

# ➤ HELIOSPIR – 25/06/2025

Prédiction du carbone minéralisable au sol ( $C_{\min 91}$ ) des digestats de méthanisation grâce à la SPIR

Jessica DO SOUTO SOEIRO – INRAE (LBE)

Eric LATRILLE – INRAE (LBE)

Virginie ROSSARD – INRAE (LBE)

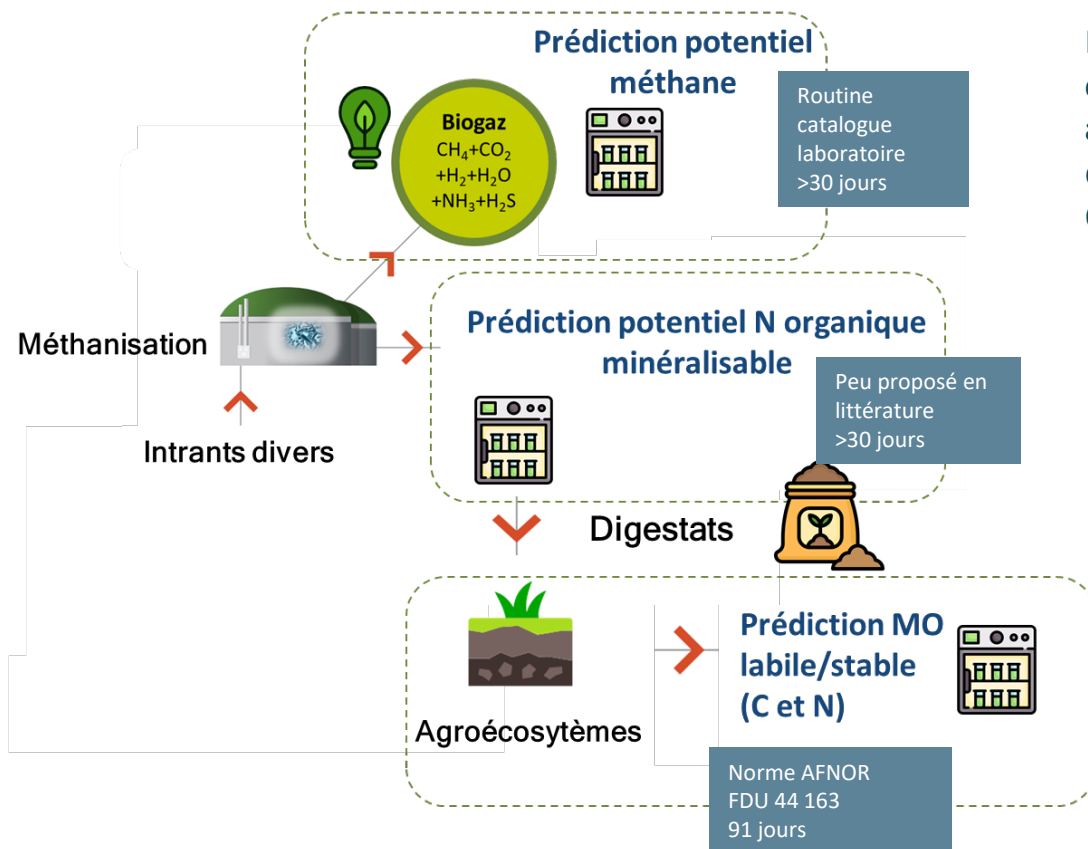
Bastien ZENNARO – INRAE (METYS)

Julie JIMENEZ – INRAE (LBE)

# ➤ CONTEXTE ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

# ➤ CONTEXTE ET OBJECTIFS DE L'ETUDE

## Le projet METHASOLCN (3BCar 2024-2025)



MO = Matière organique

C = Carbone

N = Azote

Méthanisation des résidus organiques : **double enjeu de transition énergétique et agroécologique**, avec production de méthane et digestats,

Optimisation = **permettre durabilité du procédé**

Indicateurs existants  
Méthodes longues et coûteuses

Méthodes de caractérisation rapide et fine de la  
matière organique



Dispositif BÜCHI : SPIR

**FOCUS** sur la **prédiction du potentiel de minéralisation du carbone organique au sol ( $C_{\min 91}$ ) sur les digestats grâce à la SPIR**

