rapport de stage

Agro-épuration des vinasses de distillerie sur l'île de la Réunion

Marie GOSME

septembre 2001 — mars 2002

CIRAD

ENSA RENNES
ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE AGRONOMIQUE

Remerciements

Mon séjour à la Réunion a été à la fois très instructif et très agréable grâce à la gentillesse de toutes les personnes que j'y ai rencontrées, amis, collègues ou les deux à la fois.

Je voudrais remercier en premier lieu Hervé Saint-Macary qui a été un maître de stage particulièrement sympathique. Tous mes remerciements vont également à Frédéric Feder pour l'aide qu'il m'a apportée et le temps qu'il m'a consacré, ainsi qu'à Patrick Légier et tout le personnel du labo d'analyse pour leurs conseils et leur patience. Je remercie également tous les techniciens de la station, Jean-Marie Bègue, Jean-Claude Gauvin, Floris Mouniapin et les autres, que ce soit pour leur participation aux manips ou pour avoir contribué à la création d'une bonne ambiance de travail. Merci enfin à Pierre-François Chabalier, Hervé Bernard, les stagiaires et ceux que j'aurais pu oublier ici.

avertissement

Ce stage a eu lieu dans le cadre d'une « année de césure » entre la deuxième et la troisième année de l'ENSAR ; le présent rapport n'a donc pas la prétention d'être un mémoire de fin d'études mais constitue bien un rapport de stage.

INTRODUCTION **7**

1ÈRE PARTIE : PRÉSENTATION DU CONTEXTE **9**

1. CONTEXTE PHYSIQUE ET PÉDOLOGIQUE 11
2. ORIGINE DES VINASSES DE DISTILLERIE 13
3. LE RHUM À LA RÉUNION 14
4. LA DISTILLERIE ISAUTIER 16
5. LE PARTENARIAT CIRAD-ISAUTIER 21

2ÈME PARTIE : ANALYSE DES VINASSES **23**

1. OBJECTIF 25
2. VARIABILITÉ INTER-USINE 25
3. VARIABILITÉ TEMPORELLE AU SEIN D'UNE DISTILLERIE ET MODIFICATIONS SUBIES LORS DU STOCKAGE 27
   a) méthodes de mesure *28*
   b) résultats *32*
   c) discussion *36*

3ÈME PARTIE : MINÉRALISATION DES VINASSES **38**

1. OBJECTIF 41
2. MÉTHODE 41
   a) préliminaires *42*
   b) Minéralisation du carbone *43*
   c) Minéralisation de l'azote *46*
3. RÉSULTATS 47
   a) minéralisation du carbone *47*
   b) minéralisation de l'azote *50*
4. DISCUSSION 52

4ÈME PARTIE : POUVOIR FERTILISANT **54**

1. OBJECTIF 57
2. MÉTHODE 57
   a) test sur ray-grass *57*
   b) test sur canne à sucre *60*
3. DISCUSSION 62

5ÈME PARTIE : ÉPANDAGE **63**

1. OBJECTIF 65
2. MÉTHODE 65
   a) matériel *65*
   b) mesures préliminaires *68*
   c) analyses effectuées *71*
3. RÉSULTATS 74
   a) pH *74*
   b) conductivité *75*
   c) potassium *76*
   d) CEC *77*
   e) autres éléments *77*
   f) corrélations entre les différents paramètres étudiés *78*
4. DISCUSSION 81

BIBLIOGRAPHIE **83**

Introduction

Le stage qui fait l'objet de ce rapport s'est déroulé d'octobre 2001 à mars 2002 au CIRAD sur l'île de la Réunion (station La Bretagne). Il s'inscrit dans le cadre de l'ATP « impact agronomique et environnemental du recyclage agricole des déchets agro-industriels » qui compte trois axes de recherche : l'épuration des effluents de levurerie en Alabama, la gestion des déchets d'huilerie de palme en Indonésie et l'épandage des vinasses de distillerie à la Réunion.

Le stage a porté sur ce dernier point et poursuivait plusieurs objectifs :

- après une rapide revue de la littérature visant à connaître la composition des vinasse couramment rencontrées, effectuer un suivi de la composition de la vinasse tout au long d'une campagne de distillation, avant et après stockage, pour évaluer la variabilité intra-campagne d'une distillerie particulière

- dans l'optique d'utiliser les vinasses en remplacement (ou tout au moins en complément) des engrais minéraux, déterminer la cinétique de minéralisation du carbone et de l'azote

- toujours dans la même optique, évaluer la bio-disponibilité des éléments minéraux apportés par les vinasses

- dans un essai au champ, évaluer l'impact de l'épandage sur le sol ainsi que les éventuelles migrations du produit dans le sol

Chacun de ces points fera l'objet d'une partie de ce rapport. On a volontairement détaillé les protocoles et insisté sur les aspects techniques afin de faciliter la poursuite ou le renouvellement des expériences. Avant tout, nous commencerons par présenter le contexte de l'étude.

1ère partie

présentation du contexte

1. Contexte physique et pédologique

d'après Michel Raunet, le milieu physique et les sols de la Réunion, 1991. Les numéros entre crochets correspondent aux numéros de page de la version sur CDrom.

La Réunion est une île volcanique située dans l'Océan Indien, 800 km à l'est de Madagascar, par 55°30' E et 21°05' S. [9] Elle possède une superficie de 2 510 km2 et une forme générale ovoïde (petit axe 45 km, grand axe 72 km). Très montagneuse, elle culmine à 3 069 m au Piton des Neiges. Les fortes pentes rencontrées (cf figure 1), auxquelles s'ajoute la pression de l'urbanisation, posent un problème qui concerne directement le sujet de notre étude : le manque de terres épandables. En effet les 540 000 habitants sont concentrés sur seulement la moitié de la superficie, en particulier dans la zone des bas où l'on rencontre des pentes plus faibles et où la majorité de l'agriculture est pratiquée.

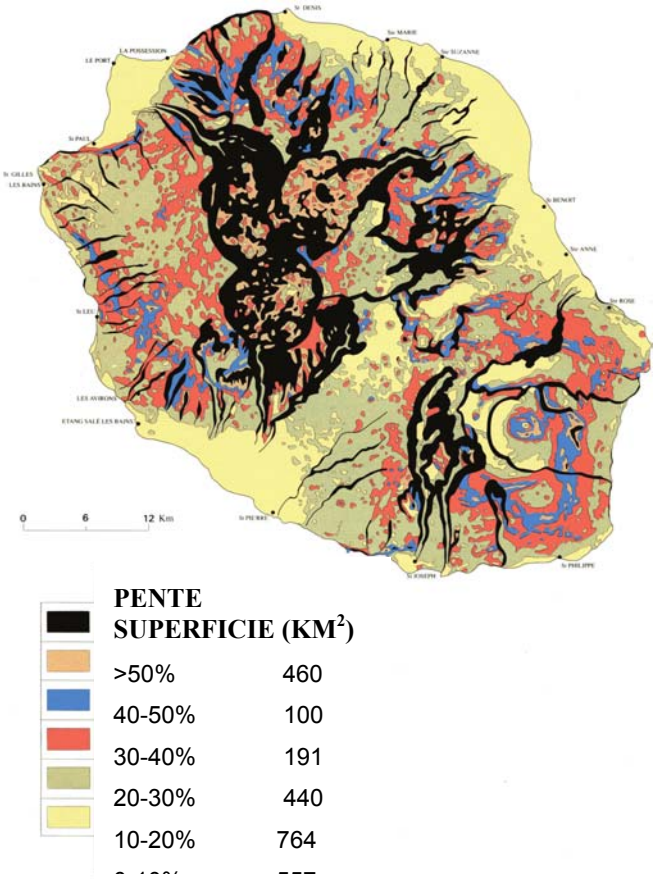


figure 1 : les classes de pentes générales rencontrées à la Réunion

Emergée il y a 3 millions d'années, la Réunion est un édifice volcanique de type « bouclier intra-plaque » juxtaposant un massif « ancien (Piton des Neiges) et un massif récent/actuel (la Fournaise). [9] La diversité des laves émises, du climat, du relief, de la végétation…conduit à une multitude d'unités pédologiques. Pour simplifier, on considérera seulement deux types de sols dans notre étude : un andosol, qu'on rencontre dans « les hauts » et un sol brun plus typique des bas. Il existe un lien génétique entre ces sols : ils sont tous les deux formés à partir des cendres pyroclastiques (cendres tuffeuses) du Piton des Neiges qui se transforment en andosol, ces andosols évoluent ensuite en sols bruns par l'hydrolyse de leurs minéraux (pédogenèse ferralitique). Les sols bruns sont relativement « classiques » et on les présentera brièvement mais on détaillera un peu plus le problème de la matière organique dans les andosols puisque la minéralisation de la matière organique est l'un des points étudiés dans ce rapport (troisième partie).

Les sols bruns [167] sont relativement pauvres en matière organique (3 à 5 % de MO), ont un rapport C/N de 10 à 12, un pH aux alentours de 5 et une CEC faible (7 à 9 méq/100g).

Les andosols [197 et suiv., 248] sont plus riches en matière organique (10 à 20 % en surface) mais cette matière organique, bien que très abondante, est très difficilement accessible à la minéralisation et à la nitrification. La richesse en matière organique peu humifiée (C/N de 17 à 18 hors culture) est caractéristique des andosols de la Réunion. Les fractions organiques à dominance d'acides fulviques sont très intimement liées aux minéraux allophaniques ou associées aux éléments métalliques (Fe et Al) sous forme de chélates : elles sont en grande partie protégées et enfouies dans des micro-structures globulaires ou floconneuses. Or l'état de la matière organique et l'activité biologique sont le pivot de la protection et de l'amélioration de la fertilité des andosols. Il faut tendre vers une matière organique « active » relativement à des processus microbiens équilibrés de minéralisation et d'humification, renforcés par la présence d'une méso-microfaune (vers de terre). Il existe dans ces sols une microflore potentiellement « opératoire », l'intensité et la durée de l'activité respiratoire dépendant de l'équilibre des supports énergétiques (C) et structuraux (N) présents dans le milieu, de leur accessibilité et de leur bio-dégradabilité. Une grande partie de la matière organique étant inutilisable, il semble que seuls les apports actuels de matière organique fraîche servent de support à la microflore existante. Le substrat carboné énergétique est d'autant mieux minéralisé que le carbone est peu évolué (C/N

élevé) et qu'il existe par ailleurs une source d'azote disponible : il y a nécessité d'une libération continue de carbone et d'azote pour que le stock bactérien existant s'active et se multiplie.

2. Origine des vinasses de distillerie

Les vinasses de distillerie (en anglais distillery waste, stillage, slop ou dunder sont le déchet ultime de la filière canne à sucre – sucre – rhum. Le processus qui permet de passer de la canne au rhum est représenté dans le schéma 1 ci-contre, les différentes étapes sont détaillées ci-dessous:

- préparation : après pesage, la canne est défibrée par des passages dans des coupe-cannes et/ou des shredders.
- extraction : broyage de la canne dans des moulins à trois cylindres avec système d'imbibition composée pour l'obtention d'un meilleur épuisement, ou système de diffusion utilisant un diffuseur et des moulins ou des presses de répression. On sépare ainsi le jus du résidu fibreux : la bagasse.
- épuration : les impuretés que contient le jus sont enlevées par chaulage, réchauffage, décantation et filtration. Pour la production de sucre dit « blanc de plantation », on ajoute de l'anhydride sulfureux (sulfitation). D'autres traitements complémentaires peuvent aussi être utilisés : phosphatation, carbonatation…On obtient ainsi un jus clarifié et des boues fixées sur des tourteaux (écumes).
- évaporation : le jus clair est concentré dans une batterie d'évaporateurs successifs sous pression réduite. L'eau est éliminée sous forme de vapeur, il reste le « sirop ».
- cuites : le sirop est transformé, par concentration dans des appareils à cuire sous vide, en « masse cuite » qui contient les cristaux de sucre et un liquide plus ou moins visqueux : la liqueur mère.
- malaxage-centrifugation : la cristallisation est achevée dans les malaxeurs. Après quoi, les cristaux de sucre et les égouts sont séparés par centrifugation. Le sucre de premier jet est obtenu après clairçage dans la centrifugeuse.
- recirculation des égouts A et B : les égouts A sont concentrés à nouveau puis recentrifugés, on obtient ainsi le sucre de deuxième jet et les égouts B.
- mélasse : une opération similaire permet d'obtenir le sucre de troisième jet et la mélasse. Le troisième jet est réempaté ou refondu et recirculé en premier jet ou utilisé comme pied de cuites.
- séchage et conditionnement : après séchage, le sucre est emmagasiné en sacs ou en vrac, consommé en l'état ou raffiné.

Les opérations réalisées dans la distillerie seront détaillées dans le I-3.

Lors de la fabrication du sucre, plusieurs étapes peuvent avoir une influence sur la composition de la mélasse et donc sur celle des vinasses : toutes les étapes qui jouent sur l'efficacité de l'extraction, bien sûr, puisque cela influe directement sur le taux de sucre des mélasses, mais aussi les étapes de sulfitation, de chaulage… qui introduisent des produits chimiques pas forcément purs dans le jus de canne.

1 tonne de cannes produit ainsi :

- 100 kg de sucre
- 250 kg de bagasse
- 30 kg d'écumes
- 30 kg de mélasse

A son tour, 1 tonne de mélasse produit :

- 300 litres d'alcool pur
- 3800 litres de vinasse

3. Le rhum à la Réunion

La Réunion est une île sucrière qui fournit à la métropole les ¾ du sucre provenant des DOM ; le secteur de la canne sucrière représente 611 MF et le sucre est le premier produit du département pour l'exportation.

La canne est cultivée sur 27 000 ha soit plus de 50% de la SAU et elle est localisée dans les bas de l'île car la canne possède une limite de répartition surtout due au froid : on ne la trouve qu'à moins de 800 m d'altitude (cf carte de la figure 2).

