

## Conduite de Projet Innovant Juin 2021



*Photo de la Pisciculture du lycée de Bréhoulou, 2021 : François GUERRIER - Agrocampus Ouest -*

## Comment rendre valorisable les boues d'élevages aquacoles de manière écologique et durable ?

Commanditaires : Amélie TAGLIAFERRO & Samuel ORION

Enseignants référents : Marie LESUEUR, Hervé LE BRIS

**ASSO Martin, BORDES Alice, CRESTEL Damien, GRENIER Marine,  
MATHIEU Cécile, MONTPERRUS Louis, PIERROT Blanche, ROBIN Sylvère**

Les analyses et les conclusions de ce travail d'étudiant.e.s n'engagent que la responsabilité de ses auteur.e.s et non celle d'Agrocampus Ouest

Ce document est soumis aux conditions d'utilisation «Paternité - Pas d'Utilisation Commerciale - Pas de Modification 4.0 France» disponible en ligne <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.fr>



## **Remerciements :**

Nous souhaitons remercier Marie LESUEUR et Hervé LE BRIS pour nous avoir apporté l'encadrement et le soutien nécessaire à la réalisation de ce projet. Nous remercions également Amélie TAGLIAFERRO et Samuel ORION pour leur accueil sur le site de Bréhoulou et de leurs conseils tout au long du projet. Nous remercions François GUERRIER, qui a suivi une partie du groupe lors du déplacement sur le site de Bréhoulou et de leurs expérimentations. Nous souhaitons remercier Yannick FAUVEL, membre de l'UMR SAS Agrocampus Ouest, qui nous a accueillis et permis de réaliser certaines expériences en apportant son expertise. Nous remercions Thomas LE BERRE, membre de l'UMR ESE Agrocampus Ouest, pour son investissement lors de nos expérimentations. Nous remercions également Matthieu GAUMÉ, membre de la pisciculture expérimentale de l'INRAE des Monts d'Arrée, pour nous avoir échangé avec nous et pour les documents fournis. Enfin, nous souhaitons remercier les étudiants en BTS Aquacole de Bréhoulou pour leur investissement dans le projet et leur travail en collaboration avec le nôtre.

## **Sommaire**

Introduction	2
I. Les systèmes en circuit recirculé et l'élevage de la truite	3
I.A. Les systèmes en circuit recirculé et le circuit recirculé de Bréhoulou	3
I.B. Digestion chez la truite	5
II. Comment caractériser physiquement et chimiquement les boues d'élevage aquacole ?	7
II.A. Prélèvement des boues d'élevage	7
II.B. Caractérisation physique des boues	7
II.B.a. Choix des paramètres à suivre	7
II.B.b. Mise en oeuvre	8
II.B.c. Résultats et interprétation	9
II.C. Caractérisation chimique des boues	11
II.C.a. Composition des boues d'élevage	11
II.C.b. Mise en oeuvre	12
II.C.c. Résultats et interprétation	12
III. Comment rendre pelletables les boues d'élevage ?	15
III. A. Comment rendre pelletables les boues d'élevage ?	15
III.A.a. Les différents systèmes de concentration des boues	15
III.A.b. La floculation	16
III. B. La floculation	18
III.B.a. Mise en oeuvre	18
III.B.b. Résultats	19
III.B.c. Interprétations et conclusion	20
IV. Discussion et pistes d'amélioration du projet	21
Conclusion	22
Bibliographie et sitographie	23
Annexes	25

## Table des figures :

Figure 1 : Système d'aquaculture en eau recirculée mis en place par les BTS aquaculture du lycée de Bréhoulou	3
Figure 2 : : Schéma des viscères (A) et du tube digestif (B) de la truite arc-en-ciel (KAMALAN J, MANCHI, et KAUSHIK 2020).	4
Figure 3 : Proportions moyennes de N et P retenues et rejetées sous formes solides et dissoutes chez la truite arc-en-ciel (d'après Boujard 2002,(ROQUE D'ORBCASTEL 2008))	9
Figure 4 : Photo des différents flocculants utilisés lors du projet (source personnelle)	15
Figure 5 : Photo de l'expérience de floculation réalisée (source personnelle)	16
Figure 6 : Boîtes à moustache illustrant les variations de volumes apparents selon les flocculants utilisés(gauche) et boîtes à moustache illustrant les résultats du test du sac pour chaque flocculant (droite)	17

## Table des tableaux :

Tableau 1 : Principales caractéristiques des boues d'élevages au cours des 2 périodes d'analyses	8
Tableau 2 : Comparaison du taux de matière organique au sein de la matière sèche des différents effluents d'élevages	9
Tableau 3 : Comparaison des pourcentages de matière sèche (Lamotte, 1992)	12
Tableau 4 : Synthèse des recherches réalisées concernant les systèmes de récupération des boues	15
Tableau 5 : Synthèse des réactifs "verts" alternatifs aux réactifs coagulants-flocculants conventionnels (BAUDIN et al. 2014)	16

## **Introduction**

Les élevages aquacoles se développent de plus en plus en cherchant à favoriser les économies d'énergie et d'eau. Dans cette optique, le système en eau recirculé (RAS pour Recirculating Aquaculture System) a été adopté par de nombreux aquaculteurs. Ce système permet de limiter les apports en eau neuve en valorisant la majorité des produits sortants. L'eau réinjectée dans le système subit différents traitements afin de respecter la qualité nécessaire à l'élevage de poissons. Ce genre de dispositif est étudié par les étudiants de 1<sup>ère</sup> année de BTS de l'Établissement public et professionnel aquacole et agricole de Bréhoulou. C'est notamment dans le cadre d'un projet étudiant que les élèves de BTS ont mis sur pied leur système RAS pour un élevage de truites arc-en-ciel. Il recycle l'eau à hauteur de 90%, le restant étant de l'eau neuve apportée au système afin de compenser les fuites et l'évaporation d'eau. Lors de la mise en place de cette expérimentation, les étudiants se sont penchés sur le problème de la valorisation des boues d'élevage sortant du circuit en vue d'un usage agronomique (épandage). De ce fait, une filtration mécanique est appliquée pour séparer et retirer les boues du circuit. Cependant, la composition exacte des boues d'élevage sortantes est inconnue et celles-ci sont encore trop aqueuses. En effet, il faut suivre un protocole sanitaire strict afin d'épandre des boues d'élevage : celles-ci doivent présenter un pourcentage d'eau relativement faible pour faciliter la manipulation et éviter des problèmes de lessivage lors de l'épandage. De plus, l'épandage des boues nécessite de connaître au préalable la teneur de certains éléments comme le phosphore et l'azote pour déterminer à la fois leurs potentiels de valorisation mais aussi pour respecter les contraintes réglementaires liées à l'épandage.

Dans le cadre du projet MEDUSA (Modèle Expérimental sur la Durabilité des Systèmes Aquacoles) les étudiants de BTS de l'Établissement de Bréhoulou ont proposé un projet aux étudiants ingénieurs de la spécialité Sciences Halieutiques et Aquacoles de l'Institut Agro - Agrocampus Ouest. Deux objectifs ont donc été identifiés : Comment caractériser physiquement et chimiquement les boues d'élevages aquacoles sortant du système RAS ? Si après analyse, il est possible de les épandre, comment les rendre pelletables ? En effet, l'épandage de masses d'eau peu chargées entraînerait des problèmes de lessivage et des coûts de transports excessifs. De plus, dans un souci écologique, il a été décidé de travailler sur des solutions les plus naturelles et low tech possibles, applicables à l'échelle de n'importe quelle entreprise d'aquaculture. Ainsi, la problématique globale de ce projet est de rendre pelletables les boues d'élevage aquacoles de manière écologique et durable, ainsi que de mesurer leur intérêt agronomique par caractérisation chimique.

## **I. Les systèmes en circuit recirculé et l'élevage de la truite**

Cette première partie se focalise sur les éléments du modèle étudié : le système en circuit recirculé et l'élevage de truite arc-en-ciel et plus particulièrement son alimentation. Il s'agit des éléments majeurs constituant le système de base du projet de valorisation des boues. Une bonne compréhension de celui-ci est nécessaire pour la réalisation du projet.

### **I.A. Les systèmes en circuit recirculé et le circuit recirculé de Bréhoulou**

Les circuits recirculés, ou RAS pour Recirculating Aquaculture System, sont des systèmes d'élevage aquacole permettant de limiter les apports en eau neuve. Il s'agit d'un circuit fermé d'eau reposant sur 2 systèmes de filtration : une filtration mécanique et une filtration biologique. Cette technique permet de limiter très fortement les apports d'eau neuve dans le système, et donc de réaliser d'importantes économies d'eau. En parallèle du circuit principal, un circuit annexe permet de traiter les effluents d'élevage. Celui-ci comprend une deuxième filtration mécanique. Cette nouvelle filtration mécanique permet de sortir les boues du système. Ce sont ces boues qui seront au cœur de notre projet et que nous chercherons à rendre pelletables et ainsi valorisables. L'eau épurée de ces boues est filtrée de nouveau par une dénitrification (filtration biologique) avant de retourner dans le circuit principal (TOCQUEVILLE et al. 2019).

Le système expérimental en eau recirculée du lycée de Bréhoulou est constitué de 4 bassins de truites arc-en-ciel au même stade de croissance. Chaque bassin est connecté à un oxygénateur et à un distributeur d'alimentation automatique géré par ordinateur, permettant un ajustement précis de la ration en fonction des objectifs de croissance. Dans chaque bassin, un tuyau apporte l'eau neuve mélangée à l'eau recyclée, tandis que l'eau des bassins repart par un autre tuyau pour la transporter jusqu'au système de filtration. Ce système de filtration peut être décomposé en 3 étapes. Premièrement, l'eau chargée passe à travers un filtre à tambour. Cette filtration mécanique permet de récupérer la majeure partie des particules solides. Deuxièmement, l'eau subit une filtration biologique en circulant sur un substrat sur lequel sont fixées des bactéries dénitrifiantes. Enfin, la dernière étape consiste en l'ajout d'eau neuve avant une stérilisation UV, puis une réoxygénation et le dégazage dans des colonnes alimentant les bassins en eau recirculée (Figure 1).

## 4 bassins d'élevage de truites arc-en-ciel avec :

### Pour chaque bassin

#### Distributeur d'aliment automatique piloté par ordi

(choix heure, durée, vitesse de distribution)

Aliment : Le Gouessant

- 6mm de diamètre

- spé pour circuit fermé (--> fécès denses)

- quantités calculées tous les jours pour chaque bassin (en fonction poids moyen, indice de conversion...)