INRAE

HélioSPIR – Prédiction du potentiel de minéralisation du carbone au sol ( $C_{\min 91}$ ) des digestats de méthanisation grâce à la SPIR

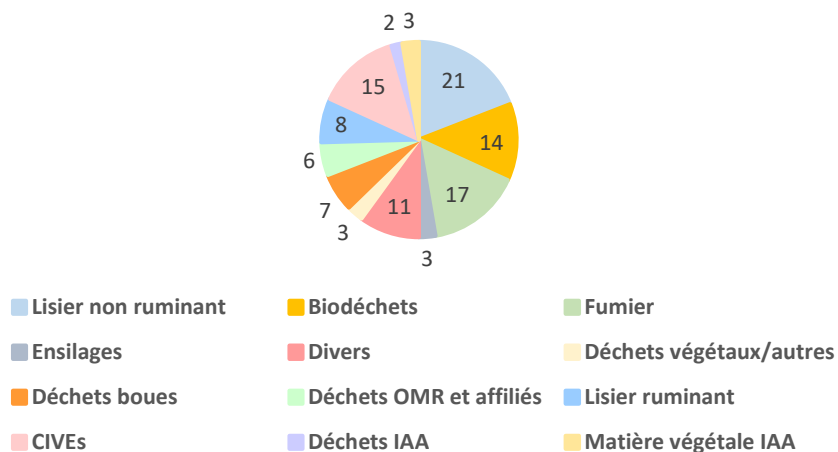
25/06/2025 – Jessica DO SOUTO SOEIRO et al.

# ➤ MATERIELS ET METHODES

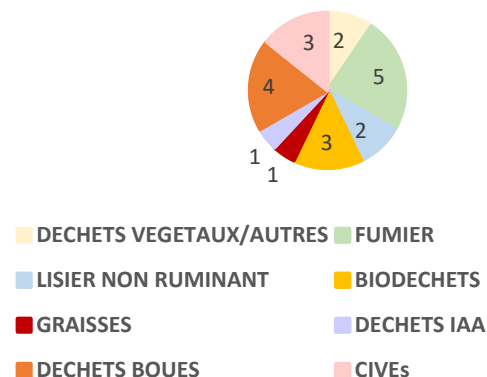
# ➤ MATERIELS ET METHODES

Echantillons utilisés pour la construction d'un modèle de prédiction pour le potentiel de minéralisation du carbone au sol ( $C_{\min 91}$ ) de digestats de méthanisation

Répartition des digestats utilisés dans le jeu de calibration selon la catégorie d'intrant principal



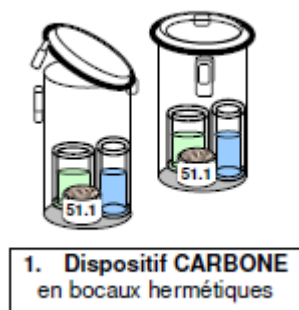
Répartition des digestats utilisés dans le jeu de validation externe selon la catégorie d'intrant principal



Au total, **131 digestats** (liquides, solides, composts, bruts) utilisés pour cette étude dont **110 en calibration** et **21 en validation externe**.

# ➤ MATERIELS ET METHODES

Protocole de mesure du potentiel de minéralisation du carbone au sol ( $C_{min91}$ ) en laboratoire (**Norme AFNOR FD U44-163**)<sup>[1]</sup>



Capsule contenant : le « sol seul » ou le « sol + produit » ou le « sol + standard » + l'eau ajoutée pour rapporter le sol à l'humidité souhaitée (pF 2.5)



