



HAL
open science

Adaptation de la méthode "fractionnement biochimique selon Van Soest" appliqué aux échantillons de composts, via un plan d'expérience

A. Guitet

► To cite this version:

A. Guitet. Adaptation de la méthode "fractionnement biochimique selon Van Soest" appliqué aux échantillons de composts, via un plan d'expérience. Sciences de l'environnement. 2012. hal-02597408

HAL Id: hal-02597408

<https://hal.inrae.fr/hal-02597408>

Submitted on 15 May 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Adaptation de la méthode "fractionnement biochimique selon Van Soest" appliqué aux échantillons de composts, via un plan d'expérience

Stage effectué du 10 avril au 15 juin 2012

Alexandre GUITET

Maître de stage : Mylène DAUMOIN

Enseignant correspondant : Abdeltif AMRANE

Unité de Recherche « Gestion environnementale et
traitement biologique des déchets »

Groupement de Rennes

17, avenue de Cucillé CS 64427

35044 – Rennes Cedex

Tél : 02 23 48 21 21 Fax : 02 23 48 21 15

Remerciements

Je tiens à remercier M. José Martinez, directeur régional de Irstea, pour m'avoir accueilli dans son établissement durant toute la durée du stage.

Je remercie également M. Fabrice Béline, responsable de l'unité GERE, de m'avoir intégré dans son unité de recherche.

Je tiens à remercier particulièrement Mylène Daumoin, technicienne de recherche, pour son encadrement tout au long du stage. Je la remercie pour la confiance et le soutien qu'elle m'a apporté ainsi que pour ses conseils pertinents qui m'ont fait avancer au cours du projet.

J'ai également une pensée pour tous les stagiaires, les doctorants et les permanents pour leur accueil, leur aide et leur bonne humeur qui ont rendu ce stage très agréable au sein de Irstea.



Sommaire

Présentation Irstea

Introduction

I. Matériels et méthodes

1. Introduction	3
2. Echantillons.....	4
<i>a. Typologies.....</i>	<i>4</i>
<i>b. Préparation des échantillons</i>	<i>4</i>
3. Extracteur	4
4. Réactifs	5
<i>a. Solution NDF (Neutral Detergent Fiber).....</i>	<i>5</i>
<i>b. Solution ADF (Acid Detergent Fiber)</i>	<i>5</i>
<i>c. Solution ADL (Acid Detergent Lignin).....</i>	<i>5</i>
5. Mode opératoire de base pour la détermination des fibres selon Van Soest	5
<i>a. Hydrolyse au détergent neutre : NDF</i>	<i>5</i>
<i>b. Hydrolyse au détergent acide : ADF.....</i>	<i>5</i>
<i>c. Hydrolyse à l'acide sulfurique : ADL.....</i>	<i>6</i>
<i>d. Minéralisation.....</i>	<i>6</i>
<i>e. Calculs.....</i>	<i>6</i>
6. Tests préliminaires.....	7
<i>a. Suivi de la calcination selon deux normes</i>	<i>7</i>
<i>b. Test à l'acétone.....</i>	<i>8</i>
<i>c. Test de la calcination des blancs.....</i>	<i>8</i>
7. Plan d'expérience	8
<i>a. Préparation de l'étude</i>	<i>8</i>
<i>b. Mise en place du plan d'expérience.....</i>	<i>10</i>
<i>c. Choix des échantillons.....</i>	<i>10</i>

Sommaire

II. Résultats et interprétations

1. Résultats des tests préliminaires	12
a. <i>Suivi de la calcination selon deux normes</i>	12
b. <i>Test à l'acétone</i>	12
c. <i>Test de la calcination des blancs</i>	13
2. Exploitation des résultats du plan d'expérience	14
a. <i>Exemple de feuilles de calcul et pesée pour un essai</i>	14
b. <i>Exemple du son de blé pour la fraction Soluble</i>	14
c. <i>Récapitulatif des facteurs influant le plus les réponses</i>	17
3. Bilan sur les échantillons analysés.....	18
a. <i>Son de blé</i>	18
b. <i>Cellulose</i>	18
c. <i>Les composts</i>	18
d. <i>Plaquettes de bois broyés</i>	19

Conclusion

Table des matières

Bibliographie

Annexes

Présentation Irstea

Irstea, institut national de recherche en sciences et technologies pour l'environnement et l'agriculture est créé en 1981 sous le nom de Cemagref. Cet institut tout comme le CNRS et l'INRA fait partie de la famille des établissements publics à caractère scientifique et technologique (EPST).

Irstea comprend 24 unités de recherche réparties sur 9 centres en France avec un budget annuel de 115 millions d'euros. Environ 1600 personnes dont 950 personnels permanents (techniciens, ingénieurs, chercheurs) sont employées actuellement. Irstea accueille également plus de 200 doctorants, 40 post-doctorants et chercheurs étrangers ainsi que 250 stagiaires de niveau master.

L'institut est structuré en trois départements scientifiques :

- Eaux (gestion de l'eau, pollution, écosystèmes aquatiques, risques naturels)
- Ecotechnologies (gestion des déchets, épuration, agriculture)
- Territoires (développement territorial, vulnérabilité, écologie, biodiversité)

José MARTINEZ est le directeur régional de Irstea à Rennes regroupant une soixantaine d'agents permanents. Les locaux s'étendent sur 4800m² dans lesquels se trouvent des laboratoires et halls où sont réalisées des expérimentations sur des systèmes de procédés. L'institut de Rennes est divisé en deux unités de recherche :

- TERE « Technologie des Equipements Agro-alimentaire » se consacre à l'amélioration et à la maîtrise de la qualité des matières premières et des produits agroalimentaires lors de leur transformation et de leur conservation, ceci grâce à l'utilisation de la RMN et des propriétés liées aux mécaniques des fluides. Les deux équipes de recherche sont ACTA et IRM-Food
- GERE « Gestion Environnementale et traitement biologique des déchets » conçoit et développe des procédés de traitement biologique des déchets municipaux, agricoles (effluents d'élevage) et agro-industriels (boues) dans le but d'optimiser leur gestion. GERE se divise en deux équipes :
 - EPURE : gestion et traitement des effluents d'élevages
 - SOWASTE : gestion et traitement des déchets solides

C'est au sein de cette dernière équipe que j'ai réalisé mon stage du 10 avril au 15 juin 2012 sous l'encadrement de Mme DAUMOIN Mylène (technicienne de laboratoire). L'équipe développe des travaux visant à proposer des solutions durables de gestion des déchets solides. Ces travaux s'articulent d'une part autour de l'amélioration des technologies de traitement en se focalisant principalement sur les procédés de compostage. D'autre part une évaluation (technique, environnementale et économique) de ces technologies est faite en vue d'aider à la décision des collectivités sur le choix des filières de traitement de déchets à mettre en place.

Un organigramme du centre Irstea à Rennes est présenté en annexe 1.

Introduction

La production de déchets en France en 2008 s'élève à 345 millions de tonnes dont 315 millions de tonnes de déchets sont produits par les activités économiques (construction, industrie, agriculture, tertiaire) et 29.3 millions de tonnes de déchets sont produits par les ménages. Dans ce dernier cas cela représente environ 472 kilogrammes par habitant. De nos jours le tri des déchets, le stockage, le recyclage, le compostage, la méthanisation et l'incinération offrent une combinaison de traitements pour la gestion des déchets. Pour améliorer cette gestion il faut connaître leur composition. C'est pourquoi il existe une panoplie d'analyses physico-chimiques nécessaire à la compréhension des procédés de transformations et permettant ainsi d'anticiper sur leur devenir.

Parmi ce panel d'analyses physico-chimiques, la méthode de caractérisation de la matière organique des amendements organiques par son fractionnement biochimique, développée au cours des 10 à 15 dernières années, est un outil de plus en plus utilisé pour optimiser l'usage des produits. Le terme amendement organique désigne la matière fertilisante composée principalement de combinaisons carbonées d'origine végétale, ou animale et végétale en mélange. Il est destiné à l'entretien ou à la reconstitution du stock de matière organique du sol et à l'amélioration de ses propriétés physiques, chimiques et biologiques. La méthode du fractionnement biochimique était appliquée au départ principalement pour les fourrages. Elle s'étend maintenant vers les composts, les amendements organiques, les digestats et d'autres produits contenant des fibres.

L'unité GERE travaille sur le compostage et notamment sur le processus de transformation de la matière organique (MO). L'analyse de ces matières organiques par fractionnement biochimique permet de mieux comprendre les processus intervenant dans le compostage et le traitement des déchets. Le fractionnement biochimique caractérise la matière organique en plusieurs fractions (soluble, hémicellulose, cellulose et lignine) qui donne des renseignements sur les différents niveaux de biodégradabilité d'un déchet. En effet, la partie soluble du déchet sera plus facilement biodégradable que sa partie « dure » constituée de lignines et cutines.

Le laboratoire de l'unité GERE, de part ses activités, traite de nombreux échantillons très variés. Des normes concernant le fractionnement biochimique ont été développées pour des produits alimentaires pour animaux ou des amendements organiques. Le terme amendement organique reste très vaste puisqu'il réunit les composts, les boues, les fumiers, les lisiers, etc. La praticabilité et la fiabilité de la méthode fractionnement biochimique doivent être vérifiées sur les échantillons du laboratoire qui sont principalement des composts.

Ainsi l'objectif principal de mon stage est d'adapter et apporter des améliorations à la méthode « fractionnement biochimique selon Van Soest » sur des échantillons du laboratoire susceptibles de contenir des fibres dont les composts notamment.

Dans ce rapport une première partie exposera les matériels utilisés et les méthodes appliquées, c'est-à-dire les tests dits préliminaires et l'élaboration d'un plan d'expérience. Dans une seconde partie les résultats y seront transcrits ainsi que leurs interprétations. Enfin une conclusion et quelques éléments de perspectives clôtureront ce rapport.

