Amélioration de la digestion anaérobie mésophile des emballages compostables grâce à un prétraitement thermo-alcalin efficace et polyvalent

Points forts

- Analyse de la composition des sacs compostables commerciaux et des capsules de café.
- Prétraitement polyvalent capable d'hydrolyser le PBAT, le PLA et le PBS des articles compostables.
- Le poids moléculaire des polymères a été réduit après un prétraitement thermo-alcalin.
- La digestion anaérobie mésophile des emballages compostables commerciaux a été évaluée.
- Le prétraitement a considérablement amélioré la digestion anaérobie de tous les éléments compostables.

Résumé

Dans le contexte réglementaire européen actuel, qui impose aux États membres de collecter séparément les biodéchets en vue de leur valorisation organique, le co-traitement d'emballages alimentaires compostables avec des biodéchets par digestion anaérobie (DA) mésophile offre la double opportunité de favoriser leur conversion en biogaz tout en réduisant la contamination plastique de l'environnement.

Cependant, la plupart des emballages commercialisés, notamment ceux en poly(butylène adipate-co-téréphtalate) (PBAT), acide polylactique (PLA) et polybutylène succinate (PBS), présentent une faible biodégradabilité en DA mésophile.

Pour pallier cette limitation, des prétraitements thermo-alcalins ont été réalisés afin d'hydrolyser les polymères les plus résistants et d'améliorer leur digestibilité en DA. Le PBAT étant le plus récalcitrant, les conditions de prétraitement ont d'abord été optimisées avec du PBAT pur, avant d'étendre l'application à divers articles commerciaux compostables, notamment les sacs et les capsules de café.

Des conditions de prétraitement optimales (KOH 3 M à 70 °C pendant 4 h) ont permis une solubilisation efficace de tous les éléments testés. En conséquence, les potentiels biochimiques de méthane (BMP) ont été significativement augmentés, avec des améliorations allant de 2 à 3 fois pour les sacs et de 1,4 à 17 fois pour les capsules de café, même contenant du PBAT, du PLA ou du PBS.

En réduisant suffisamment le poids moléculaire des polymères récalcitrants pour qu'ils soient assimilables par les micro-organismes, ce prétraitement a démontré sa capacité à permettre leur biodégradation en digestion anaérobie mésophile. Cette approche de prétraitement polyvalente et universelle offre une solution prometteuse pour valoriser les biodéchets avec des emballages compostables en les convertissant en méthane tout en améliorant la qualité des digestats de digestion anaérobie.

Mots-clés : Prétraitement alcalin, Hydrolyse, Matériau compostable, Biodégradation, digestion anaérobie mésophile

1. Introduction

Le marché mondial des bioplastiques est confronté à une expansion substantielle, avec des volumes de production passant de 2,22 millions de tonnes en 2022 à 6,30 millions de tonnes prévues d'ici 2027 [1].

Néanmoins, les plastiques biodégradables sont confrontés au défi de maintenir leur fonctionnalité tout au long de leur durée de conservation tout en subissant simultanément une biodégradation rapide après élimination [2].

Cette situation présente une contradiction inhérente, car un emballage efficace exige généralement un certain degré de stabilité du matériau (propriétés physico-chimiques et géométrie), ce qui peut entraver ou ralentir sa biodégradation [[3] , [4] , [5]].

Depuis janvier 2024, les États membres de l'UE sont tenus de collecter les biodéchets en mettant l'accent sur la valorisation par compostage industriel et/ou digestion anaérobie (DA). La collecte combinée de biodéchets et d'emballages compostables suivie d'une valorisation par compostage ou digestion anaérobie pourrait favoriser une économie circulaire, générer des amendements de sol, de l'énergie verte et potentiellement réduire les déchets plastiques.

Alors que certains biopolymères, tels que les polyhydroxyalcanoates (PHA) se biodégradent rapidement dans tous les environnements, y compris la digestion anaérobie (DA) mésophile à des températures comprises entre 30 et 40 °C [6], d'autres polyesters, tels que le polylactide (PLA), le poly(butylène adipate téréphtalate) (PBAT) et le poly(butylène succinate) (PBS), ne se dégradent pas ou sont peu dégradés en DA mésophile [[7] , [8] , [9] , [10]].

Pourtant, la plupart des articles compostables actuellement sur le marché (sacs, capsules de café, barquettes…) sont des mélanges de ces polymères, et peuvent contenir en plus de l'amidon thermoplastique, des charges organiques ou minérales et des additifs [9 , [11] , [12] , [13]].

Par conséquent, les emballages compostables traités dans la digestion anaérobie mésophile peuvent rester partiellement non dégradés, contribuant potentiellement à la contamination plastique (c'est-à-dire macro, micro et nanoplastiques) lorsque le digestat est utilisé comme amendement du sol [8].

La dépolymérisation des macromolécules qui composent le plastique est une étape cruciale de la biodégradation, car elle réduit suffisamment la longueur de la chaîne pour que les molécules deviennent bioassimilables puis métabolisées. Ce processus peut être catalysé par des facteurs biotiques et abiotiques [[14] , [15] , [16]].

Par conséquent, l'hydrolyse chimique des polyesters a été explorée comme étape de prétraitement avant la DA. L'efficacité de ces traitements dépend de la structure primaire et supramoléculaire du polymère, qui déterminent la disponibilité des sites d'hydrolyse et la résistance des liaisons ester au clivage [17 , 18 La plupart des études sur le prétraitement DA des plastiques biodégradables se sont concentrées sur l'hydrolyse alcaline et thermo-alcaline utilisant NaOH, $Ca(OH)_2$ ou KOH [4 , 6 , [19] , [20] , [21] , [22] , [23] , [24] , [25] , [26] , [27]]. Cazaudehore et al. (2022b) ont signalé une augmentation du potentiel méthane de 21 à 381 $NmLCH_4$ /gVS en 30 jours en utilisant 0,34 M $Ca(OH)_2$ pendant 48 h à 70 °C [4]. De même, Vasmara et al. (2024) ont obtenu 90 % du rendement théorique en méthane à partir de granulés de PLA en 24 à 30 jours, ce qui correspond aux temps de rétention hydraulique typiques de l'AD industriel, en appliquant un prétraitement au KOH 3 M à 35 °C pendant 48 h [27].

García-Depraect et al. (2023) ont également observé une augmentation de la biodégradation de la poudre de PLA de 0,7 % à 82,9 % après 75 jours d'AD mésophile avec un prétraitement au NaOH 1 M à 37 °C pendant 7 jours [22].

En utilisant du NaOH à pH 10 pendant 48 h à 90 °C, Benn et Zitomer (2018) ont significativement amélioré la production de méthane de PHB et de PLA [6]. Cependant, tous les prétraitements n'ont pas donné de résultats positifs. Battista et al. (2021) n'ont constaté aucune amélioration de la production de méthane après 250 jours de DA mésophile lors du traitement d'un article commercial en PLA avec de la soude caustique à pH 12 pendant 48 h [19].

De même, Nie et al. (2024) n'ont signalé aucune amélioration du rendement en méthane après une hydrolyse alcaline de 48 h de granulés de PLA et de PBAT avec 0,25 M de soude caustique à 70 °C [7].

D'autres polymères, comme le PBAT, ont reçu moins d'attention. Les quelques études disponibles indiquent que le PBAT est significativement plus résistant aux prétraitements alcalins que le PLA [24 , 25]. Selon Jin et al. (2023), le traitement du PBAT et du PBS avec une solution de NaOH 1,25 M à 25 °C pendant 15 jours a entraîné des taux de solubilisation de seulement 2,3 % pour le PBAT et de 22,5 % pour le PBS et aucune amélioration de la production de méthane dans l'AD [24].