Pilulier d'eau pour maintenir en partie l'humidité

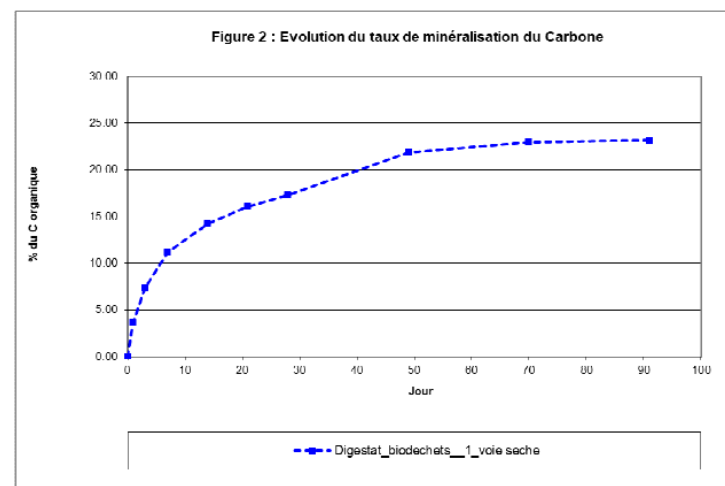


Pilulier de soude pour piéger le CO<sub>2</sub> dégagé



Joint caoutchouc pour fermer hermétiquement les bocaux de carbone

**Schéma du dispositif permettant d'obtenir les mesures du potentiel de minéralisation  $C_{min91}$**



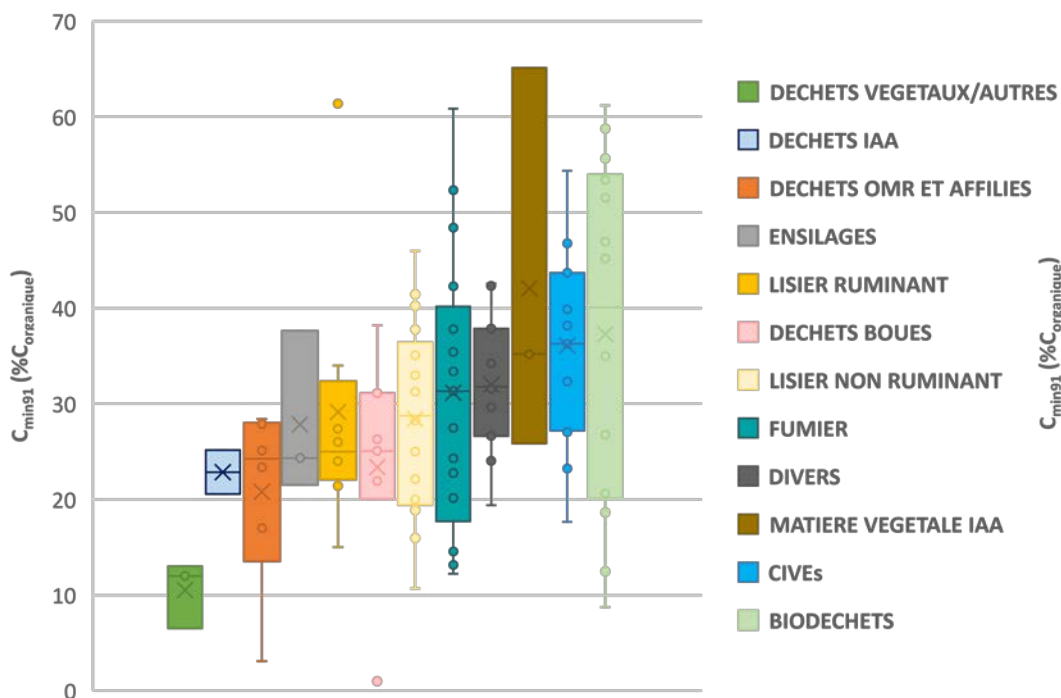
**Graphique montrant l'évolution du taux de minéralisation du carbone organique en CO<sub>2</sub> pour un digestat**

[1] Norme AFNOR FD U44-163 février 2018 – Amendements organiques et supports de culture – Caractérisation de la matière organique par la minéralisation potentielle du carbone et de l'azote

