Dynamique de dégradation du Mater-Bi et du PLA cristallin lors de la co-digestion anaérobie des déchets organiques ménagers et des boues d'épuration, et évaluation de la phytotoxicité du digestat.

Points forts

- Dégradation du Mater-Bi et du PLA cristallin étudiée dans des conditions de co-digestion anaérobie semi-continue.
- Les contributions de la dégradation abiotique et biotique ont été évaluées expérimentalement.
- Le MB a montré une dégradation plus élevée (23 %) que le CPLA (15 %) sur six semaines, dominée par des facteurs abiotiques.
- La concentration de bioplastique a affecté la production de méthane, la stabilité du processus et la qualité du digestat.
- Les tests ont montré une possible phytotoxicité pour le digestat provenant du réacteur
- alimenté à 8 % de Mater-Bi.

Résumé

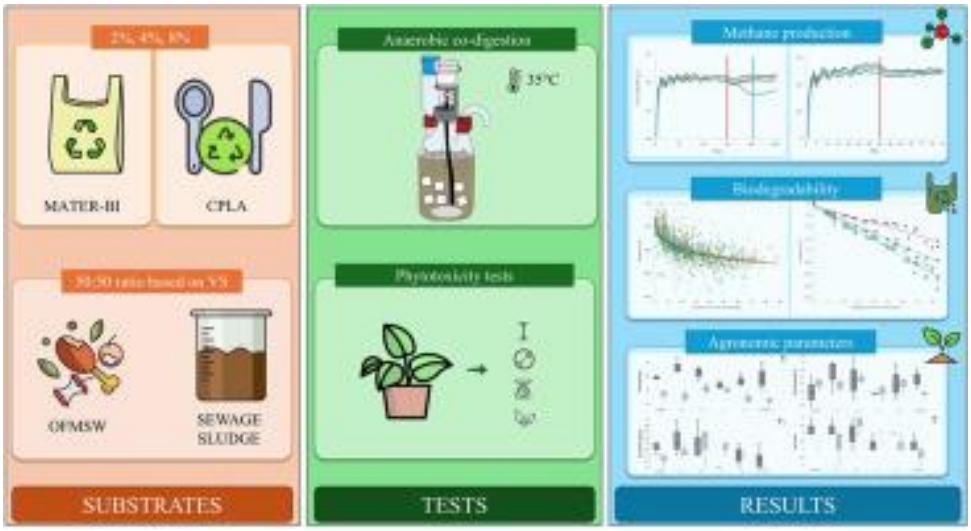
L'utilisation croissante de bioplastiques biodégradables, tels que le Mater-Bi (MB) et l'acide polylactique cristallin (CPLA), comme alternatives aux polymères traditionnels a soulevé des inquiétudes quant à leur dégradation et à leur impact environnemental.

Cette étude examine la biodégradabilité du MB et du CPLA lors de la co-digestion anaérobie de déchets solides municipaux organiques (DSMO) et de boues d'épuration épaissies dans des réacteurs semi-continus à l'échelle du laboratoire fonctionnant en conditions mésophiles.

Les bioplastiques ont été testés à différentes concentrations (0 à 8 %) dans deux phases de fonctionnement avec des taux de charge organique variables (1 ou 3 gVS/L·j pour le MB et 1 ou 2 gVS/L·j pour le CPLA) et des temps de rétention (14 ou 21 jours).

La production de biométhane, la stabilité du procédé et l'efficacité de la dégradation ont été surveillées.
Les résultats montrent une dégradation limitée, le MB se dégradant plus rapidement que le CPLA (23 % contre 15 % de perte de poids après six semaines).
La majeure partie de la dégradation du MB est due à des facteurs abiotiques. Des concentrations plus élevées de bioplastiques déstabilisent le processus, réduisant le rendement en méthane et provoquant des pics d'acides gras volatils.
Les tests de phytotoxicité indiquent que le digestat pourrait être adapté à l'agriculture, bien que les impacts de la concentration en bioplastiques nécessitent des études plus approfondies.
Ces résultats soulignent la nécessité d'identifier davantage de biopolymères biodégradables, d'améliorer la gestion des déchets, d'optimiser la digestion anaérobie et de sélectionner le digestat pour une utilisation agricole. Cette étude est l'une des premières à combiner la digestion anaérobie semi-continue avec des tests de dégradation abiotique et une évaluation de la phytotoxicité, fournissant une évaluation complète du comportement du bioplastique et de ses implications pour la réutilisation du digestat.

Résumé graphique



Mots-clés : digestion anaérobie, plastique biodégradable, acide polylactique cristallin Mater-Bi

Fraction organique des déchets solides municipaux

1. Introduction

Ces dernières années, l'adoption de matériaux polymères alternatifs – plastiques biosourcés et biodégradables – a considérablement augmenté en réponse aux défis environnementaux liés aux plastiques conventionnels à base de pétrole (Di Bartolo et al., 2021).
Bien que les plastiques biosourcés, biodégradables et compostables ne représentent qu'environ 1 % de l'industrie mondiale des plastiques, leur disponibilité et leur utilisation sont en expansion. Ces matériaux biosourcés peuvent être dérivés en tout ou en partie de sources renouvelables, telles que des cultures dédiées (maïs, canne à sucre), ou de sources secondaires comme les résidus agricoles, les déchets forestiers, le compost, les huiles de cuisson usagées, les graisses animales et les boues d'épuration (Plastics Europe, 2024).

Les récentes réglementations européennes ont interdit les articles en plastique à usage unique tels que les couverts, les assiettes et les sacs de courses (Folino et al., 2023), incitant à une transition vers des alternatives à base de cellulose ou de plastiques biodégradables.
En Italie, une étude menée par le Consortium italien de compostage (CIC) et Corepla (un consortium public dédié au recyclage du plastique) visait à évaluer la quantité et la qualité des emballages en plastique et compostables jetés dans les déchets de cuisine et de jardin.
En Italie, une étude du Consortium italien de compostage (CIC) et de Corepla a révélé que le pourcentage de bioplastiques compostables dans les déchets organiques a plus que doublé entre 2016 et 2020 (de 1,5 % à 3,7 %), indiquant leur introduction croissante dans les systèmes de traitement des déchets organiques, y compris les usines de digestion anaérobie (DA).
Comprendre comment les bioplastiques se dégradent dans la DA, en particulier dans des régimes d'alimentation semi-continus qui reflètent mieux les opérations réelles, est essentiel

pour prévenir l'instabilité des processus, optimiser la production de biogaz et garantir la qualité du digestat.
La plupart des études sur la dégradation anaérobie des bioplastiques ont été menées en mode discontinu.
Bien que cette approche soit utile pour les investigations préliminaires et fournisse un aperçu des réactions impliquées, elle présente des limites importantes pour reproduire les conditions de fonctionnement typiques des procédés industriels.
En revanche, les essais menés en modes semi-continu ou continu offrent une représentation plus précise des processus réels, capturant la complexité et la dynamique de la dégradation des bioplastiques (Dolci et al., 2022).
Cependant, les recherches sur la dégradation anaérobie des bioplastiques en modes semi-continu ou continu restent relativement rares.
Cette lacune est particulièrement évidente lorsque l'on considère les études qui évaluent également la qualité du digestat par des tests de phytotoxicité, une étape importante pour évaluer l'adéquation du digestat comme amendement des sols agricoles.
Tout composé ou résidu nocif présent dans le digestat pourrait nuire au sol, aux eaux souterraines ou à la santé humaine, empêchant potentiellement son retour en toute sécurité dans le sol et perturbant l'économie circulaire.
À la connaissance des auteurs, aucune étude antérieure n'a mené de tests semi-continus pour évaluer à la fois la dégradabilité des bioplastiques (en évaluant séparément les facteurs abiotiques) et leur impact sur la production de biométhane, parallèlement à l'évaluation de la phytotoxicité du digestat.

Récemment (Dolci et al., 2022), des expériences de digestion anaérobie semi-continue sur des déchets alimentaires et des bioplastiques, testant la dégradation de sacs Mater-Bi (MB) dans des conditions thermophiles.
Ils ont observé des morceaux de bioplastique non digérés dans l'effluent et une perte de poids de matière inférieure à 27 %.
Dans une autre étude connexe (Kosheleva et al., 2023), des expériences de digestion anaérobie semi-continue avec des déchets solides municipaux à fraction organique (OFMSW) et de l'acétate de cellulose, constatant un taux de dégradation d'environ 45 %.
De plus (Bandini et al., 2020), des tests de germination ont été réalisés pour évaluer les effets phytotoxiques potentiels du compost produit au cours d'un processus de compostage de 21 jours à 60 °C.
Ce compost est issu du digestat d'un processus de digestion anaérobie thermophile par lots de 23 jours, qui visait à évaluer la biodégradabilité du MB et du PLA.
Cette étude porte sur les mêmes polymères biodégradables : le MB, utilisé en Italie pour les sacs destinés à la collecte des DSMBO, et le PLA (sous sa forme cristalline, CPLA), un substitut courant aux plastiques conventionnels dans les couverts et assiettes à usage unique.
Il est important de noter que, conformément à la réglementation en vigueur dans de nombreuses villes italiennes concernant le tri à la source et la collecte des DSMBO, le MB et le CPLA peuvent être éliminés avec les déchets alimentaires destinés à la valorisation.
Contrairement à de nombreuses études qui se concentrent sur la digestion anaérobie des biopolymères de manière isolée, cet article étudie leur dégradation en conjonction avec les quantités appropriées de déchets solides municipaux (OFMSW). Afin d'améliorer la pertinence des résultats pour les procédés à l'échelle industrielle, cette étude propose également la codigestion (AcoD) des OFMSW (contenant des bioplastiques) avec les boues d'épuration. Les