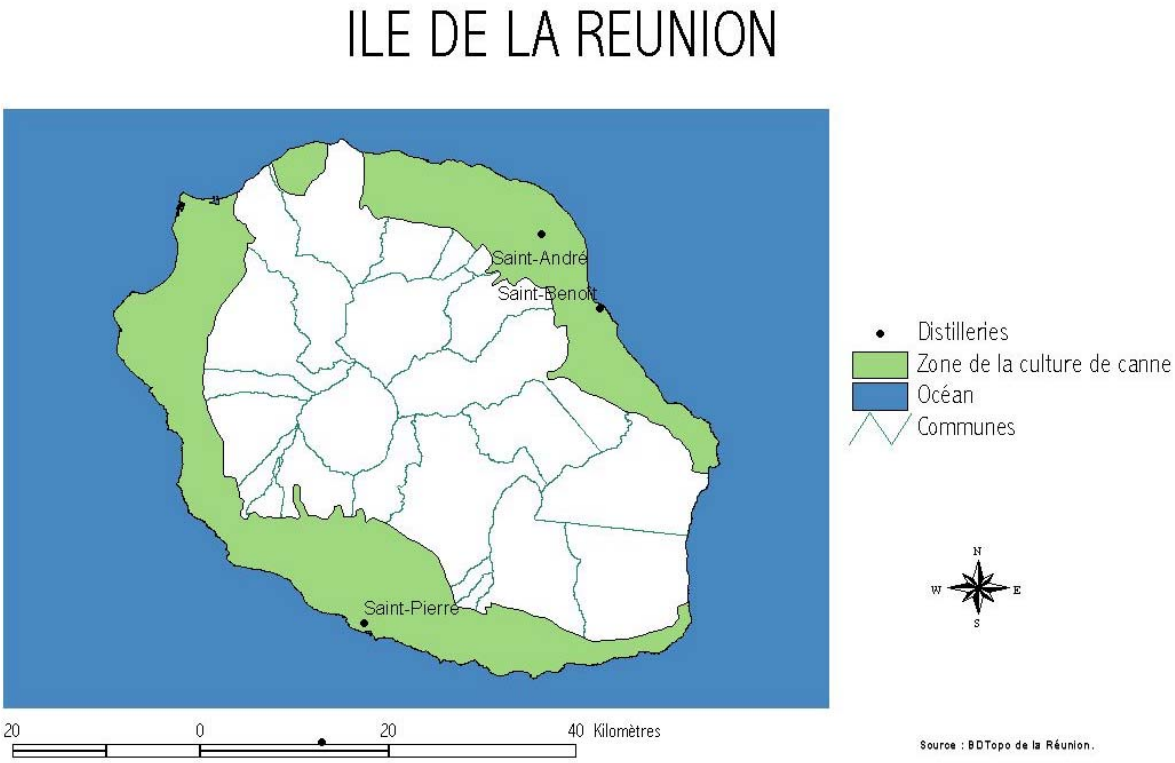


figure 2 : zone de culture de la canne

La canne est transformée par deux sucreries (Le Gol à Saint Louis et Savanna à Bois Rouge) et les mélasses résultant de leur transformation sont distillées par trois distilleries : Savanna à Saint André (38%), Rivière du Mât à Saint Benoît (59%) et Isautier à Saint Pierre (3%).

En 2000, la Réunion a produit 119000hl d'alcool pur (AP). La production de vinasse est donc d'environ 150 000 t par an.
Se pose alors le problème du devenir de ces effluents : issues d'un process agro-industriel « propre », elles possèdent une bonne qualité microbiologique et sont dépourvues de toxiques mais elles n'en demeurent pas moins une source de pollution du fait de leur forte DCO (voir définition p. 20).

Le problème est d'autant plus difficile à résoudre que les vinasses entrent en compétition avec d'autres déchets (l'élevage porcin produit annuellement 240 000 t de lisier, les bovins

200 000 t…) et que les terres épandables sont rares (les pentes sont très rapidement trop importantes vis-à-vis de la législation).

Chacune des trois distilleries a adopté une solution différente :

- la distillerie Rivière du Mât à Saint Benoît envoie ses vinasses en mer à l'aide d'un émissaire qui plonge à 55 m de profondeur à 900m de la côte, les 65 000 m^3 (600 m^3/jour) produits chaque année sont ainsi dilués dans le courant de l'océan indien. Cette solution est envisageable du fait de la plongée rapide des fonds marins à cet endroit.
- Savanna à Bois Rouge injecte ses 53 000 m^3 de vinasse à 127 m de profondeur à l'aide d'un forage.
- la distillerie Isautier pratique l'épandage de ses 100 m^3/jour (6000 m^3/an) sur les champs de canne appartenant au groupe.

C'est en partenariat avec cette dernière distillerie que l'étude a été menée.

4. La distillerie Isautier

La distillerie Isautier, fondée en 1845 par Charles Isautier est la plus petite des trois distilleries de l'île avec une production annuelle de 4000 hl AP qu'elle commercialise en partie sous sa marque propre et en partie par l'intermédiaire du GIE Rhum Réunion (« rhum Charrette »).

Bien que la distillerie produise parfois du rhum agricole, obtenu directement à partir du jus de canne, cette production est extrêmement minoritaire et n'a lieu que tous les dix ans environ : la quasi-totalité du rhum produit est du rhum traditionnel (rhum industriel) obtenu à partir de mélasse.

La mélasse est achetée à la sucrerie du Gol en deux ou trois fois par campagne de distillation puis est stockée dans des cuves. Elle est ensuite diluée dans un bassin et acidifiée.

Le moût ainsi obtenu est ensuite mis à fermenter dans six cuves de fermentation anaérobies (figure 3) ensemencées à partir d'une cuve-mère aérobie ; cette dernière étant renouvelée tous les mois à partir de levures industrielles « instant success ».

figure 3 : cuves de fermentation

Après 24à 40 h de fermentation, le « vin » titrant 8° d'alcool est envoyé dans la colonne à distiller. Bien que la fermentation soit discontinue, la distillation a lieu en continu 24h/24 et 7j/7 tout au long de la campagne (de septembre à décembre) : les différentes cuves de fermentation fonctionnent successivement et une cuve tampon permet d'assurer la continuité lors de la vidange d'une cuve.

Le vin entre dans la colonne par le haut et descend de plateau en plateau en s'appauvrissant en alcool : de la vapeur d'eau injectée par le bas de la colonne monte en s'enrichissant (figure 4). Tout en bas de la colonne (figure 5), on trouve donc un liquide désalcoolisé et contenant tous les composants du jus de canne qui n'ont pas été extraits par la sucrerie (sucres non cristallisables) ni la distillerie (sucres non fermentescibles) : sucres, gommes, protéines… c'est la vinasse.

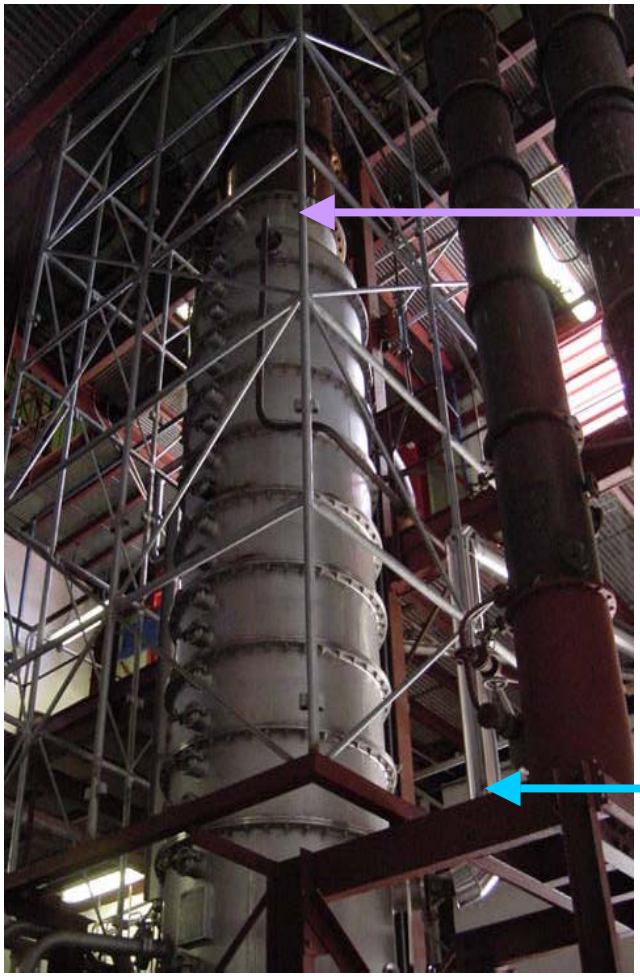


figure 4 : arrivée du vin et de la vapeur

figure 5 : sortie des vinasses

La vinasse est récupérée en bas de la colonne et stockée dans huit bassins (figure 6). Il est prévu que la vinasse soit versée dans le premier bassin puis déborde de bassin en bassin jusqu'au dernier où elle sera prélevée pour être épandue.. Malheureusement, des défauts de fabrication des bassins entraînant des fuites ont perturbé la gestion du stockage : la vinasse était versée dans les différents bassins en fonction de l'avancement des travaux de réparation.
La vinasse est ensuite épandue deux à trois fois par semaine par une tonne à lisier (cf photo de l'intercalaire de la 5ème partie).

figure 6 : bassins de stockage

En haut de la colonne, on récupère les vapeurs d'alcool que l'on fait passer dans une seconde colonne pour élever le titre puis l'alcool est stocké avant d'être conditionné et commercialisé.

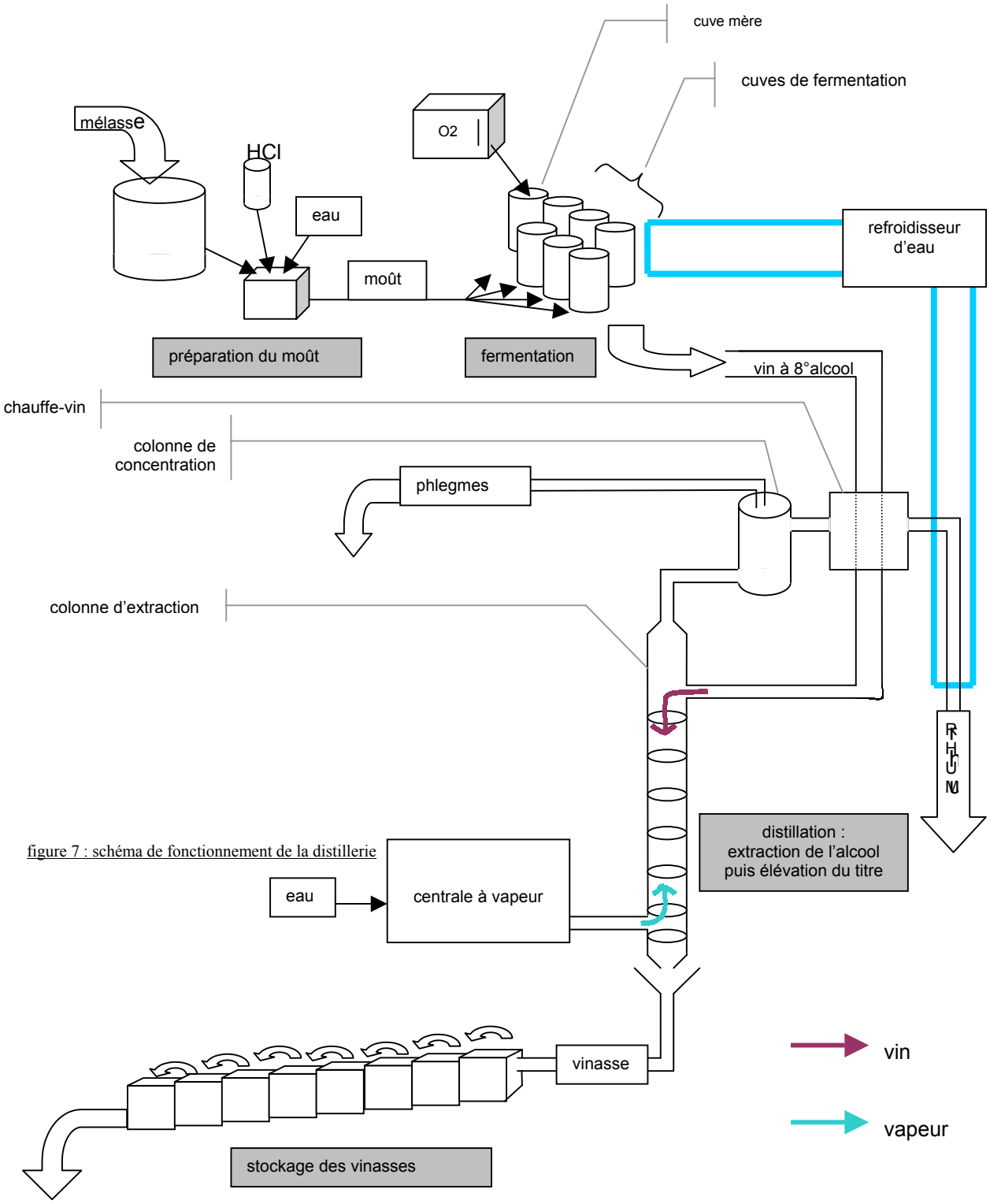


figure 7 : schéma de fonctionnement de la distillerie

Comme on le voit, le process de la distillerie est relativement simple par rapport à celui de la sucrerie. Le nombre de facteurs pouvant influencer la composition de la vinasse est limité :

- la composition de la mélasse est bien sûr très importante : tout ce qu'elle contient et qui ne sera pas transformé en alcool par les levures se retrouvera dans la vinasse.
- le temps de fermentation ainsi que la souche de levures utilisée peuvent modifier la quantité de sucre fermenté mais ils sont optimisés pour qu'un maximum d'alcool soit produit.
- la hauteur de prélèvement de l'alcool dans la colonne peut également faire varier la composition des vinasses ; le distillateur joue sur cette hauteur pour séparer différents types d'alcool : les « têtes » ou flegmes qui sont les alcools les plus volatils sont par exemple éliminés afin d'améliorer la qualité gustative du produit. Ils sont soit éliminés séparément de la vinasse soit remis en circulation dans la colonne. Les alcools plus lourds qui ne sont pas extraits se retrouvent, eux, dans la vinasse.
- la composition des différents produits ajoutés lors du process : l'engrais azoté apporté pour améliorer la croissance des levures ainsi que l'acide chlorhydrique utilisé pour acidifier le milieu peuvent contenir des impuretés qu'on retrouvera dans les vinasses.

5. Le partenariat Cirad-Isautier

Quoi qu'il en soit, les vinasses ne contiennent pas de produit toxique ni de métaux lourds et elles n'abritent pas de micro-organismes pathogènes (elles sortent de la colonne à 98°C et donc pratiquement stériles). Par contre elles contiennent une grande quantité d'éléments fertilisants, en particulier du potassium puisque 85% du potassium de la canne se retrouve dans la vinasse.

Il peut donc paraître intéressant de les épandre dans les champs, ce qui permet à la fois d'apporter matière organique et potassium et d'utiliser le sol comme système épurateur pour réduire la charge polluante du produit. C'est ce que fait la distillerie Isautier depuis plusieurs années et il est important de vérifier la validité de cette solution et d'évaluer ses conséquences sur le sol, la plante et l'environnement de manière plus générale.

Pour le distillateur, l'objectif du partenariat est de donner une reconnaissance scientifique à la solution qu'il a adoptée, éventuellement de réévaluer à la hausse les quantités apportées si

aucun impact négatif n'est détecté (pour l'instant, la DRIRE a fixé une norme de 60 m^3/ha basée sur les besoins de la canne en potassium, sans présumer de l'éventuelle interaction vinasse-sol) et de connaître le devenir de la vinasse épandue ainsi que la disponibilité des différents éléments fertilisants afin de pouvoir, le cas échéant, combiner la vinasse à d'autres déchets ou engrais pour obtenir une fertilisation complète de la canne.

Le partenariat, établi pour une période de trois ans permettra ainsi de connaître la valeur fertilisante des vinasses et les doses d'application les plus faciles à mettre en œuvre sans courir de risques pour la culture ou l'environnement.

Pour ce faire, nous avons mis en place plusieurs expérimentations détaillées dans les différentes parties de ce rapport.