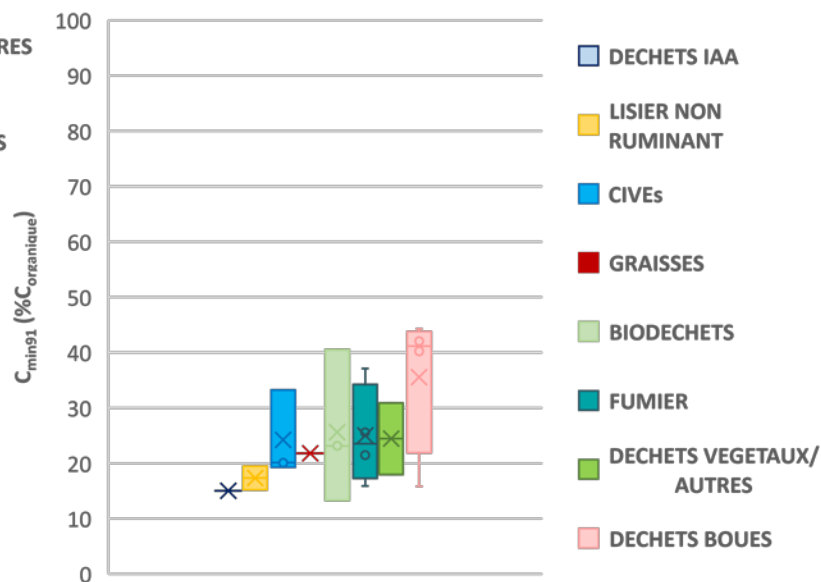
# ➤ MATERIELS ET METHODES

Gamme de la variable à prédire dans les jeux de calibration et de validation externe

Répartition des valeurs de  $C_{min91}$  dans le jeu de calibration selon la catégorie d'intrant principal



Répartition des valeurs de  $C_{min91}$  dans le jeu de validation externe selon la catégorie d'intrant principal



# ➤ MATERIELS ET METHODES

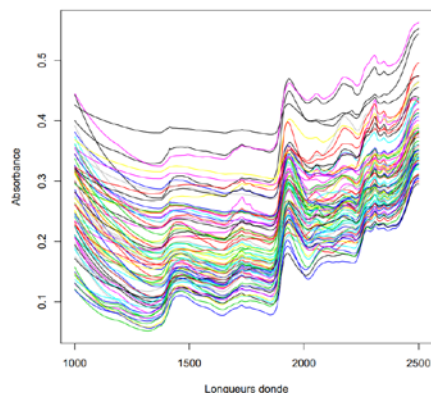
## Procédure d'obtention des spectres

Echantillons  
lyophilisés et  
broyés à 1  
mm



*Spectrophotomètre  
proche infra-rouge  
BÜCHI  
Mode réflectance  
4000 à 10000 cm<sup>-1</sup>*

Sortie de spectres



ChemFlow



INRAE

HélioSPIR – Prédiction du potentiel de minéralisation du carbone au sol (C<sub>min91</sub>) des digestats de méthanisation grâce à la SPIR

25/06/2025 – Jessica DO SOUTO SOEIRO et al.