I. Matériels et méthodes

1. Introduction

Peter Van Soest mit au point une méthode d'analyse des fibres à l'aide de détergents en 1963 puis 1967. Cette méthode est actuellement l'un des principaux moyens pour quantifier les fibres végétales mais il en existe d'autres comme celle de Weende (cellulose brute) ou Prosky. Les fibres végétales sont composées principalement d'hémicelluloses, de celluloses, de lignines et cutines. Néanmoins, de nombreuses molécules comme des sucres, des protéines, des lipides, des tanins, de la matière minérale sont présentes dans les fibres végétales. [annexes 2 et 3]

Le principe de la méthode Van Soest permet de déterminer séquentiellement des constituants par traitement aux détergents neutre et acide et à l'acide sulfurique. Explicitement un échantillon broyé est réparti en trois sachets. Ces derniers sont traités par une solution de détergent neutre (NDF) et lavés. Un des trois sachets est séché, pesé et calciné. Les deux autres subissent une autre hydrolyse à chaud par une solution de détergent acide (ADF) puis sont lavés. L'un des deux sachets est séché, pesé et calciné. Enfin le dernier sachet est traité à froid par une solution d'acide sulfurique à 72% (ADL), lavé, séché, pesé et calciné.

Le traitement parallèle des trois sachets permet de mesurer par élimination la quantité de matière organique résiduelle au terme de chaque étape de l'extraction. C'est à dire que la fraction organique obtenue après l'extraction au NDF moins celle obtenue après l'extraction au ADF correspond approximativement à la quantité d'hémicellulose (HEM). De même la fraction organique obtenue après l'extraction au ADF moins celle obtenue après l'extraction au ADL correspond approximativement à la teneur en cellulose (CEL). Enfin la fraction organique obtenue après l'extraction au ADL correspond à la teneur en lignine (LIC) contenue dans l'échantillon. C'est par soustractions successives que la teneur en cellulose, hémicellulose et lignine des échantillons peut être déterminée.

Il faut rappeler que, historiquement, la méthode était appliquée pour estimer la digestibilité des fourrages, de telle sorte que les matières organiques testées étaient exclusivement végétales. De ce fait, les molécules organiques extraites se rapprochaient de structures moléculaires identifiables : hémicelluloses, celluloses, lignines et cutines qui sont des molécules moins digestes pour les animaux que les molécules simples comme les sucres et l'amidon.

Les échantillons de cette étude correspondent principalement à des mélanges de matières d'origines végétales, animales et minérales. Cela induit que les fractions de matières organiques (SOL, HEM, CEL et LIC) extraites ne correspondent plus systématiquement à ces structures moléculaires identifiables. Néanmoins, ces fractions étant le résultat d'extractions successives par des réactifs de plus en plus agressifs chimiquement, on peut considérer que les molécules extraites se comportent de la même façon que les molécules d'hémicelluloses, celluloses, lignines et cutines. Ce sont donc des fractions dites d'hémicelluloses, de celluloses, de lignines et cutines qui sont considérées dans les échantillons du laboratoire.

A ce jour il existe une norme AFNOR XP U44-162 permettant de caractériser la matière organique par fractionnement biochimique sur les amendements organiques. Une autre norme AFNOR NF V18-122, plus ancienne, énonce une méthode de traitement des aliments pour animaux aux détergents neutre et acide et à l'acide sulfurique. Les travaux effectués dans la suite de ce rapport sont basés sur ces normes.

I. Matériels et méthodes

2. Echantillons

a. Typologies

Dans cette étude des échantillons de composts domestiques prélevés sur le territoire de l'agglomération rennaise sont étudiés. Ces échantillons sont composés notamment d'épluchures et déchets de cuisine, ainsi que de déchets verts (tontes, branchages, déchets de jardins). Ces échantillons proviennent de prélèvements effectués dans le cadre du projet européen MINIWASTE. Ce projet a pour objectif de développer et valider des protocoles techniques afin d'évaluer les projets de compostages domestiques. Les prélèvements ont été réalisés sur composteurs individuels ou collectifs (pied immeuble).

Des échantillons issus de tests inter-laboratoire, de la paille, du son de blé bio commercial, de la cellulose et des plaquettes de bois sont également analysés.

b. Préparation des échantillons

Les échantillons de composts sont d'abord séchés à $80 \pm 5^\circ\text{C}$ et broyés à l'aide d'un broyeur à couteaux sur un tamis de 2mm. On détermine ensuite la matière sèche résiduelle et la matière organique. Les échantillons sont séchés jusqu'à masse constante dans une étuve à $105 \pm 5^\circ\text{C}$. La différence de masse entre avant et après le séchage à 105°C , correspond à la teneur en eau de l'échantillon et permet de déterminer la matière sèche résiduelle. Ces échantillons séchés sont calcinés à $550 \pm 25^\circ\text{C}$ pendant 3h. La différence entre les deux masses est utilisée pour déterminer la matière organique. La teneur en matière sèche résiduelle est exprimée en pourcentage du produit partiellement sec et la matière organique est exprimée en pourcentage de la matière sèche.

$$\%MS = \frac{m2}{m1} * 100$$

$$\%MO = \left(\frac{m2 - m3}{m2} \right) * 100$$

Avec : $m1$ masse de l'échantillon pré-séché à 80°C

$m2$ masse de l'échantillon après séchage à 105°C

$m3$ masse de l'échantillon après calcination à 550°C

Les pailles, la cellulose, les plaquettes et le son de blé ne sont pas pré-séchées à 80°C mais sont directement broyées. La matière sèche exprimée en pourcentage du produit brut et la matière organique sont alors déterminées.

3. Extracteur

Un extracteur de fibres est nécessaire à la réalisation du fractionnement biochimique. Il y a quelques années, le laboratoire de Irstea utilisait l'appareil « Fibertec » utilisant des creusets. Le nouvel appareil est « Fibersac semi-automatique 24 » de ANKOM. Pour cet appareil les échantillons sont pesés dans des sachets poreux qui sont ensuite thermosoudés. L'utilisation de sachets plutôt que de creusets est la principale différence entre « Fibertec » et « Fibersac » évitant ainsi des soucis de colmatage lors des filtrations. 24 sachets peuvent être insérés dans le portoir plongeant par la suite dans les solutions

I. Matériels et méthodes

NDF et ADF. Un régulateur numérique de température est intégré à l'appareil pour garder par exemple la température de 100°C nécessaire aux extractions. [annexe 4]

4. Réactifs

a. Solution NDF (*Neutral Detergent Fiber*)

La solution au détergent neutre utilisée est une solution commerciale prête à l'emploi. Cette solution permet de solubiliser principalement les sucres, les lipides, l'amidon en faible quantité, certaines protéines. La fraction non soluble correspond à la somme des polymères suivants : celluloses, hémicelluloses, lignines et cutines. La matière minérale est également présente dans la partie non soluble.

b. Solution ADF (*Acid Detergent Fiber*)

La solution au détergent acide est aussi une solution commerciale prête à l'emploi. Le ADF solubilise les hémicelluloses et quelques protéines solubles à pH acide. La partie non soluble est donc la somme des celluloses, lignines et la matière minérale toujours présente.

c. Solution ADL (*Acid Detergent Lignin*)

Il s'agit d'une solution commerciale d'acide sulfurique à 72% qui solubilise les celluloses. La fraction restante correspond aux lignines et à la matière minérale.

La composition des réactifs est détaillée en annexe 5

5. Mode opératoire de base pour la détermination des fibres selon Van Soest

a. Hydrolyse au détergent neutre : NDF

Trois sachets vides sont pesés (masses : **A**, **B** et **C**). Environ exactement 1g d'échantillon (précision $\pm 0.0001g$) est pesé dans chaque sachet (**A1**, **B1** et **C1**). Les sachets sont soudés grâce à une thermosoudeuse. Ils sont disposés dans un porte-échantillons.

100mL de solution NDF par sachet contenant les échantillons sont introduits dans le vase réactionnel de l'extracteur. La solution est portée à 100°C pendant 1 heure, sous agitation et couvrer le fermé.

A la fin de l'extraction les sachets sont lavés 4 fois à l'eau distillée bouillante dans le vase, pendant 5 minutes et sous agitation. Les sachets sont ensuite lavés 3 fois à l'acétone dans un bécher pendant 5 minutes.

Les sachets sont séchés durant une nuit à l'étuve à 105°C puis pesés (**A2**, **B2** et **C2**). Un sachet sur les trois est mis de côté pour la calcination finale.

b. Hydrolyse au détergent acide : ADF

Les sachets (**A2** et **B2**) pesés précédemment sont placés dans le porte-échantillons et subissent le même protocole que pour l'hydrolyse au NDF mais cette fois avec une solution de détergent acide (ADF).

I. Matériels et méthodes

Les sachets sont séchés durant une nuit à l'étuve à 105°C puis pesés (**A3 et B3**). Un sachet sur les deux est mis de côté pour la calcination finale.

c. Hydrolyse à l'acide sulfurique : ADL

Le dernier sachet de masse **A3** est hydrolysé par de l'acide sulfurique à 72% pendant 3 heures en agitant toutes les 30 minutes.

Le sachet est rincé à l'eau distillée bouillante jusqu'à neutralisation de l'acide (vérification au papier pH). De la même manière que précédemment, le sachet est lavé 3 fois à l'acétone pendant 5 minutes puis séché.

Le sachet est placé à l'étuve pendant une nuit à 105°C et pesé (**A4**)

d. Minéralisation

Les sachets de masse **C2, B3 et A4** sont placés dans des coupelles en aluminium et calcinés dans un four à moufle à 550°C pendant 3 heures. Les cendres sont pesées à température ambiante (**A5, B5 et C5**).

e. Calculs

Lignine (et cutine) :

$$LIC = \frac{(A4 - A5) - A * f_1}{A1} * 100$$

Cellulose :

$$CEL = \frac{(B3 - B5) - B * f_2}{B1} * 100 - LIC$$

Hémicellulose :

$$HEM = \frac{(C2 - C5) - C * f_3}{C1} * 100 - CEL$$

Soluble :

$$SOL = 100 - HEM - CEL - LIC$$

où f1, f2 et f3 sont les facteurs de correction établis à partir de sachets blancs

$$f = \frac{\text{masse sachet après extraction} - \text{masse cendres}}{\text{masse sachet vide}}$$

