office 377p.

O'KEEFE B.E., AXLEY J. et MEISINGER J.J., 1986. Evaluation of Nitrogen Availability Indexes for a Sludge Compost Amended Soil. In J. Environ.Qual., Vol.15(2), 121-128.

- PATRICK Z.A., 1971. Phytotoxic substances associated with the decomposition in soil of plant residues. In *Soil Science* vol.111(1), 13-18.
- PENNINCK R., VERDONCK O. et DE BOODT M., 1985. Different materials which can be used in composts. In *Acta Horticulturae : Composts as Horticultural Substrates* Number 172 edited by VERDONCK O., 31-38.
- PIOTROWSKI E.G., VALENTINE K.M. et PFEFFER P.E., 1984. Solid-state, ^{13}C , cross-polarization, "magic-angle" spinning, NMR spectroscopy studies of sewage sludge. In *soil science* Vol. 137(3), 194-203.
- POINCELOT R.P., 1974. A Scientific Examination of The Principles and Practice of Composting. In Department of Biochemistry The Connecticut Agricultural Experiment Station New Haven. Connecticut 06504. In *Compost Science*, 24-31.
- POINCELOT R.P. et DAY P.R., 1973. Rates of cellulose decomposition during the composting of leaves combined with several municipal and industrial wastes and other additives. In *Compost Science* may/june, 23-25.
- POMMEL B., 1982. Aptitude de plusieurs déchets urbains à fournir du phosphore aux cultures. In *Revue d'Agronomie* 2(9), 851-857.
- POMMEL B., 1984. Aptitude des déchets organiques à alimenter les cultures en phosphore. Thèse présentée à l'Université de Paris 6, 126p.
- PRESTON C.M. et BLACKWELL B.A., 1985. Carbon-13 nuclear magnetic resonance for a humic and a fulvic acid : signal-to noise optimization, quantitation, and spin-echo techniques. In *Soil science* Vol.139(1), 88-96.
- PRESTON C.M., RIPMEESTER J.A., MATHUR S.P. et LEVEQUE M., 1986. Application of solution and solid-state multinuclear NMR to a peat-based composting system for fish and crab scrap. In *canadian journal of spectroscopy*, vol.31(3), 63-69.
- REGAN R.W. et JERIS J.S., 1970. A review of the decomposition of cellulose and refuse. In *Compost Science* january/february, 17-20.
- REX M., NEMETH K. et HARRACH T., 1985. The EUF-N contents of arable soils as an indicator of their yield potential. In *Plant and Soil* 83, 117-125.
- ROLETTO E., BARBERIS R., CONSIGLIO M., et JODICE R., 1985. Chemical parameters for evaluating compost maturity. In *Biocycle* march, 46-47.
- SAVIOZZI A., RIFFALDI R. et LEVI-MINZI R., 1986. Compost maturity by water extract analyses. In *compost : production, quality and use*, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 359-367.
- SCHNITZER M. et KHAN, 1978. *Soil Organic Matter*. Elsevier New-York. 319p.
- SCHNITZER M. et PRESTON C.M., 1983. Effects of acid hydrolysis on the ^{13}C NMR spectra of humic substances. In *Plant and soil* 75, 201-211.
- SCHNITZER M. et PRESTON C.M., 1986. Analysis of humic acids by solution and solid-state carbon-13 nuclear magnetic resonance. In *Soil Sci. Soc. AM. J.*, Vol.50, 326-331.
- SENESI N., 1989. Composted materials as organic fertilizers. In *the science of the total environment*, 81/82, 521-542.