#### Colonne de dégazage / réoxygénation

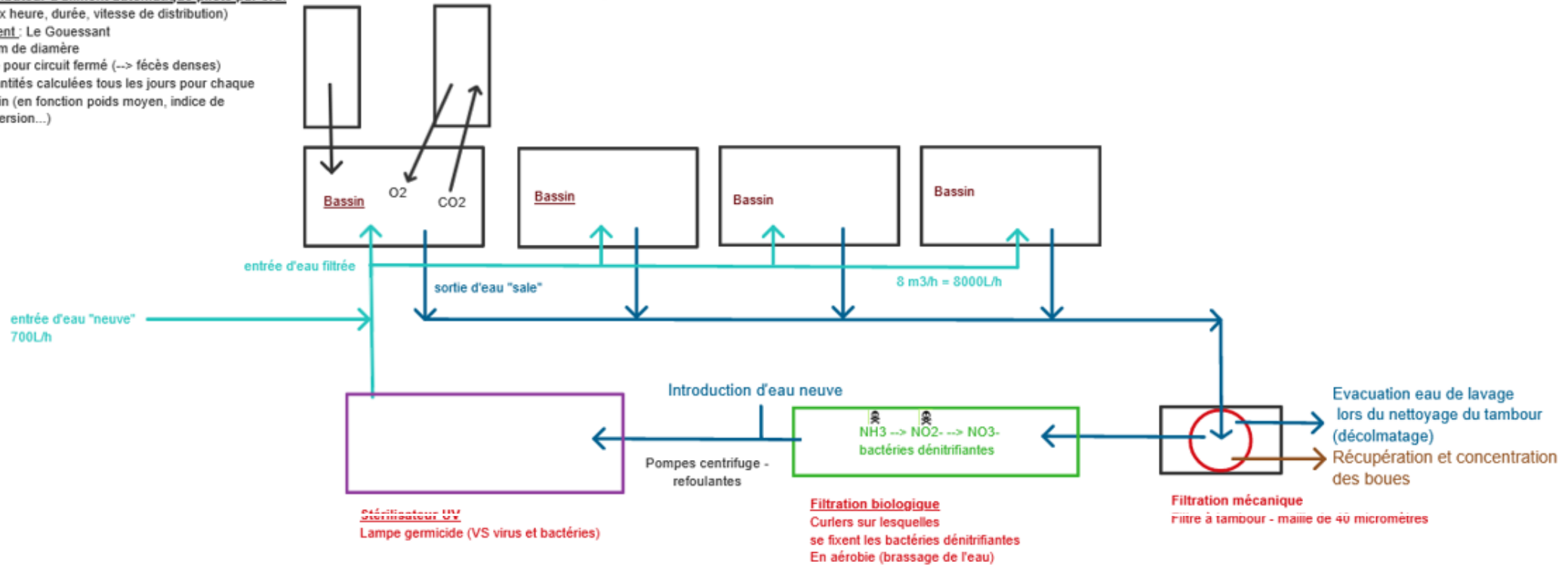


Figure 1 : Système d'aquaculture en eau recirculée mis en place par les BTS aquaculture du lycée de Bréhoulou (source personnelle).



## I.B. Digestion chez la truite

Les recherches bibliographiques suivantes nous ont permis de comprendre les principales étapes de digestion de la truite arc-en-ciel ainsi que la composition de l'aliment distribué aux truites par le lycée de Bréhoulou.

Tout d'abord, dans son habitat naturel, la truite arc-en-ciel possède un niveau trophique élevé. En effet, il se situe autour de 4 (FISHBASE s. d.). En effet, son alimentation va varier en fonction de son cycle de développement. Au stade larvaire, la truite se nourrit de zooplancton, puis d'insectes, de crustacés et de poissons au fur et à mesure de sa croissance (KAMALAN J, MANCHI, et KAUSHIK 2020). La truite est euryphage carnivore. En aquaculture, l'alimentation est donc le facteur principal de production de truites arc-en-ciel et représente le poste de dépense le plus important. Selon (KAMALAN J, MANCHI, et KAUSHIK 2020), le coût de l'alimentation en élevage de truite arc-en-ciel s'étend de 40 à 70 % du coût total de production. Ainsi, les caractéristiques de l'aliment distribué sont donc importantes au sein de ce type d'élevage. Ainsi dans un système RAS où l'on désire la formation de gros fèces restant compact au fond des bassins, cette alimentation est un point majeur.

Chez la truite arc-en-ciel, l'anatomie du tube digestif comprend un œsophage court et musclé, un estomac en forme de J (divisé en régions cardiaques, intermédiaires et pyloriques), des cæcums pyloriques et un intestin ((WEINREB et BILSTAD 1955) ; Figure 2).

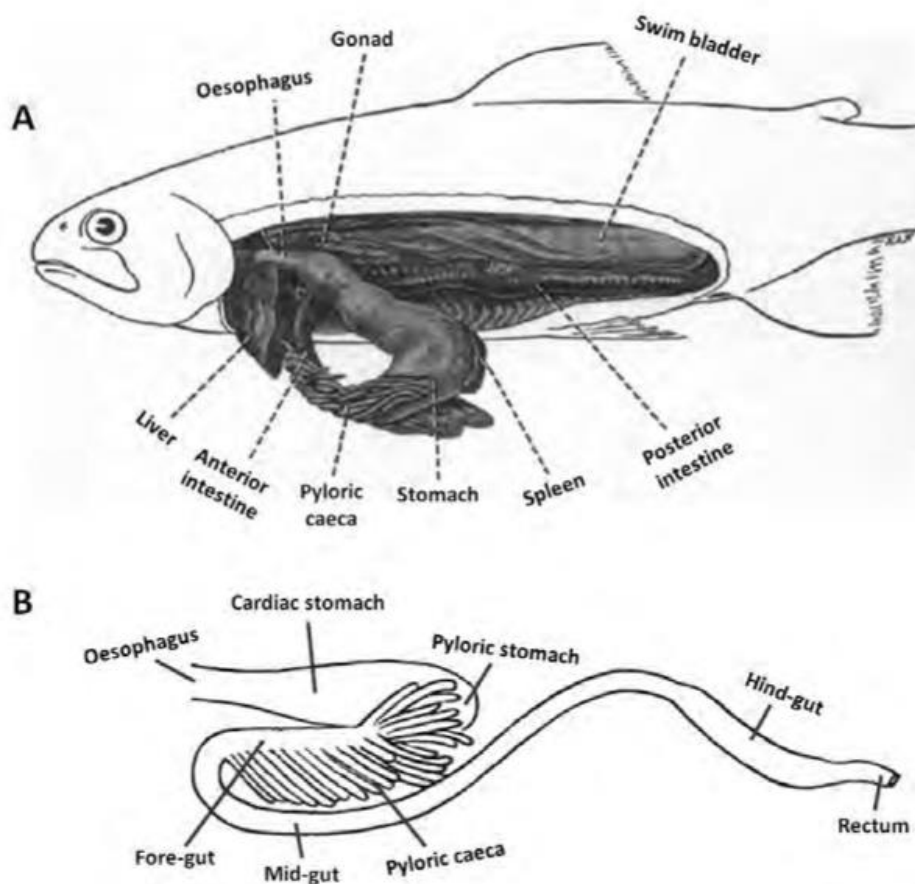


Figure 2 : Schéma des viscères (A) et du tube digestif (B) de la truite arc-en-ciel (KAMALAN J, MANCHI, et KAUSHIK 2020)

Pour comprendre la composition de la ration alimentaire, voici une description des 5 principales étapes intervenant dans la digestion de la truite arc-en-ciel qui sont : la phase stomacale, la sécrétion des enzymes pancréatiques, la sécrétion biliaire, la phase intestinale et l'absorption intestinale.

La première phase de digestion est la phase de digestion gastrique dont la durée est plus ou moins longue suivant plusieurs critères, tels l'âge du poisson ou la température des bassins (WINDELL et NORRIS 1969). Ainsi, l'activité de la lipase gastrique et de la pepsine, localisée dans la lumière de l'estomac, permet le début de la digestion des lipides et des protéines (MARTINEZ-LLORENS et al. 2021). De plus, la digestion provoque une cascade d'informations activant le processus de sécrétion pancréatique caractérisant la deuxième étape de la digestion. En effet, dans l'estomac, les lipides vont être hydrolysés et émulsifiés en diglycérides, monoglycérides et en acides gras libres. Ces derniers, en arrivant dans le duodénum, vont permettre l'activation du système de sécrétion pancréatique.

Cette sécrétion se fait grâce à des cellules pancréatiques exocrines acineuses qui se trouvent autour du foie de manière diffuse et dans le tissu adipeux qui entourent les caeca pyloriques (SAHLMANN et al. 2015). Ces cellules vont donc synthétiser des proenzymes permettant la digestion des protéines, des glucides et des acides nucléiques.

Ensuite, dans la lumière digestive, les sels biliaires vont activer la lipase pancréatique permettant l'émulsion des lipides qui vont s'assembler en chylomicrons. Ces derniers vont être absorbés au niveau des entérocytes (BOREY 2017). Lors de la phase intestinale, les protéines sont découpées en peptides, voire même en dipeptides selon la composition en acides aminés. Ces derniers vont ensuite rejoindre le cytosol des entérocytes. Dans l'intestin, les glucides sont aussi digérés. Cependant, la truite arc-en-ciel digère mal l'amidon lorsque celui-ci n'est pas transformé et la truite synthétise peu d'alpha-amylase (HIDALGO, UREA, et SANZ 1999).

Enfin, l'absorption intestinale représente la dernière étape de la digestion et permet le transport des nutriments (dont la partie de glucose tout de même digérée) de la lumière intestinale vers le sang par l'intermédiaire de transporteurs et des entérocytes (HALVER et HARDY 2002).

Comme nous avons pu le constater, la truite arc-en-ciel possède de faibles capacités à utiliser les glucides alimentaires (BOREY 2017). Ainsi, on comprend pourquoi l'aliment utilisé par le lycée Bréhoulou contient de fortes proportions en protéines et lipides, respectivement 39 et 27%. De plus, il utilise la gamme d'aliments NEO CDC CF 20 du Gouessant car c'est celui qui permet de bonnes qualités de fèces (Le GOUessant s. d.). En effet, cet aliment possède 3 objectifs majeurs qui sont : la réduction des pertes d'aliments, la réduction des pertes métaboliques et la captation maximale des fèces. Ainsi, l'aliment distribué résiste au système de distribution, tout en limitant les pertes d'aliments. Par exemple, cet aliment contourne le relargage d'huile en utilisant un principe d'enrobage sous vide de l'huile au sein du granulé. De plus, l'étude de cet aliment montre qu'une diminution des fibres végétales et/ou une augmentation de l'énergie digestible des aliments permettent de diminuer les rejets particuliers. Enfin, un des objectifs de cet aliment est d'extraire les fèces le plus rapidement avant leur re-solubilisation. Ainsi l'ajout d'additifs dans l'aliment permettant d'augmenter la cohésion des fèces et la vitesse de sédimentation (MARCHAND, s. d.).

## **II. Comment caractériser physiquement et chimiquement les boues d'élevage aquacole ?**

L'objectif est ici de rendre les boues valorisables par un épandage agricole. Ainsi pour envisager une telle débouchée pour les boues, des analyses de la composition chimiques sont nécessaires afin de vérifier que celles-ci respectent les normes. De plus, une analyse physique est aussi très importante dans un objectif de concentration des boues. Ainsi dans un premier temps, nous présenterons la caractérisation physique puis la caractérisation chimique réalisée. Pour chaque caractérisation les paramètres choisis sont présentés, puis le protocole mis en œuvre et les résultats obtenus ainsi que leur interprétation.

### **II.A. Prélèvement des boues d'élevage**

La récupération des boues d'élevage est une étape indispensable pour amorcer nos sessions d'expérimentations. Cette étape permet de récupérer les matières premières qui serviront de modèle d'étude lors des étapes de caractérisation physique, chimique ainsi que durant la floculation. Néanmoins il est important de mentionner que le protocole de prélèvement des boues n'a pu être réalisé que durant l'expérimentation du 21-23 avril 2021 car durant le 31 mars 2021 un échantillon de 1 litre nous a été apporté directement sur le site d'Agrocampus Ouest. L'échantillon du 31 mars nous a seulement servi une première caractérisation physique.

En revanche, durant le 21-23 avril 2021 les boues d'élevage ont été récupérées directement à partir du cône de décantation placé après le tambour mécanique. Les boues seront prélevées par siphonage du cône de décantation dans des bidons de 5 litres. Ces bidons seront ensuite conservés dans une glacière durant le transport puis conservés dans une chambre froide. L'annexe 1 intitulée "Prélèvement des boues d'élevage au sein de la pisciculture expérimentale" retrace précisément le matériel et les étapes du protocole de prélèvement des boues. Il est à noter que pour la session du 21-23 avril 2021, 44.4 litres ont été prélevés puis répartis pour la caractérisation physique, chimique ainsi que les expériences de floculation.

### **II.B. Caractérisation physique des boues**

#### *II.B.a. Choix des paramètres à suivre*

L'objectif de cette étape est de déterminer des paramètres de bases inhérents aux boues d'élevages. On notera ainsi l'analyse de trois paramètres principaux. Le premier paramètre renvoie à la concentration en matière en suspension présente dans la solution de base (OFB 2018). Ainsi obtenir une concentration en matière sèche est indispensable. En premier lieu, cette mesure nous donne des informations sur la quantité de matière présente en solution ainsi qu'un indice sur la production de boues du système. De plus, la concentration en matière sèche est indispensable pour la réalisation des futures expérimentations (notamment les expérimentations de caractérisation physique).