I. Matériels et méthodes

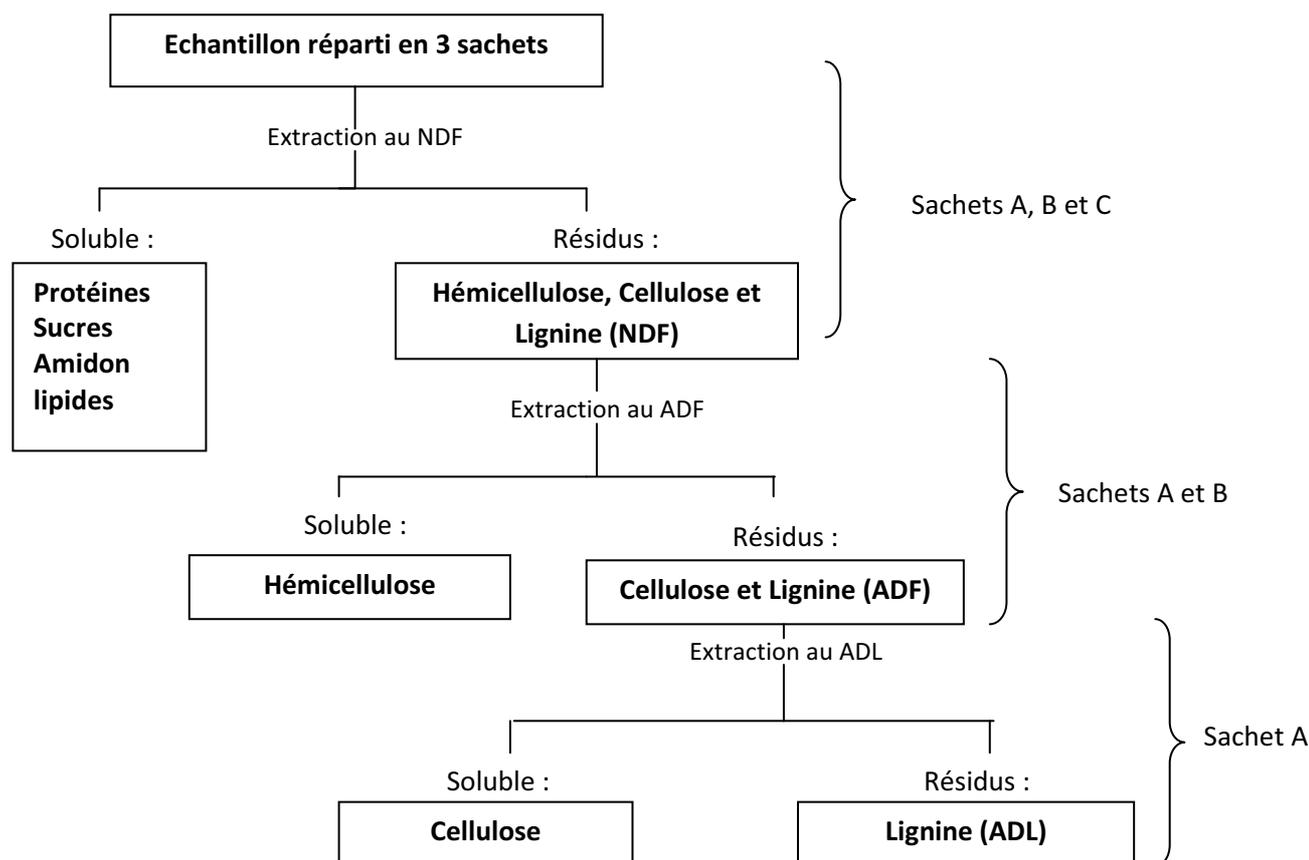


Schéma 1 : Principe de la méthode Van Soest – fractionnement biochimique de la matière organique des fibres par détergents

6. Tests préliminaires

Des tests préliminaires ont été réalisés dans le but de comparer les différentes normes et de retenir les méthodes les plus adaptées pour le fractionnement biochimique de nos échantillons.

a. Suivi de la calcination selon deux normes

Le but de cette analyse est d'exploiter et comparer les résultats suivant deux normes dont la méthode sur la calcination finale est différente :

- Norme XP U44-162 pour amendements organiques
- Norme NF V18-122 pour aliments pour animaux

Dans la première norme une calcination des sachets avec échantillons est réalisée après chaque extraction. C'est-à-dire qu'un échantillon est réparti en 3 sachets et qu'après chaque extraction aux NDF, ADF et ADL un sachet est retiré puis calciné.

Dans la deuxième norme il est indiqué que tous les creusets (pour notre cas des sachets) subissent les trois extractions et sont calcinés à la fin. Dans ce cas là on fait l'hypothèse qu'au fil des extractions il n'y a pas de perte de matière minérale.

Il faut comparer ces deux normes et voir si les deux méthodes donnent des résultats similaires. Si les résultats sont concordants suivant les deux méthodes alors la norme pour aliment sera retenue puisqu'elle permet d'obtenir l'ensemble des résultats à partir d'un seul sachet.

I. Matériels et méthodes

b. Test à l'acétone

Des différences concernant les techniques de manipulation existent entre les différentes normes mises à disposition. En effet, dans la norme NF V18-122 il est précisé qu'une délipidation à l'acétone est nécessaire dans le cas des aliments contrairement à la norme XP U44-162 pour amendements organiques qui ne suggère pas de prétraitement des échantillons. Les fourrages peuvent contenir plus de 10% de matière grasse. L'hypothèse est : l'acétone joue un rôle dans la solubilisation des graisses dans les fibres alimentaires. Un test est effectué pour savoir si un prétraitement à l'acétone est nécessaire dans le cas du fractionnement biochimique selon Van Soest de deux échantillons de compost et pour vérifier son utilité dans le cas d'un échantillon d'aliment.

c. Test de la calcination des blancs

Une deuxième expérience est réalisée toujours sur le même panel d'échantillons. Cette expérience porte sur l'influence de la température de la calcination et sa durée. Dans la norme XP U44-162 il est précisé que les échantillons sont calcinés à 480°C pendant 6h alors que dans le protocole du laboratoire issus de tests précédents, la calcination est réalisée à 550°C pendant 3h. Le but est donc de comparer ces deux méthodes et d'en retenir une pour les futurs fractionnements biochimiques.

7. Plan d'expérience

a. Préparation de l'étude

Objectif de l'étude

L'objectif majeur de ce stage repose sur l'adaptation de la méthode « fractionnement biochimique selon Van Soest ». Pour cela il est important de comprendre chaque paramètre de la méthode pour adapter les normes à nos échantillons. En effet, les normes existantes ont été développées pour des produits alimentaires pour animaux ou amendements organiques. Or nos échantillons sont des composts, certes ce sont des amendements organiques mais le terme est très vaste et la méthode énoncée dans la norme demande plus de précisions.

Un plan d'expérience est donc judicieux pour cette étude. Par définition un plan d'expérimentation est une suite ordonnée d'essais d'une expérimentation, chacune permettant d'acquérir de nouvelles connaissances en contrôlant un ou plusieurs paramètres d'entrée pour obtenir des résultats validant un modèle avec une bonne économie. La première étape consiste à choisir le type de plan d'expérience en fonction des objectifs à atteindre. Il existe de nombreux types de plans d'expériences ayant des objectifs différents :

- Le plan de criblage (ou screening) permet de déterminer les facteurs principaux influençant le plus la réponse.
- Le plan d'optimisation où il faut choisir les niveaux des paramètres influents afin d'optimiser un critère de réponse.
- Le plan de formulation détermine les proportions des constituants d'un mélange par exemple.
- Dans le plan de robustesse le choix des niveaux des paramètres influents permet de garantir une bonne stabilité de la réponse.
- Le plan de validation vérifie et confirme des résultats préalables.

Dans le cas présenté, le plan de criblage est choisi pour diverses raisons. Etant donné le nombre important de facteurs impliqués il serait beaucoup trop long de faire un plan d'optimisation. Il faut donc

I. Matériels et méthodes

se restreindre à un plan de criblage qui permet de déterminer tout d'abord les paramètres influents. La vraie question posée est : pourquoi la réponse varie (en fonction de quel facteur) ?

Choix des réponses

Les réponses étudiées sont les teneurs en soluble, hémicellulose, cellulose et lignine.

Facteurs et leurs niveaux

Dans la méthode sept facteurs à tester sont recensés. Pour chacun d'eux un niveau haut et un niveau bas ont été déterminés de manière à se situer, dans la mesure du possible, à un écart de 25 à 50% du niveau central du facteur, décrit dans la norme XP U44-162.

- Le prélavage à l'eau bouillante est délimité par un niveau bas correspondant à l'absence du prélavage et par un niveau haut correspondant à un prélavage à l'eau bouillante pendant 5 minutes.
- La durée d'extraction au NDF est délimitée entre 45 minutes et 75 minutes.
- La durée d'extraction au ADF est la même que pour l'extraction au NDF soit 45 minutes et 75 minutes.
- Le niveau bas du nombre de rinçage à l'eau bouillante après extractions aux NDF et ADF correspond à quatre lavages de 2 minutes. Quant au niveau haut il est de quatre rinçages de 5 minutes puis deux rinçages à l'extérieur de l'appareil à l'aide d'une passoire.
- La durée d'extraction au ADL est comprise entre 120 minutes et 240 minutes.
- Le nombre d'agitation par heure pour l'extraction au ADL est d'une fois par heure pour le niveau bas et jusqu'à quatre fois par heure pour le niveau haut.
- La masse de l'échantillon est fixée à 0,5 gramme pour le niveau bas et à 1,5 pour le niveau haut.

Facteurs	Symbole	Niveau bas (-1)	Centre (0)	Niveau haut (1)
Lavage eau (min)	A	0	2	5
Temps ext NDF (min)	B	45	60	75
Temps ext ADF (min)	C	45	60	75
Temps ext ADL (min)	D	120	180	240
Nombre d'agitations (/h)	E	1	2,5	4
Quantité d'échantillon (g)	F	0,5	1	1,5
Nombre de rinçages	G	4*2 min	4*5 min	4*5 min + 2

Tableau 1 : Facteurs du plan d'expérience et niveaux

Choix du plan d'expérience

Compte tenu des objectifs décrits ci-avant et comme le nombre de facteurs est conséquent, le plan retenu et le mieux approprié est le plan de Plackett-Burman. Ce dernier est souvent utilisé dans les plans de screening puisqu'il est plus rapide à effectuer. Le plan de Plackett-Burman est basé sur les matrices d'Hadamard. Le plan de résolution III est réduit à douze essais pour sept facteurs et est complètement randomisé. Le modèle mathématique est alors un modèle sans interaction :

$$y = a_0 + \sum a_i \cdot x_i$$

Avec : y = réponse mesurée

a_0 = coefficient constant

a_i = coefficient de l'effet

x_i = niveau du facteur

I. Matériels et méthodes

Points au centre

Le choix de deux points au centre permet de tester l'hypothèse de linéarité. En effet, deux niveaux par facteur ne permettent pas d'étudier une éventuelle courbure de la réponse. Ils permettent également d'ajouter des degrés de liberté.

b. Mise en place du plan d'expérience

Le plan d'expérience défini précédemment est élaboré grâce au logiciel STATGRAPHICS Centurion. Une fois les réponses, les facteurs et le plan choisi, le logiciel présente tous les essais aléatoirement.