# > MATERIELS ET METHODES

Méthodologie de construction de modèle

**Visualisation des effets sur les spectres dus à la diffusion de la lumière**



**Application de prétraitements pour corriger  
ses effets sur les spectres**



**Régression sur le jeu de calibration**



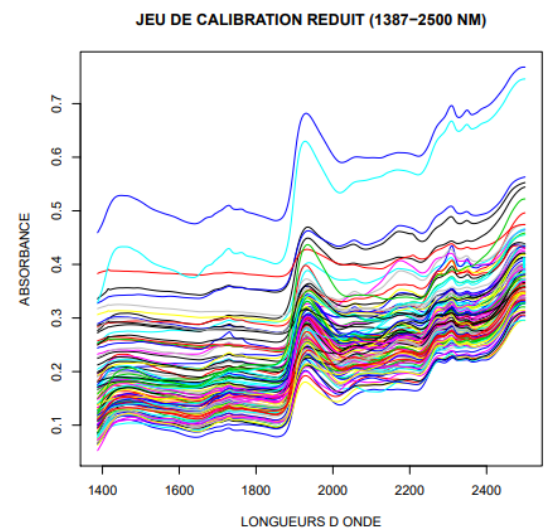
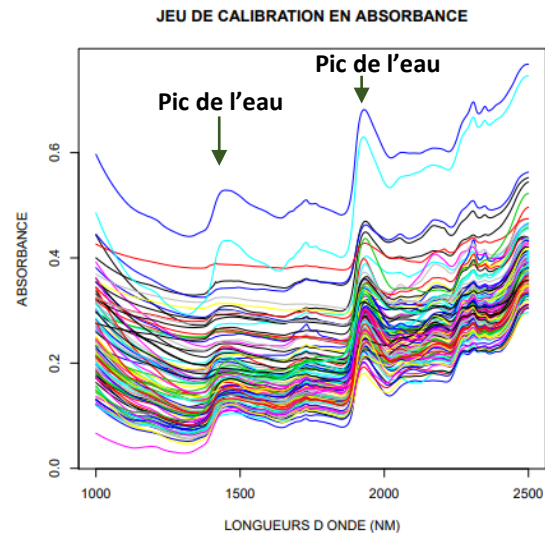
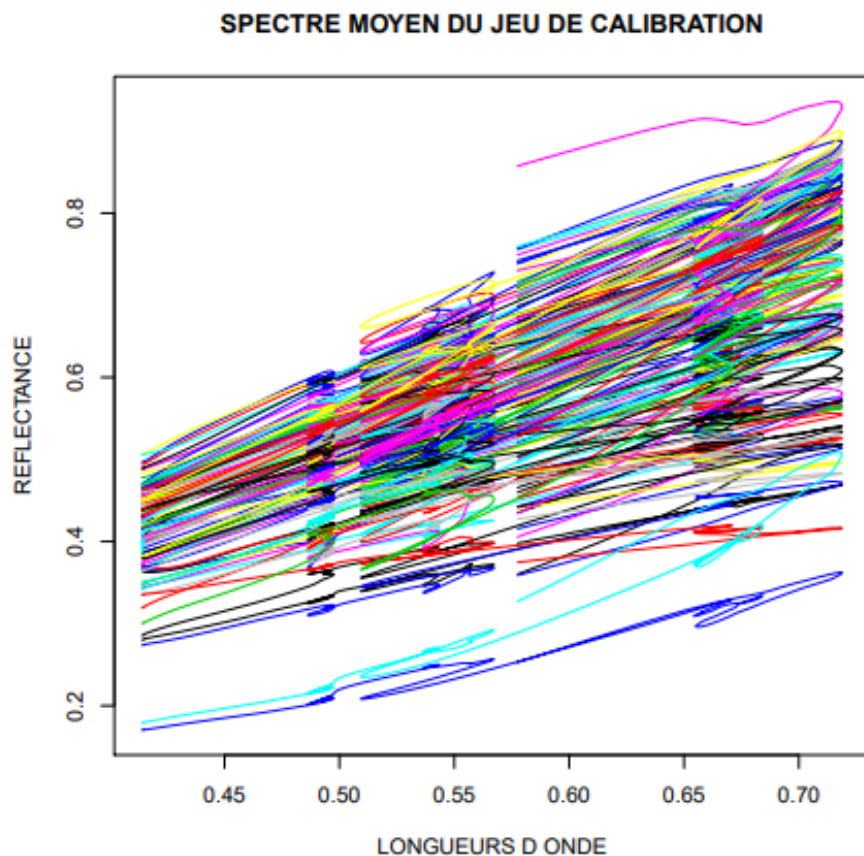
**Application du modèle calibré sur le jeu de validation externe**



# ➤ RESULTATS

# ➤ RESULTATS

## Spectres du jeu de calibration

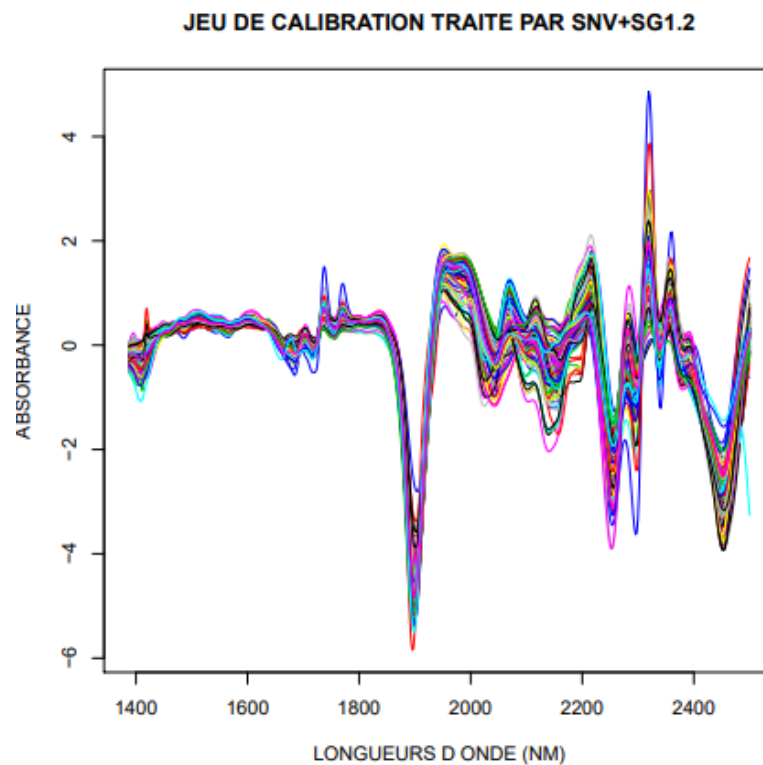


# ➤ RESULTATS

Prétraitement : SAVITSKY-GOLAY + SNV

[2]PARAMETRES SAVITSKY-GOLAY :