2ème partie

analyse des vinasses

1. Objectif

L'objectif de cette partie est de mieux connaître la composition des vinasses et sa variabilité, d'une part entre différentes distilleries situées dans le monde entier et d'autre part au sein d'une distillerie lors d'une campagne de distillation, et enfin de mettre en évidence les modifications subies lors du stockage.

2. Variabilité inter-usine

Les compositions des vinasses trouvées dans les ouvrages disponibles à la bibliothèque du Cirad de Montpellier sont regroupées dans le tableau de l'annexe I. On a récapitulé les moyennes et les écart-types dans le tableau suivant :

les éléments sont donnés en %MS	% de MS	pH	N	P	K	Ca	Mg	Cl
moyenne	8,1	4,3	1,81	0,29	10,65	1,78	1,05	5,38
écart-type	2,45	0,54	0,83	0,27	3,21	0,26	0,15	1,55

figure 8 : composition moyenne des vinasses de la littérature

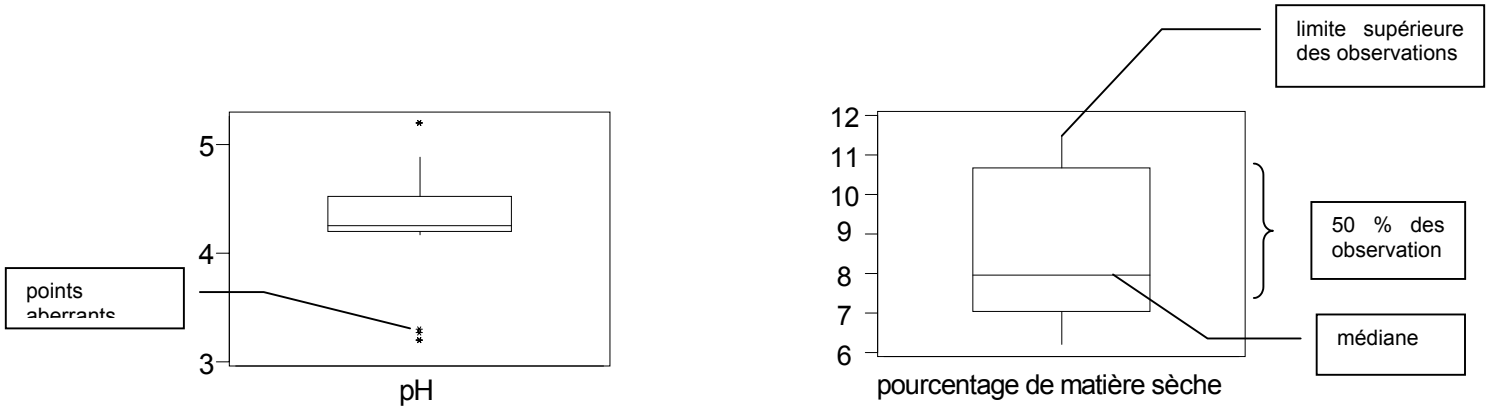


figure 9 : boites à moustaches du pH et du pourcentage de matière sèche des vinasses rencontrées dans la littérature

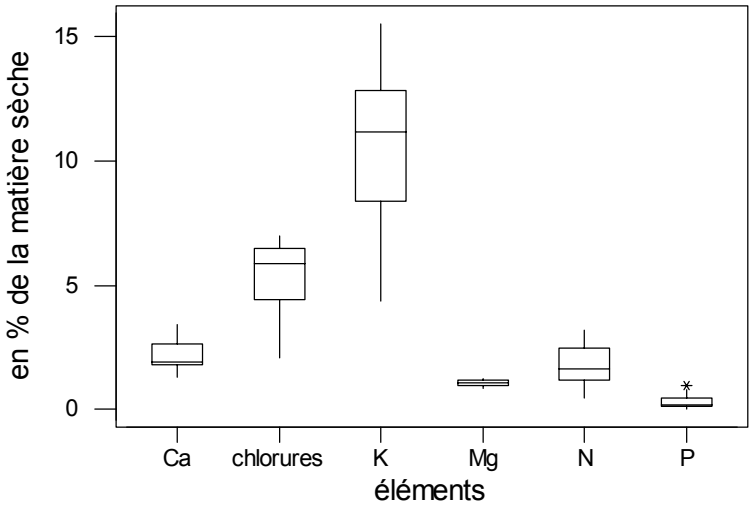


figure 10 : boites à moustache de la composition en éléments minéraux des vinasses

On peut, d'après ces résultats, donner une description générale des vinasses de distillerie rhumière : c'est un produit acide (pH de 4,3 en moyenne et les valeurs s'écartent peu de cette moyenne) dont le pourcentage de matière sèche est légèrement inférieur à 10% même s'il varie beaucoup d'une source à l'autre. Le principal élément présent dans la matière sèche est le potassium, qui représente en moyenne 10,7 % de la matière sèche et qui varie, selon les sources de 4,4 à 15,5 %. Les autres éléments sont plus constants ; on trouve une quantité non négligeable de chlorures, un peu de calcium et d'azote (les valeurs de ces paramètres varient encore assez selon les vinasses) et tous les auteurs indiquent une très faible teneur en magnésium et surtout en phosphore.

Ces résultats sont cependant à prendre avec circonspection : la variabilité observée est certes due à des différences véritables entre les vinasses mais sans doute également à des différences de protocole d'analyse : dans la plupart des cas, la méthode de mesure n'est pas précisée.

La variabilité de la composition n'est pas non plus indiquée, soit que les valeurs fournies résultent d'une mesure ponctuelle, soit que l'auteur ait jugé cette information non pertinente. Il

est toutefois intéressant de savoir si, au sein d'une même usine, la vinasse produite varie beaucoup d'un moment à l'autre de la campagne de distillation.

3. Variabilité temporelle au sein d'une distillerie et modifications subies lors du stockage

Afin de suivre la variabilité au sein d'une distillerie au cours de la campagne de distillation, des prélèvements ont été effectués toutes les semaines tout au long de la campagne (du 2 octobre au 26 novembre 2001). Une fois par semaine, on prélève un échantillon de vinasse appelé " sortie colonne " directement à la sortie de la colonne de distillation et un échantillon " épandue " à la sortie des bassins de décantation, le but étant de déceler les éventuelles modifications ayant eu lieu au cours du stockage.

La gestion des bassins de décantation n'étant pas régulière du fait de problèmes techniques, le temps de séjour n'est malheureusement pas connu.

La variabilité en fonction de la profondeur au sein d'un bassin est étudiée en prélevant au même instant à plusieurs profondeurs dans le bassin (fond, 50 cm, 1 m, 1.5 m, surface) à l'aide d'une perche supportant plusieurs tuyaux débouchant aux profondeurs désirées. L'aspiration se fait en appliquant à la bouche une dépression dans un récipient relié au tuyau de prélèvement (cf figure 11).

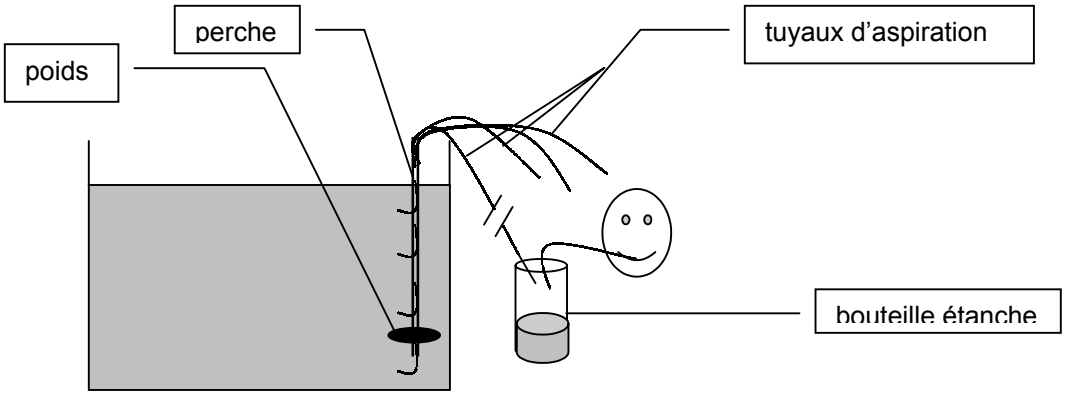


figure 11 : dispositif de prélèvement à différentes hauteurs d'un bassin

Le choix des paramètres étudiés est dicté par la faisabilité des mesures au laboratoire ; on réalise des mesures de pH, conductivité, densité, matière sèche et DCO. Les mesures sont

réalisées dès le retour au labo pour le pH, la conductivité, la densité et la matière sèche puis les échantillons sont conservés congelés pour pouvoir réaliser plusieurs DCO en même temps.

a) méthodes de mesure

♦ ♦DCO

La DCO (demande chimique en oxygène) est la mesure de la quantité équivalente d'oxygène nécessaire pour dégrader le produit. C'est un moyen de quantifier la matière organique contenue dans la vinasse et donc en quelque sorte la charge polluante. Il aurait été plus intéressant de mesurer la DBO (demande biologique en oxygène) comme mesure de la dégradabilité du produit mais le labo ne disposait pas du matériel nécessaire à cette mesure.

principe :

Le principe de la DCO est une oxydation de dichromate (Cr III --> Cr VI) dans des conditions définies puis un dosage retour du dichromate restant.

La méthode en vigueur au laboratoire d'analyse du Cirad ne prévoit pas l'utilisation de catalyseur ni de sulfate d'argent donc la DCO sera surestimée si les produits contiennent des chlorures.

Pour que les résultats d'un dosage retour soient exploitables, il faut que 1/5 à 4/5 du réactif soit consommé, il faut donc avoir une idée à priori de la DCO attendue ou faire une série de dilutions pour que l'une d'entre elles soit dans la plage de mesure. Les réactifs utilisés au labo permettent de mesurer des DCO de l'ordre de 500 mg O_2/l. On rencontre dans la littérature des DCO de 50 à 100 g O_2/l pour les vinasses, il faudra donc effectuer une dilution par 200.

matériel :

- fioles de 100 ml et pipettes pour réaliser les dilutions
- série de tubes de cuisson
- série de fioles de 100 ml
- série de godets de 40 ml
- bloc de cuisson
- titrateur
- diluteur

- 100 ml d'acide benzoïque à 183 mg/l
- (10 ml * nombre d 'échantillons + 4 (2 blanc réactif + 2 étalon acide benzoïque)) de dicchromate à 15,3 g/l
- (2 ml + 30 ml * nombre d'échantillons) d'acide sulfurique
- 1 l de sel de Mohr à 1.76 g/l (environ 20 ml par échantillon mais prévoir une marge assez importante)

protocole :

La mesure de la DCO se fait en deux étapes : l'attaque oxydative du produit puis le dosage retour du dichromate par titration redox.

attaque

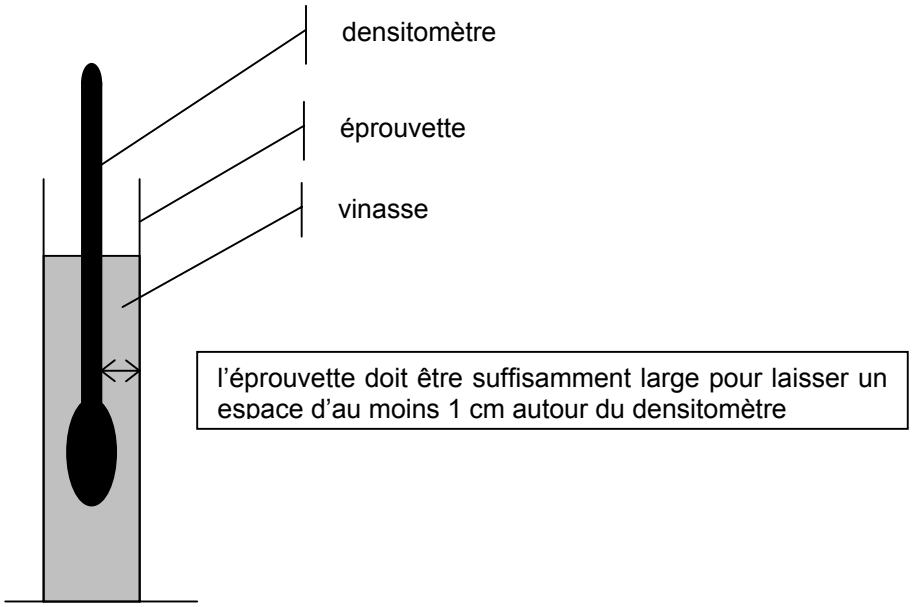
- réaliser les éventuelles dilutions permettant d'avoir un produit à 500 mg O_2/l
- préparer 100 ml de l'étalon d'acide benzoïque à partir de la solution concentrée (l'acide benzoïque dilué se conserve mal) afin d'avoir une solution à 183 mg/l.
- pour chaque série, penser à mettre un blanc réactif (eau distillée) et un étalon (acide benzoïque) au début et à la fin de la série
- dans chaque tube de cuisson introduire 25 ml de l'échantillon (ou d'eau distillée ou d'acide benzoïque) et 10 ml de dichromate à 15,3 g/l
- régler le bloc de cuisson sur 148°C
- sous une hotte, verser doucement 30 ml d'acide sulfurique à 97% dans chaque tube. Si l'un des tubes vire au vert, c'est que sa dilution a été mal calculée (échantillon trop concentré) donc refaire une dilution
- mettre à cuire pendant 2 heures à 148°C
- laisser refroidir quelques minutes puis transvaser de façon quantitative dans des fioles de 100 ml . Compléter à l'eau distillée.
- laisser refroidir au moins 24 heures afin de pouvoir ajuster précisément le volume
- N.B. le mélange doit être marron clair à verdâtre ; s'il est vert, c'est que tout le dichromate a été consommé : refaire l'attaque après avoir refait une dilution.

dosage retour (les indications concernent l'utilisation du titrateur éléctronique)

- préparer le sel de Mohr : préparer 1 litre d'ammonium fer II sulfate à 1,76 g/l contenant 2 ml d'acide sulfurique.
- réajuster le volume des fioles (le refroidissement s'est accompagné d'une diminution de volume)
- préparer des aliquotes (pour économiser les réactifs et pouvoir refaire le dosage en cas de problème) : à l'aide du diluteur verser 3 ml du produit et 3 ml d'eau distillée dans des godets de 40 ml puis reboucher les fioles pour qu'elles ne s'oxydent pas
- Le dosage proprement dit est effectué sur le titrateur muni de l'électrode de platine
- rincer la burette : rincer le tube d'aspiration du réactif à l'eau distillée, le plonger dans la fiole de sel de Mohr. Effectuer deux cycles de rinçage : appuyer sur le bouton « burette » puis sélectionner l'option rinçage et valider (ne pas oublier de mettre un bécher « poubelle » sous l'électrode)
- mettre un barreau aimanté dans chaque godet
- sélectionner la méthode : bouton « method », 5 (« biomasse »)
- faire plusieurs mesures de blanc (dichromate seul) jusqu'à ce que l'on obtienne des valeurs identiques (le blanc doit correspondre à environ 20 ml de réactif) : mettre l'électrode dans le produit (mouiller l'électrode puis la mettre de telle sorte qu'elle affleure à la surface) et vérifier que l'électrode et le tube d'arrivée du réactif ne se touchent pas. Déclencher l'agitation, appuyer sur « run » ; l'appareil commence par re-remplir la burette puis se met à tracer la courbe potentiel=f(volume). Quand le dosage est fini, appuyer sur « result » pour avoir le volume équivalent précisément. Rincer l'électrode entre chaque mesure
- Lorsqu'on a obtenu plusieurs mesures identiques du blanc, on peut commencer à doser les autres aliquotes : procéder comme précédemment avec tous les godets de la série.