<i>essai</i>	<i>Lavage eau</i>	<i>Temps ext NDF</i>	<i>Temps ext ADF</i>	<i>Temps ext ADL</i>	<i>Nbr agitations</i>	<i>Quantité ech</i>	<i>Nbr rinçages</i>
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*minutes
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2

Tableau 2 : Récapitulatifs des essais du plan d'expérience

Ce plan d'expérience va donc permettre de faire un pré-test pour mieux identifier les paramètres influençant le plus les teneurs en soluble, hémicellulose, cellulose et lignine. Par la suite un plan complet peut être réalisé pour optimiser la réponse et déterminer précisément les quantités ou temps nécessaires.

c. Choix des échantillons

Les échantillons analysés suivant le plan d'expérience sont : du son de blé bio (produit alimentaire), de la cellulose, trois composts et des plaquettes de bois. Ces échantillons ont chacun leur spécificité. En effet, l'analyse nutritionnelle moyenne du son de blé indique une teneur en fibre de 43g pour 100g de produit. Il est donc intéressant d'analyser ce type d'échantillon et voir si les 43% de fibre se retrouvent.

La cellulose utilisée est brute donc il peut être intéressant de savoir quel est son pourcentage de pureté puisque le fournisseur ne le précise pas.

Trois échantillons de composts ont été retenus. Puisque l'unité GERE travaille beaucoup sur ce type de produits, il est important d'étudier le fractionnement biochimique sur ces échantillons.

Enfin, le bois a une composition moyenne de 25% d'hémicellulose, 50% de cellulose et 25% de lignine variant en fonction de l'espèce. Le fait de choisir des plaquettes de bois permet de voir si les ordres de grandeurs des constituants sont retrouvés suite au fractionnement biochimique selon Van Soest.

I. Matériels et méthodes

Une fois le plan d'expérience réalisé, le logiciel STATGRAPHICS exploite toutes les données saisies au cours des essais. La seconde partie de ce rapport est dédiée à la compréhension et l'interprétation des résultats du plan d'expérience ainsi que des tests préliminaires.

II. Résultats et interprétations

1. Résultats des tests préliminaires

Ces tests n'ont pas été réalisés sur la totalité des échantillons décrits en I.2

a. Suivi de la calcination selon deux normes

Ce test a été réalisé sur des échantillons de composts et de pailles. Dans la norme NF V18-122 pour aliments pour animaux l'échantillon doit être calciné lorsque les trois extractions ont été faites. Dans la norme XP U44-162 pour amendements organiques l'échantillon réparti dans trois sachets est calciné après chaque extraction.

Les résultats sont très différents d'une méthode à l'autre pour les teneurs en soluble, hémicellulose, cellulose et lignine des composts analysés. En effet, des écarts de 30% pour la fraction soluble sont observés. Néanmoins, pour certains échantillons de composts les teneurs sont identiques à 3% près. La méthode retenue est donc celle issue de la norme pour amendements organiques qui est plus adaptée pour nos échantillons.

b. Test à l'acétone

La feuille récapitulative des résultats est en annexe 6

- Echantillons de produits alimentaires issus d'un test inter-laboratoire (TIL)

Echantillon (E)	masse du sachet (S)	masse S + E	masse S + E après NDF	NDF perte du sachet %
	0,5042	1,0071	0,8069	19,8789
TIL (classique)	0,5179	1,0129	0,7986	21,1571
	0,5291	1,0063	0,7995	20,5505
	0,5181	1,0023	0,7450	25,6710
TIL	0,496	1,0093	0,7088	29,7731
traitement à l'acétone	0,5282	1,003	0,7193	28,2851

Tableau 3 : Récapitulatif des résultats du test à l'acétone sur les échantillons TIL

Dès l'extraction au NDF des différences de masses sont observées entre les deux groupes : le groupe ayant subi un traitement à l'acétone au préalable et le groupe n'ayant rien subi. En effet, l'échantillon TIL a perdu 20% de sa masse en moyenne et l'échantillon TIL délipidé a perdu environ 28% de sa masse. La différence de masse entre les deux échantillons TIL s'explique par la présence de graisse dans les produits alimentaires puisque l'acétone a permis de solubiliser ces graisses dans un premier temps. Par la suite le solvant NDF solubilise les protéines, les pectines, sucres...

Lignine	1,24	0,65
Cellulose	13,81	7,27
Hémicellulose	39,91	21,02
Soluble	45,05	23,72
Total	100	52,66

Tableau 4 : Teneurs en SOL, HEM, CEL et LIC de l'échantillon TIL ayant subis un prétraitement à l'acétone

Lignine	0,98	0,51
Cellulose	14,71	7,75
Hémicellulose	23,38	12,31
Soluble	60,93	32,08
Total	100	52,66

Tableau 5 : Teneurs en SOL, HEM, CEL et LIC de l'échantillon TIL

II. Résultats et interprétations

Les deux groupes d'échantillons TIL retrouvent approximativement la même masse suite à l'extraction aux solvants ADF et ADL. Cela induit des teneurs en cellulose et lignine semblables pour les deux échantillons TIL [tableaux 4 et 5]. Cela est dû aux solvants acides qui solubilisent le reste des corps gras en plus des hémicelluloses et celluloses.

➤ Echantillons de composts

Echantillon (E)	masse du sachet (S)	masse S + E	masse S + E après NDF	NDF perte du sachet %
	0,5085	1,0087	0,7662	24,0408
Compost	0,5128	0,9909	0,7463	24,6846
	0,5052	0,9943	0,7519	24,3790
	0,5159	1,0097	0,7610	24,6311
Compost	0,5186	0,9949	0,7643	23,1782
traitement à l'acétone	0,5073	1,0089	0,7606	24,6110

Tableau 6 : Récapitulatif des résultats du test à l'acétone sur un échantillon de compost

Les échantillons de composts ne présentent pas d'écart entre les deux groupes au niveau des masses [tableau 6]. Quelques différences dans les résultats finaux sont observées mais surement dues à la faible quantité de produit introduite au départ qui accentue l'erreur expérimentale.

➤ Conclusion

L'hypothèse : l'acétone joue un rôle dans la solubilisation des graisses dans les produits alimentaires pour animaux est donc vérifiée puisque les masses des échantillons TIL après extraction au solvant NDF sont différentes. Pour les échantillons de composts de cette analyse, le prétraitement à l'acétone n'est pas nécessaire.

Ne sachant pas à partir de quelle teneur en matière grasse un prétraitement à l'acétone est nécessaire, il peut être préférable par mesure de sécurité de faire ce prétraitement pour les autres échantillons. Une étude plus approfondie peut-être envisagée sur la détermination de la teneur maximale en matière grasse que peuvent contenir les échantillons, susceptibles d'être analysée par fractionnement biochimique.

c. Test de la calcination des blancs

La population de ce test est composée de sachets blancs. Pour étudier les résultats, un facteur de correction énoncé dans la note d'application du fournisseur de l'appareil (Laboratoire HUMEAU) est calculé. Il se traduit par :

$$f_c = \frac{B}{A} = \frac{\text{fraction organique perdue}}{\text{masse sachet vide}} = \frac{\text{masse sachet après extraction} - \text{masse cendre}}{\text{masse sachet vide}}$$

	NDF	ADF	ADL	
	masse du sachet (g)	fraction organique perdue	fraction organique perdue	fraction organique perdue
	A	B1	B2	B3
sachet blanc	0,4974			0,4914
sachet blanc	0,4942		0,4911	
sachet blanc	0,5051	0,5016		
moyenne				
sachet blanc	0,4917			0,4861
sachet blanc	0,4933		0,4898	
sachet blanc	0,4871	0,4832		
moyenne				
				fc = B/A
				B3/A 0,9879
				B2/A 0,9937
				B1/A 0,9931
				0,9916
				0,9886
				0,9929
				0,9920
				0,9912

Tableau 7 : Récapitulatif des résultats du test de la calcination des sachets

II. Résultats et interprétations

D'après les résultats, la température et la durée de calcination n'apportent pas de différences. En effet, les facteurs de correction du groupe calciné à 550°C pendant 3h et celui du groupe calciné à 480°C pendant 6h ne sont pas significativement différents. Cela montre que la calcination est totale. Pour la suite des fractionnements biochimiques, la solution retenue est la calcination à 550°C pendant 3h car le four est programmé de cette façon d'une part, et d'autre part que 3h suffisent pour calciner les sachets.

2. Exploitation des résultats du plan d'expérience

a. Exemple de feuilles de calcul et pesée pour un essai

Feuilles de calcul et de pesée en annexe 7

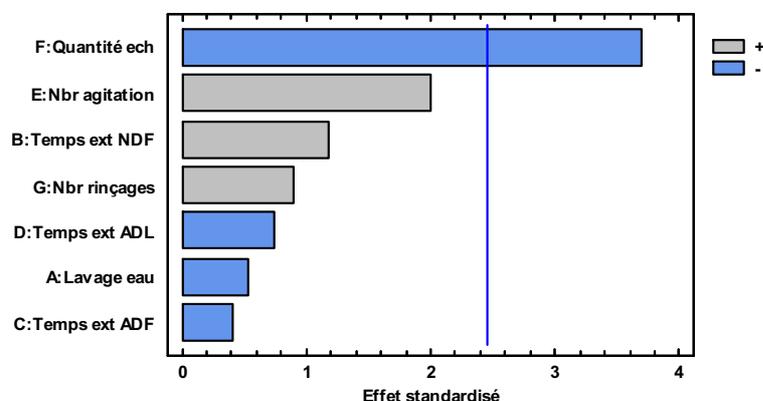
b. Exemple du son de blé pour la fraction Soluble

➤ Tableau récapitulatif des essais et résultats sur le son de blé

essai	Lavage eau	Temps ext NDF	Temps ext ADF	Temps ext ADL	Nbr agitations	Quantité ech	Nbr rinçages	Soluble	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*min	% de MO	% de MO	% de MO	% de MO
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2	50,38	10,27	35,63	3,73
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2	47,67	9,48	39,53	3,32
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2	50,32	9,26	36,95	3,47
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2	53,28	7,23	34,42	5,07
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2	50,32	9,75	36,11	3,82
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2	42,96	10,14	43,08	3,82
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2	54,23	9,72	32,68	3,38
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2	50,14	7,97	36,54	5,35
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	53,65	9,42	33,01	3,92
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	55,39	8,4	32,75	3,46
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	54,57	9,62	32,25	3,56
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	52,91	10,24	33,57	3,29
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2	55,61	9,30	31,83	3,26
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2	49,96	9,83	36,45	3,76