avantages de l'AcoD comprennent un meilleur équilibre des nutriments, une plus grande stabilité du procédé, un rendement en méthane accru par rapport à la monodigestion, la dilution des composés toxiques et inhibiteurs, et une gestion des déchets plus flexible et durable (Azarmanesh et al., 2023 ; Pangallo et al., 2023).
Bien que les bioplastiques soient largement promus comme biodégradables et compostables, leurs effets potentiels sur la qualité agronomique du digestat n'ont pas encore été entièrement clarifiés.
Plusieurs études ont abordé la phytotoxicité, avec des résultats variables selon le type de polymère et les conditions de dégradation. Par exemple, Bandini et al. (2020) ont signalé une germination réduite des graines dans le compost dérivé de digestat contenant du PLA, probablement en raison de l'accumulation d'acide lactique et de la réduction du pH. En revanche, Crema et al. (2024) n'ont constaté aucun effet phytotoxique des lixiviats de PLA ou de PBS/PLA, tandis que les bioplastiques à base d'amidon ont induit une inhibition des racines et des pousses à des concentrations élevées.
Ces résultats suggèrent que les réponses phytotoxiques peuvent être très spécifiques au matériau et au contexte, ce qui renforce la nécessité de poursuivre les recherches expérimentales dans des conditions de traitement réalistes.
Les analyses de phytotoxicité sont essentielles pour approfondir la compréhension des effets des bioplastiques. Un élément clé de cette enquête est l'évaluation de la qualité du compost ou du digestat enrichi en biopolymères, en garantissant le respect de la législation en vigueur sur les normes de compost et de digestat et en répondant aux besoins pratiques des agriculteurs (Calabrò et Grosso, 2018).
La nouveauté de cette étude réside dans l'adoption de conditions opératoires semi-continues, l'utilisation de deux biopolymères commerciaux populaires, la codigestion des déchets solides municipaux et des boues d'épuration, l'évaluation de l'importance des facteurs de dégradation abiotiques et l'inclusion de tests de phytotoxicité. À notre connaissance, il s'agit de la première étude à aborder conjointement tous ces aspects dans un seul et même protocole expérimental. Cette approche intégrée apporte de nouvelles perspectives sur le comportement environnemental des bioplastiques et favorise le développement de stratégies sûres et efficaces pour le traitement des biodéchets et la valorisation des digestats.

2. Matériels et méthodes

2.1 . Inoculum et substrats

L'inoculum bactérien utilisé pour initier les essais de digestion anaérobie provenait d'une usine à grande échelle située à Candidoni (Reggio de Calabre, Italie), qui traite du fumier ainsi que d'autres déchets et résidus agroalimentaires. Immédiatement après l'échantillonnage, le digestat a été tamisé sur une maille de 2 à 3 mm afin d'éliminer les particules plus grosses et les matières fibreuses. Il a ensuite été pré-incubé en conditions mésophiles jusqu'au début de l'essai.
Le substrat des essais était un mélange 50/50 (en solides volatils, VS) de fraction organique des déchets solides municipaux (OFMSW) et de boues d'épuration épaissies. Les OFMSW ont été préparées en laboratoire pour refléter la composition moyenne italienne (Pangallo et al., 2021).
Le substrat synthétique a été séché à 35 °C jusqu'à atteindre un poids stable, puis broyé à l'aide d'un broyeur à couteaux de laboratoire PULVERISETTE 15.

Ce procédé de séchage à basse température a permis de préserver l'échantillon en le stabilisant, en prévenant les altérations microbiologiques dues à l'humidité et en garantissant l'intégrité de la teneur en solides volatils. De plus, cette méthode a facilité l'alimentation des réacteurs avec un échantillon homogène. Le matériau séché a été stocké à 4 °C jusqu'à utilisation ultérieure.
Les boues activées épaissies (BVA) utilisées dans l'étude provenaient d'une station d'épuration municipale de Reggio de Calabre, en Italie, desservant une population équivalente à 30 000 habitants. La station utilise un procédé de traitement biologique conventionnel avec des phases de dénitrification et de nitrification.
Des échantillons de boues ont été prélevés toutes les 3 à 4 semaines et conservés à 4 °C afin de minimiser les altérations pendant le stockage.
Les deux substrats organiques (OFMSW et TWAS) ont été caractérisés en termes de pH, de solides totaux (TS) et de solides volatils (VS) (tableau supplémentaire S1).
Mater-Bi est un biopolymère développé par Novamont, une entreprise italienne leader dans la production de bioplastiques (Bastioli, 1998).
Il est composé d'au moins 60 % d'amidon et de ses dérivés, issus principalement de cultures agricoles, tandis que les 40 % restants sont constitués d'une résine synthétique conçue pour être hydrophile et entièrement biodégradable (Bátori et al., 2018). Le Mater-Bi est couramment utilisé pour produire des sacs de courses, des sacs à déchets organiques et des emballages alimentaires.
Pour cette expérience, des sacs Mater-Bi conçus pour la collecte sélective des déchets organiques ont été sélectionnés.
Ces sacs sont disponibles en supermarché et répondent à la norme UNI EN 13432:2002. Ils bénéficient également de la certification OK Compost de TÜV Autriche et du label CSI High Performance Bag, qui garantissent leur qualité, leur biodégradabilité et leur compostabilité industrielle (Rosenboom et al., 2022).
Les sacs ont été découpés en carrés de 2,5 à 3 cm de côté, les bords soudés ayant été retirés pour assurer une épaisseur uniforme. Chaque fragment a été étiqueté pour assurer la traçabilité jusqu'à son réacteur correspondant et la date d'ajout au digesteur. Les morceaux ont ensuite été pesés à l'aide d'une balance analytique de laboratoire d'une sensibilité de 0,0001 g.
Le CPLA (acide polylactique cristallin) est principalement utilisé pour fabriquer des articles à usage unique rigides et résistants à la chaleur, tels que des couverts, des assiettes, des tasses et des plateaux.
Le CPLA est une forme modifiée du PLA (acide polylactique) qui subit un traitement pour augmenter sa cristallinité, améliorant ainsi ses propriétés telles que la résistance à la chaleur, la rigidité et la résistance chimique (Censi et al., 2022).
Le PLA est un polyester thermoplastique biodégradable fabriqué à partir de ressources renouvelables, principalement par fermentation d'amidons végétaux (par exemple, le maïs ou la canne à sucre) en acide lactique, qui est ensuite polymérisé en PLA (Bátori et al., 2018).
Pour cette étude, des couverts en CPLA, disponibles en supermarché, ont été sélectionnés. Ces couverts portent différents labels environnementaux, dont OK Compost, VeganOK et le logo « semis » d'European Bioplastics, indiquant qu'ils sont compostables industriellement et conformes à la norme UNI EN 13432. Seuls les manches des couverts en CPLA ont été utilisés pour l'expérience, garantissant ainsi que les échantillons étaient de forme et de taille comparables. Les manches ont été découpés en morceaux d'environ 5 cm de long pour faciliter leur introduction dans le réacteur. Comme les fragments de Mater-Bi, les morceaux de CPLA ont été étiquetés pour identification et pesés.

2.2 . Dispositif expérimental AcoD

Les travaux expérimentaux ont été menés à l'échelle du laboratoire à l'aide d'un système de digestion anaérobie semi-continu (Bioprocess Control Bioreactor, BPC Instruments). Quatre réacteurs en verre, d'un volume utile de 1,9 L chacun, ont été utilisés et étiquetés A, B, C et D. Les réacteurs ont été immergés dans un bain thermostatique réglé pour maintenir une température de 35 °C (conditions mésophiles) et équipés d'un système d'agitation mécanique pour assurer un mélange uniforme et la dispersion du substrat.
La production de biométhane a été surveillée à l'aide d'un système de mesure du débit de gaz accessible à distance. Ce système fonctionne selon le principe du déplacement de liquide et de la flottabilité, où un gaz déplace un liquide et le niveau de liquide est détecté par un flotteur. Selon les spécifications techniques de l'appareil de mesure du volume de gaz, il peut mesurer des débits de 10 à 4 000 ml par heure, avec une résolution de 10 ± 0,1 ml.
Comme dans d'autres études dans ce domaine (Liczbiński et al., 2022 ; Zhu et al., 2022 , entre autres), et en raison de la complexité des expériences semi-continues de DA, les réplications n'ont pas été réalisées car elles ne sont pas considérées comme essentielles pour assurer la fiabilité des résultats grâce à la méthode d'alimentation, à la durée et au volume relativement élevé des réacteurs.
Comme mentionné précédemment, le substrat introduit dans les réacteurs était un mélange 50/50 de fraction organique des déchets solides municipaux (DSSM) et de boues épaissies, à base de solides volatils (SV). Le matériau étudié, le Mater-Bi/CPLA, était ajouté périodiquement à chaque réacteur à des concentrations de 2 %, 4 % et 8 % (p/p de DSSM). Ces niveaux ont été sélectionnés en fonction des données de surveillance nationales (CIC et Corepla) et des proportions typiques de bioplastiques compostables trouvées dans les flux de collecte des DSSM, la valeur la plus élevée représentant un scénario futur plausible. Le réacteur A a servi de témoin et était exempt de bioplastiques, tandis que les réacteurs B, C et D en contenaient respectivement 2 %, 4 % et 8 %.
Le substrat, prémélangé avec la quantité correspondante de bioplastiques, était introduit manuellement dans les réacteurs cinq jours par semaine (du lundi au vendredi) par l'orifice d'entrée, tandis que le digestat était simultanément évacué par l'orifice de sortie.

Le dosage du substrat a été calculé en fonction des paramètres opératoires suivants.

- Première phase avec Mater-Bi : Un taux de charge organique (OLR) de 1 gVS/L·j et un temps de séjour hydraulique (HRT) de 21 jours.
- Deuxième phase avec Mater-Bi : OLR de 3 gVS/L·j et HRT de 21 jours.
- Première phase avec CPLA : OLR de 1 gVS/L·j et HRT de 21 jours.
- Deuxième phase avec CPLA : OLR de 2 gVS/L·j et HRT de 14 jours. Lors de cette phase, l'OLR n'a pas pu être triplé tout en maintenant un HRT de 21 jours comme lors des essais Mater-Bi, en raison de la faible teneur en solides totaux des déchets TWAS.