Le second indicateur traduit des propriétés de décantation des boues. Pour cela, nous considérerons l'indice de Molhan ou indice de Boue (IB) (OFB 2013). Cet indice fait référence au potentiel de décantation des boues : plus l'indice de Molhan sera important et plus les boues auront une faible décantabilité (mauvaise décantation lorsque l'IB dépasse 200 ml/g (PUJOL, VACHON, et MARTIN 1990). Cet indice doit être pris en compte notamment pour les expériences de floculation et les potentiels traitements de ces boues.

Enfin, un troisième indicateur permettra de déterminer la proportion de matière organique présente dans les matières sèches (Ministère de l'Environnement du Québec 2003). En effet, les fèces secs présentent deux fractions distinctes : on note une fraction minérale et une fraction organique.

Cette dernière est exprimée par un pourcentage (Ministère de l'Environnement du Québec 2003) et englobe un certain nombre d'éléments comme la part d'azote organique ou la part de carbone organique.

### *II.B.b. Mise en oeuvre*

Au cours de cette étape, 3 expérimentations ont été mises en place. Celles-ci permettent en premier lieu d'obtenir la matière première sur laquelle notre étude se basera puis de calculer la concentration en matière sèche, l'indice de boue et le pourcentage de matière organique

Ces expérimentations ont été réalisées dans l'ordre suivant :

- Mesure de la vitesse de décantation permettant d'obtenir l'indice de boue (IB) ou indice de Molhan
- Quantification de la matière solide permettant d'obtenir la concentration en matière sèche
- Quantification de la matière organique par perte au feu

Ce jeu d'expérience a été réalisé durant deux sessions distinctes : une session durant le 31 mars 2021 et une session durant le 21, 22 et 23 avril 2021. Des modifications concernant les modalités de séchage et de prélèvement sont à noter entre ces deux sessions.

#### Mesure de la vitesse de décantation

Le protocole de mesure de la vitesse de décantation permet de calculer l'indice de Boue ou indice de Molhan. Pour cela, il est nécessaire de prélever un volume  $V_i$  de solution de boue chargée puis de la laisser décanter pendant 30 minutes (OFB 2013). Au bout du temps imparti, la hauteur de sédimentation des boues sera mesurée. Cette hauteur permettra de déterminer le volume de boues sédimenté (OFB 2013) et permettra de calculer l'indice de boues en le rapportant à la masse de boues présentes dans la solution. Cette masse pourra être déterminée de manière directe via séchage des boues décantées ou de manière indirecte via la concentration en matière sèche. Il est donc indispensable de réaliser le protocole de séchage et quantification de la matière sèche dans les boues d'élevages. L'annexe 2 intitulée "Protocole : Mesure de la vitesse de décantation" retrace précisément le matériel et les étapes du protocole de mesure de la vitesse de décantation. Le protocole n'a pas subi de modification entre les deux sessions d'expérimentations.

#### Séchage et quantification de la matière sèche dans les boues d'élevage

Ce protocole de séchage a une double utilité. En premier lieu, il est nécessaire de déterminer avec précision la concentration en matière sèche des boues puis dans un second temps d'obtenir de la matière sèche nécessaire aux expérimentations de caractérisation chimique. Des variations notables doivent être mentionnées. En premier lieu, pour sécher ces matières, il est nécessaire de les laisser décanter puis de siphonner une partie de la phase aqueuse sans aspirer la matière décantée. Il est à noter que ce processus de siphonage a été utilisé seulement pour extraire la matière sèche lorsque les volumes traités sont importants, donc seulement durant les expériences du 21,22 et 23 avril 2021. Cette démarche a notamment été motivée par une problématique de séchage et de disponibilité au niveau de l'étuve. En revanche, pour de petits volumes, il est possible de sécher les matières sans siphonner la phase aqueuse : cela a été notamment appliqué lors de la session du 31 mars 2021 car le volume analysé était de 1 litre.

Il est important de mentionner qu'une seconde adaptation du protocole de quantification/séchage de la matière sèche a été réalisée entre les deux sessions. Cela concerne principalement la température et le temps de séchage : lors de la séance du 31 mars 2021, le séchage a été effectué à 105°C (OFB 2018) durant 48 heures alors que durant la séance du 21-23 avril 2021 le séchage a été

effectué 65°C durant 7 jours. Ce choix de température se justifie par une volonté de ne pas altérer les matières organiques pendant le séchage et en prévision de la suite des expérimentations. Il est important de noter que due à des contraintes matérielles, le séchage des matières sèches nécessaire pour la caractérisation chimique et physique ont été séchées en même temps, justifiant l'abaissement de la température de séchage. Les matières sèches seront ensuite pesées (OFB 2018) puis ramenées au volume utilisé afin d'en déduire la concentration. L'annexe 3 intitulée "Protocole : Séchage et quantification de la MS dans les boues d'élevage" retrace précisément le matériel et les étapes du protocole.

#### Quantification de la matière organique : Méthode de perte au feu

Cette étape sera réalisée à partir des matières séchées via le protocole précédemment expliqué. Ainsi, des matières préalablement séchées sont pesées puis mises dans un four à moufle durant 4 heures à 450 °C. La matière organique présente dans la matière sera alors carbonisée. A la suite de cette étape les matières restantes seront alors pesées. Ces matières pesées correspondront à la partie minérale et aux cendres. La part organique sera déterminée par la différence entre le poids initial et le poids final (Ministère de l'Environnement du Québec 2003). Enfin ce poids sera ramené au pourcentage de matière organique présent dans la matière sèche. L'annexe 4 intitulée "Protocole : Séchage et quantification de la MS dans les boues d'élevage" retrace précisément le matériel et les étapes du protocole. Cette expérimentation n'a pu être réalisée que lors du 31 mars 2021. Cela se justifie principalement par la venue d'un problème technique durant les expérimentations du 21,22 et 23 avril 2021 qui nous a contraint à ne pas réaliser cette expérience.

### *II.B.c. Résultats et interprétation*

Suite aux deux séries d'expérimentations réalisées le 31 mars 2021 ainsi que lors du 21,22 et 23 avril 2021, les résultats sont présentés en Tableau 1.

Tableau 1 : Principales caractéristiques des boues d'élevages au cours des 2 périodes d'analyses

Concentration en MS (g/l)		Indice de Boue ou Indice de Molhan (cm <sup>3</sup> / g)		% de matière organique (dans la MS)
31 Mars 2021	21 Avril 2021	31 Mars 2021	21 Avril 2021	31 Mars 2021
3.14	2.22	52.62	157.7	75.7

Tout d'abord, il est important d'apporter quelques précisions au niveau des expériences réalisées. En effet, les volumes utilisés sur les deux expérimentations diffèrent : lors du 31 mars nous disposons de seulement 1.03 litre de solution tandis que l'expérimentation du 21 avril s'est déroulée à partir de 26.1 litres. La concentration des matières sèches a néanmoins été réalisée sur l'ensemble du volume de la solution homogénéisée. De plus, lors du 21 avril 2021, l'IB a été réalisé sur des solutions test de 1 litre alors que pour le 31 mars, l'IB a été réalisé sur l'ensemble de la solution (1.03 litre). Enfin, la quantification de la matière organique n'a pu être réalisée durant la période d'expérimentation du 21 avril 2021 et cela à cause d'un besoin important de matière sèche nécessaire à la réalisation de la quantification chimique.

La concentration en matière sèche est comprise entre 2 et 3 g/L. C'est une concentration assez stable et normale qui peut notamment apporter quelques précisions sur les doses produites par l'élevage. En effet, lors du 21 avril 2021 nous avons récolté au total près de 44.4 L de boues correspondant à une accumulation de 21 jours. Nous pouvons donc estimer la quantité de matières sèches produites à 98.56 g. Néanmoins, il est important de mettre en perspective cette production avec

d'autres paramètres de production comme le taux d'alimentation et l'indice de conversion. En effet, sur la période de 21 jours, le taux de nourrissage était de 1.2 % du poids de l'animal, une valeur considérée comme faible. Nous pouvons donc nous attendre à des concentrations en matière sèche plus importantes (proches des 3 g/L voire au-delà) durant des périodes de production plus importantes.

Au niveau de l'IB, nous notons néanmoins un contraste important entre les deux expérimentations. De ce fait, une différence de décantabilité non négligeable est remarquée avec une sédimentation plus efficace pour l'expérimentation du 31 Mars par rapport à celle du 21 avril 2021. Néanmoins les indices de Molhan calculés indiquent que les boues possèdent une décantabilité relativement acceptable (< 200 cm<sup>3</sup>/g) (PUJOL, VACHON, et MARTIN 1990). Ainsi la décantation des particules en suspension au fond du récipient se fera sur des temps relativement courts. La connaissance des indices de boues est essentielle pour les expérimentations sur les floculants.

Enfin pour le pourcentage de matière organique, nous retrouvons un taux assez important de l'ordre de 75 % du poids total de matière sèche. Ce taux semble assez cohérent vis-à-vis de la composition des boues d'élevage dont la matière organique est prépondérante. Il peut être pertinent de mettre en relation ce taux de matière organique présent dans la matière sèche vis à vis d'autres effluents d'élevage. Ces résultats sont notamment mis en avant dans le Tableau 2 qui présente ainsi la concentration en MS et en MO au sein de différents effluents (TEURKI 2013). Il est important de préciser pour ces effluents, par convention :

- la matière sèche correspond à la masse de produit après extraction complète de l'eau par tonne de matière brute (Chambre d'agriculture d'Alsace 2016)
- la matière organique est calculée à partir de la fraction de carbone organique présent dans le produit sec (Chambre d'agriculture d'Alsace 2016)

Il semble ainsi pertinent de calculer le pourcentage de matière organique présent dans la matière sèche des effluents sachant que dans le cas échéant, la matière organique fait partie intégrante de la matière sèche. Cela permet d'apporter un point de comparaison qui devra toutefois être nuancé.

Tableau 2 : Comparaison du taux de matière organique au sein de la matière sèche des différents effluents d'élevages

Type	Fumier de bovin	Lisier de bovin	Lisier de porcine	Fientes de volailles	Fumier de volailles	Boues d'élevage piscicole
<b>MS (kg/t brut) (TEURKI 2013)</b>	260	40	30	500	530	
<b>MO (kg/t brut) (TEURKI 2013)</b>	190	30	20	320	380	
<b>% de MO présent dans la MS</b>	73	75	67	64	72	75.7

On remarque donc que les boues d'élevage piscicole analysées présentent des taux de matière organique assez élevés comparativement aux autres effluents d'élevage. De plus, sa proportion en matière organique rapproche les boues de l'élevage de Bréhoulou à du fumier et du lisier bovin, voire du fumier de volailles dans une moindre mesure. Néanmoins, les méthodes d'analyses utilisées dans ce projet diffèrent par rapport à celles employées pour ces effluents. Ainsi les résultats peuvent ne pas refléter exactement les mêmes composés et doivent donc être interprétés en conséquence. Il semble

ainsi cohérent de réaliser des analyses chimiques approfondies afin d'obtenir des éléments tels la teneur en azote ou phosphore qui permettront une caractérisation et une comparaison plus précise.

## II.C. Caractérisation chimique des boues

Afin de valoriser au mieux les boues d'élevage, il est primordial de connaître leur composition. En effet, la connaissance de la composition des boues est essentielle dans un objectif de valorisation : est-ce que leur composition est intéressante pour un épandage ? La composition de ces boues respectent-elles les normes en vigueur pour épandre sur une culture ?