En revanche, les mêmes conditions ont conduit à une dissolution complète du PLA, réduisant la phase de latence et augmentant la production de méthane.

Toutes ces études ont donc montré qu'il n'existe actuellement aucune condition de prétraitement alcalin adaptée à tous les polymères, en particulier le PBAT et le PBS, susceptible d'améliorer le rendement en méthane.

De plus, la plupart d'entre elles ont été réalisées sur des polymères purs, alors que ces prétraitements alcalins doivent être optimisés pour améliorer les performances des emballages commerciaux. En effet, une étude récente de Suarez Murcia et al. (2025) sur les performances de DA mésophile de 36 produits commerciaux a montré que la plupart d'entre eux, hormis ceux à base de cellulose ou de PHBV, ne se dégradaient pas de manière satisfaisante [9].

Pour combler cette lacune, cette étude visait d'abord à déterminer les conditions de prétraitement les plus efficaces pour le PBAT en utilisant le taux de solubilisation comme indicateur de l'hydrolyse des polymères. La polyvalence de ces conditions a ensuite été testée sur des articles commerciaux, comme des sacs en plastique et des capsules de café, contenant du PBAT et d'autres polymères récalcitrants comme le PLA et le PBS. L'impact du prétraitement sur l'amélioration du rendement en méthane a été évalué dans des conditions de digestion anaérobie mésophile. La relation entre la composition polymère des matériaux, la réduction de la masse molaire induite par le prétraitement thermo-alcalin et les performances de la digestion anaérobie a été examinée. Le KOH a été choisi comme réactif alcalin en raison de son rôle bénéfique dans le métabolisme microbien pendant la digestion anaérobie [28 , 29] et parce que, contrairement à NaOH, il ne compromet pas la qualité agronomique des digestats [30].

2. Matériels et méthodes

- 2.1 . Matériaux et consommables

L'hydroxyde de potassium utilisé pour les tests thermo-alcalins a été acheté à une pureté de 85 % auprès d'Applichem Panreac (Allemagne). Le chloroforme deutéré a été acheté auprès de

Thermo Scientific (Suisse). Le polymère PBAT Ecoflex® F Blend C1200 (PBAT) a été fourni par BASF (Ludwigshafen, Allemagne). Un rouleau de film de 20 µm d'épaisseur a été extrudé à l'échelle pilote par le Groupe Barbier (43600 Sainte-Sigolène, France) en utilisant de l'Ecoflex® F Blend C1200 et du $CaCO_3$ (2 % en poids).

Trois sacs (Bag1 à Bag3) et trois capsules de café (Cap1 à Cap3) certifiés pour le compostage domestique ou industriel (selon NFT-51800 et EN 1342) ont été achetés sur le marché. Les capsules de café ont été vidées, lavées à l'eau déminéralisée et séchées avant analyse. Un micromètre numérique IHM 0–25 mm (Moineau instruments, France), a été utilisé pour déterminer l'épaisseur de tous les articles en mesurant à 3 points différents sur la partie la plus fine de l'article, c'est-à-dire sur le corps du sac, à l'exclusion de la poignée, et sur les parois des capsules de café.

- 2.2 . Caractérisation des échantillons

2.2.1 . Composition élémentaire

Les solides totaux (TS) et les solides volatils (VS) ont été déterminés en triple en utilisant la perte à la dessiccation à 105 °C et la perte au feu à 550 °C, respectivement [31]. Les teneurs en carbone organique (C), hydrogène (H), azote (N) et soufre (S) des matériaux testés ont été mesurées en double avec un analyseur élémentaire (Vario Micro Cube, Elementar, GE), tandis que la teneur en oxygène (O) a été estimée comme la différence entre VS et la somme de C, H, N et S (Vario Micro V4.0.2, Elementar®, Allemagne).

2.2.2 . Analyse thermogravimétrique et par résonance magnétique nucléaire

La composition des matériaux a été déterminée par une combinaison d'analyse thermogravimétrique (ATG) et d'analyse par résonance magnétique nucléaire (RMN). La stabilité thermique a été évaluée par ATG à l'aide d'un appareil Mettler TGA2 (Mettler Toledo, États-Unis).

Les analyses thermiques ont été réalisées de 25 à 800 °C à une vitesse de 10 °C/min sous atmosphère d'azote (50 ml/min). Une fois 800 °C atteintes, une isotherme a été fixée à 800 °C pendant 20 min sous air (50 ml/min) pour estimer la teneur en minéraux de l'échantillon. La valeur maximale de DTG a été mesurée, c'est-à-dire la température à laquelle la vitesse de dégradation de chaque matériau atteint sa valeur maximale. Les spectres RMN ^{1}H ont été enregistrés à 298 K sur un spectromètre RMN Bruker AVANCE III 400 fonctionnant à 400,13 MHz équipé d'une sonde BBFO 1H/X de 5 mm.

Toutes les données ont été traitées avec le logiciel Bruker Topspin 3.6.2. La séquence d'impulsions utilisée est une séquence zg 1D. Les expériences ont été acquises en utilisant 128 scans, un domaine temporel de 64 k et un délai de relaxation de 30 s (temps d'acquisition de 4,9 s). Le FID a été pondéré par une fonction exponentielle sans facteur d'élargissement de ligne. Les analyses ont été réalisées sur un échantillon de matériau (20 mg) préalablement solubilisé dans du $CDCl_3$ (1 mL) à 55 °C sous agitation pendant 24 h pour assurer la solubilisation complète de tous les polymères solubles dans le chloroforme (à l'exclusion de l'amidon et de certains additifs).

Toutes les mesures ont été effectuées en double.

Pour déterminer la composition des matériaux, des courbes TGA et leurs dérivés respectifs ont été utilisés pour quantifier la concentration massique de chaque composant dans l'échantillon

(Fig. 1 S dans les Informations supplémentaires, SI) tandis que les spectres RMN ont été analysés pour confirmer la nature chimique des composants solubles dans le chloroforme (c.-à-d. PLA, PBAT, PBS, PHBV) (Fig. 2 S dans SI).

Pour les produits contenant un mélange de PLA, PBAT et amidon, les profils de dégradation thermique qui se chevauchent du PLA et de l'amidon ont empêché le calcul direct de leurs concentrations massiques individuelles à partir des courbes TGA. Dans ces cas, la concentration massique de PLA a été déterminée selon l'équation. (1) en utilisant la concentration massique de PBAT obtenue par TGA (possible en raison de son profil de dégradation distinct) et en la reliant au rapport molaire relatif (exprimé en unités monomères) de PLA ($[C_3H_4O_2]_{LA}$) au PBAT ($[C_{12}H_{12}O_4]_{BT}$-$[C_{10}H_{16}O_4]_{BA}$) déterminé par RMN [32] :(Éq. 1)wPLA=wPBAT×(I4.4ppm4+I4.0ppm4)×MBT−BA(I5.2ppm1)×MLAOù,wPLAest la concentration massique de PLA [%],wPLAest la concentration massique de PBAT obtenue par TGA [%],I4.4ppmest l'aire intégrée du pic à δ = 4,4 ppm qui correspond aux 4 protons de $-OCH_2$ dans l'unité répétitive BT (téréphtalate de butylène) [mol relative],I4.0ppmest l'aire intégrée du pic à δ = 4,0 ppm qui correspond aux 4 protons de $-OCH_2$ dans l'unité répétitive BA (adipate de butylène) [mol relative],Mxyest la masse moléculaire moyenne des unités répétitives BT (220 g/mol) et BA (200 g/mol) en fonction de leur proportion dans le PBAT,I5.2ppmest l'aire intégrée du pic à δ = 5,2 ppm qui correspond au proton de -CH dans l'unité répétitive LA (lactide) [mol relative], etMLAest la masse moléculaire de l'unité répétitive LA (72 g/mol). Enfin, la concentration massique d'amidon a été calculée en soustrayant la somme des concentrations massiques de PLA, de PBAT et d'autres constituants (y compris les additifs) de la masse totale du mélange.