Le dispositif expérimental global est résumé dans le tableau S2 du matériel supplémentaire .

La production de biométhane a été surveillée en continu, tandis que le pH du digestat a été évalué à chaque opération d'alimentation. De plus, des échantillons composites hebdomadaires de digestat ont été analysés pour le pH, les solides totaux (TS), les solides volatils (VS), les acides

gras volatils (VFA) et le rapport acides gras volatils/capacité tampon (FOS/TAC), selon les procédures standard.
Plus précisément, le pH a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre numérique (XS Instruments Series 7). Les solides totaux et volatils ont été déterminés par gravimétrie selon la méthode 2540 (APHA-AWWA-WEF, 2021).
La concentration en VFA et le rapport FOS/TAC ont été quantifiés par titrage acido-basique, selon la procédure décrite par (Liebetrau et al., 2016).
Les morceaux de bioplastique extraits avec le digestat ont été collectés, lavés à l'eau, identifiés pour calculer le temps de rétention dans le réacteur, séchés à 35 °C jusqu'à stabilisation du poids, puis pesés. Ensuite, pour chaque morceau, la perte de poids apparente (PL) a été calculée selon la formule suivante :WL[%]=mje−mrmje·100,où m_i indique la masse initiale du morceau de bioplastique et m_r indique la masse séchée de matière récupérée du digestat.

2.3 . Essais de dégradation abiotique

Lors de la dégradation d'un matériau polymère, des phénomènes biotiques et abiotiques se produisent, et ceux-ci peuvent influencer de manière significative le taux de dégradation global (Di Bartolo et al., 2021).
Une expérience a été conçue dans des conditions de pH contrôlées afin d'étudier le mécanisme de dégradation abiotique du MB et du CPLA. Plus précisément, des échantillons, de taille comparable à ceux utilisés dans les tests de dégradation abiotique, ont été immergés dans des solutions aqueuses à 35 °C et à des pH respectifs de 6, 7 et 8 (± 0,1), pendant cinq semaines. Ces solutions ont été préparées en ajustant le pH de l'eau distillée à l'aide de solutions aqueuses à 0,5 MH_2SO_4 et de NaOH, respectivement.
À intervalles hebdomadaires, un groupe de cinq échantillons de bioplastique a été extrait de chaque lot, séché et pesé afin de quantifier la perte de masse due aux facteurs abiotiques.

2.4 . Tests de phytotoxicité

En plus des tests de digestion anaérobie semi-continue visant à évaluer comment différents types et concentrations de bioplastiques pourraient affecter la production de méthane et la stabilité du processus, d'autres tests ont été menés pour examiner les effets phytotoxiques potentiels du digestat (Vaish et al., 2022).
Six pots de 15 L ont été remplis de terreau professionnel. Ce terreau a été caractérisé en termes de pH, de matières solides totales (MS), de matières solides volatiles (MSV) et sa capacité au champ (c'est-à-dire la quantité d'eau pouvant être retenue par capillarité dans le sol après drainage gravitaire de l'excès d'eau) a été mesurée.
Pour le suivi, des plants de brocoli ont été sélectionnés et trois plants ont été plantés dans chacun des six pots identifiés comme « blanc », « A », « B », « C », « D » et « D25:75 ».
Le pot « blanc » constituait le groupe témoin, tandis que les cinq autres pots ont servi à évaluer les effets du digestat. L'irrigation était effectuée deux fois par semaine afin de garantir un taux d'humidité adéquat et un apport suffisant en eau et en nutriments. Pendant la croissance des plantes, les principaux paramètres surveillés périodiquement (deux fois par semaine) étaient l'humidité du sol et le pH, à l'aide d'un pH-mètre/hygromètre.

Pour l'humidité, l'échantillonnage a été effectué une seule fois au centre du pot avant et après l'irrigation, tandis que le pH a été mesuré en triple dans une position intermédiaire entre les

plantes avant l'irrigation pour s'assurer que la mesure n'était pas temporairement altérée par la présence d'eau fraîchement irriguée.
Les pots A, B, C et D ont été irrigués avec un mélange d'eau et de digestat provenant du réacteur correspondant dans un rapport 1:1. Le pot D25:75 a été irrigué avec un mélange d'eau et de digestat provenant du réacteur D dans un rapport 3:1, tandis que le pot témoin, « blanc », a été irrigué avec une solution contenant 150 mgN/L de nitrate d'ammonium (NH_4NO_3), un composé chimique couramment utilisé comme engrais azoté en agriculture.
Pour assurer la cohérence entre les traitements et permettre des comparaisons contrôlées dans les études futures, nous avons adopté une dilution standardisée du digestat (50 % de digestat et 50 % d'eau, v/v), appliquée uniformément à la plupart des pots expérimentaux. Le traitement D25:75 a été intentionnellement inclus pour évaluer si une concentration réduite de digestat pouvait atténuer les effets phytotoxiques potentiels.
Cette procédure reflète un protocole de laboratoire interne visant à évaluer rigoureusement le potentiel phytotoxique du digestat issu de divers traitements aux bioplastiques. Elle s'appuie sur des pratiques agronomiques bien établies et fournit un cadre fiable et reproductible pour l'évaluation interne et la réplication expérimentale future. L'essai a été répété quatre fois afin de permettre l'évaluation de chaque type de bioplastique étudié et des différentes conditions opératoires appliquées lors des première et deuxième phases des deux essais.

En particulier.

- La première phase du test de phytotoxicité (utilisant le digestat du test avec Mater-bi, Phase I) a été réalisée sur des plantes 'Brassica oleracea var. italica' et a duré 6 semaines.
- La deuxième phase du test de phytotoxicité (utilisant le digestat du test avec Mater-bi, Phase II) a été réalisée sur des plantes 'Brassica oleracea var. italica' et a duré 5 semaines.
- Les première et deuxième phases du test de phytotoxicité (utilisant le digestat du test avec CPLA, Phase I et Phase II) ont été menées sur deux plantations différentes de 'Brassica oleracea var. botrytis cymosa', les deux phases ayant duré 6 semaines.

À la fin de chaque période d'essai, les plantules ont été délicatement extraites du sol et plusieurs paramètres ont été enregistrés, notamment la longueur des parties épigée et hypogée, le diamètre de la tige, le développement foliaire et le poids de la biomasse fraîche et sèche. Des signes visibles tels que nécrose, jaunissement, enroulement ou déformation des feuilles et/ou des racines ont également été observés.

2.5 . Analyse statistique

Les résultats obtenus à partir des analyses hebdomadaires du digestat (pH, TS, VS, VFA et FOS/TAC), de la production spécifique quotidienne et hebdomadaire de méthane et des paramètres agronomiques (longueur totale, diamètre de la tige, poids de la biomasse sèche et nombre de feuilles) ont été soumis à une analyse statistique. Cette analyse statistique a été menée afin d'identifier les différences significatives entre les groupes pour les paramètres analysés, fournissant ainsi une base solide pour l'interprétation des effets du traitement. Avant de réaliser les tests, les hypothèses ont été vérifiées, notamment l'homogénéité des variances par le test de Levene et la normalité des résidus par le test de Shapiro-Wilk.

Si les hypothèses étaient vérifiées, un test d'analyse de la variance à deux facteurs (ANOVA) a été appliqué, avec trois répétitions pour chaque variable. Sinon, une approche non

paramétrique (Kruskal-Wallis) a été utilisée, comme dans le cas du rendement en méthane, où aucune répétition n'était présente.
Dans les deux cas, le réacteur/pot et la phase d'essai (I, II) ont été considérés comme des facteurs. Après avoir identifié les différences significatives avec l'ANOVA, le test post-hoc de Tukey a été utilisé pour déterminer quelles paires de groupes présentaient des différences significatives ($p < 0,05$). De même, lorsque le test de Kruskal-Wallis indiquait au moins une différence significative entre les groupes, des comparaisons par paires utilisant la procédure de Dunn, corrigée pour les comparaisons multiples avec la méthode de Bonferroni, ont été effectuées pour identifier les différences spécifiques entre les groupes.
Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide de XLSTAT (2019) pour l'ensemble de données concernant l'expérience Mater-Bi, tandis qu'OriginPro a été utilisé pour l'expérience CPLA en raison de l'expiration de la licence de l'ancien logiciel.

2.6 . Analyse SEM-EDX des bioplastiques

La morphologie des bioplastiques a été analysée avant traitement et après DA et dégradation abiotique. Plus précisément, des matériaux MB et CPLA vierges, ainsi que des échantillons MB et CPLA après cinq semaines de séjour en réacteur anaérobie et après cinq semaines en réacteur de dégradation abiotique, ont été examinés. La caractérisation morphologique a été réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB – Phenom Pro X) et spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDX) (Gnisci et al., 2022).

3. Résultats et discussion

3.1 . Influence des bioplastiques sur la production de méthane

3.1.1 . Tests sur Mater-Bi

Lors du premier essai avec Mater-Bi, mené sur les neuf premières semaines avec un taux de charge organique (OLR) fixé à 1 gVS/L·j, il a été observé que la présence de bioplastiques n'affectait pas significativement la production de méthane. Ce résultat a été confirmé par la comparaison par paires de la production quotidienne de méthane dans différents réacteurs avec différentes concentrations de Mater-Bi (Matériel supplémentaire Tableau S3).
Plus précisément, les réacteurs A (témoin), B (2 %), C (4 %) et D (8 %) n'ont montré aucune différence statistiquement significative dans la production de méthane, car les valeurs de p dépassaient le seuil de signification ($p < 0,0083$). Cependant, les réacteurs A et C ont montré une différence moyenne légèrement plus élevée (valeur de p de 0,193) par rapport aux autres comparaisons, bien que cette différence ne soit pas statistiquement significative. En conclusion, les données recueillies ne soutiennent pas l'hypothèse de différences significatives entre les groupes analysés.