Tableau 8 : Tableau récapitulatif des essais et résultats sur le son de blé

➤ Graphique de Pareto pour soluble

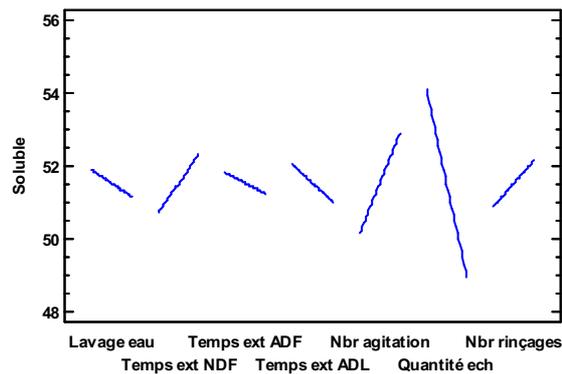


Graphique 1 : Graphique de Pareto

II. Résultats et interprétations

De façon générale le diagramme de Pareto est un graphique représentant l'importance de différentes causes sur un phénomène. Ce diagramme permet de mettre en évidence les causes les plus importantes sur le nombre total d'effets et ainsi, de prendre des mesures ciblées pour améliorer le protocole. Le graphique de Pareto affiche chacun des effets estimés dans l'ordre décroissant d'importance. La longueur de chaque barre est proportionnelle à l'effet standardisé, qui est égal à l'effet estimé divisé par son résidu. La ligne verticale indique quels effets sont statistiquement significatifs. Toutes les barres qui s'étendent au-delà de la ligne correspondent à des effets statistiquement significatifs au niveau de confiance de 95%. Pour le cas de la réponse *Soluble*, le facteur ayant le plus d'influence est la « quantité d'échantillon » puisqu'il domine largement.

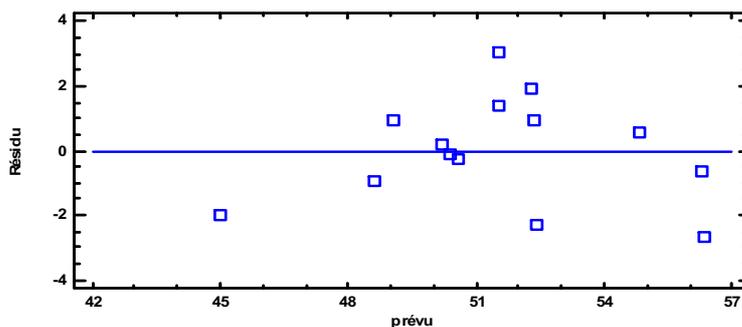
➤ Graphique des effets



Graphique 2 : Graphique des effets

Le graphique des effets représente l'évolution de la réponse en fonction des niveaux des différents facteurs. Il consiste à tracer, pour chaque facteur, la moyenne des réponses obtenues lorsqu'il atteint ses différents niveaux. Il traduit d'une autre manière le graphique de Pareto puisque le facteur « quantité de l'échantillon » a la pente de courbe la plus élevée et donc le plus d'effet dans la réponse.

➤ Graphique des résidus



Graphique 3 : Graphique des résidus

Ce graphique représente les résidus en fonction des valeurs prédites pour le soluble. Il est important puisqu'il permet de mettre en évidence l'homoscédasticité des résidus c'est-à-dire la dispersion homogène des résidus autour d'une droite. Toute forme non aléatoire peut indiquer que le modèle sélectionné ne décrit pas adéquatement les données observées. Dans le cas présent les points semblent disposés aléatoirement sans qu'apparaisse une relation entre les valeurs prédites et les résidus.

II. Résultats et interprétations

➤ Analyse de la variance

Facteurs	Somme des carrés	ddl	Variances	Rapport des variances ou rapport F	Proba.
A:Lavage eau	1,60601	1	1,60601	0,28	0,6168
B:Temps ext NDF	8,01967	1	8,01967	1,39	0,2832
C:Temps ext ADF	0,991875	1	0,991875	0,17	0,6929
D:Temps ext ADL	3,19301	1	3,19301	0,55	0,4852
E:Nbr agitation	22,9357	1	22,9357	3,97	0,0933
F:Quantité ech	78,4897	1	78,4897	13,59	0,0102
G:Nbr rinçages	4,65008	1	4,65008	0,81	0,4041
résidus	34,645	6	5,77417		
Total (corr.)	154,531	13			

Tableau 9 : Analyse de la variance

Explication des termes utilisés dans le tableau d'analyse de la variance :

- La somme des carrés = $\sum_{i=1}^N e_i^2$

Avec l'écart $e_i = y_i - \bar{y}$ qui est la différence entre une valeur individuelle et la moyenne

- ddl = degré de liberté
- La variance (ou moyenne des carrés) est obtenue en divisant la somme des carrés par le nombre de degrés de liberté

$$\bar{e}^2 = \frac{1}{ddl} \sum_{i=1}^N e_i^2$$

- Le résidu correspond à la différence entre la valeur prédite et les valeurs mesurées
- Le rapport des variances est le rapport de la variance d'un facteur sur la variance des résidus

Les valeurs des réponses doivent être analysées afin de mesurer l'influence des facteurs et des interactions sur les variations constatées de la réponse. La principale méthode répondant à cet objectif est l'analyse de la variance. L'intérêt de celle-ci est de pouvoir tester l'influence des facteurs sur les variations d'une réponse donnée. Le test d'analyse de la variance consiste à calculer les rapports de variance et à les comparer à un facteur issu de la loi de Fisher-Snédecor. Par exemple pour le facteur « quantité d'échantillon » le rapport F est de 13,59. En se rapportant à la table de distribution de F au risque de 5%, on s'aperçoit que $F_{1,6}=5,99$ ($F_{1,6}$ correspond à 1 ddl au numérateur et 6ddl au dénominateur) [annexe 8]. Le rapport F est supérieur à $F_{1,6}$ donc le facteur « quantité d'échantillon » a un effet significatif au risque de 5%. Ce facteur est important et doit intervenir dans le modèle.

Le logiciel STATGRAPHICS nous donne directement le résultat sous forme de probabilité. Il utilise directement la loi de Fisher-Snédecor et calcule la probabilité. Le principe est le même et le résultat est plus précis. Si la probabilité est inférieure à 5% alors le facteur est significatif.

➤ Conclusion

Grâce à l'étude statistique du plan de criblage, l'influence des facteurs peut être déterminée. Il faut donc retenir que le facteur « quantité d'échantillon » est le facteur le plus significatif et le plus influent dans la réponse *Soluble* sur le son de blé. Par la suite si un plan complet est réalisé afin d'optimiser la méthode, ce facteur sera beaucoup plus important et étudié plus en détail. L'analyse des résultats

II. Résultats et interprétations

présenté ci-dessus est seulement pour une réponse (Soluble) mais son déroulement s'applique pour les autres réponses et les autres échantillons.

c. Récapitulatif des facteurs influant le plus les réponses

Voici un rappel des différents facteurs et leur lettre correspondante :

A: Lavage eau	E: Nombre agitations
B: Temps extraction NDF	F: Quantité échantillon
C: Temps extraction ADF	G: Nombre rinçages
D: Temps extraction ADL	

		facteurs influant le plus			
		Soluble	Hémicellulose	Cellulose	Lignine
Son de blé		F-	F+	F+	
Cellulose		F-			F+
Composts	C1				F+
	C2		C+/D-/F+		F+
	C3	F-/B+/G+	C+/B-/F+/E-	C-	F+
	Plaquettes				

Tableau 10 : Récapitulatif des facteurs influant le plus dans l'ordre d'influence décroissant

Ce tableau récapitule les facteurs influant le plus sur les réponses (soluble, hémicellulose, cellulose et lignine) en fonction des différents échantillons analysés à l'aide des graphiques de Pareto. La limite de référence est la ligne verticale qui est utilisée pour juger quels effets sont statistiquement significatifs. Toutes les barres qui s'étendent au-delà de la ligne correspondent à des effets statistiquement significatifs au niveau de confiance de 95% [graphique1].

Des similitudes et des différences entre les échantillons sont observées. En effet, le facteur « quantité d'échantillon (F-) » apparaît 3 fois sur les 6 échantillons de manière négative pour la fraction *soluble*. Ainsi, pour être sûr d'avoir extrait toute la partie soluble il faut ajuster le facteur « quantité d'échantillon » de façon à tendre vers son niveau bas. La quantité d'échantillon doit être comprise entre 0,5g et 1g.

Le facteur « quantité d'échantillon (F+) » apparaît encore 4 fois sur les 6 échantillons mais cette fois de manière positive pour la fraction *lignine*. Cela est logique puisqu'une plus grande quantité d'échantillon n'ayant pas subi une extraction totale par le NDF, aura une plus grande teneur en *lignine*, les réponses étant interdépendantes.

Le facteur « temps extraction au NDF (B+) » apparaît pour la fraction *soluble* de l'échantillon C3. Pour augmenter la réponse *soluble* il faut que le temps d'extraction au NDF soit compris entre 60 et 75min.

Donc pour maximiser la réponse *soluble* et être sûr d'avoir extrait toute la partie soluble il faut trouver un compromis entre la quantité d'échantillon et le temps d'extraction au NDF.

II. Résultats et interprétations

3. Bilan sur les échantillons analysés

Les résultats sont répertoriés en annexe 9

a. Son de blé

Les facteurs qui influent le plus sur les fractions soluble, hémicellulose et lignine sont la « quantité d'échantillon (F) ». Le fractionnement biochimique du son de blé permet de déterminer la teneur en fibres de l'échantillon et de comparer avec l'analyse nutritionnelle fournie sur l'emballage. Il est indiqué que ce produit alimentaire possède une teneur en fibres de 43g pour 100g de son de blé. La moyenne de la teneur en fibres sur l'ensemble du plan d'expérience est de 44,7%. La moyenne des essais ayant subi un fractionnement biochimique par la méthode classique (essai 11 et 12) est de 42,9%. La moyenne des essais ayant le facteur « quantité d'échantillon (F-) » au niveau bas est de 42,2% de fibres, confirmant ainsi que la quantité d'échantillon ne doit pas être augmentée mais diminuée.