- Dérivée 1
- Fenêtre 13
- Degré de polynôme 2



[2] <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2022.115393>

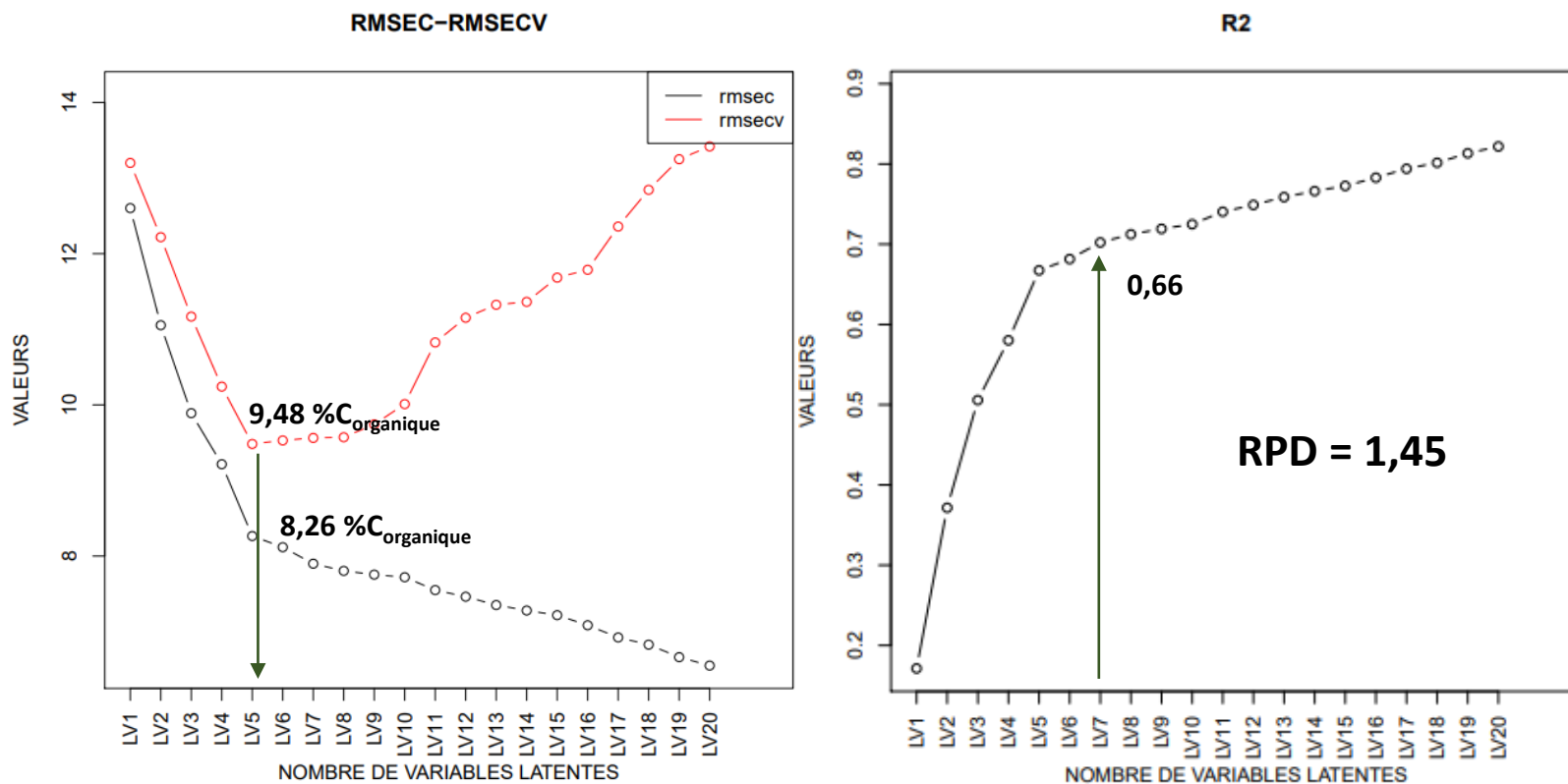
INRAE

HélioSPIR – Prédiction du potentiel de minéralisation du carbone au sol ( $C_{min91}$ ) des digestats de méthanisation grâce à la SPIR

25/06/2025 – Jessica DO SOUTO SOEIRO et al.

