

S-IV-6V1 – METHODE OXITOP : DETERMINATION DE LA STABILITÉ D'UN COMPOST AU MOYEN D'UN RESPIROMÈTRE FERMÉ

1. Objet

Cette procédure décrit une méthode pour déterminer la stabilité des composts et des digestats par la mesure de la consommation en oxygène dans des conditions définies, à l'aide d'un respiromètre fermé. Cette méthode dite OxiTop® est utilisée dans le cadre de l'évaluation de la maturité des composts et des digestats.

2. Domaine d'application

Cette méthode s'applique aussi bien aux composts qu'aux digestats.

3. Principe

Le principe de la méthode Oxitop repose sur le fait que le compost en fin de maturation possède une faible consommation en oxygène et une faible production de gaz carbonique. La stabilité d'un compost est une mesure de l'activité microbienne de celui-ci par une mesure de l'oxygène consommé.

Le principe général de cette méthode est le suivant : dans un récipient hermétiquement fermé à l'aide d'un capteur de pression, un mélange compost/milieu minéral ou digestat/milieu minéral est agité en permanence pendant cinq jours. Le CO₂ produit étant capté par un absorbant alcalin, la consommation en oxygène, qui se traduit par une chute de pression dans le récipient, est mesurée. La chute de pression est en corrélation avec le taux d'activité microbienne.

4. Conditionnement et conservation de l'échantillon

L'échantillon doit être conservé jusqu'au moment de l'analyse dans un flacon complètement rempli, bouché hermétiquement, au frigo. L'analyse doit être commencée le plus tôt possible et au plus tard dans les 24 h qui suivent le prélèvement.

5. Appareillages et matériels utilisés

- 5.1. Incubateur à 20 ± 2 °C
- 5.2. Un système composé d'un agitateur et de barreaux magnétiques ou un agitateur à mouvement circulaire.
- 5.3. Un respiromètre fermé composé d'une bouteille d'un litre muni d'un adaptateur et d'une sonde de pression (minimum 2 systèmes complets pour l'échantillon à analyser et pour la mesure du blanc)
- 5.4. pH-mètre
- 5.5. Balance analytique
- 5.6. Tamis de 10 mm
- 5.7. Entonnoir



6. Réactifs utilisés

Tous les réactifs sont de qualité « pour analyse »

- 6.1. Eau déminéralisée
- 6.2. Dihydrogénophosphate de potassium déshydraté (KH_2PO_4)
- 6.3. Hydrogénophosphate de potassium déshydraté (K_2HPO_4)
- 6.4. Hydrogénophosphate de sodium dihydraté ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- 6.5. Chlorure d'ammonium (NH_4Cl)
- 6.6. Sulfate de magnésium heptahydraté ($\text{MgSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)
- 6.7. Chlorure de calcium dihydraté ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)
- 6.8. Chlorure ferrique hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 6.9. Inhibiteur de nitrification N-allylthiourée
- 6.10. Acide chlorhydrique concentré
- 6.11. Oxygène pur (pureté de plus de 99 %)
- 6.12. Absorbants de gaz carbonique type chaux sodée avec indicateur

7. Mode opératoire

7.1. Préparation des solutions

- 7.1.1. Solution minérale A : 8.2 g KH_2PO_4 , 21.75 g K_2HPO_4 , 50.30 g $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ et 2.0 NH_4Cl dans un litre d'eau déminéralisée
- 7.1.2. Solution minérale B : 22.50 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dans un litre d'eau déminéralisée
- 7.1.3. Solution minérale C : 36.40 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans un litre d'eau déminéralisée
- 7.1.4. Solution minérale D : 0.25 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans un litre d'eau déminéralisée
- 7.1.5. Milieu minérale : remplir un jaugé de 1000 ml avec la moitié d'eau déminéralisée. Ajouter ensuite 10 ml de la solution minérale A, 1 ml des solutions minérales B, C et D. Si nécessaire ajuster le pH avec HCl jusqu'à un pH de 6.5 ± 0.2 . Compléter avec de l'eau déminéralisée jusqu'au trait.
- 7.1.6. Solution HCl diluée 1 : 10
- 7.1.7. Solution d'allylthiourée 5 g/l : 0.5 allylthiourée dans 100 ml d'eau déminéralisée

7.2. Préparation de l'échantillon

L'échantillon (minimum 1 litre) est tamisé au travers d'un tamis de maille de 10 mm. La fraction inférieure à 10 mm est utilisée pour l'essai.

7.3. Détermination du volume du réacteur

Déterminer au moment de la mise en service du réacteur par gravimétrie le volume réel du flacon à réaction. Le volume moyen de différents flacons ($V_{\text{réacteur}}$) est utilisé pour les calculs ultérieurs.



- 7.3.1. Remplir complètement le flacon avec de l'eau.
- 7.3.2. Monter l'adaptateur et la sonde de pression.
- 7.3.3. Peser la quantité d'eau contenue dans le flacon de réacteur.
La masse d'eau en g divisé par sa masse volumique à la température de mesure est équivalente au volume du flacon en ml.