♦ ♦densité

La densité doit être mesurée à 20 °C donc laisser les échantillons quelques heures dans une pièce climatisée à 20°C avant d'effectuer la mesure.



♦ ♦conductivité et pH

Les mesures sont réalisées sous agitation, directement sur le produit

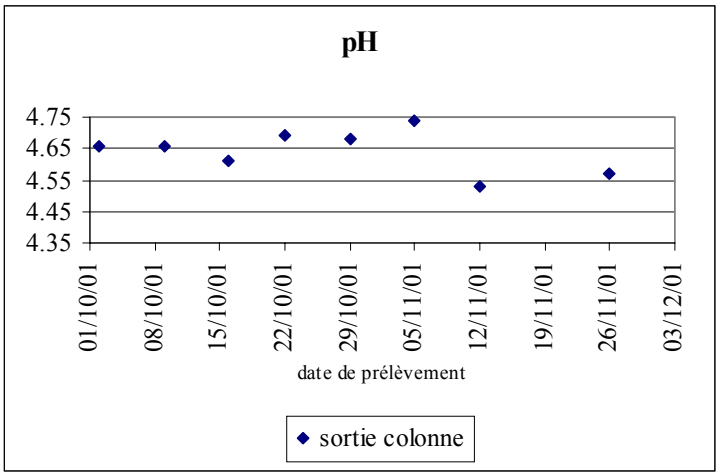
♦ ♦matière sèche

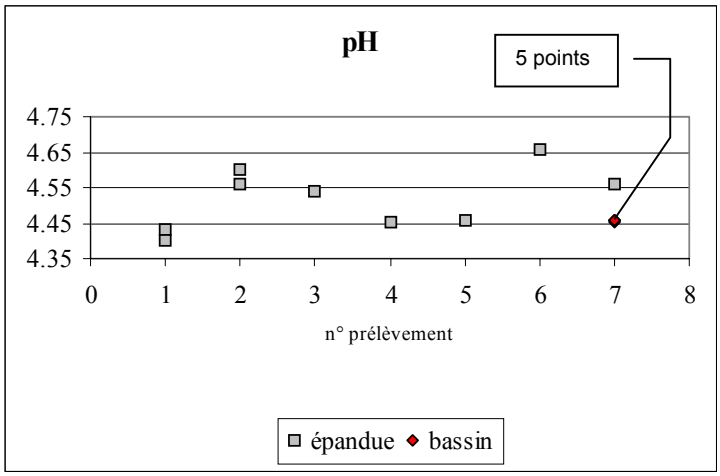
♦

Le pourcentage de matière sèche est mesuré par différence de poids avant et après séchage à l'étuve. Les vinasses sèchent assez mal, un passage à l'étuve pendant 24 heures ne suffit généralement pas à enlever toute l'eau. On met donc une soixantaine de ml à 120°C pendant 24h puis on remouille à l'alcool et on sèche à nouveau à 120° (cette méthode est celle employée au labo d'analyse pour déterminer la matière sèche des produits sucrés)..

b) résultats

Le tableau des résultats est donné en annexe (annexe II). On a tracé ci-dessous les graphes des différents paramètres en fonction de la date de prélèvement pour les vinasses sortie colonne ; pour les vinasses prélevées dans les bassins (dont on ne connaît pas l'histoire puisque la gestion n'est pas encore régulière), on n'a mis en abscisse que le numéro de prélèvement.





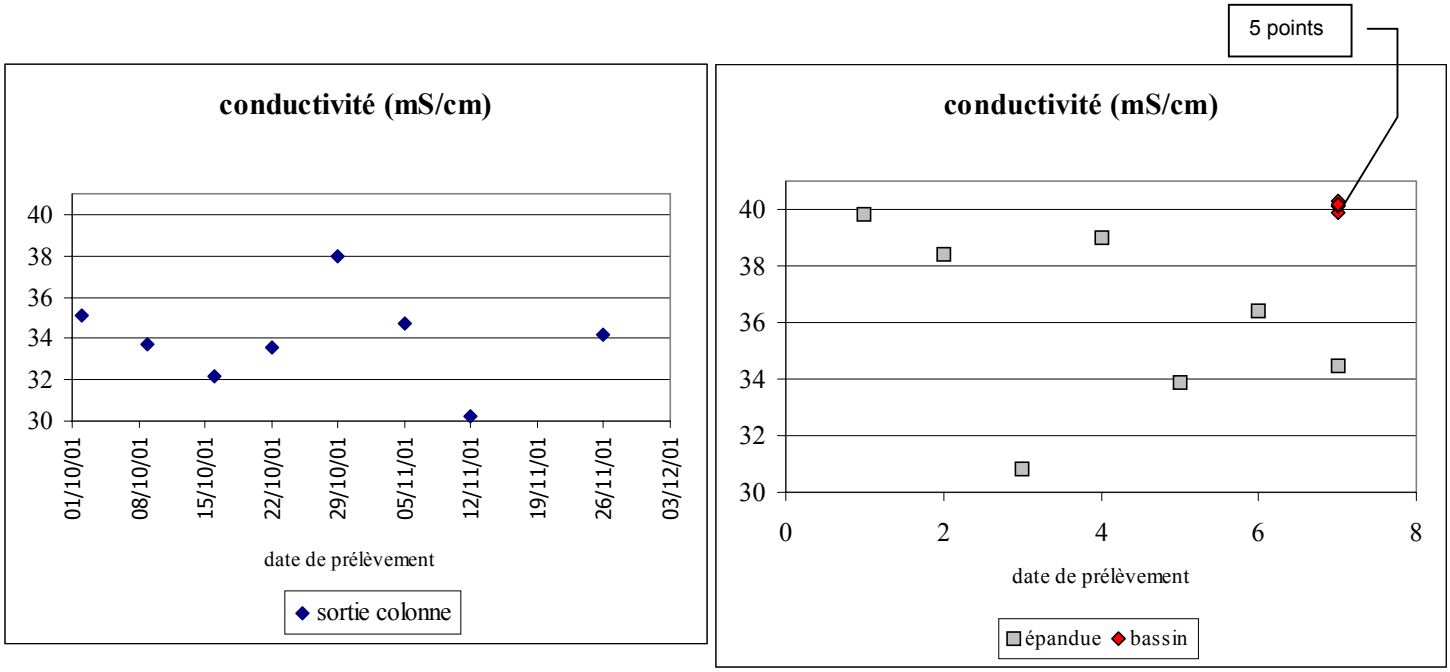
figures 12 et 13 : pH des vinasses en sortie colonne et après stockage

Le **pH** des vinasses est acide (4,57 en moyenne sur l'ensemble des mesures) et relativement peu variable, que ce soit pour les vinasses sortie colonne ou pour les vinasses stockées (+/- 2 à 3 % dans les deux cas). Au sein d'un bassin, la profondeur de prélèvement n'a pas d'influence sur le pH. On peut remarquer que les vinasses stockées ont un pH plus acide que les vinasses en sortie de colonne : en moyenne 4,51 contre 4,64 pour les " sortie colonne ". La différence est statistiquement significative (p(T<=t)= 0,002) ; elle est peut-être due à l'action de micro-organismes acidificateurs présents dans les bassins.

Les dates 1 et 2 pour la vinasse épandue ont chacune deux points : ce sont deux mesures de la même vinasse réalisées à un mois d'intervalle, les vinasses étant congelées entre-temps ; les points sont très proches à chaque fois, ce qui montre que les vinasses peuvent sans problème être stockées sous forme congelée avant analyse, en tout cas en ce qui concerne le pH (et la DCO

comme on le verra plus tard). Les autres paramètres (%MS, conductivité, densité) sont peu susceptibles de varier. On peut donc congeler les vinasses si les mesures ne peuvent pas être réalisées immédiatement après le prélèvement.

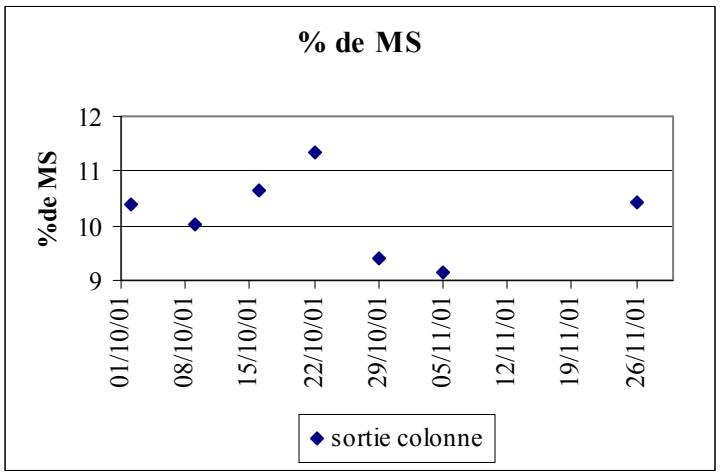
En comparaison avec les vinasses de la littérature, les vinasses Isautier sont légèrement moins acides (la moyenne des vinasses trouvées dans la littérature est de 4,3).

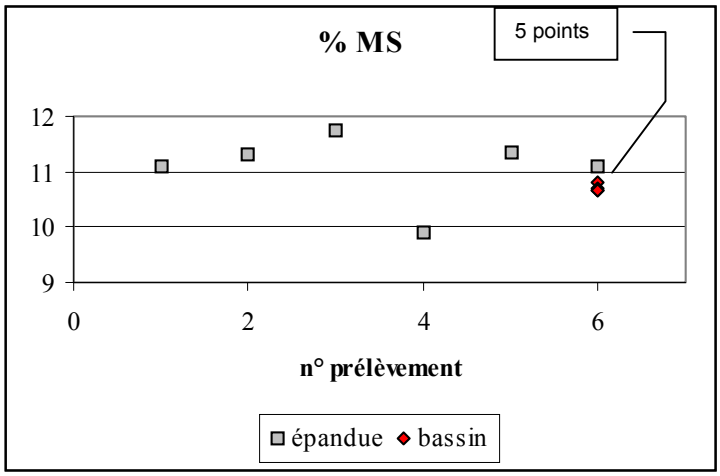


figures 14 et 15 : conductivité des vinasses en sortie colonne et après stockage

La **conductivité** des vinasses est plus variable : les valeurs varient de 10 à 15 % autour de la moyenne ; cette forte variabilité ne permet pas de déceler une différence significative entre les vinasses sortie colonne et épandues : même si les moyennes sont différentes (épandue : 37 mS/cm ; sortie colonne : 34 mS/cm), cette différence peut être due au hasard (p(T<=t)= 0,086).
Ici aussi, la conductivité est la même quelle que soit la profondeur de prélèvement dans le bassin.

La **densité** est beaucoup plus constante : les valeurs sont situées dans une fourchette de +/- 1% autour de la moyenne (épandue : 1,0495 ; sortie colonne : 1,047625), mais il n'y a pas non plus de différence significative entre les deux types de vinasse (p(T<=t)= 0,55).
La densité est la même quelle que soit la profondeur de prélèvement dans le bassin.

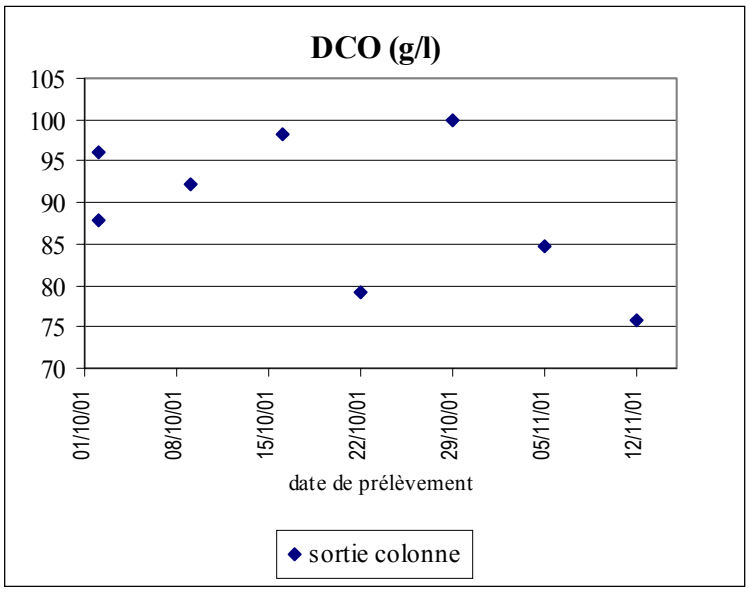


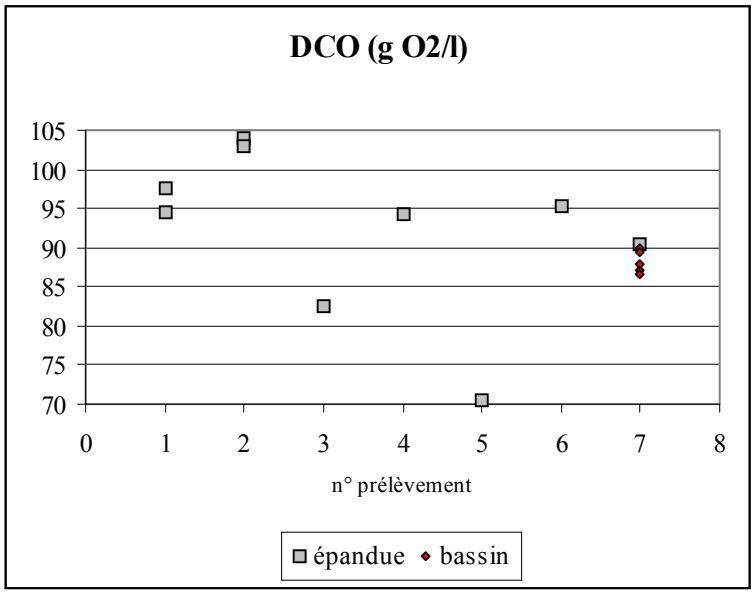


figures 16 et 17 : pourcentage de matière sèche des vinasses en sortie colonne et après stockage

Le **pourcentage de matière sèche** est relativement variable, pour les vinasses sortie colonne comme pour les vinasses stockées (+/- 10 à 11 % dans les deux cas). Au sein d'un bassin, la profondeur de prélèvement n'a pas d'influence sur le pourcentage de matière sèche. On peut remarquer que les vinasses stockées ont un % MS plus élevé que les vinasses en sortie de colonne : en moyenne 11,04% contre 10,19% pour les " sortie colonne ". La différence est statistiquement significative (p(T<=t)= 0,0391), elle est due à une certaine sédimentation dans le bassin (bien que cette sédimentation ne soit pas décelable sur les prélèvements à différentes profondeurs) ou, plus probablement, à une évaporation, les vinasses arrivant dans les bassins à haute température (98°C).