En termes de production de méthane, durant la Phase I, les réacteurs B, C et D ont montré de légères augmentations par rapport au réacteur témoin A : 1,0 %, 5,8 % et 2,4 % respectivement. Le rendement spécifique moyen (hors premières semaines d'acclimatation) était de 0,208 NL/gVS pour le réacteur A, 0,210 NL/gVS pour le réacteur B, 0,220 NL/gVS pour le réacteur C et 0,213 NL/gVS pour le réacteur D.
Afin d'évaluer la qualité du processus de digestion anaérobie (DA), des mesures quotidiennes du pH ont été effectuées tout au long de l'expérience. Tous les réacteurs ont maintenu un pH

compris entre 7,1 et 7,5, ce qui se situe dans la plage optimale pour la digestion anaérobie (Fig. 1b). La stabilité du processus est généralement assurée dans une plage de pH de 6,3 à 7,8, au-delà de laquelle la survie des bactéries méthanogènes est compromise (Prasanna Kumar et al., 2024).

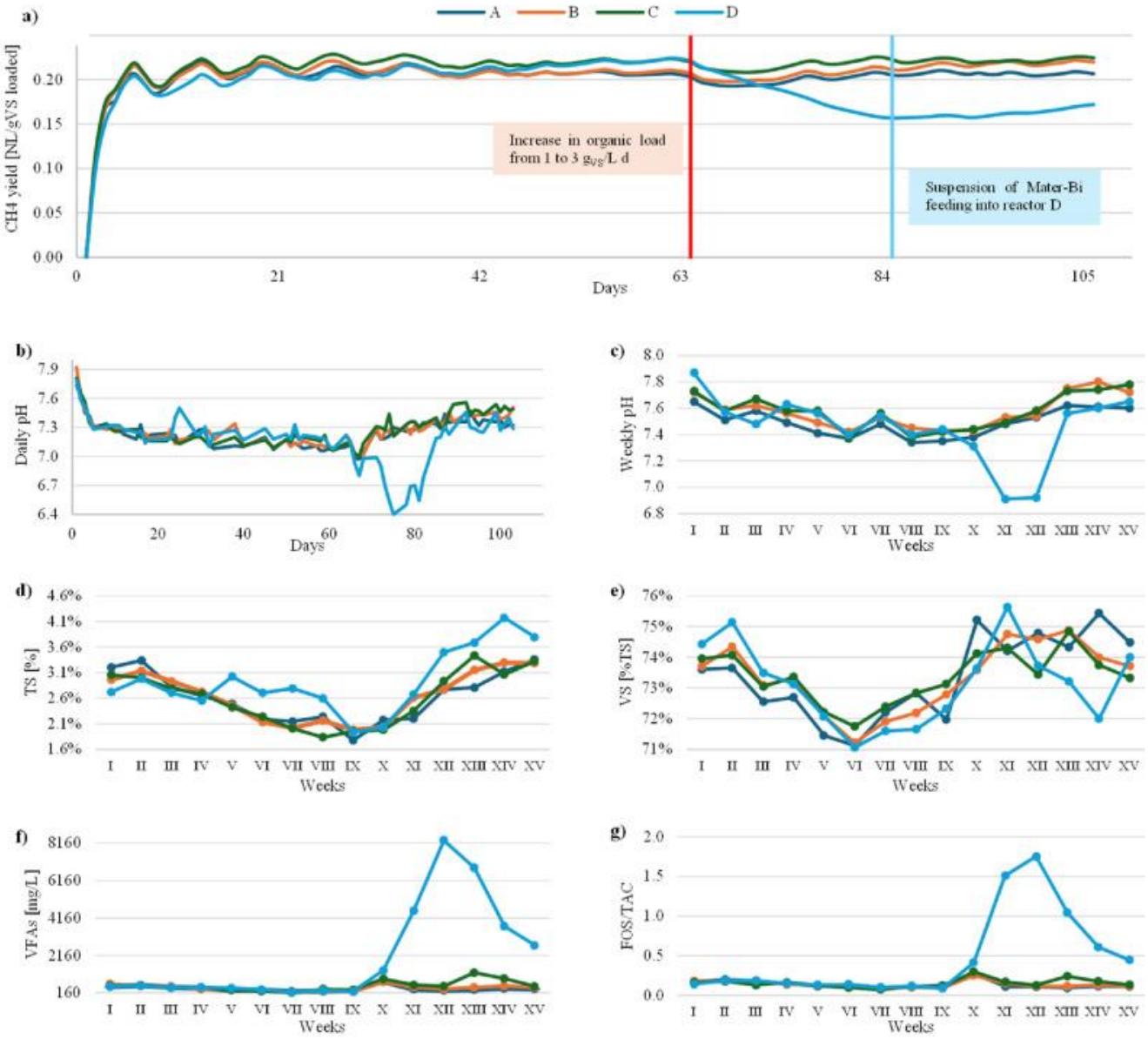


Fig. 1. Résultats AcoD sur Mater-Bi : (a) rendement en CH4, (b) pH quotidien, (c) pH hebdomadaire, (d) TS, (e) VS, (f) AGV, (g) FOS/TAC.

Dans la deuxième phase de l'expérience, l'OLR a été augmenté à 3 gVS/L·j pour étudier les effets de taux de charge plus élevés. Ce changement a particulièrement impacté le réacteur D, qui contenait la plus forte concentration de bioplastiques. Les concentrations d'AGV ont augmenté considérablement, passant d'une plage de 180 à 630 mg/L dans la phase initiale à un pic d'environ 8 300 mg/L à la douzième semaine dans des conditions de charge plus élevées. De plus, le rapport FOS/TAC a atteint 1,75 pendant cette période (Fig. 1f et Fig. 1g), signalant des défis potentiels pour la stabilité du procédé.

Simultanément, le réacteur a connu une acidification excessive et le rendement en méthane a connu une baisse drastique (Fig. 1a).
L'analyse statistique de la phase II (tableau complémentaire S4) a montré que les réacteurs A, B et C ne présentaient pas de différences significatives dans la production quotidienne de méthane. Cependant, le réacteur D a affiché un rendement en méthane significativement inférieur à celui des autres réacteurs, dépassant le seuil de signification de Bonferroni. Cela confirme l'impact négatif de concentrations élevées de bioplastiques dans des conditions de charge accrue.
En réponse à cela, entre la onzième et la douzième semaine, des mesures correctives ont été prises lorsque le pH est descendu en dessous de 6,5. Pour rétablir le pH à des niveaux optimaux, 2 g/L de $NaHCO_3$ ont été ajoutés au réacteur D afin d'augmenter son pouvoir tampon.

En raison de problèmes de surpression et de formation de mousse obstruant les conduites d'écoulement du biogaz dans le réacteur D, l'alimentation en bioplastique a été suspendue à la treizième semaine, tandis que le régime d'alimentation a été maintenu au même niveau que dans le réacteur témoin (A). Comme le montre la Fig. 1 , après l'arrêt de l'alimentation en Mater-Bi dans le réacteur D, des améliorations des paramètres clés sont devenues apparentes.

Plus précisément, le rendement en méthane a commencé à augmenter progressivement (Fig. 1 a), tandis que les niveaux de pH sont revenus à la plage optimale.
De plus, les concentrations en AGV et le rapport FOS/TAC ont montré une baisse progressive, indiquant une amélioration de la stabilité du procédé. Globalement, dans toutes les conditions expérimentales testées, la présence de boues épaissies s'est avérée avoir l'effet stabilisateur bien connu.

3.1.2 . Tests sur CPLA

Concernant l'essai sur CPLA, l'analyse des données expérimentales a révélé que durant la première phase, caractérisée par un taux de charge organique (OLR) de 1 gVS/L·j et un temps de rétention hydraulique (HRT) de 21 jours, les réacteurs ont présenté une légère augmentation du rendement en méthane par rapport au réacteur témoin. Plus précisément, le réacteur B a montré une augmentation de 7,8 % (0,264 NL/gVS), le réacteur C de 11,9 % (0,274 NL/gVS) et le réacteur D de 7,4 % (0,263 NL/gVS).

Dans la deuxième phase de l'expérience, avec un OLR augmenté de 2 gVS/L·j et un HRT réduit de 14 jours, les réacteurs B, C et D ont continué à produire plus de biométhane que le réacteur témoin A, bien qu'avec des augmentations plus faibles par rapport à la première phase. Le réacteur B a montré une augmentation de 4,1 % (0,251 NL/gVS), le réacteur C de 4,9 % (0,256 NL/gVS) et le réacteur D de 3,3 % (0,250 NL/gVS). Cependant, les changements opérationnels mis en œuvre après la septième semaine, concernant l'OLR et le HRT, ont entraîné de légères réductions du rendement en méthane par rapport à la première phase, le réacteur B diminuant de 2,7 %, le réacteur C de 5,5 % et le réacteur D de 3,1 % (Fig. 2 a).