# ➤ RESULTATS

## PLSR sur le jeu de calibration et en cross-validation



*RPD = ratio performance/déviati n du modèle en utilisant l'écart-type*

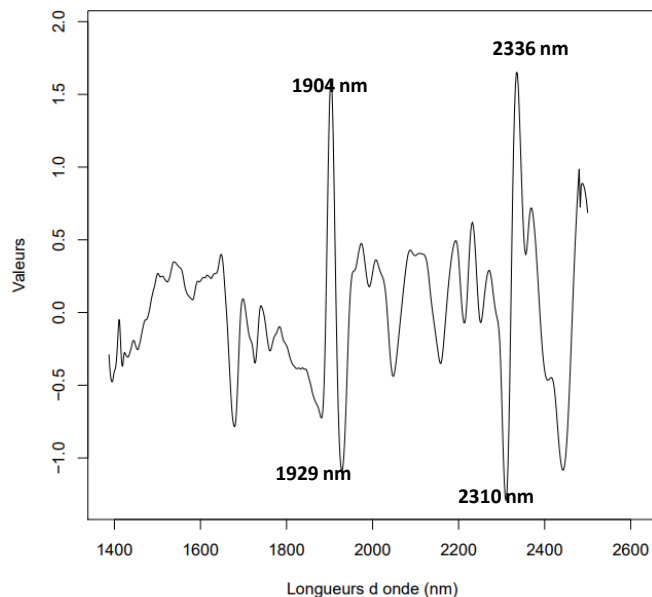
### PARAMETRES DE REGRESSION :

- Type de cross-validation : random k-folds
- Nombre de blocs : 13
- Nombre de répétitions : 4
- Algorithme : NIPALS
- 5 variables latentes

# ➤ RESULTATS

## PLSR sur le jeu de calibration et cross-validation

Coefficients-b du modele de calibration pour 5 variables latentes



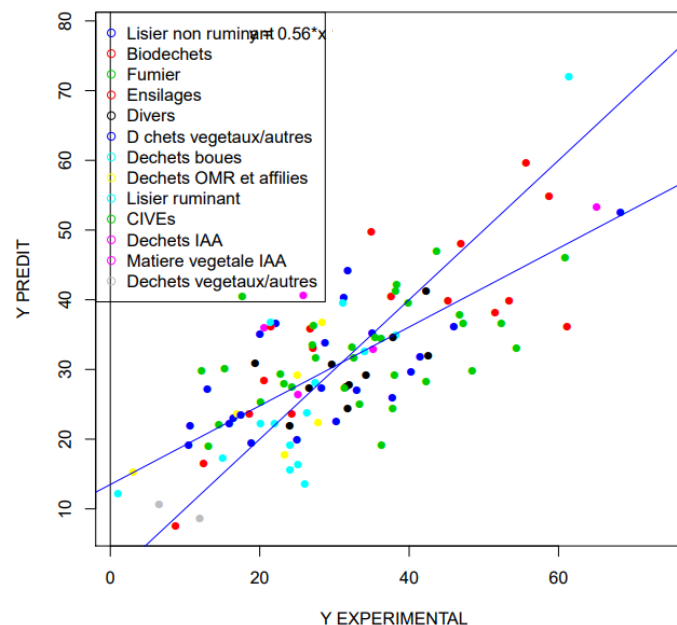
- **Autour de 1900 nm** : pic de l'eau,
- **2000-2500 nm** : associées à de la matière organique complexe (protéines, lignines, lipides).