Les vinasses Isautier sont relativement plus concentrées que celles rencontrées dans la littérature : ces dernières ont un pourcentage de matière sèche de 8,1% en moyenne alors que les premières sont à 10,2%. Faute de disposer de suffisamment de données sur les process utilisés ailleurs, on ne peut proposer d'hypothèse pour expliquer cette différence.





figures 18 et 19 : Demande chimique en Oxygène des vinasses en sortie colonne et après stockage

La DCO est très variable : jusqu'à 22 % de moins que la moyenne, qui est de 90,34 gO_2/l ; on ne perçoit pas de différence entre les vinasses « sortie colonne » et les vinasses stockées ; cependant la DCO varie en fonction de la profondeur de prélèvement dans le bassin :

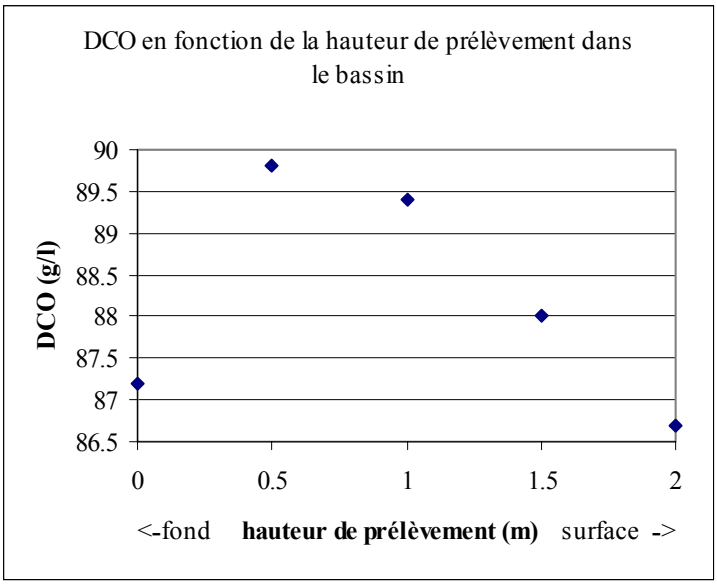


figure 20 : évolution de la DCO en fonction de la profondeur de prélèvement

Il semblerait que la DCO diminue lorsqu'on se rapproche de la surface, sauf pour le prélèvement de fond de bassin ; on pourrait expliquer ce phénomène par le fait que les matières

dégradables aient décanté vers le fond ou qu'elles soient déjà dégradées en surface (contact avec l'oxygène de l'air), l'anomalie du fond serait due à la présence d'un dépôt moins oxydable au fond. Il faut cependant rester prudent sur les conclusions à tirer de ces observations car elles ne proviennent que d'une mesure ponctuelle et les différences observées sont minimes par rapport à la variabilité totale des vinasses. On pourrait étudier plus en détail les mécanismes mis en jeu lors de la décantation pour tenter d'apporter une réponse à cette question.

c) discussion

Lorsqu'on observe la dispersion sur les différents paramètres étudiés (cf graphes de la figure 21), on est tenté de conclure que la variabilité de la vinasse augmente lors du stockage (on observe en effet une dispersion plus grande, sauf pour la matière sèche). Cependant on ne connaît pas la précision des méthodes analytiques utilisées. On ne peut donc pas affirmer en toute rigueur que les vinasses stockées soient plus variables, même si cela semble logique puisqu'elles ont sans doute des âges différents alors que les vinasses « sortie colonne » proviennent d'un process à priori constant. Nous avons d'ailleurs émis l'hypothèse que les variances étaient différentes pour effectuer les tests de comparaison de moyennes entre les vinasses stockées et sortie colonne.

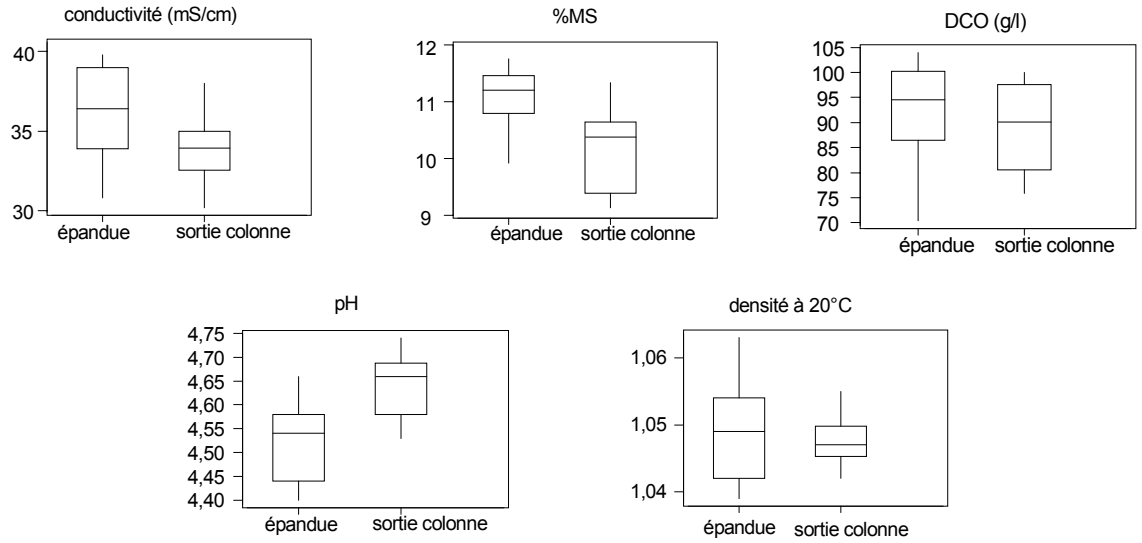


figure 21 : boites à moustache des différents paramètres étudiés

Pour les vinasses « sortie colonne », on n'observe pas beaucoup de variations et on ne décèle pas d'évolution au cours de la saison de distillation, il n'est donc pas nécessaire d'effectuer un suivi hebdomadaire, du moins pour cette distillerie qui fonctionne en continu 24h/24 et 7j/7 pendant toute la saison de distillation.

Il serait par contre plus intéressant d'étudier plus en détail l'évolution du produit au cours du stockage. Il faudra pour cela attendre que la gestion des bassins soit régularisée (remplissage du bassin 1 et débordements successifs jusqu'au dernier bassin). En effet, même si ce ne sont pas des bassins de lagunage, le passage dans les bassins de stockage modifie sans doute la vinasse, par des phénomènes de décantation, d'évaporation, de développement d'une flore microbienne… On pourra également renouveler les prélèvements à différentes profondeur du bassin. Il faudra améliorer le dispositif de prélèvement pour éviter en particulier le mélange lors de l'introduction de la perche dans le bassin et boucher les tuyaux d'aspiration pour qu'ils ne se remplissent pas au cours de la descente.

3ème partie

minéralisation des vinasses

1. Objectif

L'objectif de cette partie est de déterminer les cinétiques de minéralisation du carbone et de l'azote lors du contact sol/produit. En effet, la valeur des déchets organiques comme engrais dépend, outre leur composition en éléments nutritifs, de leur capacité à libérer ces éléments, c'est-à-dire à être dégradés. La dégradation de la matière organique (=minéralisation) conduit à la formation de plusieurs produits : le carbone (présent dans les sucres….) est minéralisé sous forme de CO_2 et l'azote (acides aminés…) est minéralisé sous forme de NH_4 et NO_3.

2. Méthode

Le potentiel de minéralisation est évalué grâce à des incubations en conditions contrôlées : les vinasses sont mises en contact avec deux types de sol dans des pots conservés à l'abri de la lumière dans une enceinte climatisée. On étudie trois types de vinasse : la vinasse "sortie colonne" (produit SC) provenant de la distillerie Isautier, une vinasse "décantée" (produit D) obtenue en laissant reposer un bidon de vinasse « sortie colonne » plusieurs mois en chambre froide puis en prélevant au fond (l'utilisation de cette vinasse de préférence à de la vinasse prélevée directement dans un bassin de décantation est justifiée par le fait que la gestion des bassins cette année ne permettait pas de connaître l'"histoire" de la vinasse stockée) et enfin une vinasse en poudre (produit A pour "atomisée").

Les sols sont deux sols de référence utilisés par le CIRAD Réunion ; il s'agit d'un Andosol (sol A) provenant de la station de Colimaçons et d'un sol Brun (sol B) de La Bretagne.

L'expérience est menée pendant 105 jours, des mesures régulières étant effectuées pour connaître les cinétiques de minéralisation.

a) préliminaires

♦ préminéralisation

Le but de cette étape est de relancer la croissance microbienne : on amène le sol juste en-dessous de son humidité pF 2.8 (soit 44% d'humidité pour l'andosol et 31,7% pour le sol brun) et on le laisse quelques jours à température ambiante.

- Le sol brun, conservé depuis plusieurs mois, est ré-humidifié et laissé à température ambiante 4 à 5 jours avant la mise en place de l'expérience afin de relancer les processus de minéralisation. Le sol est tamisé à 2 mm, on effectue une mesure de l'humidité résiduelle puis on pèse l'équivalent de 4 kg de sol sec dans 4 sacs (afin de laisser un volume d'air suffisant dans les sacs) et on ajoute de l'eau pour humidifier le sol mais en restant en-dessous de l'humidité pF 2.8 (31,7 g d'eau pour 100g de sol sec pour le sol brun). On homogénéise bien les sacs et on prélève un échantillon dans chaque sac pour re-calculer l'humidité puis les sacs sont fermés hermétiquement et laissés à température ambiante.
- L'andosol ayant été prélevé juste avant l'expérience, aucune pré-minéralisation n'est nécessaire, on se contente de tamiser le sol à 2 mm et d'effectuer des prélèvements pour le calcul de l'humidité puis on ferme les sacs hermétiquement.

♦ mesures préliminaires

On effectuera les mesures préliminaires suivantes (cette année, elles ont été réalisées après les incubations) :

- sol : analyse standard et, si possible, mesure de la matière organique du sol.
- produit : (attention : les résultats suivants sont obtenus en faisant la moyenne des résultats des différentes analyses de vinasse décantée et sortie colonne ; pour l'analyse du mélange utilisé, attendre les résultats du labo.)

	vinasse sortie colonne	vinasse en poudre
MS (%)	10,15	93,3
N (mg/gMS)	27,1	21,6
matière organique totale (g/100gMS)	65,5	64,1
DCO (gO_2/l)	89,26	

♦ doses

On travaille avec l'équivalent de 40 g de sol sec et une quantité de produit correspondant à un rapport carbone du produit/poids de sol sec égal à 2 ‰ (donc 80 mg de C) soit :
-2,37 ml de vinasse sortie colonne (SC) et décantée (D)
-0,281 g de vinasse atomisée (A)

Rq 1 : La composition en carbone des vinasses est évaluée via la DCO : C=DCO*12/32
Rq 2 : En l'absence de mesure du carbone dans la vinasse atomisée, on considère que la composition de la matière sèche est la même que celle des vinasses liquides
Rq 3 : La pesée de 0,281 g de vinasse atomisée étant fastidieuse et multipliant le risque d'erreur, il serait peut-être plus approprié de mélanger la vinasse atomisée directement dans les sacs de sol avant la mise en pot.

♦ préparation des pots

Les pots sont étiquetés et pesés afin de pouvoir réajuster le poids par pesage au cours de l'incubation. Dans chaque pot on introduit l'équivalent de 40 g de sol sec.

b) Minéralisation du carbone

♦ principe

La minéralisation du carbone est mesurée par dosage du CO_2 libéré (piégeage dans de la soude puis dosage de la soude restante par titrimétrie)

♦ matériel

- une série de bocaux à confiture de grande contenance et fermables hermétiquement
- au moins deux séries de pots PVC de 100 ml à ouverture large et à bouchon étanche

N.B. : une série est constituée de [(3 produits + 1 témoin sol seul)*2sols + 1 témoin pot vide]*3répétitions = 27 pots.

- pour chaque sol : l'équivalent de 40 g de sol sec par pot
- pour chaque produit : l'équivalent de 80 mg de carbone par pot

- soude à 0,5 N : pour chaque date 10 ml*nombre de pots, à préparer à chaque fois
- HCl à 0,25 N : environ 20 ml par pot
- $BaCl_2$ à 5% : 10 ml par pot

- dispenseur ou pompe péristaltique pour verser les 10 ml de soude
- dispenseur pour verser les 10 ml de $BaCl_2$
- balance précise à 0,01g près pour réajuster régulièrement l'humidité
- titrateur électronique

♦ mise en place

Au jour 0, on mélange bien la vinasse au sol en faisant attention de ne pas laisser de sol collé au couvercle du bocal. Dans chaque bocal on introduit un petit pot (pot à ouverture large fermable hermétiquement) contenant 10 ml de soude à 0,5 $mol.l^{-1}$ fraîchement préparée (cf figure 22).

Les pots sont mis à l'obscurité dans une enceinte climatisée (28°C).

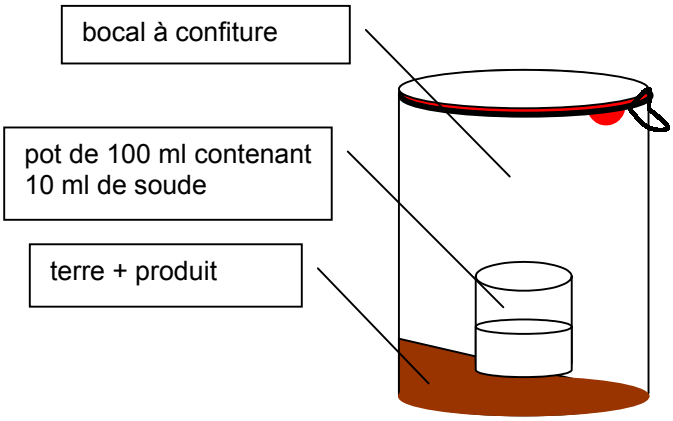


figure 22 : dispositif expérimental

- mesures

Les mesures sont réalisées aux jours 1,2, 7, 14, 21, 28, 49, 77, 91 et 105.

On retire les pots contenant la soude et on les bouche immédiatement, on pèse les bocaux pour réajuster l'humidité si nécessaire et on replace dans le bocal un pot contenant de la soude fraîchement préparée. La soude piège le CO_2 selon l'équation :

$$CO_2 + 2Na^+ + 2OH^- \rightarrow Na_2CO_3 + H_2O$$

On dose le CO_2 piégé dans la soude selon le principe suivant :

Dosage volumétrique du carbone CO_2

1-Principe

Le principe est celui du dosage d'un mélange de carbonate de sodium Na_2CO_3 et d'hydroxyde de sodium NaOH.

Les carbonates restants sont précipités au moyen d'une solution de chlorure de baryum ($BaCl_2$) en excès.

La soude restée libre est titrée par l'acide chlorhydrique (HCl).