Pour cet échantillon la méthode est donc fiable en ce qui concerne la partie soluble et la partie fibre puisque la valeur indiquée sur l'emballage est retrouvée.

b. Cellulose

Le facteur qui influe le plus sur les fractions soluble et lignine est la « quantité d'échantillon (F) ». L'analyse de la cellulose brute permet de déterminer le taux de pureté de la cellulose commerciale. La moyenne de la teneur en cellulose sur l'ensemble du plan s'élève à 53,4% et pour les essais classique cette moyenne est de 56,6%. Etant donné que la composition n'est pas donnée par le fournisseur, la fiabilité de la détermination de la cellulose par les solutions ADF et ADL ne peut pas être prouvée.

c. Les composts

Les résultats des analyses montrent clairement que chaque compost est différent. D'une part ils sont différents au niveau de sa composition, traduite en fraction d'hémicellulose, cellulose et lignine. Après comparaison des compositions, un classement selon un niveau de biodégradabilité peut être établi. Le tableau 11 récapitule la composition des composts :

échantillons	Soluble (%MO)	Hémicellulose (%MO)	Cellulose (%MO)	Lignine (%MO)	Cellulose + lignine (%MO)
C1	44,6	23,6	9,9	16,7	26,6
C2	27,6	32,9	16,4	23,1	39,5
C3	12,6	39	22	26,3	48,3

Tableau 11: Moyennes des essais du plan d'expérience au niveau des fractions des échantillons de composts

Rappelons que la fraction soluble correspond à la fraction qui se dégrade la plus rapidement. La cellulose est plus difficile à dégrader et la lignine nettement plus. La fraction hémicellulose se classe entre la fraction soluble et cellulosique. L'échantillon C3 est considéré comme le compost qui se dégrade le plus difficilement comparé aux autres puisque sa teneur en cellulose et lignine est la plus élevée.

II. Résultats et interprétations

D'autre part les composts sont différents au vu des résultats du plan de criblage :

- Pour le compost C3, le facteur « quantité d'échantillon (F) » est important puisqu'il est présent dans 3 fractions sur 4 contrairement à 2 sur 4 pour C2 et 1 sur 4 pour C1.
- Seulement pour C3 le facteur « temps d'extraction au NDF (B) » est important.

Cette étude montre que chaque échantillon de compost est différent de par sa composition mais aussi de par sa sensibilité aux différents facteurs mis en jeu.

d. Plaquettes de bois broyées

Les plaquettes de bois se comportent différemment lors du fractionnement biochimique par rapport aux autres échantillons. En effet, il y a des résultats non exploitables notamment pour la fraction soluble. La moyenne de tous les essais du plan d'expérience est significativement négative puisqu'elle est de -15%. La limite d'un résultat négatif est fixée à -3% [Norme AFNOR GA U44-168] donc la méthode décrite dans la norme XP U44-162 ne s'applique pas à ce genre de produit.

De plus, aucun facteur n'est significatif au niveau de confiance de 95%. Les plaquettes sont donc peu sensibles aux variations de niveaux des facteurs.

Conclusion

L'objectif de ce stage était d'adapter la méthode « fractionnement biochimique selon Van Soest » aux échantillons étudiés dans l'unité GERE, c'est-à-dire des composts et plus généralement des amendements organiques. L'analyse permet de définir un indice de biodégradabilité des composts et déchets par le biais des fractions dites soluble, hémicellulose, cellulose et lignine. Pour adapter cette méthode conçue à la base pour des fourrages, il a fallu étudier toutes les normes mises à disposition afin de comprendre le principe, la technique, les calculs, etc. En comparant ces normes j'ai pu remarqué des différences dans les techniques de manipulation notamment. J'ai donc réalisé des tests préliminaires afin d'expliquer ces différences.

Parmi ces tests j'ai choisi de mettre en évidence le rôle de l'acétone lors d'un prétraitement des échantillons. Il sert donc à solubiliser les graisses contenues dans les produits alimentaires pour animaux. Pour les produits ayant une teneur faible en matière grasse (<5-10%) le prétraitement n'est pas nécessaire. L'analyse a montré que pour certains composts, la teneur en matière grasse est faible mais un prétraitement à l'acétone peut-être envisager pour les autres échantillons par mesure de sécurité.

Les résultats du test sur le suivi de la calcination des sachets montrent que la méthode retenue est celle de la norme pour amendements organiques.

Un autre test permettant de fixer la température et la durée de calcination des sachets a été réalisé. La calcination est nécessaire pour déterminer la matière minérale des échantillons. La solution retenue est une calcination effectuée à 550°C durant 3 heures.

Pour adapter le fractionnement biochimique à nos échantillons il a fallu réaliser une panoplie d'essais, regroupée dans un plan d'expérience. Nous avons choisi de réaliser un plan dans le but de définir les facteurs influant le plus sur les teneurs en soluble, hémicellulose, cellulose et lignine. La meilleure technique, compte tenu des contraintes, est un plan de screening en suivant un plan de Plackett-Burman. Les résultats traduisent s'il existe ou non des similitudes entre les composts étudiés.

Pour la plupart des échantillons le facteur « quantité d'échantillon » est significatif. Par la suite une étude plus poussée doit être envisagée. Le but à atteindre est de maximiser la fraction soluble pour être sûr d'avoir tout extrait grâce au NDF et donc, d'avoir majoritairement des fibres et matière minérale pour la suite des extractions. Pour cela il faudra diminuer la quantité d'échantillon de façon à se situer entre 0,5 gramme et 1 gramme. Il faudra aussi prendre en compte le facteur « temps extraction au NDF » puisqu'il est significatif sur le compost C3.

Afin de contrôler la manipulation, l'objectif était de référencer des échantillons susceptibles d'apporter des résultats de référence. Le son de blé montre que les calculs permettant de calculer les fractions soluble et fibre brute sont fiables puisque la teneur en fibres du son de blé indiquée sur l'emballage par le fournisseur est concordante. En revanche les plaquettes de bois montrent que l'analyse n'est pas adaptée à ce type d'échantillon. L'analyse de l'échantillon de cellulose brute apporte peu d'information puisque la valeur initiale de cellulose pure n'est pas connue.

Des perspectives pour la suite du projet sont envisageables. En effet, une recherche de nouveaux produits référents ou « étalons » est nécessaire afin de mieux appréhender la méthode. Des composés purs dont la composition est connue et mis en mélange pourraient faire l'objet d'un plan d'optimisation. Grâce à ce plan les quantités d'échantillon ou temps d'extraction pourront être déterminés précisément.

Durant ce stage j'ai pu m'initier au domaine de la recherche notamment concernant les déchets et amendements organiques. J'ai également pu découvrir le milieu professionnel et la vie au sein d'un institut de recherche. J'ai appris à rechercher et analyser des documents afin d'émettre des hypothèses, à interpréter des résultats et en tirer des conclusions. L'ensemble du stage a été très bénéfique et

Conclusion

enrichissant pour moi tant au niveau personnel que professionnel. Mon autonomie et mes relations au sein de Irstea se sont développées tout au long de ces 10 semaines de stage.

J'ai eu le privilège de participer en tant que paneliste à plusieurs sessions d'olfactométrie, dans le cadre d'une thèse. Etant donné que je souhaite poursuivre mes études dans le domaine de la parfumerie, ce fut très gratifiant et enrichissant de participer à ce projet.

Table des matières

❖ Tableaux

<i>Tableau 1 : Facteurs du plan d'expérience et niveaux</i>	9
<i>Tableau 2 : Récapitulatifs des essais du plan d'expérience</i>	10
<i>Tableau 3 : Récapitulatif des résultats du test à l'acétone sur les échantillons TIL</i>	12
<i>Tableau 4 : Teneurs en SOL, HEM, CEL et LIC de l'échantillon TIL ayant subis un prétraitement à l'acétone</i>	12
<i>Tableau 5 : Teneurs en SOL, HEM, CEL et LIC de l'échantillon TIL</i>	12
<i>Tableau 6 : Récapitulatif des résultats du test à l'acétone sur un échantillon de compost</i>	13
<i>Tableau 7 : Récapitulatif des résultats du test de la calcination des sachets</i>	13
<i>Tableau 8 : Tableau récapitulatif des essais et résultats sur le son de blé</i>	14
<i>Tableau 9 : Analyse de la variance</i>	16
<i>Tableau 10 : Récapitulatif des facteurs influant le plus dans l'ordre d'influence décroissant</i>	17
<i>Tableau 11: Moyennes des essais du plan d'expérience au niveau des fractions des échantillons de composts</i>	18

❖ Graphiques

<i>Graphique 1 : Graphique de Pareto</i>	14
<i>Graphique 2 : Graphique des effets</i>	15
<i>Graphique 3 : Graphique des résidus</i>	15

❖ Schéma

<i>Schéma 1 : Principe de la méthode Van Soest – fractionnement biochimique de la matière organique des fibres par détergents</i>	7
---	---

Bibliographie

Amendements organiques

<http://www.developpement-durable.gouv.fr/-Gestion-des-dechets-.html>

Norme Afnor XP U44-162 : Amendements organiques et supports de culture - Caractérisation de la matière organique par fractionnement biochimique et estimation de sa stabilité biologique.

Norme Afnor GA U44-168 : Guide d'interprétation pour les méthodes de caractérisation de la matière organique des amendements organiques (XP U 44-162 et XP U 44-163).

Norme Afnor NF EN 13040 : Amendements du sol et supports de culture - Préparation des échantillons pour les essais physiques et chimiques, détermination de la teneur en matière sèche, du taux d'humidité et de la masse volumique compactée en laboratoire.

Norme Afnor EN 13039 : Amendements du sol et supports de culture - Détermination de la matière organique et des cendres.

Norme Afnor NF U44-051 : Amendements organiques - Dénominations, spécifications et marquage.

Norme Afnor NF V18-122 : Aliments des animaux - Détermination séquentielle des constituants pariétaux.

<http://www.foss.fr/> Aliments pour animaux : Norme mondiale d'analyse de la ligno-cellulose (ADF) et de la lignine (ADL)

M.E. Temblay, 2008, estimation par FT-NIR de la stabilité biologique et de la valeur fertilisante azotée de fumiers, partie 2 : revue de littérature.