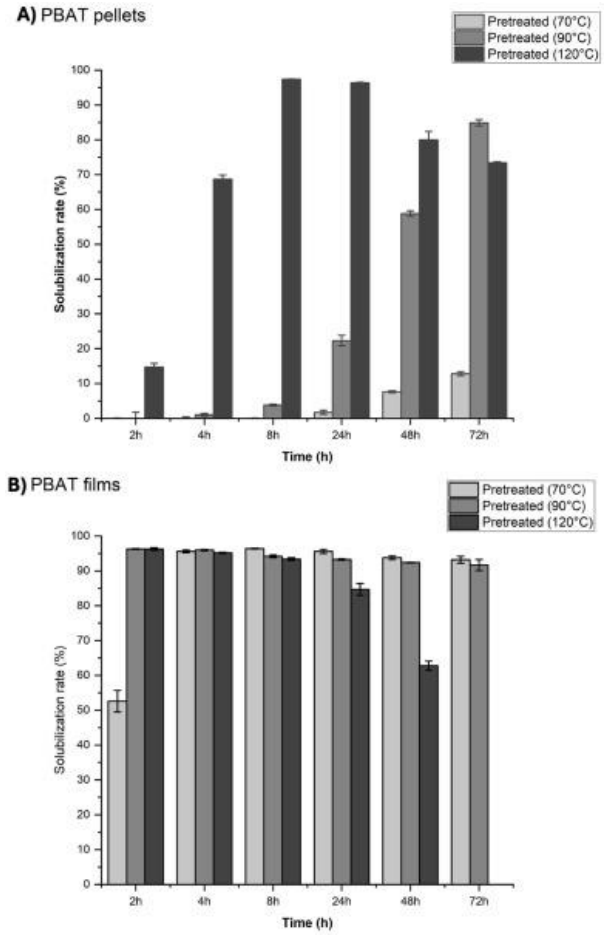


Fig. 1. Taux de solubilisation du PBAT sous forme de granulés **A**) et de films **B**) après prétraitement avec une solution de KOH 3 M à 70 °C (gris clair), 90 °C (gris) et 120 °C (gris foncé) pendant différents temps de traitement (2 h–72 h). Les expériences ont été réalisées en triple.

2.2.3 . Chromatographie d'exclusion stérique

Des expériences de chromatographie d'exclusion stérique (SEC) ont été réalisées sur les matériaux d'emballage compostables et sur leurs fractions solubles collectées après prétraitement alcalin. Pour les échantillons de matériaux non traités, les analyses SEC ont été réalisées à l'aide d'un système HPLC Agilent Série Infinity II 1260 équipé d'une colonne de garde KF-G 4A Shodex (10 × 4,6 mm) et de colonnes Shodex KF-804L et KF-803L (300 × 8 mm) connectées en série et thermorégulées à 30 °C. La détection a été réalisée avec un détecteur réfractométrique Agilent 1290 Infinity II et un détecteur UV avec double mode à 254 et 280 nm. Les échantillons de matériaux ont été dissous dans du $CHCl_3$ et filtrés sur des filtres PTFE de 0,45 µm. La concentration des échantillons était de 5 g/L et le débit de 1 mL/min. Les masses moléculaires ont été étalonnées à l'aide d'étalons de polystyrène.

Les analyses SEC des fractions aqueuses collectées à partir d'articles prétraités alcalins ont été réalisées sur un système LC Shimadzu Nexera équipé d'une pompe LC-40D (Shimadzu), d'une unité de dégazage DGU-403 (Shimadzu), d'un échantillonneur automatique SIL-40 (Shimadzu), d'un four à colonne CTO-40C (Shimadzu), d'une colonne de garde 1 × PL Aquagel-OH 8 µm (50 × 7,5 mm, Agilent), d'une colonne 1 × PL Aquagel 30 8 µm (300 × 7,5 mm, Agilent), d'une colonne 1 × PL Aquagel 40 8 µm (300 × 7,5 mm, Agilent), d'un détecteur d'indice de réfraction RID-20A et d'un détecteur UV SPD-40 (Shimadzu). La phase mobile était composée d'eau additionnée de 0,2 M de NaNO3 , 0,1 M de NaH2PO4 (pH 7) et 200 ppm de NaN3 . Les fractions aqueuses obtenues à partir des éléments prétraités alcalins ont été neutralisées avec du HCl avant analyse. Le débit était de 1 mL/min à 25 °C. Les poids moléculaires ont été étalonnés à l'aide d'étalons de poly(éthylène glycol) (PEG). Les mesures ont été effectuées en double.

- 2.3 . Prétraitements thermo-alcalins

Des prétraitements thermochimiques ont été réalisés sur les différents matériaux à l'aide d'une chambre thermique chauffée par un agitateur-chauffeur magnétique (Hei-Tec, Heidolph Instruments, Schwabach, Allemagne). Les tests ont été réalisés en mode batch en utilisant des tubes en verre scellés en Pyrex de 35 mL.

La durée a été choisie pour varier de 2 à 72 h, et la température fixée à 70, 90 et 120 °C, 70 °C pendant 1 h étant déjà largement utilisée pour assainir la pulpe de biodéchets destinée à la digestion anaérobie [33]. La concentration de KOH a été fixée à 3 M. Une concentration de 1 g de matériau pour 10 mL de solution de KOH a été utilisée. Les granulés de PBAT ont été utilisés tels que reçus, les échantillons ont été coupés manuellement en morceaux mesurant environ 2 × 1 cm pour le film et les sacs et 0,5 × 0,5 cm pour les capsules de café. Les expériences ont été réalisées en triple.

Après traitement, les échantillons ont été immédiatement refroidis dans un bain de glace pour stopper l'hydrolyse, et la phase soluble a été séparée du résidu insoluble par filtration sous vide à l'aide de microfiltres en verre de porosité 1,2 µm (Whatman). La phase liquide a été immédiatement neutralisée jusqu'à pH 6 avec HCl (1 M), avant d'être congelée pour analyse SEC ultérieure. La phase solide a été lavée à l'eau déminéralisée, puis séchée dans une étuve à vide à 40 °C (Memmert, Grosseron, France) avant d'être pesée pour évaluer le degré de solubilisation comme suit (équation (2)) :(Éq. 2)Solubilizationrate[%]=Massinitial−MassfinalMassinitialx100

Pour évaluer et comparer les effets de différentes conditions de prétraitement, le facteur de gravité (SF) [34 , 35] a été calculé à l'aide de l'équation (3) adaptée d'Overend et Chornet [36].(Éq. 3)SF=log∑i=1nt×expTi-Tref/14.75Où SF est le facteur de gravité, *t* le temps de séjour [min], T_i la température de réaction mesurée à chaque instant [°C] et T_{ref} la température de référence de 100 °C. Les valeurs du facteur de gravité associées à chaque condition de prétraitement sont résumées dans le tableau S1 du SI.