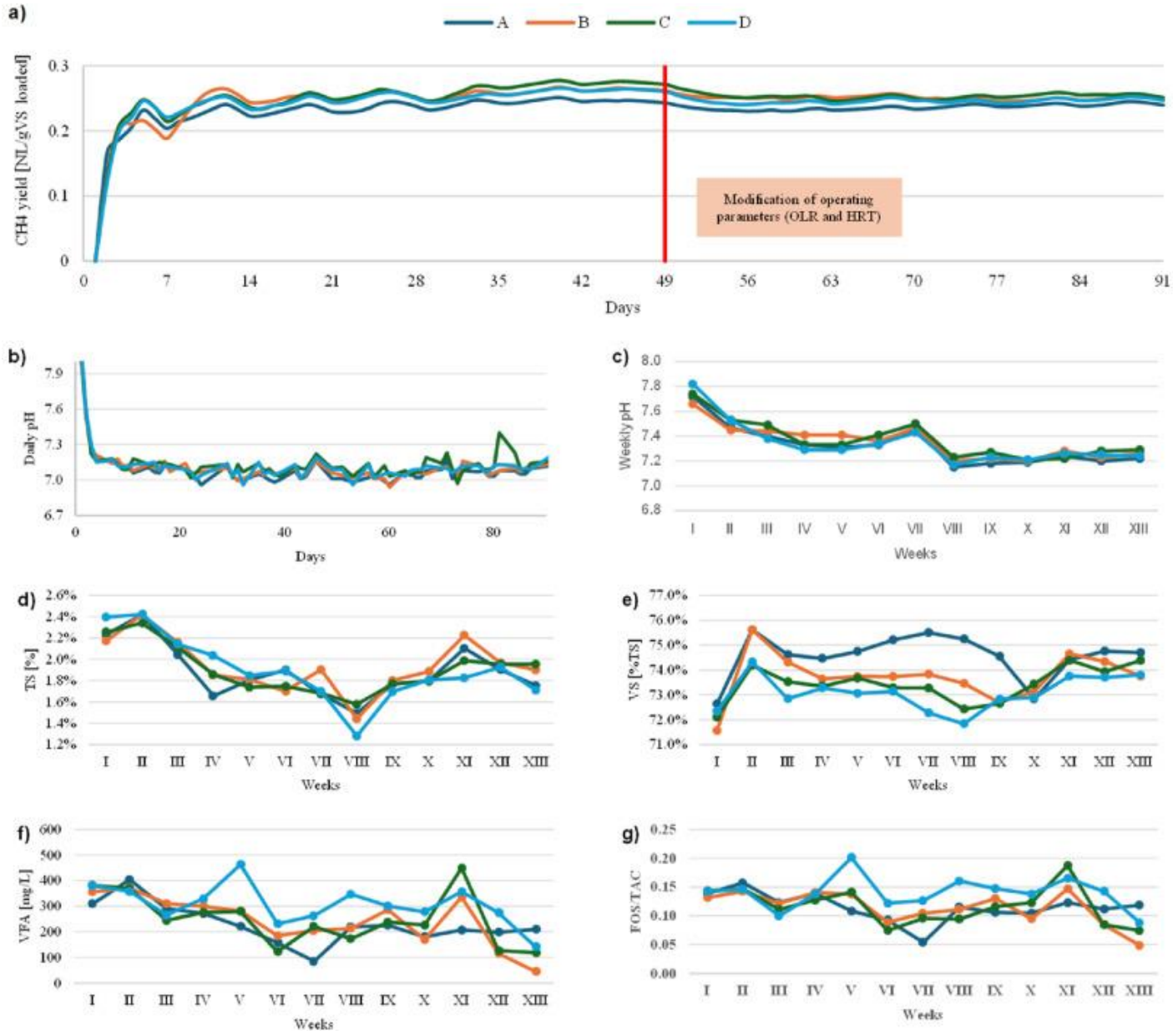


Fig. 2. Résultats AcoD sur CPLA : (a) rendement en CH4, (b) pH quotidien, (c) pH hebdomadaire, (d) TS, (e) VS, (f) VFA, (g) FOS/TAC.

De plus, ces ajustements opérationnels ont provoqué une légère baisse du pH dans les réacteurs par rapport à la première phase (Fig. 2 c). En effet, outre l'augmentation de la charge, la dégradation de ce biopolymère produit de l'acide lactique, ce qui tend à abaisser le pH au fil du temps (Shalem et al., 2024). Néanmoins, les valeurs sont restées dans la plage admissible, sans signes d'acidification qui auraient pu compromettre la stabilité du procédé. Cela indique que, malgré l'augmentation de la charge et la réduction du HRT, le système a maintenu un bon équilibre et une bonne stabilité dans le processus de digestion anaérobie.

Cette stabilité est également reflétée dans les figures 2f et 2g. Malgré les variations des paramètres opérationnels, contrairement à l'expérience MB, aucun pic significatif n'a été enregistré dans les concentrations d'acides gras volatils (AGV) ou dans le rapport FOS/TAC. Ces deux paramètres sont restés relativement faibles, même pendant la deuxième phase : les niveaux d'AGV dans aucun réacteur n'ont dépassé 500 mg/L, et le rapport FOS/TAC est resté

constamment inférieur à 0,19. Cela suggère que le CPLA se dégrade très lentement et que le processus de digestion anaérobie était stable et non perturbé.

3.2 . Biodégradabilité du Mater-Bi et du CPLA

3.2.1 . Tests sur Mater-Bi

La figure 3a illustre les résultats de l'expérience conçue pour évaluer la perte de masse abiotique du MB au fil du temps. Les données montrent clairement une augmentation progressive de la perte de masse à mesure que la durée d'exposition s'allonge dans toutes les conditions de pH testées. Cependant, l'analyse révèle également un effet significatif du pH sur le taux de dégradation. Plus précisément, l'exposition à pH 6 a entraîné la dégradation la plus élevée, avec une perte de poids moyenne de 25,8 % sur cinq semaines. En revanche, la dégradation était plus faible et assez similaire à des pH neutres ou légèrement alcalins, avec des pertes de 19,5 % à pH 8 et de 19,4 % à pH 7.

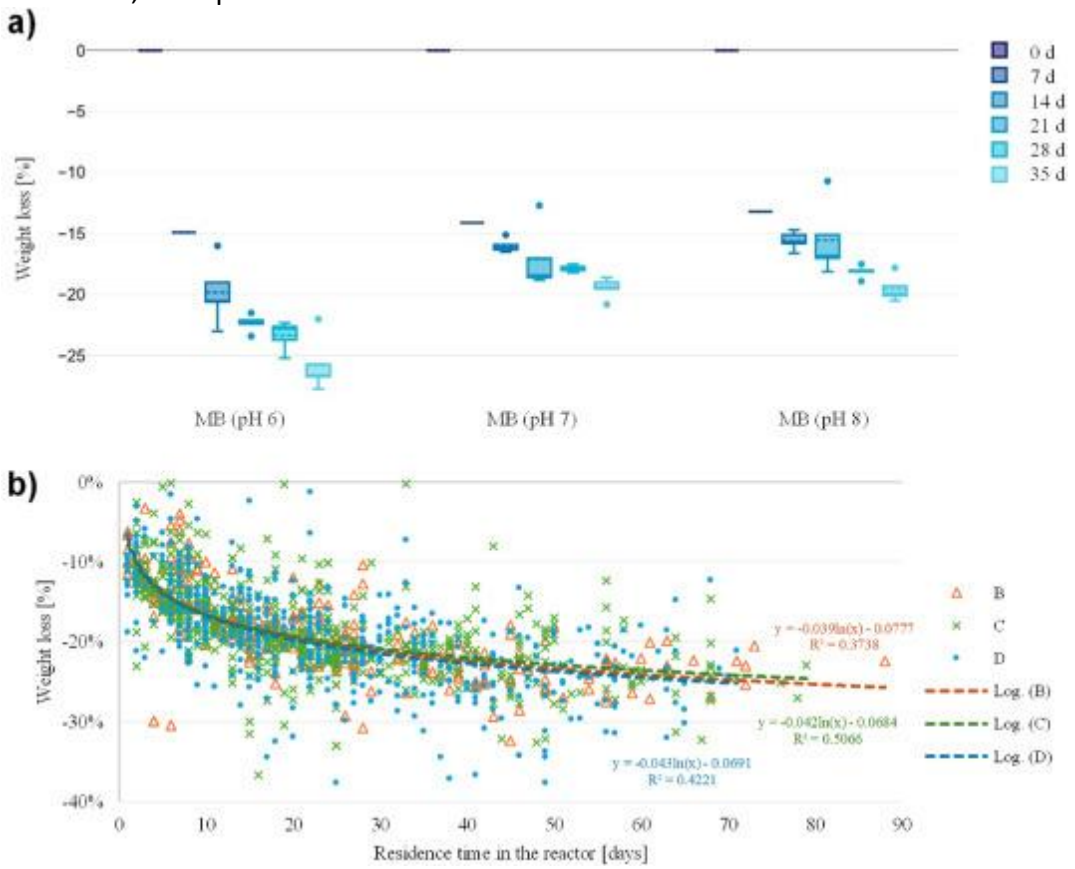


Fig. 3. (a) Dégradation abiotique du Mater-Bi. Dans les boîtes à moustaches, la ligne continue indique la médiane, la ligne pointillée représente la valeur moyenne, les moustaches montrent la variation des données entre les valeurs minimale et maximale, et la boîte s'étend entre les premier et troisième quartiles. (b) Schéma de dégradation du Mater-Bi pendant le processus de digestion anaérobie.

Pour évaluer la dégradation du Mater-Bi pendant le processus de digestion anaérobie (DA), des morceaux de bioplastique ont été extraits du digestat, nettoyés, séchés et pesés. La masse initiale des bioplastiques introduits dans chaque réacteur a été enregistrée, permettant de déterminer l'étendue de la dégradation, comme le montre la Fig. 3 b. Le schéma de dégradation du Mater-Bi a suivi une tendance similaire dans tous les réacteurs, avec une progression

logarithmique. Cela suggère que la perte de poids est plus importante au cours des trois premières semaines, après quoi elle se stabilise.
Plus précisément, après trois semaines de séjour dans les réacteurs, une perte de poids moyenne d'environ 20 % a été observée. À la 12e semaine, la réduction n'atteignait que 25 %. Ces résultats sont cohérents avec les données de la littérature, qui font état d'une dégradation limitée du Mater-Bi pendant la digestion anaérobie mésophile, avec des taux de dégradation allant de 6 % à 32 % sur 15 à 80 jours (Cazaudehore et al., 2021).