<http://www.profi-lait.ch> L'analyse de la cellulose brute est-elle dépassée ? – Schéma d'une cellule végétale

<http://webpeda.ac-montpellier.fr/spc/ABCDORGA/Famille/CHIMIEDUBOIS.html>

Plans d'expériences

J. GOUPY, « plans d'expériences pour surfaces de réponse », **1999**, 103-129, DUNOD, Paris

A. Trémier, L. Fantaci, M. Daumoin, Optimisation de la méthode d'analyse de la DCO dans un échantillon solide (poudre) – Application d'un plan d'expérience, **2008**

Sigma Plus, Plans d'expériences – Cemagref Rennes, **2011**

Annexes

Annexe 1 : Organigramme de Irstea Rennes.....	1
Annexe 2 : Caractéristiques de l'hémicellulose, la cellulose et la lignine.	2
Annexe 3 : Vue schématique d'une cellule végétale	3
Annexe 4 : Photographie de l'extracteur « Fibersac semi-automatique 24 » de ANKOM	4
Annexe 5 : Composition et préparation des réactifs	5
Annexe 6 : Résultats test à l'acétone	6
Annexe 7 : Feuilles de calcul et de pesée	7
Annexe 8 : Table de Fisher-Snedecor.....	10
Annexe 9 : Tableaux récapitulatifs des résultats du plan d'expérience sur les différents échantillons.....	11

Annexe 1 : Organigramme de Irstea Rennes

Organigramme de Rennes

Directeur de centre : José Martinez

Assistante du Directeur : Marie-Noëlle Maudet

UR GERE

« Gestion environnementale et traitement biologique des déchets »
Chef d'UR : Fabrice BELINE

UR TERE

« Technologie des Equipements Agroalimentaires »
Chef d'UR : François MARIETTE

Administration et Bureau Missions

GERE : Isabelle MESLE
TERE : Marie-Christine MARCAIS

Gestion Financière

GERE : Sylviane GANITTA
TERE : Julie DELEURME

Services généraux

Référent Finances : Monique THEBAULT
Référent Dépenses : Patricia MANACH

Gestion des Ressources Humaines
Brigitte ORAIN – Marie-Noëlle MAUDET

Documentation, Information Scientifique et Technique - Accueil, Communication
Régine LOUBAT – Brigitte MARCHIX

Logistique - Patrimoine
Philippe ESNAULT – Eric LE SAOS

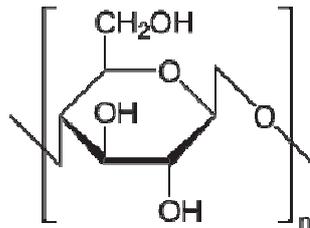
Informatique collective

RSI : Fabrice EGIDO, DIR + UR GERE
ASI : Amina OMAR, DIR + UR TERE

Annexe 2 : Caractéristiques de l'hémicellulose, la cellulose et la lignine.

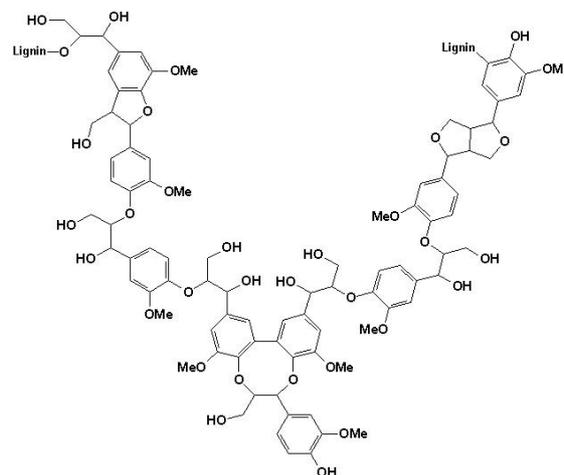
L'hémicellulose, la cellulose et la lignine sont trois molécules présentes dans les parois des cellules végétales. Ces molécules présentent chacune leurs particularités.

- La cellulose est un glucide constitué d'une chaîne linéaire de molécules de D-Glucose et liées suivant des liaisons β -1,4. Les différentes chaînes placées côte à côte sont liées par de nombreuses liaisons hydrogène donnant à ce matériau une très grande rigidité. La cellulose est le principal constituant du bois.



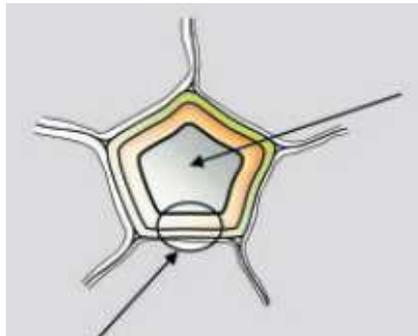
Motif de répétition de la cellulose

- L'hémicellulose est un polymère plus court que la cellulose formé à partir de xylane (polymère de xylose). Sa rigidité est plus faible que la cellulose.
- La lignine est le troisième constituant de la paroi cellulaire. C'est un polymère dont la structure est très complexe. La lignine est située entre les autres molécules de la paroi cellulaire. C'est pourquoi ses principales fonctions sont d'apporter de la rigidité, une imperméabilité à l'eau et une grande résistance à la décomposition.



Structure possible de la lignine – composé de base : monolignol

Annexe 3 : Vue schématique d'une cellule végétale



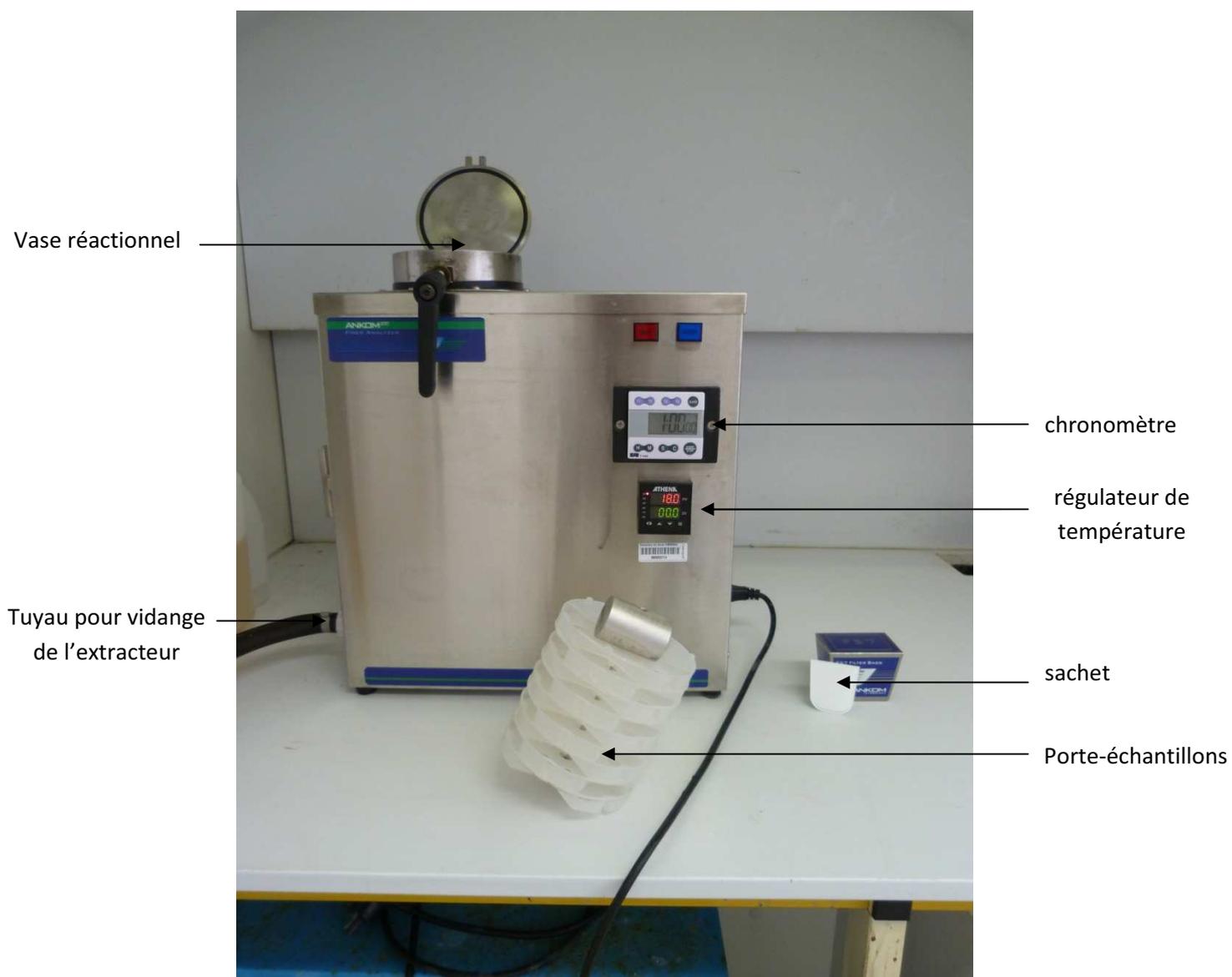
eau
protéines
sucres
lipides
minéraux

Paroi
Constituée par :
Cellulose
lignine
hémicelluloses
substances pectiques

La paroi de la cellule a une structure complexe. Ses principaux constituants sont les celluloses et les hémicelluloses qui sont la source d'énergie primordiale du ruminant. La paroi s'épaissit et se lignifie avec l'âge. Elle devient de moins en moins utilisable par les microorganismes de la panse et constitue une barrière freinant leur accès au contenu cellulaire (matière azotée, sucres, eau). L'ingestibilité, la digestibilité et la valeur nutritive de la plante diminuent.

Pour notre cas on parle de biodégradabilité puisque les échantillons analysés sont des composts. Le compost est constitué de nombreuses entités se comportant comme les molécules de cellulose, d'hémicellulose et de lignine. Donc, plus la teneur en lignine est élevée plus le produit mettra du temps à se biodégrader.

Annexe 4 : Photographie de l'extracteur « Fibersac semi-automatique 24 » de ANKOM



Annexe 5 : Composition et préparation des réactifs

Solution de détergent neutre (NDF)

- Eau distillé
- Dodecyl sulfate de sodium
- Disodium éthylène-diamine-tétracétate (EDTA)
- Tétraborate de sodium décahydraté (Borax)
- Hydrogénophosphate de sodium
- Tryéthylène glycol
- Ajuster le pH à $7 \pm 0,1$

Peser 30 g de dodecyl sulfate de sodium dans un large bécher. Ajouter environ 0,4 L d'eau et agiter à l'aide d'un agitateur magnétique jusqu'à dissolution complète. Ajouter à la solution 18,61 g d'EDTA 6,81 g de Borax et 4,56 g d'hydrogénophosphate de sodium. Agiter jusqu'à dissolution complète. Transvaser dans une fiole jaugée en ajoutant 10 mL de triéthylèneglycol, puis ajuster à 1 L avec de l'eau distillée. Le pH final doit se situer entre 6,9 et 7,1.