- SCHAEFER J., STEJSKAL O., et BUCHDAHL R., 1973. Magic angle ^{13}C NMR analysis of motion in solid glassy polymers. In *Macromolecules* Vol 10(2), 384-405.
- SHEEHAN M.P., 1985. Experiments on the reproducibility of results from EUF soil extracts with possible improvements resulting from these experiments. In *Plant and Soil* 83, 85-92.
- SIKORA L.J. et SOWERS M.A., 1985. Effect of temperature control on the composting process. In *J. Environ. Qual.* vol.14(3), 434-439.
- SIMAN G., 1982. Test of the electro-ultrafiltration method's applicability in soil analysis. Reproducibility of the method. In *Application of EUF in Agricultural Production*, edited by Nemeth, Martinus Nijhoff/Dr Junk Publishers, 35-41.
- SPOHN E., 1978. Determination of compost maturity. In *Compost Science* may/june, 26-27.
- SPOSITO G., SCHAUMBERG G.D., PERKINS T.G. et HOLTZCLAW K.M., 1978. Investigation of fulvic acid extracted from sewage sludge using carbon-13 and proton NMR spectroscopy. In *American chemical society* vol. 12(8), 931-934.
- STEVENSON F.J., 1982. *Humus chemistry : genesis, composition, reactions.* John Wiley and Sons Interscience. 443p.
- STRACHAN S.D., NELSON D.W. et SOMMERS L.E., 1983. Sewage sludge components extractable with nonaqueous solvents. In *J. Environ. Qual.* Vol.12(1), 69-74.
- SUGAHARA K., HARADA Y. et INOKO A., 1979. Color change of city refuse during composting process. In *Soil Sci. Plant Nutr.*, 25(2), 197-208.
- SUGAHARA K. et INOKO A., 1981. Composition analysis of humus and characterization of humic acid obtained from city refuse compost. In *Soil Sci. Plant Nutr.*, 27(2), 213-224.
- SUGAHARA K., KOGA S. et INOKO A., 1984. Color change of straw during composting. In *Soil Sci. Plant Nutr.* 30(2), 163-173.
- SUKMANA S., 1983. Evaluation of unit processes in the composting of city wastes. A thesis presented to the Faculty of Agricultural Sciences of GENT. 200p.
- SULER D.J. et FINSTEIN M.S., 1977. Effect of temperature, aeration, and moisture on CO_2 formation in bench-scale, continuously thermophilic composting of solid waste. In *Applied and Environmental Microbiology*, 345-350.
- TEKELY P. et DELPUECH J.J., 1985. Etudes des charbons par RMN du carbone-13 haute résolution à l'état solide. Progrès récents et perspectives. In *Journal de chimie physique*, 82, (7/8), 723-731.
- TEKELY P. et VIGNON M.R., 1987. Cross polarization/magic angle spinning ^{13}C -NMR characterization of steam exploded poplar wood. In *Journal of wood chemistry and technology*, 7(2), 215-228.
- THENG B.K.G., NEWMAN R.H. et FILIP Z., 1986. Characterization of humic acids from composting municipal refuse by solid-state carbon-13 nuclear magnetic resonance spectroscopy. In *band vol.II congrès centrum Hamburg XIII. Congress of the International Society of Soil Science*, 516-517.
- TOURNIER M. 1975. *Les météores.* Gallimard, Paris. 544p.

- VAN DE KERKHOVE J.M., 1987. Le traitement des déchets au JAPON. Association de presse France-Japon/ENSAIA, Nancy. 20p.
- VAN DE KERKHOVE J.M., POLO A. et JACQUIN F., 1989. Humification and phytotoxicity in MSW during a composting process. 5th International Conference on Solid Waste Management and Secondary Materials Philadelphia USA.
- VAN FAASEEN H.G. et VAN DJIK H., 1987. Manure as a source of nitrogen and phosphorus in soils. In Animal manure on Grassland and Fodder Crops, H.G. Meer et al. (eds), 27-45.
- VAN KREVALEN, 1950. Graphical statistical method for the study of structure and reaction process of coal. In Fuel 29, 269-284.
- VERDONCK O., DE VLEESCHAUWER D. et DE BOODT M., 1982. The use of sludge in horticulture and agriculture. In Laboratory of Soil Physics, Soil Conditioning and Horticulture Soil Science, Faculty of Agriculture, University of Gent., 123-134.
- VISWANATHAN C.V., BAI B.M. et PILLAI S.C., 1962. Fatty matter in aerobic and anaerobic sewage sludges. In journal WPCF, 34, 189-194.
- VONG P.C., 1987. Contribution à l'étude de la cinétique des différents compartiments azotés contenus dans des sols cultivés après apport de fertilisants minéraux et organiques. Thèse d'état présentée à l'INPL, Nancy. 247p.
- WERSHAW R.L., 1985. Application of nuclear magnetic resonance spectroscopy for determining functionality in humic substances. In humic substances in soil, sediment, and water edited by AIKEN G.R., MCNIGHT D.M., WERSHAW R.L. et MACCARTHY P. a Wiley-interscience, publication John Willey & Sons New York, 561-583.
- WITTER E. et LOPEZ-REAL J.M., 1986. Monitoring the composting process using parameters of compost stability. In compost : production, quality and use, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 351-358.
- WONG M.H., et CHU L.M., 1985. Changes in properties of a fresh refuse compost in relation to root growth of brassica chinensis. In agricultural wastes 14, 115-125.
- ZUCCONI F., PERA A., FORTE M. et De BERTOLDI M., 1981a. Evaluating toxicity of immature compost. In Biocycle March/April, 54-57.
- ZUCCONI F., FORTE M., MONACO A. et De BERTOLDI M., 1981b. Biological evaluation of compost maturity. In Biocycle July/August, 27-29.
- ZUCCONI F., MONACO A et FORTE M., 1984. Phytotoxins during the stabilization of organic matter. In composting of agricultural and other wastes, edited by GASSER J.K.R. CEC workshop, 73-86.
- ZUCCONI F. et DE BERTOLDI M., 1986. Compost specifications for the production and characterization of compost from municipal solid waste. In compost : production, quality and use, edited by DE BERTOLDI M., FERRANTI M.P., L'HERMITE P., ZUCCONI F., CEC workshop, 30-51.
- ZUCCONI F. et de BERTOLDI M., 1987. Production and characterization. Specifications for solid waste compost. In Biocycle May/June , 56-61.