- 2.4 . Évaluation du potentiel biochimique de digestion anaérobie et de production de méthane

Le potentiel biochimique de méthane (BMP) a été déterminé selon les lignes directrices et en conformité avec les critères du laboratoire DBFZ pour les tests BMP [37]. L'inoculum a été obtenu à partir d'un digesteur anaérobie industriel traitant des biodéchets et des déchets agricoles et a été placé dans un réacteur pilote à 38 ± 1 °C jusqu'à ce qu'aucune production de biogaz ne soit observée. Les paramètres moyens de l'inoculum pour le test BMP des sacs étaient : 8,24 pour le pH, 0,16 pour FOS/TAC, 2,69 g/L pour N-NH_4^+ , 5,26 gTS/L, 2,87 gVS/L. Les paramètres moyens de l'inoculum pour le test BMP des capsules de café étaient : 7,97 pour le pH, 0,16 pour FOS/TAC, 2,21 g/L pour N-NH_4^+ , 5,45 gTS/L, 3,16 gVS/L.

Initialement, une solution tampon ($NaHCO_3$), une solution de macro-éléments (Na_2HPO_4 , NH_4Cl, KH_2PO_4 , $MgCl_2$, $CaCl_2$, $FeCl_2$), une solution de micro-éléments ($CoCl_2$, $MnCl_2$, $NiCl_2$, $ZnCl_2$, H_3BO_3 , Na_2SeO_3 , $CuCl_2$, Na_2MO_4) et de l'eau ont été ajoutées à des bouteilles de sérum de 500 mL.

Les plastiques non traités et traités ont été ajoutés ensuite. Les sacs non traités et les capsules de café ont été introduits sous forme de bandes (2 × 1 cm) et de carrés (1 × 1 cm), respectivement.

Les plastiques prétraités ont été introduits sous forme de suspension, et le pH a été neutralisé de 14 à 7 avec environ 4 mL de HCl (36 %, SigmaAldrich). Enfin, l'inoculum a été ajouté selon un rapport substrat/inoculum de 0,37 $gVS_{substrat}$ /$gVS_{inoculum}$. Le volume utile final était de 240 mL et la charge organique de 31 gVS/L. De plus, des flacons témoins, ne contenant aucun substrat, ont été inclus afin de déterminer la production de méthane de l'inoculum. Des flacons témoins positifs, contenant de la cellulose microcristalline extra pure (CMC, AcrosOrganics) comme substrat, ont été utilisés pour vérifier la précision du test. Tous les tests BMP ont été réalisés en triple.

Les bouteilles ont été rincées avec du gaz N_2 , scellées et maintenues dans des conditions mésophiles (38 °C) avec agitation continue (75 tr/min) dans un incubateur (New Brunswick Innova 44, Eppendorf, DE).

La pression et la composition de l'espace de tête dans chaque bouteille ont été mesurées périodiquement pour déterminer la production de méthane. La pression a été mesurée à l'aide d'un manomètre de précision (LEO 2, Keller, CH).

Après ventilation, la composition de l'espace de tête a été analysée avec un chromatographe en phase gazeuse (MicroGC 990, Agilent, États-Unis) équipé de deux colonnes et d'un détecteur de conductivité thermique. La première colonne (CP-Molesieve 5 Å 10 m, Agilent J&W, États-Unis) fonctionnait à 80 °C et 200 KPa en utilisant Ar comme gaz vecteur pour séparer H_2 , O_2 , N_2 et CH_4 .

La deuxième colonne (CP-PoraPLOT U 10 m, Agilent J&W, États-Unis) fonctionnait à 60 °C et 150 KPa en utilisant He comme gaz vecteur pour séparer le CO_2 et le H_2S. Les températures d'injection et de détection étaient de 80 °C. Le test BMP a été arrêté après 105 jours et le pH de chaque bouteille a été mesuré à la fin du test. Une image illustrant le protocole de digestion anaérobie est présentée dans la Fig. S3 , SI.

La production de méthane et le BMP ont été exprimés dans des conditions standard de température et de pression (0 °C, Patm). Le BMP théorique (BMP_{th}) a été calculé à partir de la teneur en CHNSO selon l'équation de Buswell [38]. La biodégradabilité (BI) a été calculée comme le rapport entre le BMP expérimental (BMP_{exp}), déterminé à partir du test BMP, et le BMP théorique (BMP_{th}) :(Éq. 4)BI=BMPexp∗100BMPth

3. Résultats et discussion

- 3.1 . Étude des conditions de prétraitement alcalin des granulés et films PBAT

La Fig. 1 A montre le taux de solubilisation des pastilles de PBAT (3,5 mm d'épaisseur) et des films (27 µm d'épaisseur) en solution alcaline à différentes températures au fil du temps. Dans le cas des pastilles, le traitement à 70 °C a entraîné un faible taux de solubilisation (12,8 %) même après 72 h. À 90 °C, 84,9 % de la masse ont été solubilisés en 72 h, tandis qu'à 120 °C, la solubilisation complète des pastilles de PBAT a été atteinte en seulement 8 h. Pour les films de PBAT (Fig. 1 B), la solubilisation a été significativement plus rapide que pour les pastilles. Une dissolution presque complète (~96 %) a été atteinte en 4 h à 70 °C et en seulement 2 h à 90 °C ou 120 °C.

Ces résultats soulignent l'importance de la géométrie de l'échantillon, car les matériaux plus minces avec un rapport surface/volume plus élevé se dissolvent plus facilement sous traitement alcalin.

Conformément aux résultats précédents [7 , 24 , 25], ils ont également confirmé la forte dépendance à la température et au temps d'exposition, en plus de la concentration de la solution alcaline et de la charge solide, qui sont deux autres paramètres clés. À 70 °C, la solubilisation limitée est cohérente avec Nie et al. (2024), qui ont rapporté seulement 3,9 % d'hydrolyse des pastilles de PBAT (5 mm d'épaisseur) après 48 h en utilisant 0,25 M NaOH [7]. De même, à 25 °C, Jin et al. (2023) n'ont observé que 2,3 % de solubilisation après 15 jours avec 1,25 M NaOH en utilisant des pastilles de PBAT (3–4 mm d'épaisseur) [24]. Kriwantoro et al. (2023) ont obtenu des taux de solubilisation élevés à 70 °C après 18 jours avec 5 M NaOH [25], mais sans préciser la forme et l'épaisseur du matériau PBAT testé.

L'identification du prétraitement le plus efficace pour la solubilisation du PBAT en utilisant du KOH 3M à un taux de charge de 10 % (p/v) a été basée sur le facteur de sévérité SF, qui combine à la fois la température et le temps (Tableau S1 et SI).

L'objectif principal est d'atteindre un taux d'hydrolyse maximal en appliquant un prétraitement thermo-alcalin avec le facteur de sévérité le plus bas possible afin de minimiser les contraintes techniques et économiques. Pour les pastilles de PBAT, la solubilisation maximale a été obtenue soit en 8 h à 120 °C (SF = 3,3), soit en 3 jours à 90 °C (SF = 3,3). Compte tenu de la similitude des deux traitements en termes de facteur de sévérité d'une part, et des contraintes liées aux coûts des équipements et aux exigences de sécurité dues au traitement sous pression d'autre part, le traitement à 90 °C semble être le plus approprié. Pour les films PBAT, un traitement à 70 °C pendant 4 h (SF = 1,5) s'est avéré plus adapté qu'un traitement à 90 °C pendant 2 h (SF = 1,8),

car il a permis une solubilisation quasi complète avec un facteur de gravité plus faible. De plus, cette température est conforme à celle des procédés industriels standards d'hygiénisation des biodéchets, ce qui en fait une option envisageable pour une mise en œuvre à grande échelle.