Solution de détergent acide (ADF)

- Solution d'acide sulfurique à 1N (soit 49,04 g/L)
- Cétyle triméthylamonium bromide (CTAB)

Peser 20 g de CTAB directement dans une fiole jaugée de 1L. Ajouter environ 0,8 L d'eau distillée, puis 26,7 mL (ou 49,04 g) d'acide sulfurique concentré. Agiter à l'aide d'un agitateur jusqu'à dissolution complète, puis compléter à 1 L.

Solution d'acide sulfurique à 72% (ADL)

Introduire 440 ml d'eau dans un bécher de 2 L réfrigéré, puis ajouter lentement environ 750 ml d'acide sulfurique concentré. Le mélange ne doit être utilisé que lorsqu'il est revenu à température ambiante. Mesurer la densité et ajuster à $d = 1,634 \pm 0,005$ avec de l'eau ou de l'acide.

Annexe 8 : Table de Fisher-Snedecor

Pour qu'un coefficient de régression multiple, par exemple, soit significatif, F calculé doit dépasser F lu dans la table pour le risque d'erreur de 5 % (le seul donné ici); deux catégories de degrés de liberté déterminent F :

- v_1 : nombre de degrés de liberté pour la plus faible des deux variances;
- v_2 : nombre de degrés de liberté pour la plus forte des deux variances.

Pour $\alpha = 0,05$:

$v_1 \rightarrow$ $v_2 \downarrow$	1	2	3	4	5	6	8	12	24	∞
1	161,4	199,5	215,7	224,6	230,2	234,0	238,9	243,9	249,0	254,3
2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,37	19,41	19,45	19,50
3	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,84	8,74	8,64	8,53
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,04	5,91	5,77	5,63
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,82	4,68	4,53	4,36
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,15	4,00	3,84	3,67
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,73	3,57	3,41	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,44	3,28	3,12	2,93
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,23	3,07	2,90	2,71
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,07	2,91	2,74	2,54
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	2,95	2,79	2,61	2,40
12	4,75	3,88	3,49	3,26	3,11	3,00	2,85	2,69	2,50	2,30
13	4,67	3,80	3,41	3,18	3,02	2,92	2,77	2,60	2,42	2,21
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,70	2,53	2,35	2,13
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,64	2,48	2,29	2,07
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,59	2,42	2,24	2,01
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,55	2,38	2,19	1,96
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,51	2,34	2,15	1,92
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,48	2,31	2,11	1,88
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,45	2,28	2,08	1,84
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,42	2,25	2,05	1,81
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,40	2,23	2,03	1,78
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,38	2,20	2,00	1,76
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,36	2,18	1,98	1,73
25	4,24	3,38	2,99	2,76	2,60	2,49	2,34	2,16	1,96	1,71
26	4,22	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,32	2,15	1,95	1,69
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,30	2,13	1,93	1,67
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,44	2,29	2,12	1,91	1,65
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,54	2,43	2,28	2,10	1,90	1,64
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,27	2,09	1,89	1,62
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,18	2,00	1,79	1,51
60	4,00	3,15	2,76	2,52	2,37	2,25	2,10	1,92	1,70	1,39
120	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,17	2,01	1,83	1,61	1,25
∞	3,84	2,99	2,60	2,37	2,21	2,09	1,94	1,75	1,52	1,00

Exemple de lecture

Pour $v_1 = 5$, $v_2 = 20$, F calculé doit être supérieur à 2,71 pour que le coefficient de régression soit jugé significatif, avec un risque d'erreur de 5 %.

Source : Amor BELHEDI, FSHS, Université de Tunis

Annexe 9 : Tableaux récapitulatifs des résultats du plan d'expérience sur les différents échantillons

Son de blé

essai	Lavage eau	Temps ext NDF	Temps ext ADF	Temps ext ADL	Nbr agitations	Quantité ech	Nbr rinçages	Soluble	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*min	%de MO	% de MO	% de MO	% de MO
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2	50,38	10,27	35,63	3,73
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2	47,67	9,48	39,53	3,32
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2	50,32	9,26	36,95	3,47
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2	53,28	7,23	34,42	5,07
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2	50,32	9,75	36,11	3,82
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2	42,96	10,14	43,08	3,82
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2	54,23	9,72	32,68	3,38
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2	50,14	7,97	36,54	5,35
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	53,65	9,42	33,01	3,92
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	55,39	8,4	32,75	3,46
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	54,57	9,62	32,25	3,56
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	52,91	10,24	33,57	3,29
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2	55,61	9,30	31,83	3,26
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2	49,96	9,83	36,45	3,76

Cellulose

essai	Lavage eau	Temps ext NDF	Temps ext ADF	Temps ext ADL	Nbr agitations	Quantité ech	Nbr rinçages	Soluble	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*min	%de MO	% de MO	% de MO	% de MO
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2	6,04	57,03	24,66	12,26
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2	5,93	49,21	25,64	19,22
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2	-3,25	64,67	26,15	12,43
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2	25,71	37,51	22,41	14,37
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2	-23,01	40,6	48,8	33,61
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2	-7,94	62,66	29,29	15,99
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2	32,28	54,92	12,89	-0,09
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2	27,16	49,36	23,48	0,00
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	27,67	50,47	22,3	-0,45
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	34,94	54,08	11,17	-0,19
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	18,56	57,88	23,53	0,03
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	35,08	55,25	9,70	-0,03
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2	25,64	44,99	29,33	0,04
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2	-0,77	68,81	21,19	10,76

Plaquettes

essai	Lavage eau	Temps ext NDF	Temps ext ADF	Temps ext ADL	Nbr agitations	Quantité ech	Nbr rinçages	Soluble	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*min	%de MO	% de MO	% de MO	% de MO
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2	-14,98	51,12	38,78	25,07
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2	-34,30	29,96	59,71	44,62
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2	-2,63	50,20	28,20	24,23
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2	-15,34	46,97	41,97	26,40
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2	-15,20	50,04	40,01	25,14
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2	-13,50	49,23	39,67	24,60
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2	-13,84	50,15	39,33	24,36
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2	-13,37	51,28	37,78	24,32
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	-12,86	51,88	37,39	23,59
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	-12,11	49,27	38,78	24,06
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	-13,49	51,39	38,04	24,06
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	-13,63	51,36	38,55	23,72
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2	-13,53	49,40	39,05	25,07
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2	-20,54	44,29	45,08	31,17

Compost C1

essai	Lavage eau	Temps ext NDF	Temps ext ADF	Temps ext ADL	Nbr agitations	Quantité ech	Nbr rinçages	Soluble	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*min	%de MO	% de MO	% de MO	% de MO
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2	44,69	11,03	25,84	18,44
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2	43,67	8,68	29,13	18,52
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2	44,09	9,79	28,71	17,41
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2	47,18	8,56	28,98	15,29
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2	38,45	14,25	27,64	19,66
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2	44,41	11,76	26,55	17,28
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2	16,49	8,24	25,95	16,49
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2	44,90	9,33	30,57	15,20
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	53,47	13,14	20,20	13,19
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	48,04	7,04	26,23	16,68
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	47,65	10,47	26,16	15,71
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	52,31	14,16	18,33	15,20
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2	55,17	5,19	24,70	14,94
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2	43,78	7,08	29,32	19,83

Compost C2

essai	Lavage eau	Temps ext NDF	Temps ext ADF	Temps ext ADL	Nbr agitations	Quantité ech	Nbr rinçages	Soluble	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*min	%de MO	% de MO	% de MO	% de MO
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2	23,68	20,35	31,61	24,36
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2	21,14	17,62	35,37	25,88
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2	15,96	18,31	39,03	26,71
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2	17,74	21,53	38,12	22,61
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2	28,88	13,24	33,72	24,16
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2	26,63	13,40	35,87	24,11
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2	32,18	16,06	28,58	23,18
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2	28,66	16,36	32,57	22,41
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	37,1	14,01	27,45	21,44
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	34,11	13,28	32,02	20,59
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	28,58	17,44	31,46	22,53
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	30,46	14,53	32,17	22,83
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2	33,38	16,27	31,43	18,92
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2	27,43	17,89	30,5	24,18

Compost C3

essai	Lavage eau	Temps ext NDF	Temps ext ADF	Temps ext ADL	Nbr agitations	Quantité ech	Nbr rinçages	Soluble	Cellulose	Hémicellulose	Lignine
	minutes	minutes	minutes	minutes	par heure	g	Nbr*min	%de MO	% de MO	% de MO	% de MO
1	0	75,0	45,0	120,0	1,0	1,5	4*5 + 2	12,62	23,59	37,72	26,08
2	5	75,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*5 + 2	10,16	20,49	41,98	27,37
3	0	75,0	75,0	120,0	4,0	1,5	4*2	12,02	23,38	39,37	25,24
4	5	45,0	75,0	120,0	1,0	0,5	4*5 + 2	15,28	17,31	43,23	24,18
5	5	45,0	45,0	120,0	4,0	1,5	4*5 + 2	9,32	22,81	39,54	28,33
6	5	45,0	75,0	240,0	1,0	1,5	4*2	7,33	21,89	42,85	27,93
7	5	75,0	45,0	240,0	1,0	0,5	4*2	15,63	23,28	35,61	25,49
8	0	45,0	45,0	120,0	1,0	0,5	4*2	11,31	22,03	39,66	27,00
9	5	75,0	45,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	18,90	21,97	33,98	25,15
10	5	45,0	75,0	240,0	4,0	0,5	4*5 + 2	15,12	22,26	37,62	25,00
11	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	11,35	22,19	38,71	27,75
12	2	60,0	60,0	180,0	2,5	1,0	4*5	13,05	22,53	38,73	25,69
13	0	75,0	75,0	120,0	4,0	0,5	4*2	16,65	20,09	38,19	25,07
14	0	45,0	45,0	240,0	4,0	1,5	4*2	8,23	23,56	39,96	28,25

Irstea
Direction générale
1, rue Pierre-Gilles de Gennes
CS 10030
92761 Antony Cedex
tél. +33 (0)140966121
fax +33 (0)140966225
www.irstea.fr