7.4. Procédure analytique

- 7.4.1. Remplir le réacteur au moyen d'un entonnoir avec 15 à 20 g de compost.
- 7.4.2. Ajouter 200 ml de milieu minérale (7.1.5)
- 7.4.3. Ajouter 1.25 ml de la solution d'allylthiourée (7.1.7)
- 7.4.4. Ajouter un barreau magnétique pour assurer l'agitation continue.
Pour certaines matières, on peut utiliser un agitateur à mouvement circulaire.
- 7.4.5. Purger l'espace de tête avec de l'oxygène pur durant environ 15 secondes. Le tuyau est placé juste au dessus de la surface du liquide (il ne peut pas y avoir de contacte avec le liquide).
- 7.4.6. Immédiatement après la purge, placer l'ensemble du dispositif composé d'une capsule contenant 2.5 g de pastilles de chaux sodée (6.12), d'un caoutchouc et de la sonde de pression. Vérifier que l'ensemble est fermé hermétiquement.
- 7.4.7. Placer le respiromètre complet dans l'incubateur sur un agitateur et agiter pendant 15 minutes pour réduire la phase de latence.
- 7.4.8. Arrêter l'agitation et dévisser légèrement la tête du respiromètre ensuite fermer à nouveau (mise en équilibre).
- 7.4.9. Démarrer le réacteur avec le contrôleur du respiromètre. Pour le bon fonctionnement du respiromètre, se référer aux instructions du fabricant. Sélectionner le mode « Pression » et une durée d'incubation de 5 jours. Durant cette période, 360 mesures sont enregistrées à intervalle régulier sur les 5 jours.
- 7.4.10. Agiter (120tpm) durant 5 jours.
- 7.4.11. A la fin de l'essai, vérifier qu'il y a encore des grains blancs (non colorés) dans la capsule du dispositif.
- 7.4.12. A la fin de l'essai, le pH doit également être vérifié. Pour un déroulement optimal de l'expérience, la valeur du pH après 5 jours sera située entre pH 5.8-8.2.
- 7.4.13. A la fin de l'essai, transférer les données de la chute de pression (cumulatives) du respiromètre par rapport au temps selon les directives du fabricant.
- 7.4.14. Pour chaque série, réaliser un blanc. La mesure du blanc suit la même séquence qu'un échantillon, sauf qu'aucun échantillon de compost n'est ajouté au réacteur.

8. Traitement des données

- 8.1. Transférer les valeurs mesurées de réduction avec la valeur correspondante du blanc



- 8.2. Mettre en graphique la fonction cumulative de la chute de pression (axe Y de 0 à -300 hPa) en fonction du temps (axe X de 0 à 5 jours).
- 8.3. Calcul de la consommation d'oxygène

La quantité d'oxygène consommée (nO_2) en mmol/kg MO/heure est donnée par la formule :

$$nO_2 = \frac{(P_{j_0} - P_{j_5}) * V}{R(273.15 + T)} * 10^4$$

$$nO_2 = \frac{(P_{j_0} - P_{j_5}) * V}{(m_{compost} * \% MO)(N * 24)} * 10^4$$

P_{j_0} : pression après correction du blanc au temps zéro en hPa, au démarrage de la réaction **après la phase de latente**

P_{j_5} : pression après correction du blanc après 5 jours d'essai, en hPa

R : 8.31 J/mol K (constante de Boltzmann)

T : température incubateur en °C

V = volume de l'espace de tête en ml

$$= V_{réacteur} - V_{milieu\ minéral} - V_{compost} - V_{chaux\ sodée\ +\ inhibiteur}$$

$V_{réacteur}$: volume effectif du flacon de réaction en ml

$V_{milieu\ minéral}$: volume ajouté de milieu minéral en ml

$V_{compost}$: volume du compost utilisé pour l'essai, équivalent à la masse de compost ($m_{compost}$) en ml.

$$V_{chaux\ sodée\ +\ inhibiteur} = 2\ ml$$

$m_{compost}$: masse du compost frais utilisé pour l'essai, en g.

% humidité : pourcentage d'humidité déterminée par la méthode S.I.3 sur la fraction <10 mm

% MO : pourcentage de matière organique déterminée par la perte de masse de l'échantillon à 550 °C déduite du % humidité

N : nombre de jours : pour cela il faut déduire des 5 jours la phase latente (3.5 jours pour une phase latente de 1.5 jour en générale)

j_0 est le moment où la réaction démarre et où une chute significative de pression est enregistrée.

Pour saisir le temps j_0 , on peut déduire le début de la réaction à partir du graphique de pression.

Le temps j_0 est situé entre 0 et 1.5 jours. Si la réaction n'a pas démarré après 1.5 jours, il faut recommencer le test avec une plus grande quantité de matière.



9. Proposition d'interprétation des résultats OXITOP

Une proposition provisoire de classification sur base des résultats OXITOP a été formulée et est donnée dans le tableau 1.

Tableau 1 : Proposition de classement des résultats OXITOP

Consommation d'oxygène	Type
< 5 mmol O ₂ /kgMO/h	Très stable, très peu actif
5 – 10 mmol O ₂ /kgMO/h	Stable, activité limitée
10 - 15 mmol O ₂ /kgMO/h	Modérément stable, actif
15 - 25 mmol O ₂ /kgMO/h	Relativement jeune, vraiment très actif
> 25 mmol O ₂ /kgMO/h	Jeune, très actif, instable

La valeur de 10 mmol O₂/kgMO/h est considérée comme un objectif de qualité et la valeur de 15 mmol O₂/kgMO/h comme valeur normative.

10. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode de la Région wallonne;
- l'identification complète de l'échantillon;
- les résultats de l'essai
- les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

11. Références

CMA/2/IV/25 : 2012 : Bepaling van de compoststabiliteit met een gesloten respirometer

ISO 16072 :2002 : Qualité du sol – Méthode de laboratoire pour la détermination de la respiration microbienne du sol.