- 3.2 . Effet du prétraitement sur la solubilisation des sacs compostables commerciaux et des capsules de café

Le tableau 1 présente la composition et les caractéristiques morphologiques des matériaux étudiés, y compris les sacs et les capsules de café, ainsi que les allégations de compostage du fabricant. Les trois sacs PBAT/amidon présentaient une composition relativement uniforme, le PBAT étant le composant principal (65-69 %), suivi de l'amidon (24-30 %) et d'une teneur mineure en PLA (2-3 %). Leur teneur en minéraux variait légèrement, allant de 1,1 % (Sac3) à 4,4 % (Sac1). L'épaisseur variait de 17,7 µm (Sac2) à 33,7 µm (Sac1). Compte tenu des similitudes compositionnelles et morphologiques entre les sacs et les films PBAT examinés dans la section 3.1 , seule la condition de prétraitement à 70 °C/4 h a été testée pour les sacs.

Tableau 1. Composition , caractéristiques morphologiques et allégation de compostage des matériaux d'essai.

Échantillon	**Allégation de compostage**	**Composition (%)**							**Épaisseur**
		PBAT	**Amidon**	**PLA**	**PHBV**	**PBS**	**additif**	**Cendre**	**(µm)**
Pastille		100						0,0	3551 ± 150
Film		92,2					5.2	1.6	27 ± 3
Sac1	Compostable	68,7	24,8	2.1				4,5	31 ± 1
Sac2	Accueil/Industriel	64,8	29,7	3.2				2.4	13 ± 2
Sac3	Accueil/Industriel	68,0	28,7	2.4				1.1	23 ± 1
Cap1	Industriel			59,9	39,0			1.1	556 ± 24
Cap2	Industriel	29,7		68,7				1.6	757 ± 39
Cap3	Industriel			30.3		52,0		17,7	715 ± 72

Comme le montre le tableau 1 , la composition des capsules de café compostables variait considérablement. Bien que toutes les trois contenaient du PLA, sa proportion différait selon les échantillons, servant de composant principal dans Cap1 et Cap2 mais ne représentant que 30,3 % dans Cap3.

Le PLA était mélangé avec du PHBV dans Cap1 et avec du PBAT dans Cap2. Cap3 était un mélange de PLA et de PBS. La teneur en minéraux de Cap3 était significativement plus élevée à 17,7 %, contre 1,1 % dans Cap1 et 1,6 % dans Cap2.

En plus de leur composition différente, les trois capsules avaient une épaisseur similaire. Pour assurer une évaluation complète de leur comportement pendant le prétraitement, les deux conditions - 70 °C/4 h et 90 °C/72 h - ont été appliquées aux trois capsules de café. Étant donné qu'il a été démontré que le PLA s'hydrolyse plus rapidement que le PBAT pur dans des conditions alcalines, sa présence dans toutes les capsules devait faciliter la solubilisation globale [20 , 24 , 25].

La figure 2 A présente les résultats de solubilisation des articles commerciaux. Les trois sacs ont été presque complètement solubilisés après un prétraitement à 70 °C pendant 4 h, probablement en raison de leur faible épaisseur et de leur surface spécifique élevée. En comparaison, Nie et al. (2024) ont rapporté des taux de solubilisation de 34,2 et 67,4 % après l'application d'un prétraitement plus doux (48 h avec 0,25 M de NaOH à 70 °C) à deux sacs commerciaux PBAT/PLA ne différant que par leur teneur en amidon [7]. Étant donné que les échantillons contenant de l'amidon ont montré des taux de solubilisation significativement plus élevés, on peut supposer que l'amidon faciliterait la pénétration de la solution alcaline à l'intérieur de la matrice polymère.

En rendant d'autres composants tels que le PBAT et le PLA, beaucoup plus accessibles au traitement alcalin, l'amidon favoriserait leur solubilisation.Cela est conforme à nos résultats, où Bag2 et Bag3, qui contenaient environ 30 % d'amidon, ont montré des taux de solubilisation plus élevés que Bag1 contenant seulement 25 % d'amidon.

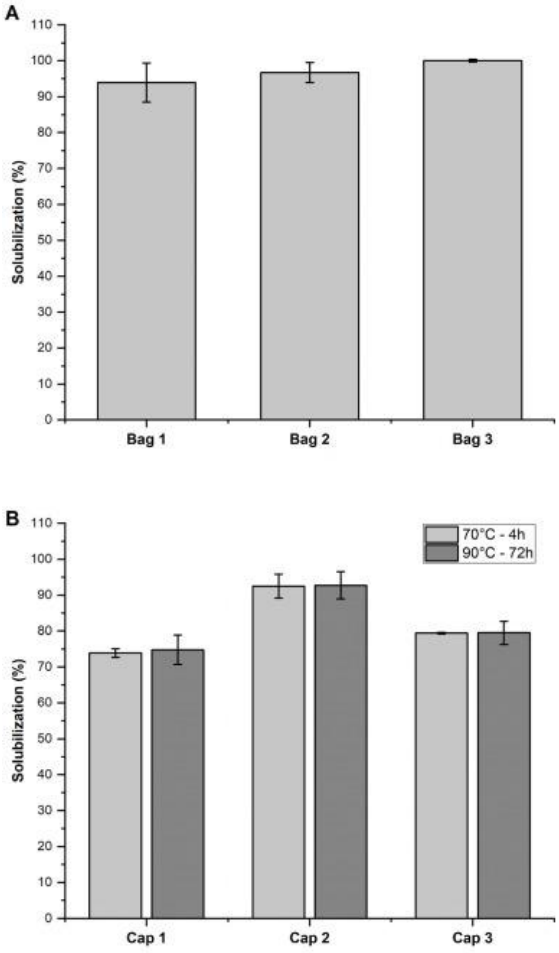


Fig. 2. Taux de solubilisation après prétraitement avec une solution de KOH 3 M pour **A**) les sacs (Bag1-T, Bag2-T et Bag3-T) à 70 °C pendant 4 h (gris clair) et **B**) les capsules de café (Cap1-T, Cap2-T, Cap3-T) à 70 °C pendant 4 h (gris clair) et 90 °C pendant 72 h (gris foncé). Les expériences ont été réalisées en triple.

Les taux de solubilisation des capsules de café après des prétraitements à 70 °C/4 h et 90 °C/72 h sont comparés dans la Fig. 2 B. Malgré la différence d'un facteur 2 en termes de facteur de gravité entre les deux conditions de prétraitement (Tableau S1 et SI), des taux de solubilisation similaires ont été obtenus. Quel que soit le traitement appliqué, Cap2 s'est dissous presque complètement, tandis que les taux de solubilisation de Cap1 et Cap3 étaient similaires avec des valeurs d'environ 73,9 et 79,4 %, respectivement (Fig. 2 B).

Le PLA est connu pour se solubiliser dans des conditions alcalines [4]. Son hydrolyse peut avoir facilité la solubilisation d'autres polymères dans le mélange, augmentant leur accessibilité au milieu alcalin. Étant donné que le PBS, le PBAT et le PHBV sont tous des polyesters aliphatiques comme le PLA, ils devraient subir des mécanismes d'hydrolyse similaires sous prétraitement alcalin [39], bien qu'avec une cinétique différente. Dans le cas de Cap1, le faible taux de solubilisation pourrait être attribué à la faible solubilité du PHBV en conditions thermo-alcalines, ce qui conduit à une dissolution incomplète de cette phase. Une explication similaire pourrait s'appliquer à Cap3, qui contient 52 % de PBS. Il est également possible que le prétraitement appliqué ait néanmoins réduit la masse molaire de ces deux polymères sans conduire à leur solubilisation complète.

En conclusion partielle, le prétraitement alcalin à 70 °C/4 h a permis de solubiliser en grande partie tous les produits commerciaux étudiés, notamment les sachets et les capsules de café de compositions variées. Cette polyvalence est essentielle pour les applications industrielles, où une méthode de prétraitement largement applicable est nécessaire.