2-Mode opératoire

- utiliser la méthode 6 (respiro2) avec l'électrode de pH. Entrer 9,3 comme pH final.
- rincer la burette plusieurs fois à l'acide
- effectuer trois ou quatre mesures de l'étalon soude à 0,25N (10 ml) jusqu'à obtenir des valeurs stables
- ajouter au récipient de soude 10 ml de solution de $BaCl_2$ à 10%
- mettre un barreau aimanté et lancer le dosage (bouton « run »)

3-Calculs :

Quantité de C-CO_2 fixé par la soude (=dégagé par le mélange sol+vinasse) (en mg par l)

$$(C_{NaOHi} * V_{NaOH} - C_{HCl} * V_{HCl})/2 * Mc = Q_{C\text{-}CO2}$$

avec C_{NaOHi} : concentration initiale en NaOH en mol/l

avec V_{NaOH} : volume de soude dans le piège en ml

avec C_{HCl} : concentration en HCl en mol/l

avec V_{HCl} : volume de HCl en ml

avec Mc : masse molaire du carbone :12g/mol

c) Minéralisation de l'azote

♦ principe

On mesure la minéralisation de l'azote en dosant l'azote ammoniacal (NH_4) et l'azote nitrique (NO_3) dégagés.

♦ matériel

- 120 pots en PVC de 250 ml ([2 sols x (3 traitements + 1 témoin) x 3 répétitions] x 5 mesures)
- tubes à hémolyse de 5 ml

- pour chaque sol : l'équivalent de 40 g de sol sec par pot
- pour chaque produit : l'équivalent de 80 mg de carbone par pot

- KCl à 1 mol/l : 160 ml par pot

- dispenseur ou pompe péristaltique pour verser les 160 ml de KCl
- agitateur basculant permettant d'agiter au moins 24 pots
- centrifugeuse et série de tubes à centrifuger

Rq : le dosage de l'azote à proprement parler est réalisé par le labo d'analyses

♦ mise en place

Au jour 0 on mélange bien la vinasse et le sol et on effectue immédiatement une première mesure. Les autres pots sont mis à l'obscurité à 28°C.

♦ mesures

Les mesures sont réalisées aux jours 0, 7, 21, 49 et 105. On verse 160 ml de KCl par pot (noter le poids versé dans chaque pot : on aura besoin du volume pour convertir la concentration mesurée en quantité d'azote libéré), on agite 1h puis on verse environ 35 ml du liquide dans un tube à centrifuger et on centrifuge 5 min. à 2000 tr/min. Le surnageant est divisé en 3 aliquotes de 5 ou 10 ml qui sont congelés en attendant d'être dosés par le labo (dosage de l'azote ammoniacal et nitrique) selon la norme AFNOR ISO 14255 :

- Les nitrates et nitrites sont dosés par colorimétrie par diazotation à la N-naphtyl-ethylene-diamine : les nitrates sont réduits en nitrites par le sulfate d'hydrazine ; les nitrites forment avec la sulfamide un sel de diazonium qui produit avec la N-naphtyl-ethylene-diamine un complexe de couleur rose détecté à 543 nm à 40 °C.

Rq : Cette méthode ne permet pas de distinguer les nitrates des nitrites mais ces derniers sont généralement négligeables dans les sols par rapport aux nitrates.

- L'azote ammoniacal est mesuré par colorimétrie méthode Berthelot modifiée : l'azote forme un complexe de type indophenol en milieu alcalin en présence de nitroprussiate et dichloroisocyanurate. Les interférences avec le fer et le manganèse sont éliminées par l'utilisation d'un tampon. Le complexe est détecté à 660 nm.

♦ oxygénation des pots

Tous les 15 jours, les pots sont ouverts pour assurer une bonne oxygénation du milieu, on en profite pour réajuster l'humidité si nécessaire

3. Résultats

a) minéralisation du carbone

Les résultats jour après jour des dosages sont donnés en annexe III. Lorsqu'on trace la quantité de carbone minéralisé par le mélange sol + vinasse pour les 7 premiers jours de

l'expérience (figure 23), on remarque que la minéralisation démarre très vite et que la courbe s'infléchit dès le septième jour. Dès le deuxième jour, 30 à 45 % du carbone contenu dans les vinasses est minéralisé. On remarque également que les sols ont des capacités de minéralisation différentes : le sol brun (les carrés sur le graphique) minéralise plus les vinasses que l'andosol (les losanges), alors que lorsque le sol est seul , c'est l'andosol qui minéralise le plus. On peut expliquer ce phénomène par le fait que l'andosol contient plus de matière organique que le sol brun mais que les conditions y sont moins favorables (existence de complexes organo-minéraux) comme on l'a vu dans la première partie.

C'est pour cette raison que la minéralisation du sol témoin n'a pas été soustraite de la minéralisation sol + vinasse afin d'obtenir la minéralisation du produit seul : cela aurait accentué artificiellement les différences entre andosol et sol brun. De plus, rien ne permet d'affirmer que la part de carbone provenant du sol dans un pot sol + produit à un instant donné est identique à la quantité de carbone minéralisé dans le même temps par le sol seul : on peut au contraire penser que les micro-organismes dégradent préférentiellement la part facilement minéralisable de la matière organique du produit.

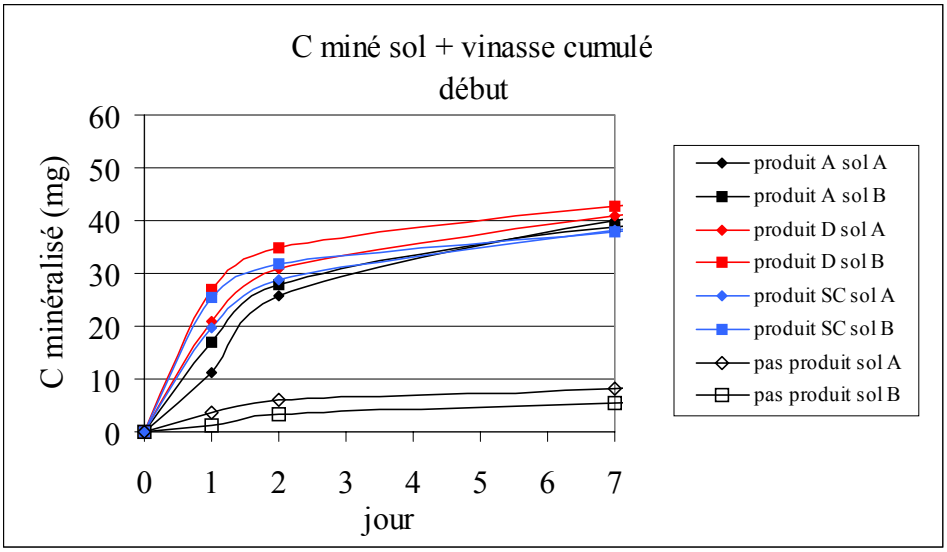
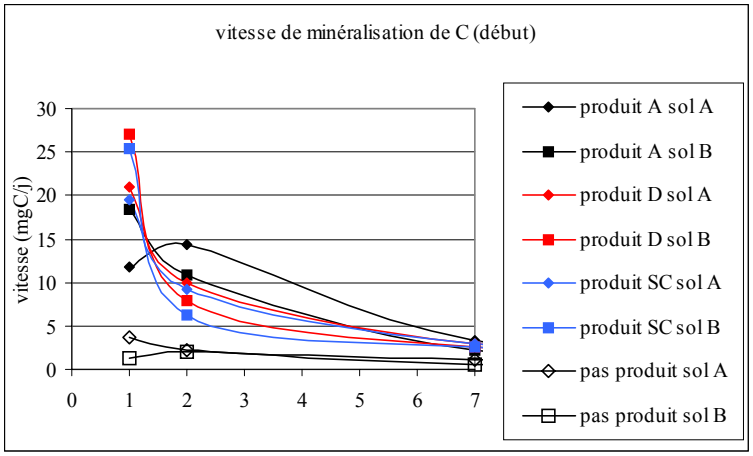
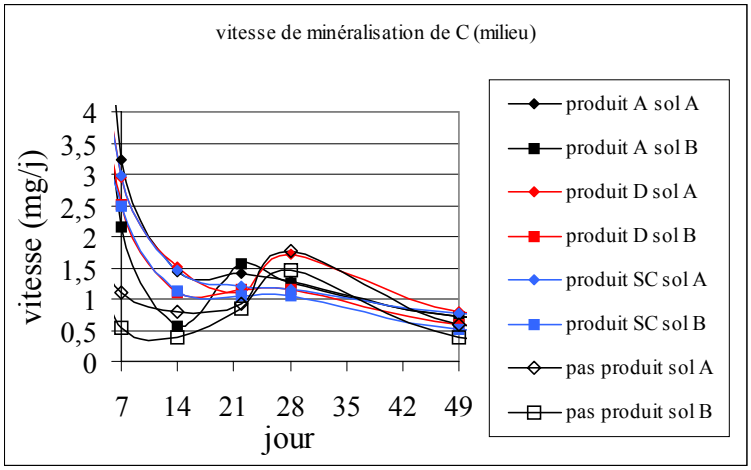


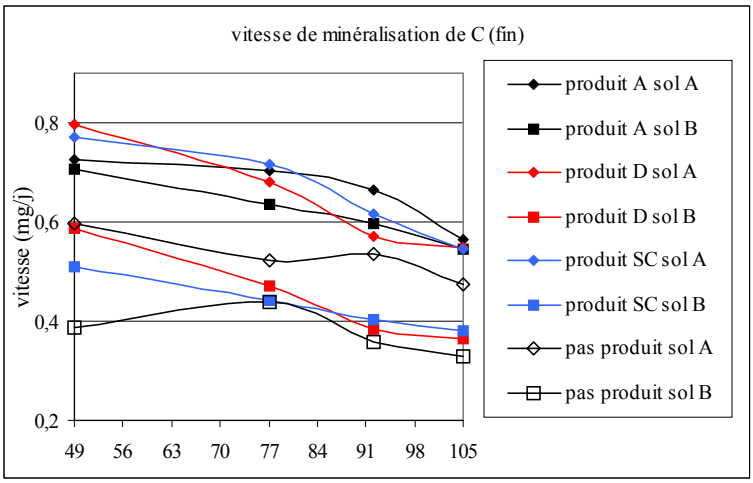
figure 23 : quantité de carbone minéralisé au cours du temps (7 premiers jours)

Pour une analyse plus fine de la minéralisation, il vaut mieux étudier la représentation de la vitesse de minéralisation en fonction du temps, d'autant plus que des problèmes techniques ayant faussé les résultats des jours 14 à 28, les valeurs cumulées n'ont plus de sens.

Les figures 24, 25 et 26 donnent respectivement les vitesses de minéralisation lors des 7 premiers jours puis des jours 7 à 49 et enfin des 55 derniers jours de l'expérience ; les courbes sont obtenues en faisant la moyenne des trois répétitions, mais elles sont similaires quand on utilise tous les points (cf. annexe IV)







figures 24, 25 et26 : vitesse de minéralisation du carbone en fonction du temps (attention aux différences d'échelle)

On voit ainsi que la capacité plus forte du sol brun à minéraliser les vinasses n'était en fait due qu'à l' « avance » prise le jour 1 : ensuite, l'andosol a une vitesse de minéralisation supérieure, qu'il y ait ou non de la vinasse.

On peut également confirmer que les mesures étaient entachées d'erreur dès le jour 14 (le problème d'appareillage n'avait été détecté que le jour 28).

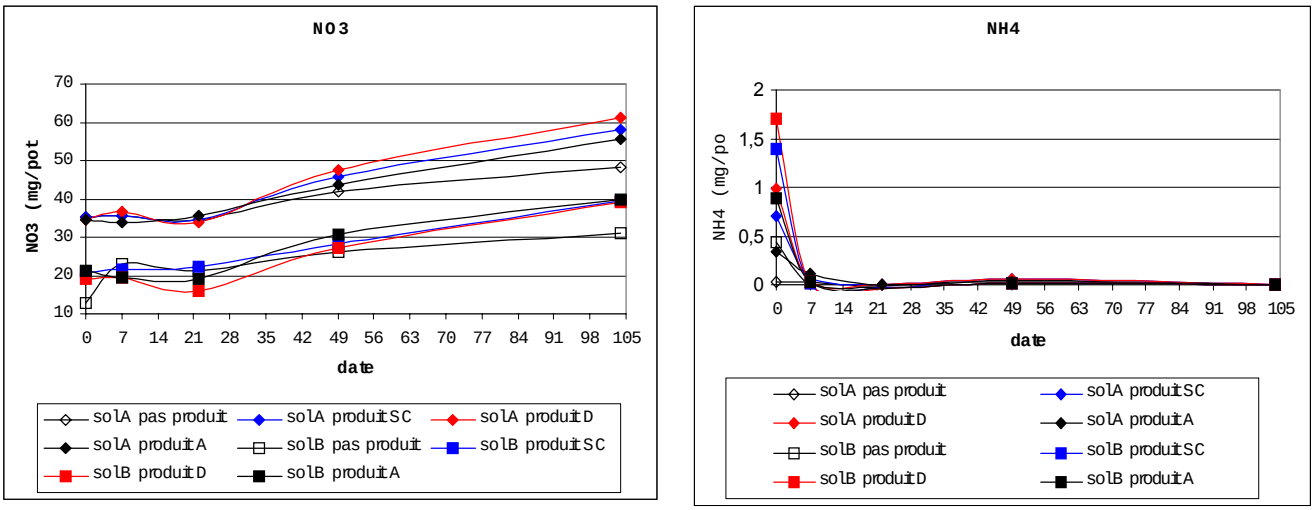
La comparaison des produits montre des comportements différents, sans doute dûs aux différences de forme physique : les vinasses en poudre (produit A) se distinguent des vinasses liquides (SC et D) de plusieurs manières : leur minéralisation a démarré plus lentement mais a dépassé les autres dès le jour 2 et dans l'andosol, la minéralisation s'est accélérée entre le jour 1 et le jour 2 alors qu'elle avait baissé dans tous les autres cas. Cela peut être dû, comme nous le verrons dans la discussion, à un problème d'homogénéisation du mélange sol + vinasse.
Au sein des vinasses liquides, il y a peu de différences, même si les vinasses décantées ont tendance à minéraliser plus que les sortie colonne.