### *II.C.a. Composition des boues d'élevage*

#### Origine et composition

Les rejets d'une ferme aquacole ont plusieurs origines : l'aliment non ingéré par le poisson, ou bien les déchets produits par le métabolisme et la digestion. Notons qu'en moyenne moins de 4% de l'aliment distribué fait l'objet de refus alimentaires.

La composition de ces rejets varie avec la conduite d'élevage, le métabolisme, l'âge des poissons, la composition de l'aliment et sa digestibilité. Lorsque le poisson consomme de l'aliment, une partie n'est pas digérée et se retrouve dans les fèces (fraction solide). Ensuite, l'autre partie, digérée, est quant à elle métabolisée dans l'organisme du poisson, ce métabolisme entraînant alors lui-même la production de métabolites qui sont évacuées sous forme dissoute au niveau des branchies et des reins du poisson (part digérée non fixée). Ainsi les fèces contiennent la majeure partie du phosphore rejeté par le poisson (70%) et une petite part de l'azote qu'il rejette (10-20%). A l'inverse, les rejets métaboliques (fraction dissoute) contiennent 80 à 90% de l'azote rejeté et 30% du phosphore (KAUSHIK 1990).

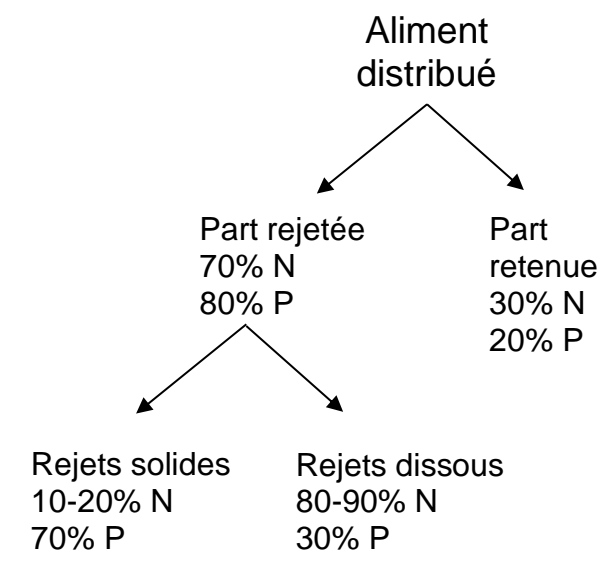
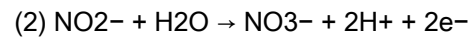


Figure 3 : Proportions moyennes d'azote et de phosphore retenues et rejetées sous formes solides et dissoutes chez la truite arc-en-ciel (d'après Boujard 2002, (ROQUE D'ORBCASTEL 2008))

## Traitement

Le traitement de la fraction solide provenant des fèces, se fait souvent par filtration ou décantation de l'eau à la sortie des bassins. Pour ce qui est de la fraction dissoute, elle est souvent traitée par une combinaison de processus physiques et biologiques. Les filtres biologiques contiennent des supports permettant le développement de bactéries nitrifiantes aérobies (notamment *Nitrosomonas* et *Nitrobacter*), qui vont transformer l'ammoniaque en nitrites (1), et les nitrites en nitrates (2) selon les équations suivantes :



## Caractérisation

Afin de caractériser des boues d'élevage aquacole, il existe différentes méthodes. Celles-ci peuvent être indirectes via des calculs se basant sur les bilans de masse et prenant en compte divers paramètres comme le type d'aliment, les conditions d'élevage et la biologie de l'organisme étudié. On peut citer par exemple la méthode élaborée par (PAPATRYPHON et al. 2005) en 2005. D'autres méthodes, dites directes, se font via une mesure chimique de la matière in situ. Une méthode indirecte est plus simple à mettre en œuvre, cependant, afin de connaître les différentes formes des rejets (proportion de dissous/décantable, proportion d'azote ammoniacal), il est indispensable de réaliser des prélèvements d'eau afin de réaliser une estimation prédictive de la nature des rejets.

## Valorisation

Une pisciculture engendre environ 1 T de boue (à 15-20% de MS) pour 1,25 T de truite produite (GAUCHERY 2020). Cette boue, très riche en phosphore peut donc être un coproduit valorisable en tant que compost pour l'agriculture. Cependant, une vigilance particulière est à apporter pour certaines voies de valorisation. Certaines valeurs limites en concentrations sont à respecter pour correspondre aux normes d'utilisation : ETM (éléments traces métalliques), CTO (Composés en Traces Organiques). Si les taux sont supérieurs aux valeurs seuils, l'utilisation des boues est interdite. Il convient donc de faire des analyses chimiques plus poussées pour connaître les valeurs des boues à épandre. Concernant les valeurs fertilisantes, il s'agit cette fois de se rapprocher de sa chambre d'agriculture pour connaître les recommandations aux différentes périodes de l'année.

### *II.C.b. Mise en oeuvre*

Les valeurs obtenues seront exprimées par rapport à la matière sèche (0% d'humidité). Ainsi, nous avons préalablement procédé à un test d'humidité résiduelle (Annexe 5) pour pouvoir effectuer les conversions nécessaires à toute interprétation.

Pour la mesure des éléments chimiques d'intérêt des boues : carbone, azote et phosphore (éléments dosables par l'unité scientifique de l'INRAE UMR SAS nous ayant aidé dans ce projet), nous avons effectué 2 méthodes de dosage distinctes. La méthode de DUMA en chromatographie en phase gazeuse a permis d'évaluer l'azote et le carbone total, tandis que le P total a été évalué par dosage colorimétrique des orthophosphates. Les protocoles détaillés de ces expériences sont présentés et expliqués en annexe 5, ils sont ceux utilisés couramment par l'UMR SAS.

### *II.C.c. Résultats et interprétation*

Toutes les expériences ont été réalisées à partir de boues séchées, préalablement prélevées au 21 avril sur le site de Bréhoulou. Elles ont ensuite été séchées à l'étuve pendant plusieurs jours pour retirer toute l'eau.



### Calcul de l'humidité résiduelle

Humidité résiduelle = ((Poids pseudo-sec avant étuve - Poids sec après étuve) / Poids pseudo-sec avant étuve) \* 100 = (18,8559 - 18,4549) / 18,8559 = 2,127%

### Mesure du phosphore total

Nous avons obtenu 6 304 mg de phosphore / kg de boues sèches soit 6 ‰ de phosphore contenu dans les boues. Sachant que dans la nourriture transmise aux truites arc-en-ciel, le taux de phosphore est de 7 ‰, nous pouvons dire que le phosphore dans l'aliment est très peu assimilable par la truite de l'élevage.

D'après dans la littérature, en pisciculture d'étang, la moyenne nationale est de 3 448 mg/kg de base sèche et les valeurs sont en général comprises entre 476 et 16 100 mg de phosphore / kg de boues sèches. Nous avons ainsi près du double de la moyenne nationale en pisciculture d'étang, et nous nous situons dans la gamme des valeurs retrouvées dans les piscicultures. (Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation 2018) (Rive Environnement 2018)

Pour deux études en pisciculture circuit ouvert en P total, la moyenne est généralement vers 1,2% donc deux fois plus qu'ici. Dans une autre étude, en circuit fermé en eau recirculée, pour un élevage de truites arc-en-ciel, la littérature fait référence à une valeur située autour de 1668 mg de phosphore total/kg de matière sèche pour un échantillon de 3 piscicultures de ce type, soit 3,8 fois moins en dessous de notre valeur. (Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation 2018) (Rive Environnement 2018)

### Mesure du carbone total

Nous avons obtenu une valeur de 37,2638% soit 380 746 mg / kg de boues sèches. Il faut tout de même être vigilant. Toutefois, cette valeur se trouvait en dehors de la gamme d'étalonnage utilisée par le dosage, donc la machine a émis une valeur approximative et potentiellement inexacte. Aucune conclusion ne peut donc être tirée de cette valeur.

La moyenne nationale est de 20 858 mg de carbone / kg de boue sèche avec des valeurs allant de 4 774 à 27 856 mg de carbone / kg de boues sèches. Une valeur de 380 746 mg de carbone / kg de boues sèches serait donc équivalente à 18 fois celle de la valeur nationale, même s'il serait peu rigoureux de tenir compte de cette valeur. (Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation 2018) (Rive Environnement 2018)

### Mesure de l'azote total

Nous avons obtenu la valeur de 25 062 mg d'azote total / kg de boues sèches.

Dans la littérature, en pisciculture d'étang, les valeurs vont de 1 140 à 35 800 mg d'azote/ kg de boues sèches et la moyenne nationale est de 7350 mg/kg. Nous avons donc trois fois plus d'azote que la moyenne nationale de pisciculture en étang. Néanmoins, nous nous situons dans la gamme des valeurs relevées à l'échelle nationale. (Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation 2018) (Rive Environnement 2018)

La moyenne en pisciculture circuit ouvert concernant le N total est généralement autour de 0,7%, soit trois fois moins qu'ici. Dans une autre étude, en circuit fermé en eau recirculée, pour un élevage de truites arc-en-ciel, la littérature fait référence à une valeur située autour de 28 269 mg d'azote total/kg de matière sèche pour un échantillon de 3 piscicultures de ce type, soit équivalente à

notre valeur. (Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation 2018) (Rive Environnement 2018)

Nos boues se caractérisent donc par des proportions équivalentes à 0,6% de phosphore et 2,5% d'azote dans nos boues sèches.

Nous avons résumé et comparé nos valeurs à celles de différents systèmes dans le Tableau 3 (Lamotte, 1992).

*Tableau 3 : Comparaison des pourcentages de matière sèche (Lamotte, 1992)*

Élément (% de la matière sèche) pour chaque effluent	Boues de la pisciculture de Bréhoulou	Boues piscicoles en circuit ouvert	Boues piscicoles en étang	Fumier bovin	Lisier de porc	Fientes de volailles
Azote total	2,5	0,7	0,74	2,71	12,7	3,73
Phosphore total	0,6	1,2	0,3	0,76	2,67	1,37

Les boues piscicoles de l'élevage de Bréhoulou sont plus riches en azote que les boues piscicoles issues de circuits ouverts ou d'étang, de manière générale.

Les boues piscicoles issues de ces truites ont donc des valeurs (en quantité égale de matière sèche pour le phosphore et l'azote) assez proches du fumier bovin, mais en dessous de celles du lisier de porc ou des fientes de volailles.

Ainsi, nous pouvons dire que les boues piscicoles ici prélevées et testées sont riches d'un point de vue fertilisant et valorisables puisqu'elles se rapprochent, pour les éléments testés, du fumier bovin l'un des fertilisants les plus utilisés couramment en agriculture.

### **III. Comment rendre pelletables les boues d'élevage ?**

L'objectif du projet est de rendre les boues valorisables. Après l'analyse de la composition des boues, une deuxième étape du projet se concentrait sur la faisabilité technique et le besoin de rendre ces boues manipulables, c'est-à-dire pelletables. En effet, l'enjeu est de rendre ces boues transportables et épandables, donc de diminuer leur teneur en eau. Pour définir une boue comme pelletable, il faut se rapporter au pourcentage de siccité. La siccité se traduit comme le pourcentage massique de matière sèche et se révèle alors comme un indicateur pertinent pour évaluer le caractère pelletable des boues qui est directement corrélé avec la proportion d'eau au sein de ces matières. Dans le cadre de ce projet, l'objectif est d'obtenir une siccité proche des 15%, une valeur seuil qui permettrait une manipulation et une utilisation des boues d'élevage dans le cadre d'un plan d'épandage.

#### **III. A. Comment rendre pelletables les boues d'élevage ?**

##### *III.A.a. Les différents systèmes de concentration des boues*

Rendre pelletables des boues nécessite de séparer la fraction d'eau des matières en suspension. Pour réaliser cette étape, il est possible d'avoir recours à des processus mécaniques. Nous avons effectué des recherches sur les systèmes à disposition des piscicultures ainsi que des systèmes utilisés par les stations d'épuration. En effet, celles-ci sont confrontées à des problématiques similaires de concentration et de séparation des boues à partir d'une solution plus ou moins concentrée.