La perte de masse globale observée semble être principalement due à la dégradation abiotique, comme le suggère l'augmentation minimale de la production de biométhane malgré une teneur plus élevée en MB dans les réacteurs.
Cette interprétation est en outre étayée par la perte de poids plus importante observée dans les conditions de contrôle abiotique. D'autre part, il est très probable que, comme le suggèrent les résultats du test abiotique à pH 6, l'environnement acide pendant le stockage des OFMSW, induit par l'activité microbienne (Pangallo et al., 2021), et la production d'acides pendant les premières étapes de la digestion anaérobie peuvent contribuer de manière significative à l'affaiblissement et à l'hydrolyse des polymères, même si la conversion en AGV et la production de méthane n'ont pas eu lieu (Calabro' et al., 2020). Cela suggère qu'il est possible d'intensifier le processus de biodégradation du MB par différentes méthodes à tester à l'avenir (par exemple, prétraitements acides, digestion anaérobie en deux phases et/ou thermophile).

De plus, s'il a été possible d'identifier et de mesurer des morceaux individuels de Mater-Bi dans les réacteurs B et C, la collecte de données sur des morceaux individuels dans le réacteur D est devenue difficile vers la 13e semaine. À ce moment-là, seuls des fragments de bioplastique ont été récupérés.
Cette difficulté à localiser des morceaux de bioplastique intacts peut être attribuée aux conditions acides du réacteur D, qui, comme indiqué précédemment, accélèrent la dégradation abiotique. Ces résultats confirment en outre qu'un pH acide est la condition la plus agressive, accélérant significativement la dégradation du matériau.
Cependant, il faut souligner que la dégradation abiotique conduit à une fragmentation du MB et non à sa minéralisation, soulevant clairement la question de la formation potentielle de micro-bioplastique déjà reconnue dans la littérature scientifique récente (Folino et al., 2023).

3.2.2 . Tests sur CPLA

Les résultats présentés dans les Fig. 4 a, b et c montrent que la perte de masse de ce matériau augmente avec le temps d'exposition, avec une accélération plus prononcée dans des conditions acides. Cependant, la dégradation abiotique du CPLA sur une période de 5 semaines conduit à une perte de masse significativement plus faible (entre 0,8 % et 0,9 %) par rapport à la perte de masse observée lors des tests de digestion anaérobie (DA).
Dans ce dernier cas, la perte de masse varie de 5,4 % à 11,9 % sur 5 semaines (Fig. 4 b et Fig. 4c), selon les conditions opératoires spécifiques et la teneur en bioplastique des réacteurs. Ces résultats sont cohérents avec ceux rapportés par Kale et al. (2007) , qui ont observé que le PLA présentait une dégradation anaérobie minimale (2 à 11 % en 43 jours) dans des conditions mésophiles. Ainsi, contrairement aux résultats observés pour Mater-Bi, la dégradation biotique du CPLA semble dominer les mécanismes de dégradation abiotique.

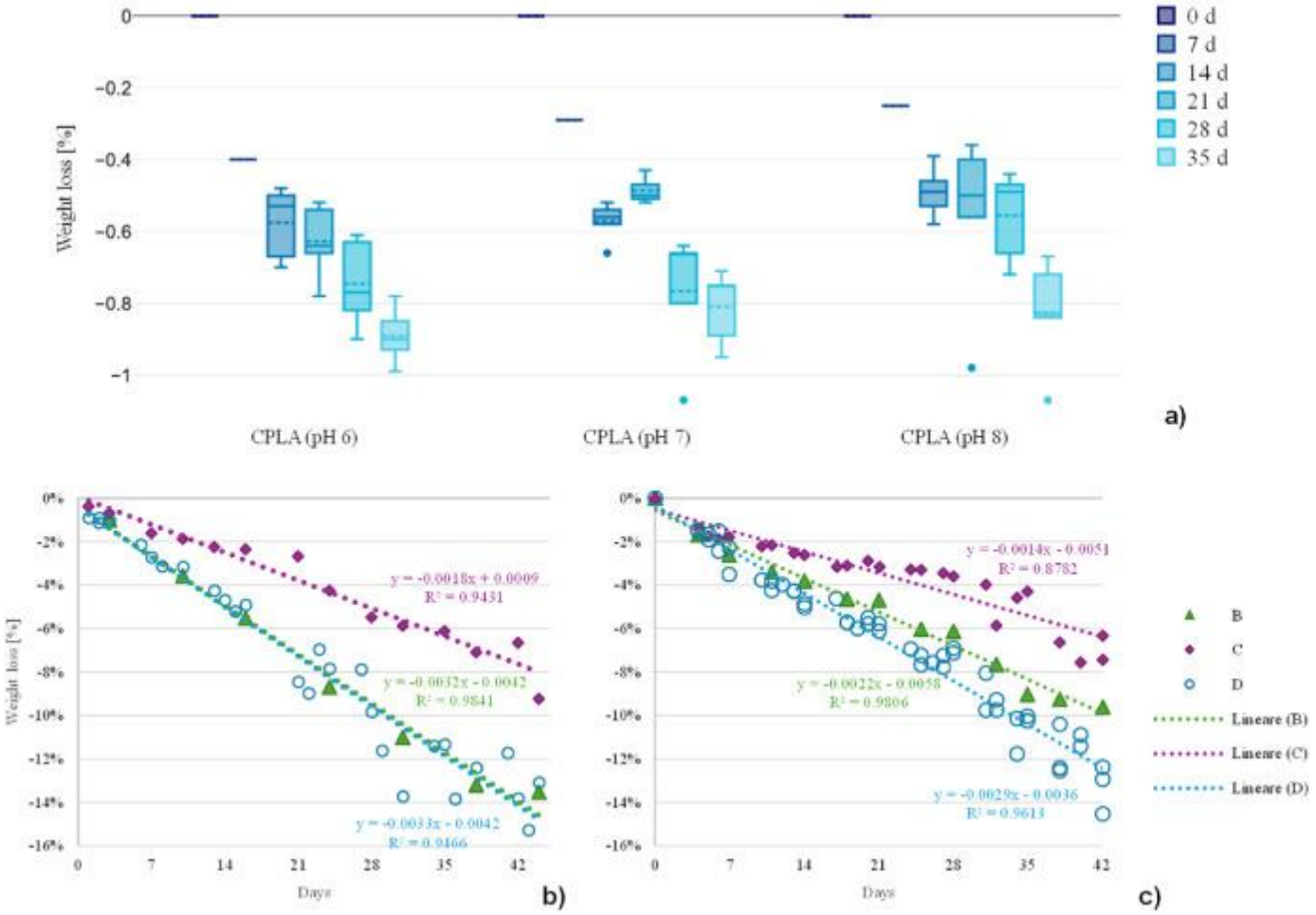


Fig. 4. Dégradation abiotique du CPLA. Dans les boîtes à moustaches, la ligne continue indique la médiane, la ligne pointillée représente la valeur moyenne, les moustaches montrent la variation des données entre les valeurs minimale et maximale, et la boîte s'étend entre les premier et troisième quartiles (a). Schéma de dégradation du CPLA pendant le processus de digestion anaérobie : Phase I (b), Phase II (c).

Bien que le PLA soit un polyester biosourcé et biodégradable, sa dégradation présente des défis en raison de sa grande résistance aux attaques microbiennes dans le sol et les eaux usées dans des conditions environnementales.

Cette résistance découle de la nécessité d'hydrolyser le PLA à des températures élevées (environ 58 °C) pour réduire son poids moléculaire, une étape cruciale pour la dégradation microbienne (Hamad et al., 2015).

Des études montrent que le PLA présente une réponse de dégradation retardée dans des conditions thermophiles, bien qu'il se dégrade plus efficacement à des températures légèrement plus élevées (environ 55 °C) (Bátori et al., 2018). De plus, le PLA présente une inertie hydrolytique significative à des températures inférieures à sa température de transition vitreuse (Tg ≈ 60 °C) (Bracciale et al., 2023).

Cependant, une fois ce seuil dépassé, le processus de dégradation s'accélère considérablement. Lorsque l'eau pénètre dans la matrice polymère, elle augmente la mobilité moléculaire et induit des changements significatifs dans les propriétés physico-chimiques du matériau (Wolf et al., 2023).

Cependant, la plupart de la littérature se concentre sur la dégradation du PLA sous sa forme amorphe plutôt que sous sa forme cristallisée. La cristallisation du PLA complique et prolonge sa dégradation en améliorant des propriétés telles que la stabilité thermique (Henmi et al., 2016) et l'hydrophilie (Wolf et al., 2023).
Le PLA hautement cristallisé peut prendre des mois, voire des années, pour s'hydrolyser complètement en acide lactique, tandis que le PLA amorphe se dégrade en quelques semaines (Garlotta, 2001).
En fait, les régions cristallines du PLA s'hydrolysent beaucoup plus lentement que les régions amorphes car l'eau diffuse moins facilement dans les zones cristallines. Ces résultats sont en accord avec Karamanlioglu et al. (2017) , qui soulignent que la nature hydrophobe et la cristallinité élevée du PLA limitent fortement la pénétration de l'eau, rendant le clivage hydrolytique difficile à des températures inférieures à la transition vitreuse (Tg ≈ 60 °C).
Cependant, dans les réacteurs AD étudiés, les échantillons de CPLA ont montré une perte de masse significativement plus élevée (jusqu'à 11,9 %), indiquant que les micro-organismes ont contribué activement au processus de dégradation.
Comme l'ont noté Karamanlioglu et al. (2017) , la dégradation microbienne du PLA n'est généralement efficace qu'une fois le polymère suffisamment dépolymérisé, permettant aux enzymes d'accéder aux oligomères résultants et de les métaboliser.
Contrairement aux attentes, les morceaux de PLA plus petits se dégradent plus lentement en raison de l'adhésion mutuelle causée par l'électricité statique, ce qui réduit la surface effective en contact avec les boues (Yagi et al., 2012).

3.2.3 . Morphologie de surface des bioplastiques

Afin d'étudier plus en détail les mécanismes de dégradation, les effets des traitements sur les deux types de bioplastiques ont été examinés à l'aide du MEB. Plus précisément.