Le graphe correspondant à la fin de l'expérience montre que les vinasses sortie colonne et décantées sont dégradées plus rapidement que les vinasses atomisées. En effet dès le jour 77 dans le sol brun et le jour 92 dans l'andosol, la minéralisation des pots sol + produit est identique à la minéralisation des pots sol seul : toute la partie minéralisable des vinasses a été dégradée. Cette partie représente de 55 à 65 % du carbone contenu dans la vinasse (on ne peut malheureusement pas déterminer la quantité exacte du fait des erreurs de mesures entre les jours 14 et 28).
La vinasse en poudre par contre continue à être minéralisée jusqu'au jour 104 au moins, surtout dans le sol brun.

b) minéralisation de l'azote

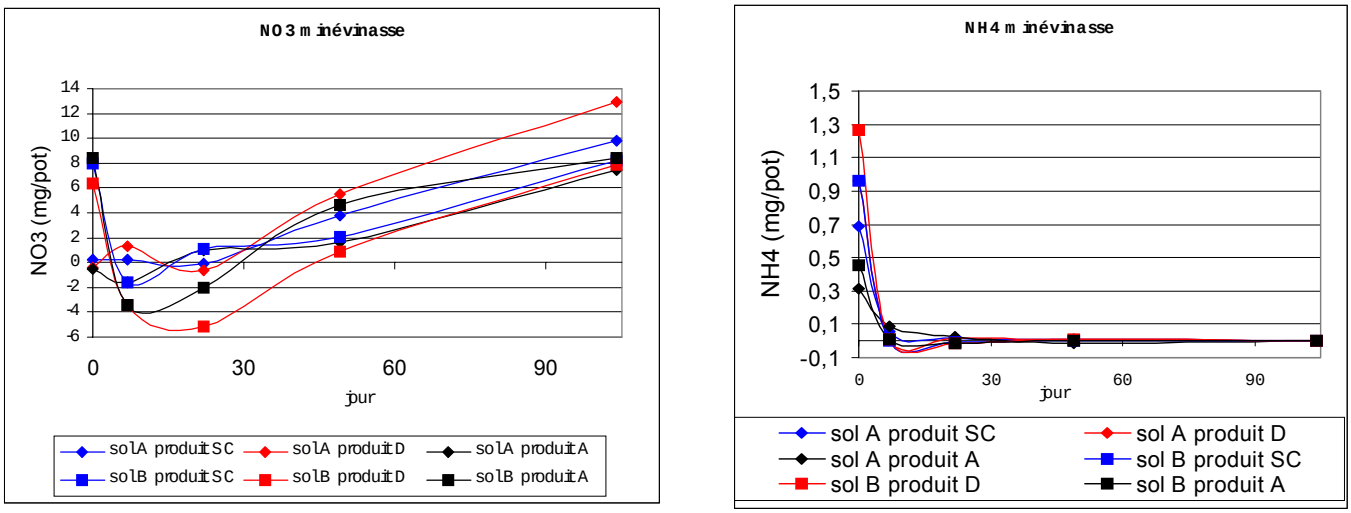
Les résultats des dosages jour après jour sont donnés en annexe V. Quand on trace les courbes de quantité d'azote nitrique et ammoniacal en fonction du temps (figures 27 et 28), on peut faire plusieurs observations :

- tout d'abord, les ordres de grandeur sont tout à fait différents pour l'azote NH_4 et l'azote NO_3 : l'azote ammoniacal est négligeable devant la quantité d'azote nitrique ; de plus, l'azote ammoniacal disparaît très rapidement : dès le jour 7 la quantité tombe en-dessous de 0,1 mg par pot.
- On peut également remarquer que contrairement à la minéralisation du carbone, la minéralisation de l'azote démarre lentement : elle n'est visible qu'à partir du jour 49.



figures 27 et 28 : quantité d'azote nitrique et ammoniacal présente dans les pots

Lorsqu'on soustrait les témoins sol seul, on obtient les courbes suivantes (figures 29 et 30).



figures 29 et 30 : azote minéralisé des vinasses

L'azote ammoniacal est encore ici bien inférieur à l'azote nitrique et disparaît très vite ; nous allons donc nous intéresser plus particulièrement à l'évolution de l'azote NO_3 :

On voit tout d'abord que les comportements des deux sols sont différents : dans l'andosol (losanges), la minéralisation de la vinasse est nulle, voire légèrement négative pour les jours 0, 7 et 22 puis elle augmente jusqu'à atteindre respectivement 9,8 , 12,9 et 7,5 pour les vinasses sortie

colonne, décantée et en poudre. Dans le sol brun, le comportement est différent : au jour 0, la minéralisation est positive (l'extraction ayant lieu immédiatement après mélange vinasse-sol, il est difficile de croire que la vinasse soit déjà en train d'être minéralisée ; il est possible que la quantité de NO_3 du sol témoin soit sous-estimée) puis devient négative (réorganisation de l'azote) entre les jours 7 et 22 pour les produits « décantée » et « en poudre » (entre 7 et 14 pour la vinasse sortie colonne). A partir du jour 49, la minéralisation de l'azote redevient positive, en demeurant néanmoins inférieure à la minéralisation dans l'andosol. Dans ce sol, les trois produits ont minéralisé à peu près 8 mg d'azote nitrique par pot.

4. Discussion

Plusieurs problèmes, techniques mais aussi méthodologiques, se sont posés lors de la réalisation de cette expérimentation :

- pour la mesure de la minéralisation du carbone, il est nécessaire que la quantité de soude versée soit identique dans chaque pot or le dispenseur utilisé au début de l'expérience s'est révélé défectueux ; il a été remplacé par une pompe péristaltique dès le jour 49 mais les valeurs erronées ont empêché de cumuler les quantités minéralisées à chaque date pour obtenir les quantités totales.
- le mélange produit-sol est censé être homogène mais il est difficile à réaliser. En effet la vinasse forme des grumeaux lorsqu'on la mélange au sol. Ces grumeaux peuvent former un milieu hétérogène avec notamment des micro-sites présentant des conditions réductrices
- l'analyse des vinasses n'a été réalisée qu'à la fin des expériences, la quantité de vinasse à introduire dans chaque pot (normalement l'équivalent de 80 mg de carbone) a donc été déterminée à partir des analyses disponibles, en supposant que les vinasses avaient la même composition en matière sèche.
- du point de vue méthodologique, on peut se demander s'il est justifié de soustraire le témoin sol pour obtenir la part de la vinasse dans la minéralisation : l'apport de vinasse peut favoriser la croissance bactérienne et donc accélérer le processus de minéralisation du sol (on surestime alors la minéralisation de la vinasse) ou au contraire, les micro-organismes dégradent peut-être préférentiellement la vinasse par rapport à la matière organique du sol (on sous-estime alors la minéralisation de la vinasse).

- il semble également que la durée de l'expérience ait été insuffisante : on n'a pas atteint de plateau, on aurait aussi pu prévoir plus de dates de mesure pour la minéralisation de l'azote.

En conclusion, on n'observe pas de grande différence entre les vinasses (c'était prévisible pour les vinasses sortie colonne et décantée puisqu'elles se ressemblent beaucoup ; on aurait pu attendre plus de différence avec la vinasse en poudre mais à part un démarrage plus lent de la minéralisation du carbone, l'évolution a été la même que pour les vinasses liquides). Par contre, on observe bien une différence de potentiel de minéralisation des deux sols : l'andosol minéralise plus que sol brun, que ce soit pour la minéralisation de l'azote ou celle du carbone. Ce résultat est en contradiction avec ce qui avait été observé lors des expériences de minéralisation réalisées en 2001 mais concorde avec ce qui avait été trouvé l'année d'avant.

Les résultats faussés à cause du dispenseur défectueux nous empêchent malheureusement d'accéder à la quantité totale de carbone minéralisé, et donc au coefficient de minéralisation ; il semble cependant que les vinasses minéralisent assez bien leur carbone : même si les résultats ne sont pas fiables, il semblerait qu'entre 55 et 75 % du carbone soit minéralisé au jour 105, alors que pour d'autres produits (lisier, boues d'épuration, compost), on ne minéralise que 12 à 60 % (cf rapport MVAD 2001). Pour l'azote, après une immobilisation temporaire de l'azote dans le sol brun, la minéralisation semble bien lancée au jour 104, alors que les expériences de la MVAD 2001 montraient un coefficient de minéralisation négatif pour la vinasse.

Si ces résultats se répètent lors de l'épandage au champ (il y a une grande différence entre un essai en pot, sans plante, en conditions contrôlées et le champ, avec les aléas climatiques et l'interaction avec la plante), on peut considérer la vinasse comme une source d'azote fournissant de l'azote minéral de façon régulière et répartie sur une assez longue période. Le principal intérêt de la vinasse comme engrais reste néanmoins sa richesse en éléments minéraux, en particulier le potassium. C'est la bio-disponibilité de ces éléments qui est étudiée dans la partie suivante.

4ème partie

pouvoir fertilisant

1. Objectif

L'objectif de cette partie est de déterminer le pouvoir fertilisant de différents apports de vinasse déshydratée, le but étant de l'utiliser comme engrais en remplacement ou en complément des engrais chimiques. La déshydratation permet en effet de faciliter l'application au champ mais son coût impose une valorisation du produit obtenu.

On étudie d'une part la bio-disponibilité au cours du temps des éléments fertilisants pour une culture de ray-grass pendant 4 mois et d'autre part l'absorption de ces éléments par la canne à sucre après 6 mois de culture.

2. Méthode

a) test sur ray-grass

La bio-disponibilité des éléments fertilisants du produit est évaluée par un suivi comparatif de la production et de la composition de la matière végétale du ray-grass sous différents types d'apports. L'aspect cinétique est abordé par la réalisation de quatre coupes échelonnées sur une durée de quatre mois.

Les quatre traitements sont :

- T0 : témoin (aucun apport)
- Te : engrais chimique complet (15.12.24)
- Tv : vinasse déshydratée seule
- Tv+e : vinasse déshydratée complémentée avec un engrais binaire de type 38.12.0

On réalise quatre répétitions de chaque traitement, on a donc 16 pots.

♦ matériel

- pots de PVC (profondeur : 11,5 cm ; diamètre 17cm ; volume 1,485 l = 0,001485 m³) contenant 1,268 kg d'un andosol de référence.
- serre de culture (l'arrosage est manuel car le dispositif d'arrosage automatique ne permet pas d'obtenir une irrigation suffisamment faible pour ne pas entraîner de lessivage des pots)
- andosol de référence (colimaçons)
- ray-grass d'Italie provenant de métropole (on ne trouve pas de ray-grass pur à la Réunion)
- vinasse déshydratée de composition :

%MS	93,3
N (mg/g de produit)	20,15
P (mg/g de produit)	1,59
K (mg/g de produit)	123,16

♦ calcul des doses

Les doses sont calées sur un apport de 200 kg d'azote par hectare, ce qui correspond à 106 mg d'azote par pot (avec une densité apparente du sol de 0,8).

-Pour le traitement Te, on les apporte sous forme d'engrais 15.12.24 : on ajoute 0,7 g d'engrais par pot.

-Pour le traitement Tv, on les apporte uniquement sous forme de vinasse déshydratée : 5,24 g dans chaque pot.

-Pour le traitement Tv+e, on considère la vinasse comme une source de potassium, on apporte donc 1,37 g de vinasse par pot, ce qui correspond au même apport de potassium que le traitement "engrais", puis on complémente avec 0,21 g d'engrais binaire 38.12.0 afin d'arriver aux 106 mg d'azote par pot.

Les doses et les apports d'éléments correspondants sont récapitulées dans le tableau suivant :

essai ray-grass	To	Te(15.12.24)	Tv	Tv+e	+	38.12.0
produit (kg/ha)	0	1333,33	9924,18	2598,33	+	388,52
produit (g/pot)	0	0,70	5,24	1,37	+	0,21
N (kg/ha)	0	200	200	52,36	+	147,64
P(kg/ha)	0	160	15,83	4,15	+	46,62
K(kg/ha)	0	320	1222,22	320	+	0
N (mg/pot)	0	105,67	105,67	27,67	+	78
P(mg/pot)	0	84,53	8,37	2,19	+	24,63
K(mg/pot)	0	169,07	136,47	169,07	+	0

- mise en place de l'expérience

Les graines de ray-grass sont semées directement dans les pots (5 ml de graines dans chaque pot) et arrosées. (Rq : quelques centimètres de graviers dans le fond des pots permettent un meilleur drainage et évitent des pertes de sol). On prépare plus de pots que nécessaire afin de ne garder que les plus homogènes. Quatre jours après, un examen visuel permet de choisir les pots ayant eu une bonne germination. Une première coupe est réalisée pour remettre tous les pots à égalité puis les produits sont ajoutés. La vinasse est diluée au xx . L'engrais est xx .

Les pots sont placés en conditions semi-contrôlées sous serre : au début de l'expérience, le sol est porté à la capacité au champ (pF 2,8) puis l'arrosage est régulier pendant toute l'étude et correspond à environ 1 litre par semaine (on utilise l'eau de la ville de Saint-Denis qui est faiblement minéralisée).

- mesures

Tous les mois, on effectue une coupe au ciseaux. La matière fraîche produite par chaque pot est pesée, mise à l'étuve à 75°C pendant 24h puis repesée afin de connaître la production de matière sèche. On mélange ensuite les quatre prélèvements correspondant à un traitement et on donne les 4 échantillons ainsi formés au laboratoire pour une analyse de N, P, K.

b) test sur canne à sucre

L'absorption des éléments fertilisants par la canne est évaluée par le suivi quantitatif (production de matière sèche) et qualitatif (composition de la matière végétale formée) de la croissance de la canne sous différents types d'apports. Le rendement en matière sèche est mesuré par une coupe après 6 mois de culture en pot sous serre.

Les quatre traitements sont :

- T0 : témoin (aucun apport)
- Te : engrais chimique complet (15.12.24)
- Tv : vinasse déshydratée seule
- Tv+e : vinasse déshydratée complémentée avec un engrais binaire de type 38.12.0

On réalise cinq répétitions de chaque traitement, on a donc 20 pots.

♦ matériel

- pots de PVC (diamètre : 27 cm ; profondeur : 33 cm ; volume = 7,195 l = 0,007195 m³) contenant 6 kg d'un andosol de référence.
- serre de culture (l'arrosage est manuel car le dispositif d'arrosage automatique ne permet pas d'obtenir une irrigation suffisamment faible pour ne pas entraîner de lessivage des pots)
- andosol de référence (colimaçons)
- boutures de canne (R570)
- vinasse déshydratée de composition :

%MS	93,3
N (mg/g de produit)	20,15
P (mg/g de produit)	1,59
K (mg/g de produit)	123,16

- calcul des doses

Les doses sont calées sur un apport de 200 kg d'azote par hectare, ce qui correspond à 500 mg d'azote par pot (avec une densité apparente du sol de 0,8).

-Pour le traitement Te, on les apporte sous forme d'engrais 15.12.24 : on ajoute 3,33 g d'engrais par pot.

-Pour le traitement Tv, on les apporte uniquement sous forme de vinasse déshydratée : 24,81 g dans chaque pot.

-Pour le traitement Tv+e, on considère la vinasse comme une source de potassium, on apporte donc 6,5 g de vinasse par pot, ce qui correspond au même apport de potassium que le traitement "engrais", puis on complémente avec 0,97g d'engrais binaire 38.12.0 afin d'arriver aux 500 mg d'azote par pot.