- 3.3 . Modifications du poids moléculaire des articles commerciaux induites par un prétraitement alcalin

La réduction du poids moléculaire des polymères est un facteur clé pour améliorer la biodégradabilité et la conversion ultérieure en méthane des matériaux résistants à la DA. Le tableau 2 présente le poids moléculaire moyen en nombre (M_n), le poids moléculaire moyen en poids (M_w) et l'indice de dispersité (Đ) des sacs et capsules de café non traités (Sac et Cap), ainsi que leurs fractions solubles collectées après prétraitement (Sac-T et Cap-T).

L'amidon étant insoluble dans les solvants organiques, ses moyennes de poids moléculaire n'ont pas été évaluées dans les articles non traités. Les chromatogrammes des articles non traités ont montré un pic unique, tandis que la fraction soluble des articles traités a montré plusieurs populations (Tableau 2).

Tableau 2. Résultats de l'analyse SEC réalisée sur les sacs non traités (Bag) et les capsules de café (Cap), et sur leurs fractions aqueuses respectives collectées après prétraitement alcalin avec 3 M KOH à 70 °C pendant 4 h (Bag-T et Cap-T).

Cellule vide	**Pic 1**			**Pic 2**			**Pic 3**		
échantillon	**M_n (Da)**	**M_f (Da)**	**D**	**M_n (Da)**	**M_f (Da)**	**D**	**M_n (Da)**	**M_f (Da)**	**D**

Cellule vide	**Pic 1**			**Pic 2**			**Pic 3**		
échantillon	**M_n (Da)**	**M_f (Da)**	**D**	**M_n (Da)**	**M_f (Da)**	**D**	**M_n (Da)**	**M_f (Da)**	**D**
Sac1	36376	72639	1,99						
Sac1-T	1696 ± 55	1798 ± 85	1.06	337 ± 12	408 ± 23	1.2	BQT	BQT	–
Sac2	40322	77998	1,93						
Sac2-T	1785 ± 51	1873 ± 77	1,05	348 ± 15	426 ± 24	1.2	BQT	BQT	–
Sac3	49475	94810	1,91						
Sac3-T	1915 ± 63	2024 ± 96	1,05	356 ± 13	444 ± 25	1.2	BQT	BQT	–
Cap1	66735	160490	2.40						
Cap1-T	766 ± 23	839 ± 37	1.09	215 ± 3	244 ± 6	1.1	BQT	BQT	–
Cap2	55294	125960	2.28						
Cap2-T	776 ± 19	846 ± 29	1.09	215 ± 1	246 ± 2	1.4	BQT	BQT	–
Cap3	67534	120080	1,78						
Cap3-T	1914 ± 57	1880 ± 78	1.02	774 ± 13	842 ± 20	1.1	218 ± 4	249 ± 6	1.1

BQT : valeurs inférieures au seuil de quantification. Les analyses ont été réalisées en double pour Bag-T et Cap-T.

Le prétraitement alcalin a significativement diminué le poids moléculaire à des valeurs de Mn inférieures à 2000, ce qui correspond à une réduction moyenne de la longueur de chaîne de 95 à 99 %. Les produits de dégradation avaient une dispersité proche de 1, ce qui signifie une distribution étroite et homogène (Tableau 2). Les trois sacs prétraités ont montré un comportement d'hydrolyse similaire, entraînant la production de produits de dégradation de deux M_n différents , l'un autour de 1800 Da, l'autre autour de 400 Da. Étant donné que ceux-ci sont principalement composés de PBAT avec des valeurs de Mw de 224 et 204 Da pour BT et BA, respectivement, les produits de dégradation correspondraient à environ 5 unités BT/BA pour le pic 1 et 1 unité BT/BA pour le pic 2.

À titre de comparaison, le M_n des matériaux traités rapporté par Nie et al. (2024) pour les sacs fabriqués à partir de PBAT/PLA/amidon était supérieur à 5000 Da, ce qui pourrait expliquer le taux de solubilisation plus faible dans leur cas [7].

Les produits de dégradation des capsules de café prétraitées, Cap1-T et Cap2-T, correspondaient à deux pics avec des valeurs de M n centrées autour de 770 et 218 Da (tableau 2). Pour Cap3-T, un pic plus grand centré autour de 1900 Da a été obtenu. Cette valeur de M_n d'environ 2000 Da

semble probablement correspondre à la limite de solubilité dans de telles conditions de prétraitement des oligomères de l'emballage alimentaire étudié.

- 3.4 . Effet du prétraitement sur la digestion anaérobie mésophile des produits commerciaux

La production cumulée de méthane (normalisée au gramme de VS alimenté) enregistrée en fonction du temps pour tous les articles d'emballage prétraités et leurs témoins non traités correspondants est présentée dans la Fig. 3. Les valeurs de BMP au jour 105 et les valeurs BI correspondantes sont présentées dans la Fig. 4. Les valeurs de BMP obtenues pour les sacs non traités après 105 jours de DA mésophile variaient entre 121 NmLCH $_4$ /gVS pour le sac 1 et 187 NmLCH $_4$ /gVS pour le sac 2 (Fig. 3 A).

Les BI étaient dans la même gamme d'ordre avec des valeurs de 21, 34 et 27 % pour le sac 1, le sac 2 et le sac 3, respectivement (Fig. 4 A). Pour les trois sacs, les courbes de production de méthane (Fig. 4 A) montrent une augmentation initiale rapide, suivie d'un plateau vers le jour 12, indiquant un niveau constant de production de méthane par la suite.

Ces résultats sont cohérents avec les données de la littérature sur les sacs commerciaux à base de PBAT/amidon, qui rapportent systématiquement de faibles performances dans l'AD mésophile, avec des valeurs moyennes de BMP de 132 ± 53 NmLCH $_4$ /gVS (ne dépassant jamais 200 NmLCH $_4$ /gVS) et un BI limité, en moyenne de 25 ± 8 % [4 , 9 , 20 , 40]. Étant donné la composition des sacs testés (tableau 1), les valeurs relativement faibles de BMP peuvent être attribuées à la biodégradabilité limitée du PBAT dans l'AD [9 , 24 , 25], car le PBAT est le composant prédominant dans ces articles.

Il est probable que la biodégradation ait principalement concerné le composant amidon, comme le confirment les valeurs de BI obtenues pour les sacs, qui ont augmenté avec leur teneur en amidon selon Bag2>Bag3>Bag1.