Nous avons identifié au fil de nos recherches plusieurs méthodes susceptibles d'être utilisées. Ces méthodes se décomposent suivant 3 procédés : l'épaississement, la déshydratation et le séchage. Il est important de noter que ces méthodes apportent des résultats variés et peuvent être utilisées conjointement, de manière successive (épaississement → déshydratation → séchage).

L'épaississement est une étape qui permet de réduire le volume des boues par séparation de l'eau et des matières en suspension (CERRA et al. 2014). L'épaississement permet d'obtenir une siccité faible par rapport aux autres techniques (de l'ordre de 3 à 7 % (REVERDY et PRADEL 2010)). Il existe principalement deux grands types de procédés : l'épaississement gravitaire et l'épaississement dynamique. L'épaississement gravitaire est une technique qui repose sur une décantation (REVERDY et PRADEL 2010) permettant une séparation des matières via un système de décantation. Les techniques d'épaississement dynamique regroupent un ensemble de procédés de flottation, d'égouttage et de centrifugation (REVERDY et PRADEL 2010). Ces systèmes font appel à divers instruments tels des tables d'égouttage ou des centrifugeuses.

Le procédé de déshydratation est un processus de réduction du volume des boues permettant d'atteindre des siccités supérieures à l'épaississement (compris entre 20 et 45 %) (CERRA et al. 2014). La déshydratation regroupe des procédés mécaniques de centrifugation, filtration à bande et filtration à plateau. Ces techniques nécessitent un investissement au niveau matériel. A contrario, la déshydratation naturelle repose sur des processus de séchage généralement réalisés à l'air libre sur des lits plantés ou drainés (REVERDY et PRADEL 2010). Ce processus ne requiert pas d'investissement spécifique.

Enfin, on retrouve des processus de séchage qui permettent d'atteindre des siccités comprises entre 40 % et 90 % (CERRA et al. 2014). Le séchage a plusieurs fonctions, dont la réduction du poids, la stabilisation et l'amélioration des textures (CERRA et al. 2014). Le séchage peut être thermique ou solaire, via des serres.

Il est important de noter que l'ensemble de ces techniques présente à la fois des avantages et des inconvénients qui sont regroupés dans le tableau suivant (Tableau 4). De plus, leurs applications dépendent aussi du type et de la taille des structures.

Tableau 4 : Synthèse des recherches réalisées concernant les systèmes de récupération des boues  
(Source : (REVERDY et PRADEL 2010; CERRA et al. 2014))

	Épaississement gravitaire	Épaississement dynamique	Déshydratation mécanique	Déshydratation naturelle	Séchage thermique	Séchage solaire
<b>Avantages</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Peu coûteux</li> <li>-Faible consommation énergétique</li> <li>-Relativement simple d'utilisation</li> <li>-Siccité maximale entre 3 et 3.5 %</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Faible empreinte au sol</li> <li>-Simple d'utilisation</li> <li>-Siccité au alentour de 5 à 8 %</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Par centrifugation</li> <li>-25 % de siccité (boues solides)</li> <li>-Machine automatisable et compacte</li> <li>Filtration à bande</li> <li>-Siccité de 15 à 18 %</li> <li>-Coût modéré</li> <li>Filtration à plateau</li> <li>-Siccité de 5 à 15 %</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Absence d'équipement mécanique</li> <li>-Utilisable sur plusieurs années</li> <li>-Peu coûteux</li> <li>-Peu de maintenance</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Ouvre un grand nombre de voies de valorisation</li> <li>-Siccité entre 40 et 90 %</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Coût de fonctionnement moindre</li> <li>-Siccité pouvant atteindre 70 à 80 %</li> <li>-Possibilité d'automatisation</li> </ul>
<b>Inconvénients</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Espace au sol nécessaire</li> <li>-Résultat aléatoire</li> <li>-Nuisance possible (odeur)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Utilisation d'un polymère ou d'un réactif</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Par centrifugation</li> <li>-Investissement important</li> <li>-Coût important</li> <li>-consommation de polymère</li> <li>Filtration à bande</li> <li>-Maintenance nécessaire</li> <li>-Investissement</li> <li>Filtration à plateau</li> <li>-Investissement</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Procédé rustique et adapté aux petites stations</li> <li>-Performance limitée</li> <li>-Transformation des boues en terreaux</li> <li>-Système à durée limitée</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Stations de grande capacité surtout</li> <li>-Coût différent suivant la teneur en eau des boues (nécessité de couplage avec d'autres techniques)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Espace au sol nécessaire</li> <li>-Ensoleillement nécessaire</li> <li>-Nécessité d'investissement</li> <li>-Consommation d'énergie pour la ventilation possible</li> </ul>

Néanmoins, à la suite de ces recherches nous n'avons pas souhaité axer notre projet spécifiquement sur les systèmes mécaniques de réduction de la teneur d'eau. Ce choix a été notamment motivé par des aspects économiques et une contrainte de temps. En revanche, ces solutions pourront être exploitées dans de futures démarches en complément des recherches réalisées.

### III.A.b. La floculation

Une seconde manière de rendre pelletables les boues est l'utilisation de flocculants. Un flocculant est une substance qui a la propriété d'agréger les particules en suspension dans un liquide sous forme de flocons. Ainsi, après floculation, il est facile de séparer ces particules de la phase liquide, par de simples méthodes comme la décantation ou la filtration. Les agrégats de particules sont appelés floccs. Les floccs sont caractérisés par leur taille/forme mais aussi leur résistance à la rupture, c'est-à-dire leur cohésion (GAUCHERY 2020).

Le polyacrylamide (PAM) est le flocculant le plus utilisé aujourd'hui. Il s'agit d'un polymère de synthèse qui n'est pas toxique pour l'Homme et l'environnement. Il est même utilisé dans la potabilisation de l'eau. Néanmoins, ces constituants, c'est-à-dire les monomères d'acrylamide, sont eux considérés comme mutagènes, cancérigènes et reprotoxiques par l'OMS depuis 2006 (GAUCHERY 2020). Ainsi, certaines normes contrôlent le taux de monomères résiduels dans l'eau. De plus, ce flocculant chimique présente d'importants problèmes pour la valorisation des boues par un épandage. En effet, ce polymère reste dans les sols agricoles pendant une durée très importante (demi-vie estimée à 5 ans et demi), et la chimie de décomposition n'est pas connue dans son intégralité. Ainsi, le polyacrylamide ne répond pas à une démarche de durabilité, ce qui pose de véritables questions aux professionnels de la filière (GAUCHERY 2020).

Or, ce projet s'inscrit dans une démarche de durabilité et l'objectif est d'ici d'utiliser des flocculants naturels. L'utilisation d'un flocculant naturel permettra de répondre aux deux problématiques majeures causées par le polyacrylamide. Les recherches bibliographiques ont donc porté sur des flocculants permettant une bonne floculation. L'un des axes de recherches a été le processus de synthèse des flocculants afin de vérifier que leur utilisation ne serait pas néfaste pour l'environnement lors de la valorisation des boues. Le coût de ces flocculants et leur disponibilité ont aussi été recherchés afin d'apporter une réflexion sur des systèmes à grandes échelles (BAUDIN et al. 2014).

Ainsi, nous avons réalisé des recherches sur les flocculants naturels envisageables, puis des recherches plus spécifiques sur certains pour vérifier leur application à notre échelle. Les critères de choix et de recherches ont été : prix des flocculants, disponibilité et fournisseurs, facilité d'achat. Le tableau ci-dessous reprend les flocculants naturels sur lesquels nous avons basé nos recherches. (Baudin et al., 2014)

Tableau 5 : Synthèse des réactifs "verts" alternatifs aux réactifs coagulants-flocculants conventionnels (BAUDIN et al. 2014))

Réactifs	Utilisation principale en production d'eau potable	Origine fournisseur	Dosage mg/l	Agrément pour l'eau potable en France
<b>Moringa</b> <i>Protéine Cationique</i>	Coagulant	Arbres <i>Optima</i>	50-200	non
<b>Chitosane</b> <i>Polysaccharides Cationiques, neutres et anioniques</i>	Coagulant & flocculant	Crustacées <i>France chitine Asia</i>	0.5-5	non
<b>Pectine</b> <i>Polysaccharides cationiques</i>	Coagulant	Végétaux	10-100	non
<b>Tannin</b> <i>Composés aromatiques cationiques</i>	Coagulant	Arbres, acacia, <i>Tanac, Aquatec</i>	10-100	non
<b>Opuntia</b> <i>Protéines Cationiques, neutres et anioniques</i>	Coagulant & flocculant	Cactus	10-100	non
<b>Agar-Agar, Ulvane</b> <i>Polysaccharides cationique, neutre ou anioniques</i>	Flocculant	Algues rouges, algues vertes	0.5-5	non
<b>Guar</b> <i>Polysaccharides cationiques ou anioniques</i>	Flocculant	Graines <i>FMC, Danisco</i>	0.5-5	non
<b>Amidon</b> <i>Polysaccharides Cationiques, neutres et anioniques</i>	Flocculant	Blé, pomme de terre, maïs <i>Cargil, Roquette</i>	0.5-2	oui
<b>Alginate</b> <i>Polysaccharide anionique</i>	Flocculant	Algues brunes <i>Cargill, Danisco,</i>	0.5-2	oui
<b>Xanthane</b> <i>Protéine anionique</i>	Flocculant	Bactéries <i>Rhodia</i>	0.5-2	oui

En raison des contraintes économiques, techniques et de disponibilité, le choix a été fait de se concentrer sur 4 flocculants : l'amidon de maïs, la moringa, l'agar-agar et la gomme du guar. Ces quatre flocculants sont présentés sur la figure 4 ci-dessous. Ces flocculants ont été achetés dans un magasin de l'enseigne "Biocoop" à Rennes. Il ne s'agit pas d'un fournisseur pouvant être envisagé par un pisciculteur dans le cadre d'une reproduction à plus grande échelle de cette floculation. Néanmoins notre temps étant limité et les quantités nécessaires à nos expérimentations très faibles, nous avons fait le choix d'acheter ces flocculants dans ce magasin.



*Figure 4 : Photo des différents flocculants utilisés lors du projet  
(source personnelle)*

Les quatre flocculants présentés ci-dessus, sont les flocculants utilisés pour réaliser les tests de floculations du projet.

### III. B. La floculation

La floculation est un processus d'agrégation des particules en suspension dans l'eau sous l'action d'un flocculant. Des floccs vont alors se former. L'objectif est ici d'utiliser un flocculant qualifié de "naturel" pour répondre aux demandes de durabilité du système. Pour tester l'efficacité de ces flocculants des expériences ont été réalisées afin de tester leur bonne formation, puis leur résistance à une contrainte mécanique.

#### *III.B.a. Mise en œuvre*

Afin de tester les différents flocculants et leur efficacité, des tests ont été mis en place. Pour la rédaction de ces protocoles, le mémoire de François GAUCHERY a fourni des données et un protocole de floculation type que nous avons adapté à notre projet (moyens matériels à notre disposition, temps disponible ...) (GAUCHERY 2020). Pour chaque flocculant, les tests ont été réalisés à 4 concentrations différentes et en comparaison avec un témoin. Pour chaque flocculant testé, la répétabilité des expériences était de 3.

Chaque test de floculation a été réalisé à partir de 300 mL d'eau chargée. Ces boues étaient laissées à décanter pendant 30 minutes avant l'ajout de flocculants et agitation. Les concentrations de flocculants réalisées étaient : 1 g/L, 2 g/L, 2,5 g/L et 3 g/L. Une nouvelle phase de 30 minutes permettait une nouvelle décantation des boues, avec floccs cette fois ci. La hauteur de boue était mesurée et comparée à celles précédemment obtenues (lors de la première décantation). Ce calcul de hauteur a permis de réaliser des calculs de volumes apparents, et donc d'effectuer une comparaison entre les béchers, et donc entre les différentes concentrations. La floculation était appréciée visuellement et évaluée par une note allant de 0 à 5 était attribuée selon la taille des floccs obtenus. L'intégralité du protocole est présentée en Annexe 6 intitulé : « Protocole : Test de Floculation ».