- CPLA-BLANK fait référence au bioplastique CPLA non traité ;
- CPLA-AD fait référence au CPLA après cinq semaines dans le réacteur AD ;
- CPLA-AB fait référence au CPLA après cinq semaines dans le réacteur de dégradation abiotique à pH 6, qui a montré la variation de poids la plus significative ;
- MB-BLANK fait référence au bioplastique MB non traité ;
- MB-AD fait référence au MB après cinq semaines dans le réacteur AD ;
- MB-AB fait référence au MB après cinq semaines dans le réacteur de dégradation abiotique à pH 6, qui a montré la variation de poids la plus significative.

L'analyse SEM (Fig. 5) a montré que la matrice polymère restait intacte dans les deux bioplastiques dans toutes les conditions. Dans le cas du CPLA, la comparaison entre l'échantillon non traité (CPLA-BLANK) et les échantillons traités (CPLA-AD et CPLA-AB) a révélé la présence de dépôts superficiels, probablement issus de résidus accumulés lors des processus de traitement. Cependant, ceux-ci n'ont pas altéré significativement la matrice polymère sous-jacente.

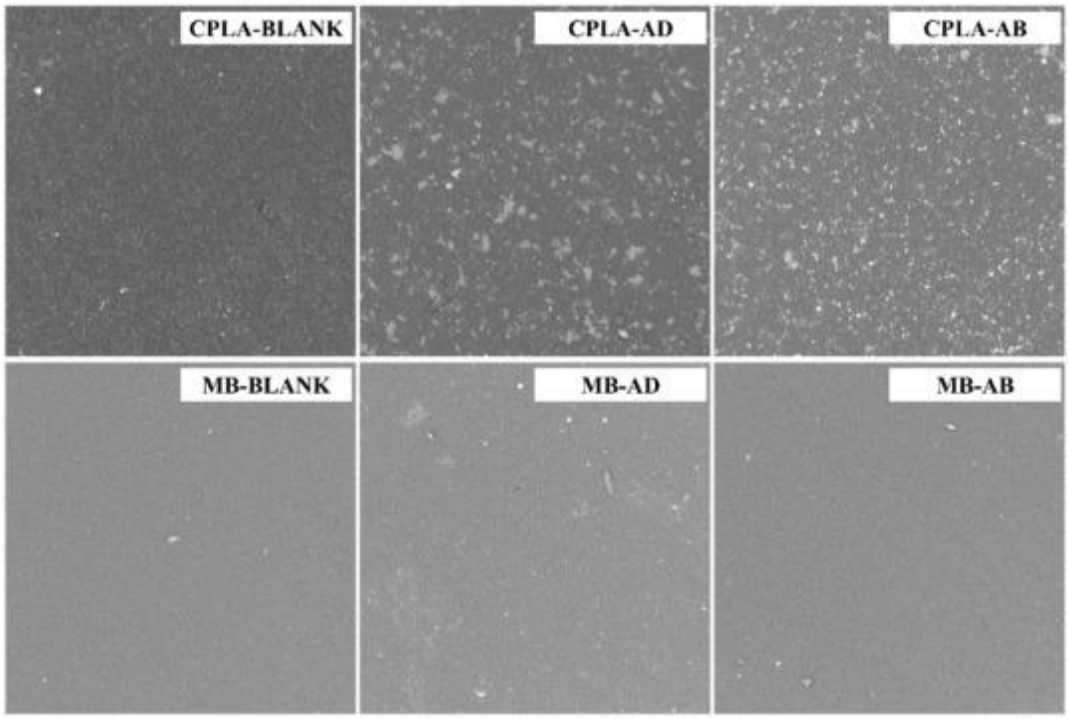


Fig. 5. Micrographies SEM des bioplastiques CPLA et MB avant traitement (BLANK), après cinq semaines de digestion anaérobie (AD) et après dégradation abiotique à pH 6 (AB).
L'analyse par spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDX) a confirmé que les trois échantillons de CPLA présentaient la même composition élémentaire. Cela indique l'absence de sites d'adsorption et, par conséquent, aucune modification morphologique substantielle du matériau. De même, pour les échantillons de MB, aucun changement morphologique de surface évident n'a été observé, et l'analyse EDX n'a révélé aucune variation de la composition élémentaire par rapport au MB non traité. Cela confirme la conclusion selon laquelle les traitements n'ont pas altéré l'intégrité chimique ou structurelle du bioplastique MB.

3.3 . Tests de phytotoxicité

3.3.1 . Tests sur Mater-Bi

L'analyse des paramètres agronomiques en réponse aux différents mélanges d'irrigation de l'expérience de phase I révèle que, en général, le digestat du réacteur A (0 % MB) a montré une performance supérieure par rapport aux autres mélanges d'irrigation. Les plantes irriguées avec le digestat du réacteur A (0 % MB) ont montré un bon développement, avec des longueurs de plantes allant jusqu'à 37,0 cm et des valeurs de biomasse sèche atteignant 0,50 g. Les résultats obtenus en irriguant les plants de brocoli avec le digestat du réacteur B (2 % MB) étaient similaires au témoin (irrigation avec une solution de nitrate d'ammonium), avec des longueurs d'environ 33,6 cm et une biomasse également jusqu'à 0,50 g. À l'inverse, les plantes irriguées avec un mélange d'eau et de digestat provenant de réacteurs contenant une teneur en bioplastique plus élevée ont montré des performances légèrement inférieures, bien que dans certains cas (par exemple, D25:75) des plantes individuelles aient atteint des longueurs de 35,3 cm et une biomasse de 0,50 g, indiquant une grande variabilité.

Dans la deuxième phase de l'expérience, les plantes traitées avec le digestat du réacteur B (2 %), irrigué avec un mélange d'eau et de digestat contenant un faible pourcentage de Mater-Bi, ont

montré de meilleures performances, avec des longueurs de plantes allant jusqu'à 27,5 cm et une biomasse atteignant 0,59 g. À mesure que la concentration de bioplastiques augmentait, les effets sur les paramètres agronomiques sont devenus plus prononcés, avec une longueur moyenne de plante d'environ 25,7 cm et une biomasse sèche d'environ 0,39 g (voir Fig. 6). Ces résultats confirment une tendance négative dans le développement des plantes avec l'augmentation de la teneur en bioplastique dans le digestat.

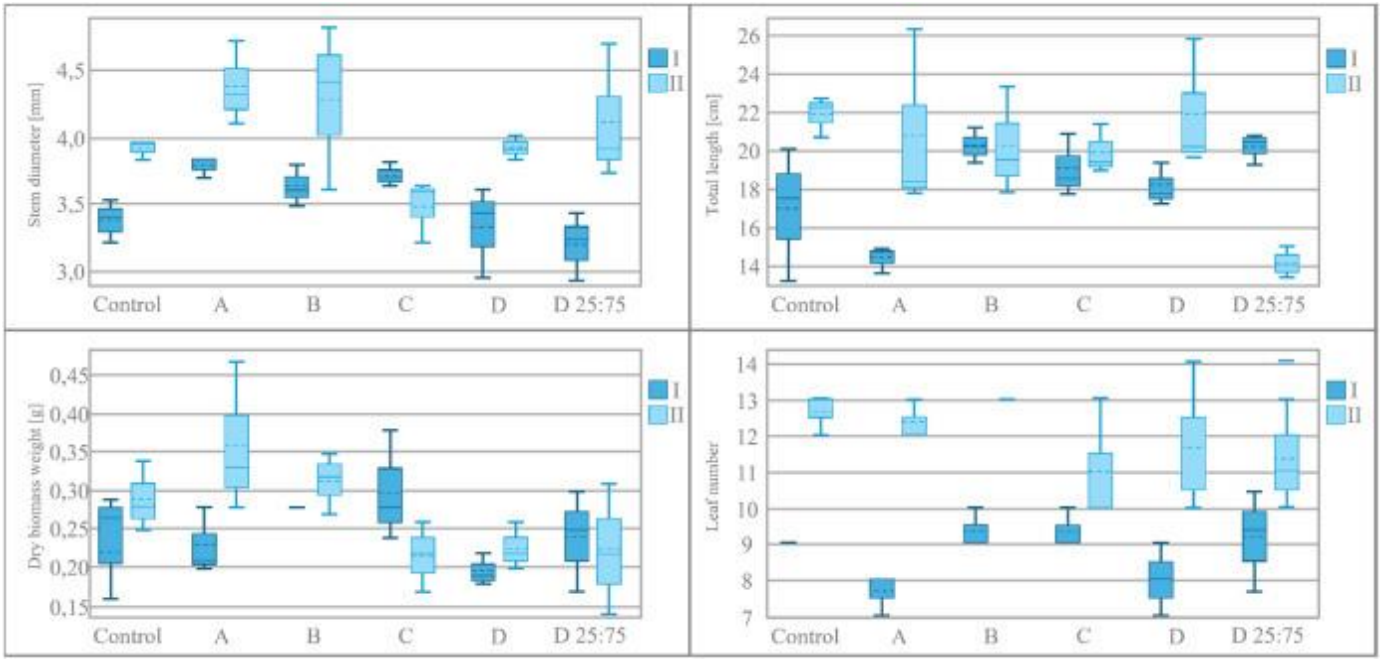


Fig. 6. Évaluation de la phytotoxicité du Mater-Bi : l'effet des différents types de traitement a été observé sur la hauteur, le diamètre, le poids de la biomasse sèche et le nombre de feuilles des plantes à la fin de chaque phase. Dans les boîtes à moustaches, la ligne continue indique la médiane, la ligne pointillée représente la valeur moyenne, les moustaches indiquent la variation des données entre les valeurs minimale et maximale, et la boîte s'étend entre le premier et le troisième quartile.

Les résultats de l'analyse statistique (Matériel supplémentaire Tableau S5), qui visaient à déterminer si le traitement influençait les paramètres observés ou si les différences entre les deux groupes étaient aléatoires, ont indiqué que l'effet hautement significatif de la phase sur la longueur totale ($p < 0,001$) pourrait refléter des différences entre les deux groupes de plantes utilisées dans les expériences (provenant de lots différents).
Cependant, aucune différence de ce type n'a été trouvée pour d'autres paramètres, tels que le diamètre, le poids de la biomasse sèche ou le nombre de feuilles. Le type de traitement appliqué, lié à la teneur différente en bioplastique du digestat utilisé pour l'irrigation, semble affecter significativement à la fois la biomasse ($p < 0,05$) et le nombre de feuilles ($p < 0,05$). L'interaction entre la phase et le pot n'était significative que pour le nombre de feuilles ($p < 0,05$).