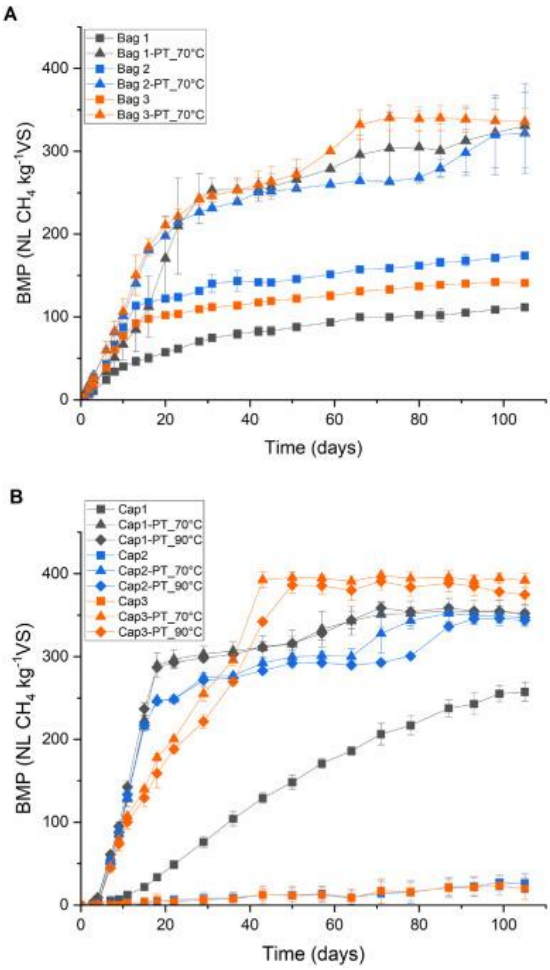
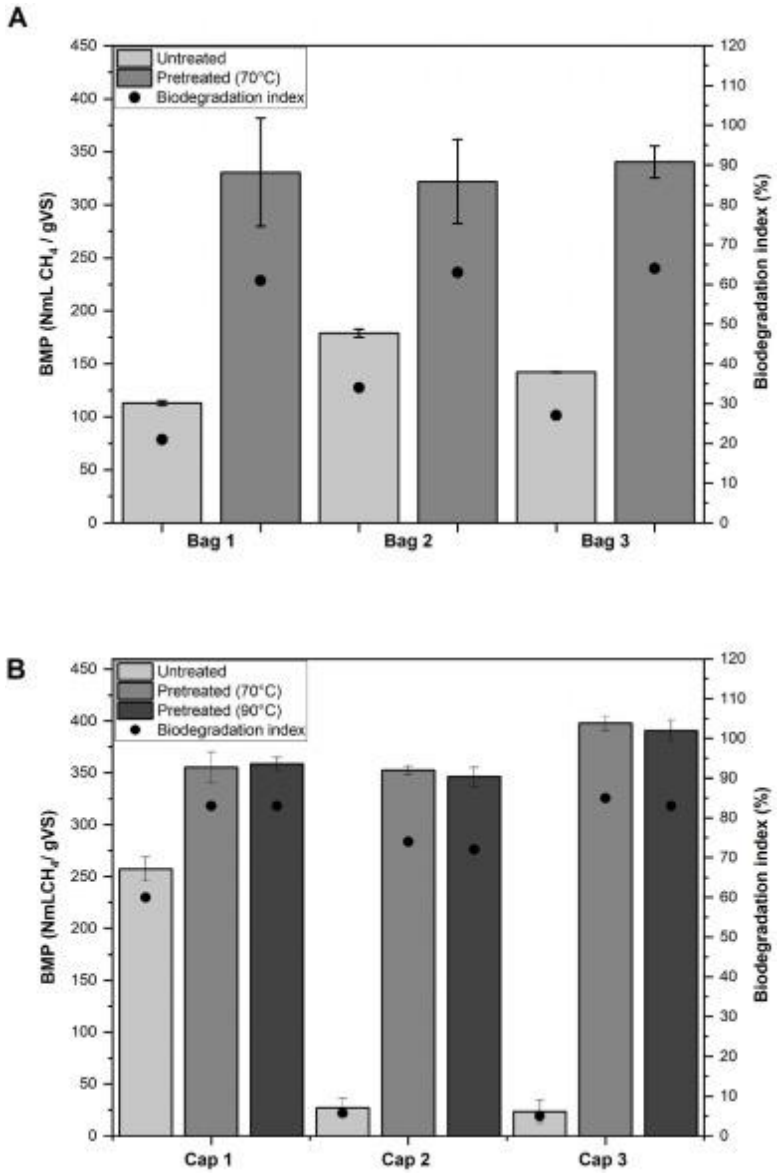


Fig. 3. Courbes BMP sous AD mésophile pour **A**) les sacs avant (Bag1, Bag2, Bag3) et après prétraitement à 70 °C (Bag1,2,3-T_70 °C), et **B**) les capsules de café avant (Cap1, Cap2, Cap3) et après prétraitement à 70 °C (Cap1,2,3-T_70 °C) et 90 °C (Cap1,2,3-T_90 °C). Les expériences ont été réalisées en triple.

Fig.



4. Comparaison des valeurs BMP obtenues après 105 jours de DA mésophile pour **A**) les sacs (Bag1, Bag2, Bag3) ; non traités (gris clair) et prétraités à 70 °C (gris foncé), et **B**) les capsules de café (Cap1, Cap2, Cap3) ; non traitées (gris clair), prétraitées à 70 °C (gris moyen) et prétraitées à 90 °C (gris foncé) et leur indice de biodégradabilité correspondant (point noir). Les expériences ont été réalisées en triple.

Le prétraitement thermo-alcalin a augmenté significativement le BMP de tous les sacs, leur permettant d'atteindre des valeurs comprises entre 347 et 366 NmLCH $_4$ .gVS $^{-1}$ après 105 jours (Fig. 3 A). De plus, les valeurs de BI au jour 105 ont également été significativement améliorées atteignant 61, 63 et 64 % pour Bag1-T, Bag2-T et Bag3-T, respectivement (Fig. 4 A). Contrairement aux sacs non traités, les taux de production de méthane des sacs prétraités étaient plus élevés au début de la période d'incubation, jusqu'à environ 20 jours, puis ont continué à augmenter légèrement, se stabilisant ensuite au jour 105. Une augmentation d'un

facteur 2 à 3 a donc été observée dans les valeurs de BMP et de BI pour les trois sacs prétraités. Cela indique que non seulement l'amidon, mais aussi une proportion significative du PBAT et du PLA contenus dans les sacs ont été convertis en CH_4 et CO_2 dans des conditions mésophiles.

Le fait qu'ils aient tous été complètement solubilisés pendant le prétraitement (Fig. 2 A) a conduit à des produits de dégradation avec un poids moléculaire suffisamment faible pour être assimilés par les microorganismes (Tableau 2).

La biodégradation du PBAT sous AD mésophile a été améliorée, bien que pas encore complète, suggérant que certains oligomères de PBAT seraient encore récalcitrants à la biodégradabilité dans le processus d'AD. Ces résultats démontrent néanmoins l'efficacité des conditions de prétraitement appliquées et la relation étroite entre le taux de solubilisation, la réduction de la longueur de la chaîne polymère et la performance des sacs en AD mésophile. Parmi les quelques études déjà existantes sur la performance AD des sacs prétraités, Calabrò et al. (2020) ont rapporté une augmentation du BMP de 144 à 203 $NmLCH_4$ /gVS après 15 jours d'AD mésophile pour les sacs en Mater-Bi® prétraités avec une solution de NaOH 1,25 M pendant 24 h à température ambiante [20].

Outre cette amélioration du BMP, le prétraitement a également été responsable d'une augmentation de la perte de masse de 27,5 à 78,2 % après DA mésophile [20]. Bien que les valeurs de BMP obtenues par ces auteurs soient d'une ampleur similaire à celles présentées ici, les comparaisons entre notre étude et la leur sont limitées en raison de plusieurs différences telles que les conditions de prétraitement (1,25 M NaOH contre 3 M KOH), la durée du processus de DA (15 jours *contre* 105 jours) et la teneur très élevée en amidon des sacs (> 60 % *contre* 25–30 %).

Plus récemment, Nie et al. (2024) ont observé dans leur étude une amélioration de la méthanogénèse en conditions mésophiles uniquement pour le sac contenant de l'amidon [7]. Cependant, même si le prétraitement a augmenté le BMP du sac contenant de l'amidon de 1,5, la valeur obtenue par ces auteurs est restée six fois inférieure au BMP atteint ici (51 $NmLCH_4$/gVS au jour 100 par rapport à 300 $NmLCH_4$ /gVS au jour 105, respectivement). Ce résultat pourrait s'expliquer par le fait que les conditions de prétraitement n'étaient probablement pas assez efficaces pour solubiliser tout le PBAT contenu dans les sacs et réduire suffisamment le poids moléculaire des chaînes polymères.