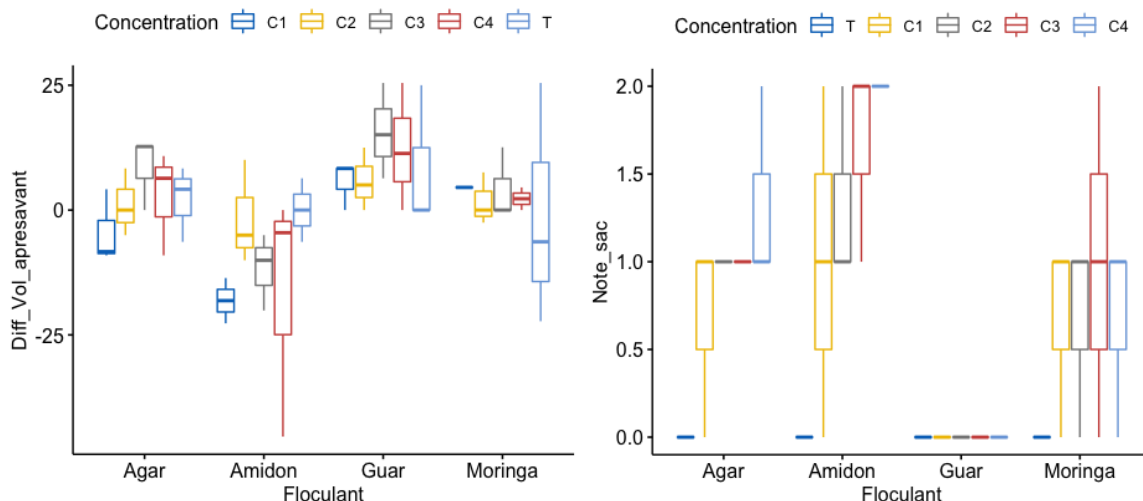
*Figure 5 : Photo de l'expérience de floculation réalisée (source personnelle)*

Ajouté à ce premier test, un second test a été mis en place afin de vérifier la résistance de ces floccs. En effet, une floculation est jugée selon 2 critères : des floccs de bonne taille, et de bonne résistance (GAUCHERY 2020). Il est primordial que ces flocculants résistent à des manipulations, car l'objectif est bien de rendre les boues pelletables. Le test du sac présenté ci-dessous vise à vérifier la résistance des floccs suite au passage sur un tamis.

Après chaque test de floculation, les floccs étaient passés au travers de tamis de 1 mm et de 0,5 mm afin d'évaluer leur résistance mécanique. Leur éventuelle rupture était observée et leur résistance notée visuellement à l'aide d'un indicateur allant de 0 à 5 selon le degré de rupture des floccs. La phase qui n'était pas passée au travers des tamis était récupérée dans des coupelles en aluminium et pesée. Après un passage à l'étuve et une nouvelle pesée, le pourcentage de siccité des boues pouvait ainsi être calculé. En effet, la siccité est l'indice utilisé pour qualifier les boues de pelletables ou non. L'intégralité du protocole est présentée en Annexe 7 intitulée " Protocole : Test du sac ou de résistance des floccs".

### III.B.b. Résultats

Les différents résultats des expérimentations ont été traités à l'aide de boîtes à moustache réalisées sur R (à l'aide de la fonction "boxplot"). L'axe des ordonnées représente la différence de volume apparent de boue dans les bécjers après décantation entre le moment où il n'y avait pas de flocculants (avant) et celui où on a ajouté le flocculant (après).



*Figure 6 : Boîtes à moustache illustrant les variations de volumes apparents selon les flocculants utilisés(gauche) et boîtes à moustache illustrant les résultats du test du sac pour chaque flocculant (droite)*

Ici, aucune concentration ne semble se démarquer des autres. Cependant, en ce qui concerne les floculants, nous pouvons remarquer que la gomme de guar est le floculant qui permet d'obtenir le plus grand volume apparent après l'ajout de celui-ci. En analysant chaque floculant individuellement, aucune différence significative n'a été relevée entre la boue témoin et les boues floculées à différentes concentrations.

Pour le test du sac, les résultats sont contradictoires : l'amidon présente la meilleure résistance et la guar la plus faible. Il faut cependant mettre ces résultats en lien avec la floculation. En effet, ce test permet de mesurer la résistance des floccs, or si la floculation n'a pas été efficace il est normal que les floccs ne résistent pas puisqu'ils ne sont pas présents.

### *III.B.c. Interprétations et conclusion*

Quatre floculants ont donc été testés, mais les résultats ne permettent pas de conclure sur l'efficacité d'un floculant en particulier. Cependant, nous avons pu distinguer les floculants dont l'efficacité s'est avérée nulle, et d'autres pour lesquels des expérimentations supplémentaires semblent pertinentes. Tout d'abord la gomme de guar ne permet pas de floculation pour les concentrations auxquelles nous avons travaillé. Le moringa et l'agar-agar présentent de véritables contraintes de dilution, ce qui présente un frein à la floculation. Pour le moringa, une partie de la matière reste en suspension et ne peut donc pas rentrer dans le phénomène de floculation. L'agar-agar forme une gelée qu'il est difficile de diluer. La floculation peut donc être le résultat d'une mauvaise dilution de cette gelée. Cela est visible par le test du sac qui donne des résultats variables pour les différentes concentrations étudiées.

L'amidon de maïs est donc le seul floculant naturel qui semble fournir des résultats intéressants. Nos expérimentations n'ont pas permis de montrer une efficacité parfaite, mais le travail avec d'autres concentrations pourrait permettre d'obtenir la floculation recherchée. Néanmoins en raison du manque de temps dans ce projet, aucune nouvelle expérimentation ne pourra être réalisée par notre groupe. Nous pouvons juste recommander, à un éventuel reprenneur de notre travail, d'étudier l'amidon à des concentrations supérieures à celles réalisées ici.

De plus, nous avons travaillé à partir de matière première issus d'un magasin grand public, et non de produits industriels élaborés en laboratoire ou par des professionnels du milieu aquacole. Ainsi, la concentration de ces produits peut être approximative. Il est aussi possible que les méthodes d'extractions ne soient pas tout à fait identiques et dégradent la matière première. Si nous avions disposé de plus de temps, nous aurions continué nos expérimentations en réalisant les mêmes expérimentations mais à partir de floculants issus de fournisseurs professionnels.



## **IV. Discussion et pistes d'amélioration du projet**

Nos recherches et nos expérimentations ont permis, d'une part, de caractériser les boues, et d'autre part, de tester l'efficacité de 4 floculants dans le but de rendre pelletables et valorisables ces boues.

Il reste cependant plusieurs pistes d'améliorations dans notre travail. Nous aurions aimé tester plus de floculants différents, mais face aux contraintes de fournisseurs, de temps et de budget nous avons décidé de nous focaliser sur les 4 floculants provenant d'une grande surface. De même, il serait intéressant de comparer la composition et l'efficacité d'un floculant en fonction du fournisseur (grande distribution, laboratoire de chimie).

La prise en compte des aspects techniques et l'applicabilité à grande échelle sont des points qu'il faudrait développer, notamment :

- Le format des floculants et leurs coûts (proposé par les fournisseurs) : les floculants utilisés ont été principalement trouvés en magasin de vente de produits issus de l'agriculture biologique. Ces produits s'adressaient principalement à des particuliers (avec des formats de 200-300 grammes) dans le cadre d'une utilisation principalement alimentaire. Il serait donc intéressant d'orienter nos recherches des floculants présents chez des fournisseurs spécialisés dans la floculation qui présentent des coûts d'achat plus important et des formats adaptés à une utilisation industrielle
- La facilité d'utilisation : en effet nous avons rencontré des difficultés de miscibilité de certains floculants comme la gomme de guar. Ainsi dans le cadre d'une utilisation à plus grande échelle, cette contrainte technique pourrait engendrer des impacts négatifs tels qu'une efficacité moindre du floculant (due aux parties non dissoutes dans la solution) et des temps de manipulation plus importants pour pallier ce problème de miscibilité.
- Une analyse économique du coût des traitements et des éventuels bénéfices de la vente des boues : une approche économique est indispensable pour assurer la viabilité du projet. Cela comprend notamment les frais d'achat et de transport des floculants ainsi que tous les frais associés à leurs utilisations (coût de traitement, investissement pour adapter le système et stocker les boues obtenues). Enfin, il est important d'estimer la valeur des produits finis ainsi que le coût total de solution afin de la comparer avec le coût des méthodes de traitement classique. Cette étude économique est cruciale au regard de la mise en œuvre des solutions trouvées.

Pour aller plus loin dans les tests de floculation, on pourrait analyser l'effet de la température de la solution sur l'efficacité de la floculation. Il aurait aussi été intéressant d'effectuer ces mêmes tests avec des floculants génériques, comme le polyacrylamide (PAM), afin d'obtenir des points de comparaison plus fiables pour qualifier la qualité de la floculation. Aussi, un test de turbidité pourrait nous permettre de calculer la concentration de matière en suspension avant et après floculation et nous apporterait un indicateur quantitatif de l'efficacité de floculation (une bonne floculation permettrait d'agglomérer une grande majorité des particules en suspension induisant une turbidité faible)

## **Conclusion**

Le projet comportait un objectif principal qui était de rendre valorisables des boues d'élevage, en particulier celles de l'élevage de truites arc-en-ciel du lycée professionnel de Bréhoulou. Pour répondre à cet objectif, le projet a été découpé en deux grands axes. D'une part, il était nécessaire de connaître la composition chimique et physique de ces matières dans l'optique d'un épandage. D'autre part, pour pouvoir utiliser ces boues il était nécessaire de les rendre pelletables afin de les rendre manipulables, et ce toujours dans un objectif d'épandage. Le projet s'inscrivant dans une démarche de durabilité et de réduction des impacts sur l'environnement, nous avons de surcroît étudié l'effet de flocculants naturels et alternatifs.

Le dosage des éléments chimiques des boues nous a permis de les caractériser. Elles contiennent 2,5% d'azote et 0,6% de phosphore en se ramenant à la matière sèche. La composition en azote est ainsi plus élevée que pour des piscicultures en circuit ouvert ou en étang. Le taux de phosphore contenu dans les boues est quant à lui inférieur à celui retrouvé en circuit ouvert mais supérieur aux piscicultures d'étang. La composition en azote et phosphore des boues de l'élevage de Bréhoulou est proche de la composition du fumier bovin. Sur la base de ces éléments il semble donc que les boues d'élevage issues du système RAS de Bréhoulou présentent des intérêts agronomiques permettant leurs épandages. Il est néanmoins important de réaliser en amont de toute action une veille réglementaire afin de se conformer à la réglementation qui est soumise à des variations suivant la zone géographique et la période de l'année. De plus, avant d'épandre ces matières, des analyses chimiques doivent être étendues à d'autres composés comme la présence et le taux de certains métaux lourds qui sont aussi soumis à une réglementation en matière d'épandage.

Concernant la floculation des boues dans le but de les rendre pelletables, quatre flocculants naturels à savoir l'amidon de maïs, le moringa, la gomme de guar et l'agar-agar ont été testés. L'amidon de maïs présente les résultats les plus intéressants mais des recherches complémentaires seraient nécessaires pour mieux étudier cette floculation. Deux des flocculants étudiés présentaient des problèmes importants de dilution, critère rédhibitoire dans une vision d'élargissement à plus grande échelle. Enfin la gomme de guar ne présente pas de résultat probant.