3.3.2 . Tests sur CPLA

De la même manière que pour le MB, des tests de phytotoxicité ont été réalisés sur deux cultures de Brassica oleracea, en utilisant le digestat issu des expériences utilisant le CPLA, et plus précisément sur la variété Botrytis cymosa, très similaire à celle utilisée lors des expériences

précédentes. Une réponse globalement positive aux traitements a été observée durant la première phase par rapport au pot témoin, avec des paramètres de croissance incluant des longueurs de 13,7 à 21,2 cm, une épaisseur de tige de 2,94 à 3,84 mm et 7 à 10 feuilles par plante (voir Fig. 7).

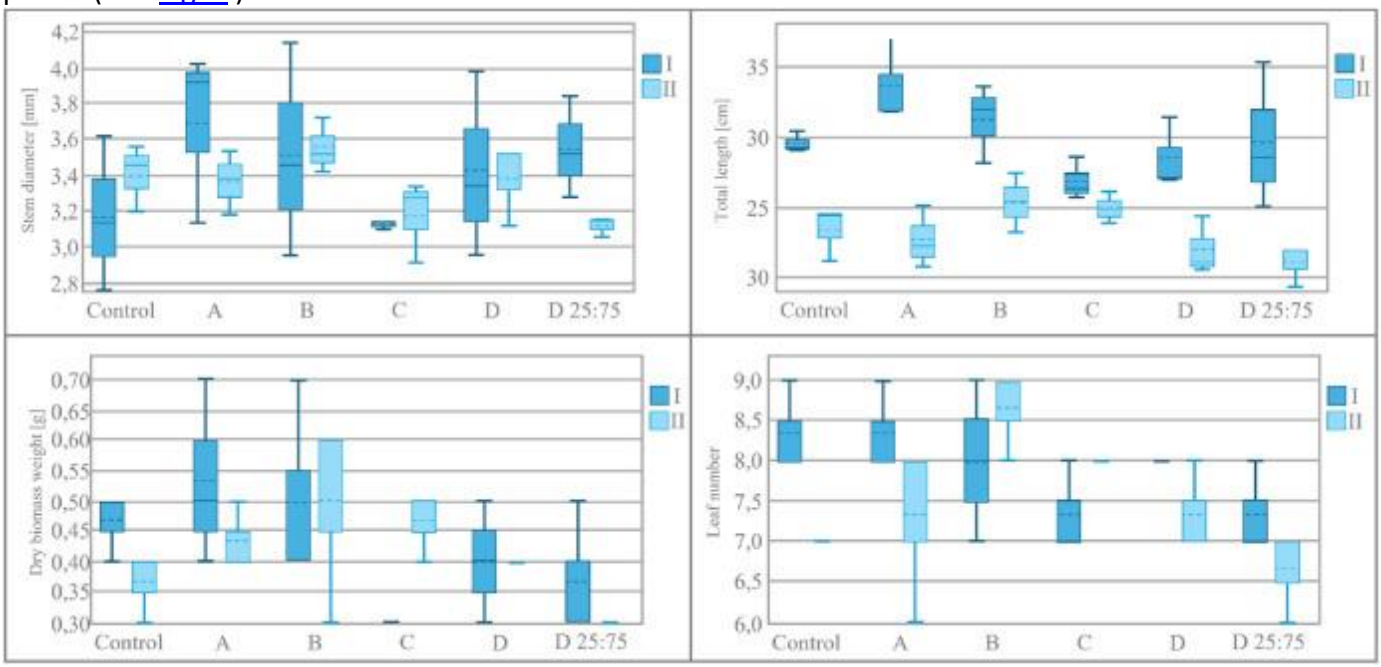


Fig. 7. Évaluation de la phytotoxicité du CPLA : l'effet des différents types de traitement a été observé sur la hauteur, le diamètre, le poids de la biomasse sèche et le nombre de feuilles des plantes à la fin de chaque phase. Dans les boîtes à moustaches, la ligne continue indique la médiane, la ligne pointillée représente la valeur moyenne, les moustaches indiquent la variation des données entre les valeurs minimale et maximale, et la boîte s'étend entre le premier et le troisième quartile.

Au cours de la deuxième phase expérimentale, caractérisée par une charge plus élevée et un temps de séjour hydraulique réduit du processus de digestion anaérobie, les plantes ont montré des performances légèrement inférieures lorsqu'elles étaient irriguées avec le digestat du réacteur alimenté avec 4 % de bioplastiques (pot C), ainsi qu'en utilisant un mélange d'irrigation hautement dilué (pot D25:75), tandis que les pots A et B ont maintenu une croissance supérieure avec des longueurs allant jusqu'à 26,3 cm.

Les résultats de l'analyse ANOVA (tableau supplémentaire S6) indiquent que la phase (I, II) affecte significativement la longueur totale, le diamètre de la tige et le nombre de feuilles. Cependant, cela peut également refléter des différences entre les deux groupes de plantes utilisées dans les expériences (provenant de lots différents).

Le type de traitement (pot) influence significativement uniquement le diamètre de la tige, tandis que l'interaction entre la phase et le pot n'est significative que pour la longueur totale. Le poids de la biomasse sèche n'est significativement influencé par aucun des facteurs analysés.

Ces résultats sont cohérents avec la littérature existante évaluant les implications agronomiques des bioplastiques dans les processus de digestion anaérobie. Pangallo et al. (2023) ont rapporté que l'ajout de Mater-Bi® à la co-digestion anaérobie avait un impact minimal sur le rendement en méthane, mais entraînait une phytotoxicité accrue du digestat, comme le montre un indice

de germination réduit dans les tests de graines de cresson. De même, Shafana Farveen et al. (2025) ont constaté que le digestat issu de la digestion anaérobie du PHBH présentait des effets phytotoxiques sur le ray-grass anglais, malgré des rendements élevés en méthane et des performances stables du procédé. En revanche, Peng et al. (2024) n'ont pas évalué la phytotoxicité, mais ont démontré que les sacs en bioplastique PLA/PBAT présentaient une faible dégradabilité lors de la digestion mésophile et thermophile et laissaient des résidus visibles dans le digestat.
Les auteurs ont souligné les inquiétudes concernant la présence de films bioplastiques résiduels lorsque le digestat est utilisé pour l'épandage au sol. Bandini et al. (2020) ont évalué des composts dérivés de PLA et de bioplastiques à base d'amidon et ont effectué des tests de phytotoxicité sur des semences, rapportant l'indice de germination le plus faible dans les éluats de composts contenant du PLA. Bien que les matériaux soient commercialisés comme biodégradables, ces études indiquent collectivement que leur dégradation incomplète en conditions anaérobies (et aérobies) peut altérer la valeur agronomique du digestat ou du compost, notamment par le biais de fragments résiduels ou d'intermédiaires de dégradation.

4. Conclusions
Cette étude démontre que la combinaison de la digestion anaérobie semi-continue, de la dégradation abiotique et des tests de phytotoxicité permet de mieux comprendre l'impact des bioplastiques lors de la co-digestion des déchets solides municipaux et des boues épaissies. Les résultats montrent que, même à des concentrations réalistes, les deux bioplastiques affectent négativement la production de méthane et la qualité agronomique du digestat.

Au taux d'OLR le plus élevé testé (3 gVS/L·d), le réacteur avec 8 % de MB a enregistré un pic d'AGV (8 300 mg/L) et de rapport FOS/TAC (1,75) et une chute drastique du rendement en méthane en raison de l'acidification évidente. Le CPLA a maintenu la stabilité du procédé, bien que l'augmentation du rendement en méthane soit restée modeste (≤ 11,9 % en phase I ; ≤ 4,9 % en phase II).
Les tests de dégradabilité ont révélé une biodégradation anaérobie limitée : perte de masse de 23 % pour le MB et de 15 % pour le CPLA après six semaines. Pour le MB, la dégradation était principalement abiotique, notamment à pH 6 (perte de masse de 25,8 % en cinq semaines), ce qui soulève des inquiétudes quant à la formation de microplastiques. Le digestat de Mater-Bi a eu un effet négatif sur la croissance des plantes à des concentrations plus élevées, tandis que le digestat de CPLA a montré des effets neutres même à des niveaux élevés, indiquant une phytotoxicité plus faible.

Ces résultats soulignent la nécessité de : (i) identifier des biopolymères plus facilement biodégradables, (ii) améliorer les stratégies de gestion post-consommation, (iii) optimiser les conditions de digestion anaérobie pour maintenir la stabilité du processus et l'efficacité de la biodégradation en présence de concentrations élevées de bioplastiques, et (iv) éventuellement filtrer le digestat avant son application aux sols agricoles.

Déclaration de contribution d'auteur CRediT
Mariastella Ferreri : Rédaction – relecture et édition, Rédaction – version originale, Méthodologie, Investigation, Conservation des données. **Altea Pedullà :** Méthodologie, Investigation, Conservation des données. **Paolo S. Calabrò :** Rédaction – relecture et édition, Rédaction – version originale, Validation, Supervision, Méthodologie.

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.

Remerciements
Cette recherche n’a reçu aucune subvention spécifique de la part d’organismes de financement des secteurs public, commercial ou à but non lucratif.
Lors de la préparation de ce travail, les auteurs ont utilisé l'IA générative et des technologies assistées par l'IA, notamment le logiciel Grammarly et le service en ligne ChatGPT, afin d'améliorer la lisibilité et la qualité linguistique de l'ouvrage. Après utilisation de ces technologies,
outils, les auteurs ont révisé et édité le contenu selon les besoins et assument l'entière responsabilité du contenu de la publication.