[3] doi:10.1016/j.trac.2010.05.006

[4] Nawouar et al. (2017)

INRAE

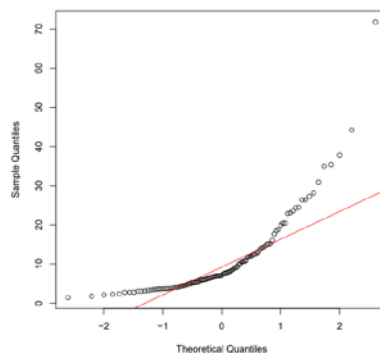
Y EXPERIMENTAL VS Y PREDIT



Bissectrice

Droite d'équation :  
 $y = 0,56x + 13,49$   
 $R^2 = 0,53$

Normal Q-Q Plot

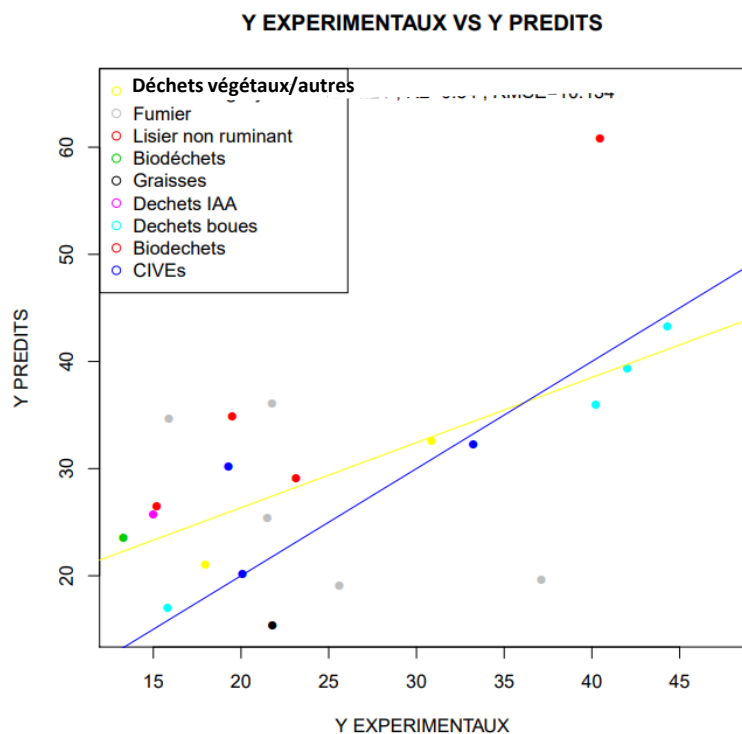


**RPIQ = 0,96**

*RPIQ = ratio performance/déviation du modèle en utilisant les quartiles*

# ➤ RESULTATS

Test du modèle de calibration sur le jeu de validation externe



**RMSEP = 10,13 %C<sub>organique</sub>**

**R<sup>2</sup> = 0,34**

**RPD = 1**

**RPIQ = 1,50**

Bissectrice

Droite d'équation :  $y = 0,61x + 14,21$  et  $R^2 = 0,34$

SEL (Standard Error of Laboratory) = 6,49 %C<sub>organique</sub>

*RPD = ration performance/déviatiion du modèle*

## ➤ CONCLUSION ET PERSPECTIVES

# ➤ CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

## CONCLUSIONS

- Large gamme de digestats provenant de divers intrants,
- Gamme de  $C_{\min 91}$  large :  $1,1 \%C_{\text{organique}} < C_{\min 91\_calibration} < 68,27 \%C_{\text{organique}}$  et  $13,3 \%C_{\text{organique}} < C_{\min 91\_validation} < 44,28 \%C_{\text{organique}}$
- Quelques modèles existants<sup>[3]</sup> sur la prédiction de cette variable mais ce modèle est le premier concernant seulement les digestats,
- Modèle choisi : pré-traitements **SG dérivée 1/polynôme 2 + SNV**, **RMSEC=8,26  $\%C_{\text{organique}}$** , **RMSECV = 9,48  $\%C_{\text{organique}}$**  et **RMSEP = 10,13  $\%C_{\text{organique}}$**  (**SEL = 6,49  $\%C_{\text{organique}}$** )

## PERSPECTIVES

- Tester des méthodes de régression non linéaire comme Random Forest,
- Décliner cette méthode à la prédiction de l'azote minéralisable au sol ( $N_{\min 91}$ ).

[3] <https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2010.09.036>

➤ MERCI POUR VOTRE ATTENTION