---

## **Bibliographie et sitographie**

- BAUDIN, I., L. KERLIDOU, J. ALLOUIS, M. SALLE, J.M. RODRIGUES, A. BRUCHET, V. DECCOTTIGNIES, et al. 2014. « Évaluation de flocculants verts alternatifs au polyacrylamide (PAM) pour la production d'eau potable ». In , 21. [https://www.researchgate.net/publication/317283898\\_Evaluation\\_de\\_flocculants\\_verts\\_alternatifs\\_au\\_polyacrylamide\\_PAM\\_pour\\_la\\_production\\_d%27eau\\_potable](https://www.researchgate.net/publication/317283898_Evaluation_de_flocculants_verts_alternatifs_au_polyacrylamide_PAM_pour_la_production_d%27eau_potable).
- BOREY, M. 2017. « Effets de l'alimentation végétale sur les capacités digestives de la truite arc-en-ciel et sur le microbiote associé à sa muqueuse digestive en fonction de son génotype ». Theses, Université de Pau et des Pays de l'Adour. <https://hal.archives-ouvertes.fr/tel-01567327>.
- CERRA, I., M. DESAGNAT, R. DUBART, L. JUVEN, N. ZHOU, et H. ZIANI. 2014. « Traitement des boues des stations d'épuration des petites collectivités ». [https://reseau-eau.educagri.fr/files/fichierRessource2\\_Rapport\\_bibliographique\\_traitement\\_boues.pdf](https://reseau-eau.educagri.fr/files/fichierRessource2_Rapport_bibliographique_traitement_boues.pdf).
- Chambre d'agriculture d'Alsace. 2016. « Guide technique : BIEN VALORISER LES EFFLUENTS D'ELEVAGE ». [https://alsace.chambre-agriculture.fr/fileadmin/user\\_upload/Grand-Est/040\\_Inst-Alsace/RUBR-environnement/Protection\\_de\\_l\\_eau/Guide\\_effluents\\_2016.pdf](https://alsace.chambre-agriculture.fr/fileadmin/user_upload/Grand-Est/040_Inst-Alsace/RUBR-environnement/Protection_de_l_eau/Guide_effluents_2016.pdf).
- CHOUBERT, G., B. FAUCONNEAU, P. LUQUET, Denise BLANC, et Jeannine BREQUE. 1982. « Influence d'une élévation de la température de l'eau sur la digestibilité de la matière sèche, de l'azote et de l'énergie de l'aliment distribué à la truite arc-en-ciel (*Salmo gairdneri* Rich) ». *Reproduction Nutrition Développement* 22 (6): 941-49. <https://doi.org/10.1051/rnd:19820706>.
- FISHBBASE. s. d. « *Oncorhynchus mykiss*, Rainbow trout: fisheries, aquaculture, gamefish ». Consulté le 31 mai 2021. <https://www.fishbase.se/Summary/SpeciesSummary.php?ID=239&AT=rainbow+trout>.
- GAUCHERY, F. 2020. « Mise en place d'une station de traitement des effluents piscicoles et essais de flocculants alternatifs ». École supérieur d'Agricultures Angers Loire ; Pisciculture expérimentale INRAE des Monts d'Arrée.
- HALVER, J.E., et R.W. HARDY, éd. 2002. *Fish nutrition*. 3rd ed. San Diego, Calif: Academic Press.
- HIDALGO, M.C., E. UREA, et A. SANZ. 1999. « Comparative study of digestive enzymes in fish with different nutritional habits. Proteolytic and amylase activities ». *Aquaculture* 170 (3-4): 267-83. [https://doi.org/10.1016/S0044-8486\(98\)00413-X](https://doi.org/10.1016/S0044-8486(98)00413-X).
- KAMALAN J, B.S., R. MANCHI, et S. KAUSHIK. 2020. « Nutrition and Feeding of Rainbow Trout (*Oncorhynchus mykiss*) ». In , 299-332. <https://doi.org/10.1201/9781003107583-12>.
- KAUSHIK, S. 1990. « Use of alternative protein sources for the intensive rearing of carnivorous fishes ». *Laboratoire de Nutrition des Poissons, INRA, Station Hydrologique*, 14.
- Le GOUessant. s. d. « Aliment pour truite arc-en-ciel : alevinage, grossissement, reproduction ». Le Gouessant Aquaculture. Consulté le 31 mai 2021. <https://aqua.legouessant.com/familles-poissons/truite-arc-en-ciel/>.
- MARCHAND, Y. s. d. « Les aliments spécifiques aux RAS ».
- MARTINEZ-LLORENS, S., S. PERUZZI, I-B. FALK-PETERSEN, S. GODOY-OLMOS, L.O. ULLEBERG, A. TOMAS-VIDAL, V. PUVANENDRAN, et al. 2021. « Digestive tract morphology and enzyme activities of juvenile diploid and triploid Atlantic salmon (*Salmo salar*) fed fishmeal-based diets with or without fish protein hydrolysates ». *PLoS ONE*, janvier. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0245216>.
- Ministère de l'Agriculture, des Pêcheries et de l'Alimentation, Québec. 2018. « AQUACULTURE - Valeur fertilisante des boues piscicoles ».

- Ministère de l'Environnement du Québec. 2003.  
 « CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC et  
 MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE, DES PÊCHERIES ET DE L'ALIMENTATION D  
 U QUÉBEC, Détermination de la matière organique par incinération : méthode de per  
 te de feu (PAF) ». MA. 1010 – PAF 1.0. <http://collections.banq.qc.ca/ark:/52327/bs35531>.
- OFB. 2018. « Matière sèche à 105°C ». SANDRE : service d'administration nationale des données et  
 référentiels sur l'eau. 13 décembre 2018. <http://id.eaufrance.fr/par/1307>.
- OFB, Office Français de la Biodiversité. 2013. « Indice de boues ». SANDRE : service d'administration  
 nationale des données et référentiels sur l'eau. 16 janvier 2013.  
[http://www.sandre.eaufrance.fr/?urn=urn:sandre:donnees:PAR::CdParametre:2808::referenti  
 el:2:html](http://www.sandre.eaufrance.fr/?urn=urn:sandre:donnees:PAR::CdParametre:2808::referenti<br/>
  el:2:html).
- PAPATRYPHON, E., J. PETIT, .M.G. VAN DER WERF, K.J. SADASIVAM, et K. CLAVER. 2005.  
 « Nutrient-Balance Modeling as a Tool for Environmental Management in Aquaculture: The  
 Case of Trout Farming in France ». *Environmental Management* 35 (2): 161-74.  
<https://doi.org/10.1007/s00267-004-4020-z>.
- PUJOL, R., A. VACHON, et G. MARTIN. 1990. « Guide technique sur le foisonnement des boues  
 activées, parties 3 ». FNDAE. [http://www.fndae.fr/documentation/numero\\_8.html](http://www.fndae.fr/documentation/numero_8.html).
- REVERDY, A.L., et M. PRADEL. 2010. « Les filières de valorisation des boues d'épuration en France :  
 état des lieux, état de l'art ». <https://hal.inrae.fr/hal-02593493/document>.
- Rive Environnement. 2018. « Plan d'épandage des boues d'épuration de la pisciculture Paol ».
- SAHLMANN, C., J. GU, T.M. KORTNER, I. LEIN, A. KROGDAHL, et A.M. BAKKE. 2015. « Ontogeny  
 of the Digestive System of Atlantic Salmon (*Salmo salar* L.) and Effects of Soybean Meal from  
 Start-Feeding ». *PLOS ONE*, avril. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0124179>.
- TEURKI, R. 2013. « Les effluents d'élevage : mieux les connaître pour bien les valoriser ». Chambre  
 d'agriculture de région du Nord - Pas de Calais / Chambre d'agriculture de la Somme /  
 SATEGE. [https://nord-pas-de-calais.chambre-agriculture.fr/fileadmin/user\\_upload/Hauts-de-  
 France/028\\_Inst-Nord-Pas-de-Calais/Telechargements/Recyclage/les-effluents-delevage.pdf](https://nord-pas-de-calais.chambre-agriculture.fr/fileadmin/user_upload/Hauts-de-<br/>
  France/028_Inst-Nord-Pas-de-Calais/Telechargements/Recyclage/les-effluents-delevage.pdf).
- TOCQUEVILLE, Aurélien, Matthieu GAUME, Pierre FOUCARD, Pierre-Etienne OLLET, et Benoît  
 VIDAL-GIRAUD. 2019. « Etude sur la pisciculture en circuit « recirculé » ». FranceAgriMer.  
[https://www.franceagrimer.fr/fam/content/download/62417/document/Rapport%20final\\_pisci%  
 20en%20circ%20recircul%C3%A9.pdf?version=1](https://www.franceagrimer.fr/fam/content/download/62417/document/Rapport%20final_pisci%<br/>
  20en%20circ%20recircul%C3%A9.pdf?version=1).
- WEINREB, E.L., et N.M. BILSTAD. 1955. « Histology of the Digestive Tract and Adjacent Structures of  
 the Rainbow Trout, *Salmo gairdneri irideus* ». *Copeia* 1955 (3): 194-204.  
<https://doi.org/10.2307/1440460>.
- WINDELL, J., et D. NORRIS. 1969. « Gastric Digestion and Evacuation in Rainbow Trout ». *The  
 Progressive Fish-culturist* 31 (janvier): 20-26. [https://doi.org/10.1577/1548-  
 8640\(1969\)31\[20:GDAEIR\]2.0.CO;2](https://doi.org/10.1577/1548-<br/>
  8640(1969)31[20:GDAEIR]2.0.CO;2).

## Annexes

### ANNEXE 1 : Protocole : Prélèvement des boues d'élevage au sein de la pisciculture expérimentale

#### Matériel

Tableau 1 : Présentation du matériel nécessaire au protocole de prélèvement des boues d'élevages

Matériel utilisé	Bidon de récupération de 5 litres	Glacière (volume minimum : 15 litres)	Accumulateur de froid	Réfrigérateur ou chambre froide
Quantité	En fonction du volume à prélever	1	3-4	1

#### Objectif

Récupérer les effluents d'élevage de la pisciculture expérimentale du lycée de Bréhoulou nécessaire aux différentes expérimentations (tests de floculation et analyses physico-chimiques). De plus, les échantillons prélevés devront être représentatif des effluents obtenus sur une période donnée.

#### Méthode

- (NB : Penser à mettre les accumulateurs de froid au congélateur 24h avant le départ)
- Préparer le matériel de récupération : mettre dans la glacière les bidons de récupération de 5 litres propres avec les accumulateurs de froid
- Sur le site expérimental transvaser l'ensemble des effluents d'élevage dans les différents bidons de récupération
- Noter la date de prélèvement, le temps de séjour des boues dans le cône cylindro-conique (temps entre le prélèvement et le dernier nettoyage) ainsi que le volume récolté
- Mettre les bidons de récupération avec les effluents au frais dans la glacière pour le transport. Intercaler les accumulateurs de froid entre les différents échantillons pour limiter les mouvements des bidons durant le transport
- Sur le site d'Agrocampus Ouest, stocker les échantillons dans un réfrigérateur ou dans une chambre froide à 4-5 °C

## **ANNEXE 2 : Protocole : Mesure de la vitesse de décantation**

### Matériel utilisé

Tableau 1 : Présentation du matériel nécessaire au protocole de mesure de la vitesse de décantation

Matériel utilisé	Solution brute de boues d'élevage	Éprouvette graduée de 1 litre
Quantité	1 litre	1

### Objectif

Déterminer la capacité des boues d'élevage à se décanter via le calcul de l'indice de boue (IB).