RESUME

Nous avons suivi l'évolution de la maturité de trois déchets urbains (ordures ménagères, boues de station mélangées avec des déchets de bois, pulpes de déchets de cuisine) au cours d'un compostage effectué sous paramètres contrôlés. Nous définissons la maturité d'un compost suivant trois critères liés à l'activité microbienne :

- un niveau faible ou nul de phytotoxicité
- une matière organique stabilisée
- des éléments nutritifs disponibles pour la plante.

Le compostage, maintenu pendant 180 jours, est accompagné par une forte minéralisation, l'évolution des indices classiques de maturité (CEC, E_4/E_6 de la fraction alcaline, C/N) est un bon indicateur de l'activité microbienne et peut donc apporter des informations sur l'état de maturité, informations non suffisantes toutefois.

D'un point de vue pratique, le compostage s'est montré très efficace avec les ordures ménagères, inutile pour les boues et peu approprié pour les pulpes.

Dans les meilleures conditions de compostage, celles des ordures ménagères, la phytotoxicité, appréciée à partir d'un test de germination du cresson (*Lepidium sativum*), va disparaître en 30 jours. Pour les boues et les pulpes, ce n'est pas le cas. Ces niveaux de phytotoxicité ne sont pas expliqués par la seule présence d'ions ammonium ou d'acides gras volatils.

La fraction organique colloïdale, soluble en milieu alcalin et qui précipite à pH 1, a un caractère aliphatique et par conséquent un faible degré d'aromaticité ; elle est également très riche en azote. Ces différents caractères la distinguent des acides humiques des sols.

Le compostage la modifie en 2 temps : pendant la période de forte activité microbienne, son encombrement moléculaire diminue, elle s'enrichit en oxygène et en groupements fonctionnels oxygénés ainsi qu'en azote notamment peptidique. Pendant la période de maturation, les modifications sont plus réduites et correspondent principalement à un processus d'aromatisation révélé par la RMN du ^{13}C .

La disponibilité de l'azote des composts a été étudiée par la mesure de l'azote minéral et soluble dans l'eau, celle de l'azote extractible par Electro-Ultra-Filtration (EUF) et aussi à partir d'essais en vase sur *Lolium perenne*. Les modifications des concentrations des ions ammonium et nitrate reflètent le niveau d'activité microbienne, NH_4^+ étant prédominant au plus fort de cette activité ; le rapport $(EUF-Norg + EUF-NH_4^+)/EUF-NO_3^-$ s'est montré aussi un bon indicateur de cette activité. Toutefois les mesures de N minéral et EUF-Nt sous-estiment la quantité d'azote exportable des composts.

Au cours du compostage, la phytotoxicité baisse, la matière organique se stabilise, l'azote est de moins en moins disponible. Le devoir de l'agronome est donc d'utiliser le compost à son optimum de maturité, soit au moment où la phytotoxicité a suffisamment baissé et la matière organique s'est stabilisée mais aussi quand une quantité d'azote importante est encore disponible. Trop attendre équivaldrait à perdre les qualités d'engrais azoté du compost, voire même, si le compostage dure vraiment longtemps à perdre ses qualités d'amendement organique (C continuant de se minéraliser lentement tout au long du compostage).