Cette hypothèse est soutenue par le taux d'hydrolyse plutôt faible rapporté par ces auteurs pour les sacs prétraités, et la plus grande taille des produits de dégradation qu'ils ont obtenus [7]. Enfin, les résultats rapportés par Nie et al. (2024) ont également démontré que la présence d'amidon dans la formulation des sacs à base de PBAT/PLA leur permettait de se biodégrader plus efficacement lors du traitement par AD mésophile, même sans subir de prétraitement [7].

Les valeurs de BMP obtenues pour les capsules de café non traitées au jour 105 ont montré des différences significatives de comportement dans des conditions de DA mésophile (Fig. 3 , Fig. 4 B). Cap1 (PLA/PHBV) a atteint un BMP relativement élevé de 299 $NmLCH_4$ /gVS avec une valeur BI de 60 %, tandis que Cap2 (PLA/PBAT) et Cap3 (PBS/PLA) ont atteint des valeurs de BMP significativement plus faibles de 32 et 27 $NmLCH_4$ /gVS, avec BI de 5,7 % et 5,0 %, respectivement (Fig. 3 , Fig. 4 B). Les très faibles valeurs de BMP et BI obtenues pour Cap2 et Cap3 étaient attendues, étant donné que les polymères qui les composent, PLA, PBAT et PBS, sont connus pour se biodégrader faiblement dans des conditions de DA mésophile [[8] , [9] , [10]].

De la même manière, les valeurs élevées de BMP et de BI observées pour Cap1 étaient attribuables à sa teneur en PHBV bien que la valeur de BMP obtenue au jour 105 (299 NmLCH $_4$ /gVS) était inférieure à celles obtenues par Depraect Garcia et al. (2023) pour le PHBV pur au jour 80 (436 NmLCH $_4$ /gVS avec un BI de 76 %) [22]. Malgré ce BMP plutôt faible, Cap1 a atteint une valeur de BI élevée de 60 %, qui ne pouvait pas être attribuée uniquement au PHBV car sa teneur dans la capsule ne dépassait pas 39 %. Étant donné que le PLA représente 59,9 % de Cap1, cela suggère qu'il pourrait également être partiellement biodégradé, peut-être en raison d'un effet synergique avec le PHBV.

Bien que très peu d'études aient encore été menées sur les capsules de café, Cazaudehore et al. (2021) ont rapporté des valeurs de BMP allant de 67 à 127 NmLCH $_4$ /gVS et de BI de 12 à 28 % après 100 jours d'AD mésophile pour trois capsules de café contenant du PLA mais dont la composition exacte n'était pas connue [41].

Le BMP et le BI des trois capsules de café ont été significativement améliorés après prétraitement, quelles que soient les conditions appliquées (Fig. 3 , Fig. 4 B). Les valeurs de BMP obtenues après prétraitement à 70 °C pendant 4 h variaient de 410 à 463 NmLCH $_4$ /gVS, avec un BI variant entre 74 et 85 % au jour 105 (Fig. 4 B).

L'utilisation des conditions de prétraitement les plus douces (70 °C/4 h) pour les capsules de café améliore donc leur BMP d'un facteur de 1,4, 12 et 14 pour Cap1, Cap2 et Cap3, respectivement.

Ces résultats indiquent que le prétraitement a été efficace pour augmenter le BMP et le BI de Cap1 et Cap3, malgré leur solubilisation incomplète (73,9 et 79,4 %, respectivement).

Le fait que le polymère n'ait pas besoin d'être complètement dépolymérisé pour produire du biométhane (contrairement aux procédés de production de biohydrogène et de bioéthanol) a déjà été rapporté dans la littérature [42].

Des conditions de prétraitement plus élevées (90 °C, 72 h, 3 M KOH) n'ont pas amélioré la biodégradation avec respectivement 83 %, 72 % et 83 % pour Cap1, Cap 2 et Cap 3.

Quelle que soit la composition et l'épaisseur des capsules de café, le prétraitement le moins sévère était suffisant pour obtenir une hydrolyse optimale des polymères. Les produits de dégradation (oligomères) obtenus se sont avérés suffisamment petits pour être assimilés par le micro-organisme et déclencher la méthanogénèse dans des conditions anaérobies mésophiles.

4. Conclusions

L'efficacité et la polyvalence des conditions de prétraitement développées dans cette étude ont été démontrées par leur capacité à améliorer la biodégradation de plusieurs emballages commerciaux, de composition polymère, d'épaisseur et de forme variées, des sacs aux capsules de café. Le prétraitement thermo-alcalin optimal – KOH 3 M à 70 °C pendant 4 h – a efficacement hydrolysé les granulés et films de PBAT.

Appliqué aux emballages commerciaux, il a permis une solubilisation réussie, décomposant les polymères en petits oligomères facilement digérés par les micro-organismes.

Ainsi, la production de biogaz en conditions mésophiles a été significativement améliorée pour tous les articles testés, malgré leur teneur en PBAT, PLA ou PBS, polymères généralement résistants à la digestion anaérobie mésophile.

Cette approche prometteuse devrait non seulement améliorer la qualité du digestat issu de la digestion anaérobie, mais aussi permettre une valorisation efficace des biodéchets alimentaires grâce à des emballages compostables, les transformant en méthane et favorisant ainsi une économie circulaire.

Dans une étape ultérieure, il serait important d'analyser le digestat des matériaux d'emballage prétraités afin de s'assurer qu'il ne contient pas de microplastiques potentiellement générés par la fragmentation des matériaux.

De plus, pour valider ces résultats, de futures études devraient évaluer ce prétraitement à l'échelle pilote semi-continue en laboratoire, dans des conditions reproduisant celles des installations industrielles de biogaz.

Déclaration de contribution d'auteur CRediT

Gaël Huet : Rédaction – relecture et édition, Rédaction – version originale, Visualisation, Méthodologie, Investigation, Analyse formelle, Curation de données, Conceptualisation. **Julie Lamarque :** Rédaction – relecture et édition, Visualisation, Méthodologie, Investigation, Curation de données, Conceptualisation. **Florian Monlau :** Rédaction – relecture et édition, Validation, Supervision, Administration de projet, Méthodologie, Acquisition de financement, Curation de données, Conceptualisation. **Valentin Puchelle :** Rédaction – relecture et édition, Méthodologie, Conceptualisation. **Cecilia Sambusiti :** Rédaction – relecture et édition, Validation, Administration de projet, Acquisition de financement, Conceptualisation. **Juliana Catalina Suarez Murcia :** Rédaction – relecture et édition, Visualisation, Méthodologie, Investigation, Curation de données, Conceptualisation. **Sandra Domenek :** Rédaction – relecture et édition, Méthodologie, Conceptualisation. **Florian Pion :** Rédaction – relecture et édition, Méthodologie, Conceptualisation. **Emmanuelle Gastaldi :** Rédaction – relecture & édition, Validation, Supervision, Administration de projet, Acquisition de financement, Curation de données, Conceptualisation.

Déclaration d'intérêts concurrents

Les auteurs déclarent qu’ils n’ont aucun intérêt financier concurrent connu ni aucune relation personnelle qui aurait pu sembler influencer le travail rapporté dans cet article.

Reconnaissance

Les auteurs remercient TotalEnergies OneTech, l'INRAe, l'Université de Montpellier et AgroParisTech pour leur soutien financier à cette étude, le Groupe Barbier pour la fourniture du film PBAT et la plateforme SynBio3 (IBMM, Montpellier) pour l'analyse SEC .