### Protocole

Pour 1 litre de solution brute ( $V_i$ ) :

- Homogénéiser la solution de Volume  $V_i$
- Remplir l'éprouvette graduée avec la solution
- Attendre 30 minutes
- Noter le volume occupé par les boues ( $V_{MES30}$ ) après décantation
- Calculer la quantité de matière sèche en gramme ( $P_{MS}$ ) dans la solution (via le protocole : Séchage et quantification de la matière sèche dans les boues d'élevage)

### Calcul

- Calculer l'Indice de boue (IB) :  $IB = V_{MES30} / P_{MS}$  (en  $cm^3/g$ )

NB : la concentration  $P_{MS}$  sera déterminée par le protocole de "quantification de la matière sèche"

## **ANNEXE 3 : Protocole : Séchage et quantification de la matière sèche dans les boues d'élevage**

### Matériel

**Tableau 1 : Présentation du matériel nécessaire au protocole de séchage et quantification de la MS dans les boues d'élevage**

Matériel utilisé	Solution brute de boues d'élevage	Tamis	Entonnoir	Pompe ou grande pipette	Etuve	Barquettes en aluminium	Balance de précision	Balance de mesure	Pissette d'eau distillée	Bidon de récupération	Congélateur
Quantités	10 litres	1x2000 µm 1x1000 µm 1x500 µm 1x250 µm 1x63 µm	1	1	1	5	1	1	1x250 ml	1 * 10L ou 2 * 5L	1

### Objectif

Quantifier la concentration et le % de matière sèche (MS) au sein d'un échantillon de boues d'élevage puis obtenir la MS nécessaire à la réalisation des tests de caractérisation chimique.

### Méthode

- Mesurer le volume total de la solution  $V_{tot}$

### Décantation

- Laisser décanter la solution au minimum pendant 1h30
- Après décantation siphonner les matières en suspension (MES) avec une pipette ou une pompe
- Mettre la solution siphonnée dans une barquette en aluminium (préalablement annotée et pesée ( $P_b$ ))
- Sécher la solution dans une étuve pendant 48 h à 60°C
- Après séchage peser la barquette ( $P_{bf}$ )

### Calcul

- Concentration en MS =  $[C_{MES}] = (P_{bf} - P_b) / V_{tot}$

## **ANNEXE 4 : Protocole : Quantification de la matière organique : Méthode de perte au feu**

### Matériel

Tableau 1 : Présentation du matériel nécessaire au protocole de la quantification de la matière organique

Matériel utilisé	Matière sèche	Four à moufle	Barquette aluminium en	Balance de précision
Quantités	3 à 5 grammes	1	1	1

### Objectif

Quantifier le % de matière organique présent dans la matière sèche.

### Méthode

Il est indispensable de réaliser au préalable le protocole de séchage des matières en suspension (MES) (voir ci-dessus)

### Incinération

- Prendre et peser chaque barquette en aluminium (mb)
- Mettre la matière sèche dans la barquette et peser l'ensemble (mi)
- Mettre la barquette dans le four à moufle et laisser chauffer pendant 4 heures à 450°C
- Retirer la barquette et éteindre le four à moufle
- Peser l'ensemble de la barquette + matière incinérée (mf)

### Calcul

- Pourcentage de matière organique (%) =  $mi - mf * 100$



## **ANNEXE 5 : Fiche technique des expériences réalisées pour la composition chimique des boues**

Nous avons voulu déterminer le taux de C total, N total et P total des boues en vue de leur épandage. Pour cela :

- Le C total et N total : dosage par chromatographie en phase gazeuse à l'hélium (méthode DUMA) à partir de boues sèches
- Le P total : dosage colorimétrique des orthophosphates à partir de boues sèches remises en solution

Avant de passer à ces expériences, nous avons dû préparer nos échantillons. En premier lieu, le broyage des boues était donc nécessaire. Après les avoir séchés à l'étuve pendant 3 jours à 68°C :

- Broyage au mortier pour les réduire en poudre
- Broyage au broyeur planétaire à 700 tours / minutes avec un galet de métal pendant 2 mins : obtention d'une poudre homogène (grains entre 20µm et 50µm)

Ceci nous a permis de récupérer 58,886g de boues séchées en poudre.

Les valeurs de C, N et P totales étant exprimées en pourcentage de matière sèche, nous avons dû procéder une mesure de l'humidité résiduelle de nos boues au préalable, en procédant de la manière suivante :

- Tare sur les boîtes à tar avec une balance de précision à  $10^{-5}$  g (= 15,3580g). En effet, les boues peuvent regagner du poids humide avec l'air atmosphérique.
- Pesée de 3 à 4 g de boue broyée à déposer dans la boîte de tare (= 3,4979 g)
- Placement à l'étude de la boîte à tar + boue (= 18,8559 g) pendant 12h à 105°C
- Pesée après les 12h (= 18,4549 g)
- Calcul du % d'humidité résiduelle  
Humidité résiduelle = ((Poids pseudo-sec avant étuve - Poids sec après étuve) / Poids pseudo-sec avant étuve) \*100

Pour le dosage du phosphore : les réactifs doivent être préparés préalablement de la manière suivante:

- Solution oxydante
  - 5g de peroxydisulfate de potassium ( $K_2S_2O_8$ ) dans 100mL d'eau ultra pure (eau Milli-Q)
- Molybdate acide, solution II
  - Ajouter 230 mL d'acide sulfurique 9 mol/L à 70 mL d'eau
  - Dissoudre 13g d'heptamolybdate d'ammonium tétrahydraté dans 100mL d'eau. L'ajouter à la solution acide et bien mélanger.
  - Dissoudre 0.35g de tartrate hémi-hydraté de potassium et d'antimoine dans 100mL d'eau. L'ajouter à la solution de molybdate acide et bien mélanger.
- Solution acide ascorbique
  - Dissoudre 10 g d'acide ascorbique dans 100mL d'eau ultra pure Milli-Q.

Ensuite nous avons suivi le mode opératoire suivant :

### Préparation d'une gamme étalon d'orthophosphates

La gamme en orthophosphates préparée s'étend de 0.05 à 2.5mg/L (à adapter selon les échantillons testés). Celle-ci doit être réalisée avec des orthophosphates subissant le même traitement, c'est-à-dire une minéralisation avec du peroxodisulfate.

- Solution mère de 1000 mg/L
- Obtention de 7 solutions filles (volume d'au moins 10 mL voire plus pour pouvoir refaire une dilution de la gamme si besoin) :
  - 0 mg/L
  - 0,1 mg/L
  - 0,25 mg/L
  - 0,5 mg/L
  - 1 mg/L
  - 2 mg/L
  - 2,5 mg/L
- Prélever 10 mL de chacune solutions et les répartir dans 7 tubes

### Pesées de la poudre de boues à 97% de MS (réplicats)

- Pesées
  - tube 1 = 21,4 mg
  - tube 2 = 21,3 mg
  - tube 3 = 23,1 mg
  - tube 4 = 21,4 mg
  - tube 5 = 21,9 mg
- Mise en solution des boues pesée dans 10mL d'eau distillée
- Éventuellement diluer l'échantillon si trop concentré - nous l'avons dilué 50 fois

### Minéralisation des phosphores en orthophosphates

- Fermer les tubes et mélanger
- Laisser reposer 24h pour la décantation complète
- Prélever 5 mL dans les tubes contenant les échantillons et les mettre dans des nouveaux tubes, en faisant attention de ne prendre que le surnageant (pas de particules de boue solides)
- Prendre 4 mL d'échantillon et ajouter 1 mL de solution oxydante de peroxodisulfate et refermer immédiatement le flacon de minéralisation.
- Après homogénéisation, mettre à minéraliser dans un autoclave 30 minutes à 120°C à 1 bar.
- L'hydrolyse de certains acides polyphosphoriques nécessite jusqu'à 90 minutes.

### Réaction colorée en vue du dosage des orthophosphates

- Ajouter dans chaque tubes 0,150 mL d'acide ascorbique (fait la réaction) et 0,300 mL de Molydate (fait la coloration)
- Laisser réagir au moins 15 mins

### Passer le tout au spectrophotomètre à 880 nm

- Préparer les cuves spectrophotométriques (gamme étalon et échantillon)
- Faire un blanc avec le tube de la gamme étalon à 0g/L.
- Passer toutes les cuves

Grâce à la chromatographie en phase gazeuse (méthode Duma) nous avons pu connaître le taux d'azote total et de carbone total.

Pour cela, nous avons d'abord pesé nos échantillons de boues sur 3 masses différentes (20, 30, 40 mg). L'INRAE a réalisé au préalable une gamme d'étalonnage pour le carbone et l'azote.

Le principe méthode DUMA :

- Mettre la boue broyée dans des capsules en étain
- Peser avec une balance de précision à  $10^{-5}$  g
- 3 poids différents (pour réaliser des réplicats) :
  - 19,80 mg
  - 29,55 mg
  - 40,31 mg
- Fermer les capsules = échantillons

Les échantillons sous forme de matières sèches sont passés dans une machine qui fonctionne comme un four à hélium et réalise une combustion flash des échantillons (chauffés à  $900^{\circ}\text{C}$  + apport d'oxygène). Le carbone se retrouve ainsi sous forme de gaz  $\text{CO}_2$ . L'azote se retrouve quant à lui sous forme de gaz de différents oxydes de N réduit sous forme de  $\text{N}_2$  dans un tube en quartz et de cuivre. Ensuite l'appareil procède à une chromatographie en phase gazeuse avec du charbon (chaque gaz s'accroche plus ou moins de temps au charbon), ce qui permet d'obtenir un profil comportant des pics de C et de N qui peuvent être lus (un gaz sortira en premier puis l'autre → obtention de 2 pics distincts).

## **ANNEXE 6 : Protocole : Test de Flocculation**

### Matériel

**Tableau 1 : Présentation du matériel nécessaire au protocole de test de flocculation**

Matériel utilisé	Solution brute de boues d'élevage	Bécher	Agitateurs magnétiques avec barreau aimanté	Éprouvette de 50 mL	Éprouvette de 10 mL	Minuteur	Règle graduée	Flacon mère de 1 L	Pissette d'eau distillée	Pot vissant de 180 mL	Sachet de flocculants naturels
Quantités	15 litres	6	5	1	1	1	1	1	5 L	5	1 Amidon de maïs 1 Gomme de Guar 1 Moringa 1 Agar-agar

### Objectif

Réalisation de tests de flocculation pour 4 flocculants naturels à 4 concentrations différentes (expériences réalisées avec une répétabilité de 3)

### Mise en oeuvre

- Prélever 5 fois 300 mL d'eau chargée et homogénéisée à répartir dans 5 béchers
- Laisser décanter 30 minutes
- Préparer une solution mère de flocculants dilués avec de l'eau distillée
- Préparer des solutions filles de différentes concentrations (1 g/L, 2 g/L, 2,5 g/L et 3 g/L) et les placer dans les pots refermables
- Mesurer la hauteur de décantation au sein des béchers
- Calculer le volume apparent
- Homogénéiser les béchers en agitant 30 secondes à 300 tours/minutes
- Ajouter les différentes solutions filles dans les béchers correspondants
- Agiter 30 secondes à 300 tours/minutes
- Laisser décanter 30 minutes les boues avec flocculants
- Mesurer la hauteur de décantation au sein des béchers
- Calculer le volume apparent
- Apprécier la flocculation des boues en attribuant une note de 0 à 5.

## **ANNEXE 7 : Protocole : Test du sac ou de résistance des floccs**

### Matériel

Tableau 1 : Présentation du matériel nécessaire au protocole du test du sac

Matériel utilisé	Solutions de boues flocculées à différentes concentrations	Tamis	Couppelles en aluminium	Contenant de récupération	Balance de précision
Quantités	5 x 4 x 3	1 x 0,5 mm 1 x 1 mm	60	1	1

### Objectif

Le test du sac est un test permettant d'évaluer la résistance des floccs suite au passage dans un tamis.

### Protocole

- Placer les tamis par ordre de taille décroissant au dessus du contenant
- Peser une coupelle vide
- Verser délicatement la solution sur le tamis
- Attendre 2 minutes
- Observer les floccs et leur éventuelle rupture
- Attribuer une note pour chaque concentration (0 : rupture totale des floccs ; 1 : rupture importante des floccs ; 2 : rupture moyenne des floccs ; 3 : faible rupture des floccs ; 4 : aucune rupture des floccs ; 5 : renforcement des floccs)
- Récupérer les matières sur la grille dans une coupelle
- Peser la coupelle avec la matière humide
- Placer à l'étuve
- Peser la coupelle avec la matière sèche
- Calculer de la siccité
- Nettoyer la grille entre chaque test