Les doses et les apports d'éléments correspondants sont récapitulées dans le tableau suivant :

essai canne	To	Te(15.12.24)	Tv	Tv+e	+	38.12.0
produit (kg/ha)	0	1333,33	9924,18	2598,33	+	388,52
produit (g/pot)	0	3,33	24,81	6,5	+	0,97
N (kg/ha)	0	200	200	52,36	+	147,64
P(kg/ha)	0	160	15,83	4,15	+	46,62
K(kg/ha)	0	320	1222,22	320	+	0
N (mg/pot)	0	500	500	130,91	+	369,09
P(mg/pot)	0	400	39,58	10,36	+	116,56
K(mg/pot)	0	800	645,74	800	+	0

- mise en place de l'expérience

On fait germer des tronçons de canne à un œil quelques jours avant le début de l'expérimentation afin d'avoir une croissance homogène : les tronçons sont mis à tremper dans une solution de benlate puis déposés sur du papier journal imprégné de benlate afin d'empêcher l'attaque de champignons ; lorsque les pousses atteignent 5 cm, on les dépose dans les pots contenant le sol et on les recouvre d'une fine couche de terre. (Rq : quelques centimètres de

graviers dans le fond des pots permettent un meilleur drainage et évitent des pertes de sol). Les pots sont placés en conditions semi-contrôlées sous serre : au début de l'expérience, le sol est porté à la capacité au champ (pF 2,8) puis l'arrosage est régulier pendant toute l'étude et correspond à environ 1 litre par semaine (on utilise l'eau de la ville de Saint-Denis qui est faiblement minéralisée).

Les produits sont ajoutés xx jours après la plantation ; la vinasse est diluée au xx . L'engrais minéral est xx .

- mesures

Après 6 mois de culture, la canne est coupée, pesée, mise à l'étuve 24 h à 75 °C puis repesée afin de connaître la production de matière sèche. On mélange ensuite les cinq prélèvements correspondant à un traitement et on donne les 4 échantillons ainsi formés au laboratoire pour une analyse de N, P, K.

3. Discussion

Les résultats ne sont malheureusement pas disponibles au moment de la rédaction de ce rapport du fait du retard dû aux dégâts causés par le cyclone Dina.

Les quatre traitements sont vraiment différents (plus en tout cas que dans l'essai au champ de la cinquième partie) et devraient permettre de mettre en évidence d'une part le pouvoir fertilisant des vinasses, ce qui est le but premier de cette expérimentation, et d'autre part l'effet d'un fort apport de potassium. La comparaison des traitements Te et Tv+e permettra en effet de comparer la bio-disponibilité du potassium (et dans une moindre mesure de l'azote) des vinasses alors que la comparaison Te/Tv permettra de comparer la bio-disponibilité de l'azote des vinasses et l'effet d'un apport important de potassium. Cependant ces comparaisons ne seront valables que si la quantité de phosphore n'est pas limitante : les quantités de phosphore apportées par les divers produits sont très différentes : de 16 à 160 kg/ha. Il faudra donc vérifier d'une part si le sol est suffisamment riche en phosphore et d'autre part si l'alimentation en cet élément est satisfaisante pour tous les échantillons analysés.

5ème partie

épandage

1. Objectif

L'objectif de cette partie est d'étudier l'effet sur le sol d'un épandage de vinasse en conditions naturelles. On espère pouvoir suivre les mouvements du potassium dans le sol et les modifications qu'entraîne cet élément au niveau du complexe d'échange. En effet, la vinasse apporte beaucoup de potassium qui risque de déplacer les autres cations (Mg, Ca…) du complexe absorbant. On voudrait également déterminer si l'épandage modifie significativement le pH, premièrement parce que la vinasse est acide (mais les acides organiques responsables de son acidité doivent être dégradés rapidement), deuxièmementparce qu'une modification du pH du sol induit un changement direct de la valeur de la CEC

2. Méthode

On compare différentes doses d'apport de vinasse (T2 et T3) à un témoin (T1) qui est la canne fertilisée par un engrais chimique. On réalise ensuite régulièrement des prélèvements de sol à deux profondeurs sur lesquels on analyse : le pH eau et le pH KCl, la CEC, la teneur en potassium, calcium, magnésium et sodium.

a) matériel

- zone d'épandage :

L'épandage a été réalisé sur une parcelle mise à disposition par la société Isautier ; elle est proche de la distillerie, de pente moyenne et représentative de la zone de culture de la canne. On y a définit 4 blocs au sein desquels les 3 traitements sont répartis de façon aléatoire (cf figure 31). Chaque bloc est matérialisé par des piquets localisés grâce à une équerre optique, un triple décamètre et des repères fixes situés en bordure de champ ; le relevé des parcelles est donné en annexe VI. Au sein des blocs, chaque traitement est appliqué sur 7 rangées de canne sur une longueur de 30 m, soit 315 m^2.

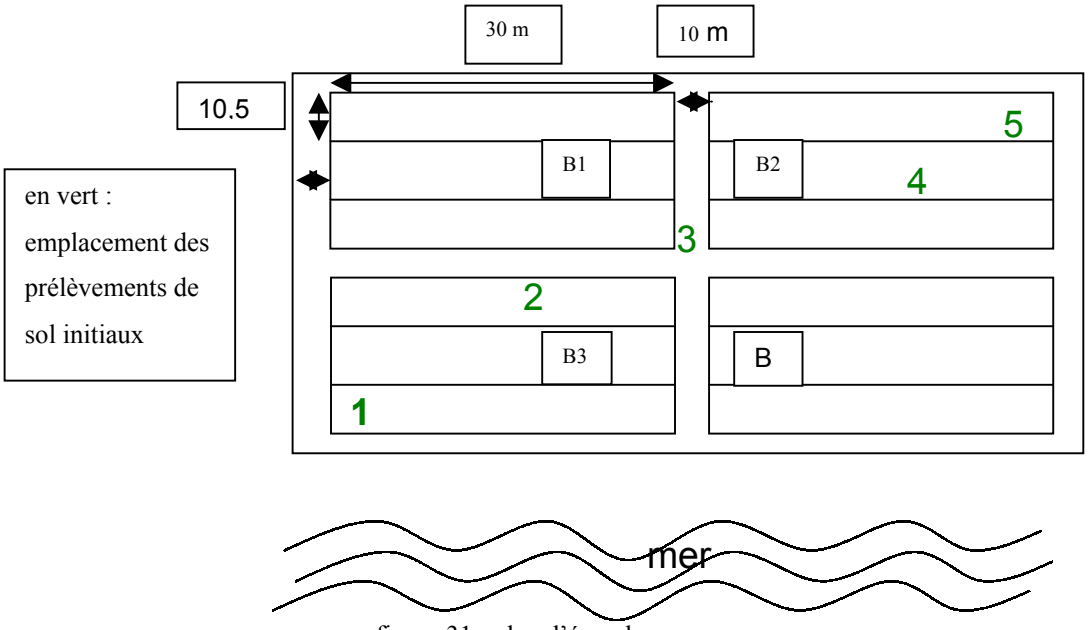


figure 31 : plan d'épandage

♦ vinasse

La vinasse épandue provient de la distillerie Isautier, sa composition est donnée dans le tableau de la figure 35 ci-après.

♦ épandage

L'épandage est réalisé à l'aide d'une tonne à lisier d'un volume de 12 m^3 (figure 32) équipée d'un gicleur (figure 33).

figure 32 : épandage de la vinasse

figure 33 : dispositif d'aspersion

- prélèvements de sol

Le sol est prélevé à l'aide de tarières "en T" fabriquées par l'atelier (le pied du T est un tube en fer coupé en biseau et possédant une ouverture tout le long pour permettre de le vider ; la barre du T permet de retirer la tarière lorsqu'elle est dans la terre). On enfonce la tarière au marteau jusqu'à 20 cm de profondeur puis on vide, dans deux sacs séparés, respectivement les profondeurs 0-10 et 10-20 cm. Chaque échantillon est constitué de 5 prélèvements effectués le long de la rangée de canne (on a distingué les rangées A, de part et d'autre de la rangée centrale (rangée B) en effet la quantité de vinasse y est différente comme on le verra plus loin.

- analyses

Les analyses réalisées sont : pHeau, pH KCl, conductivité, CEC totale et cations échangeables mesurés par extraction à la cobaltihexamine. Le matériel spécifique à chaque analyse sera détaillé ultérieurement.

b) mesures préliminaires

- sol :

Des prélèvements de sols (localisation : chiffres en vert dans la figure 31) ont été réalisés avant le début de l'expérience, les résultats sont présentés dans le tableau suivant :

	pHeau	pH KCl	N (g/kg)	C (g/100g)	MO	C/N	P ass	Ca	Mg	K	Na	CEC	sat	K%
1 (en bas à gauche)	5.7	5	2.07	2.05	3.53	10	58	5.99	3.27	0.74	0.12	15.4	66	5
2	6.7	5.9	1.85	1.78	3.06	10	47	7.27	4.4	0.67	0.15	16.9	74	4
3	6.8	6	1.97	1.92	3.3	10	33	7.96	3.94	0.8	0.17	17.4	74	5
4	5.6	4.6	2	1.86	3.2	9.3	48	4.76	2.52	1.1	0.12	13.6	63	8
5 (en haut à droite)	6.2	5.3	2.12	2.16	3.72	10.18	32	6.11	4.21	0.94	0.18	15.3	75	6
moyenne	6.2	5.36	2.002	1.954	3.36	9.896	43.6	6.42	3.668	0.85	0.15	15.72	70.4	5.6

figure 34 : résultats des analyses de sol préliminaires

	K%CEC	Na%CEC	Mg%CEC	Ca%CEC
1	4,8	0,8	21,2	38,9
2	4,0	0,9	26,0	43,0
3	4,6	1,0	22,6	45,7
4	8,1	0,9	18,5	35,0
5	6,1	1,2	27,5	39,9

figure 35 : pourcentage des éléments dans la CEC

- vinasse :

Des échantillons de vinasse réellement épandue sont prélevés et analysés au laboratoire ; les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

	vinasse épandue le 08/10/01	vinasse épandue le 09/10/01
pH	4,4	4,6
%MS	11,1	11,3
conductivité	39,8 mS/cm	38,4 mS/cm
densité	1,050	1,050
DCO	97,5 gO_2/l	103 gO_2/l
cendres totales	35 g/100gMS	34 g/100gMS
MO totale	65 g/100gMS	66 g/100gMS
azote total	2,61 g/100gMS	2,81 g/100gMS
phosphore	0,2 g/100gMS	0,23 g/100gMS
potassium	14,6 g/100gMS	13,8 g/100gMS
calcium	2,15 g/100gMS	2,18 g/100gMS
magnésium	1,22 g/100gMS	1,17 g/100gMS
fer	663 mg/kgMS	716 mg/kgMS
manganèse	167 mg/kgMS	171 mg/kgMS
zinc	28,8 mg/kgMS	40,8 mg/kgMS
cuivre	14,2 mg/kgMS	25,3 mg/kgMS

figure 36 : composition des vinasses épandues

♦ épandage :

Le volume épandu par la tonne est mesuré à l'aide de cuvettes disposées dans le rang de canne. La figure 36 donne la moyenne des volumes épandus pour chaque rangée et chaque traitement

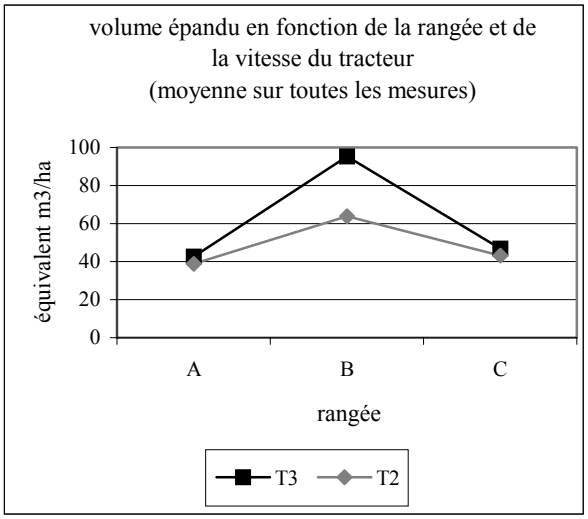


figure 37 : volumes épandus en fonction du traitement
dans les rangées A (en haut de la pente), B (rangée centrale) et C (du côté de la mer)

♦ fertilisation complémentaire :

La fertilisation est complétée avec 1t/ha de 15.12.24 sur les parcelles témoin et 700 kg de 38.12.0 sur les parcelles ayant reçu de la vinasse. On apporte ainsi :

	témoin + 1000 kg de 15.12.24	T2 + 700 kg 38.12.0 (48 m^3 vinasse/ha)	T3 + 700 kg de 38.12.0 (61 m^3 vinasse/ha)
N (kg/ha)	0 + 150	147 + 266	187 + 266
P (kg/ha)	0 + 120	12 + 84	15 + 84
K (kg/ha)	0 + 240	802 + 0	1019 + 0

figure 38 : fertilisation apportée par les différents traitements (en kg/ha)

♦ irrigation

L'irrigation est menée normalement, elle a commencé une semaine après épandage.

c) analyses effectuées

Tous les mois, on effectue les prélèvements de sols ; on obtient ainsi 40 échantillons (1 rangée pour le traitement T1+2 rangées pour les traitements T2 et T3) *2 profondeurs *4 répétitions).

Dès réception des sols (sinon les sachets de sol sont conservés dans la chambre froide), on effectue les mesures de pH :

♦ pH eau et pH KCl :

Le pH est mesuré avec un rapport sol/eau de 2/5.

matériel :

- 40 pots d'au moins 100 ml
- balance à 0,01 g de précision
- pompe péristaltique ou dispenseur permettant de verser 50 ml
- agitateur basculant
- pH mètre
- KCl en poudre (3,5 g par pot) et cuillère doseuse permettant de verser 3,5 g de KCl
- eau distillée

méthode :

On pèse 20 g de sol frais dans des pots d'au moins 100 ml et on ajoute 50 ml d'eau distillée. On agite 30 minutes dans l'agitateur basculant, on laisse reposer 15 min. puis on remet en agitation 15 min. on effectue la mesure de pH sous agitation.

On ajoute ensuite 3,5 g de KCl par pot à l'aide de la cuillère doseuse et on agite manuellement. Le temps d'ajouter le KCl dans tous les pots, l'équilibre est atteint et on peut commencer à mesurer le pH KCl, toujours sous agitation.

♦ conductivité

La conductivité est mesurée sur sol séché et tamisé à 2 mm, avec un rapport sol sec/eau de 1/5.

matériel :

- 40 pots d'au moins 250 ml
- 40 tubes à centrifuger
- 40 godets de 40 ml
- balance à 0,01 g de précision
- pompe péristaltique ou dispenseur permettant de verser 100 ml
- agitateur basculant
- centrifugeuse
- conductimètre
- eau distillée

méthode :

On pèse 20 g de sol sec dans des pots de 250 ml et on ajoute 100 ml d'eau distillée. On agite 1 heure dans l'agitateur basculant. On recueille un peu du liquide dans des tubes à centrifuger et on centrifuge 5 minutes à 2000 tr/min. On verse le surnageant dans des godets de 40 ml et on fait la mesure au conductimètre en agitant à la main.

♦ CEC totale et cations échangeables

L'extraction pour les mesures de CEC et de cations échangeables est faite à la cobaltihexamine (hexamine cobalt trichloride). Les extraits sont ensuite dosés par le laboratoire.

La cobaltihexamine se substitue aux cations échangeables sur le complexe d'échange ; la CEC est mesurée par dosage retour de la cobaltihexamine, les cations échangeables sont dosés dans l'extrait.

matériel :

- 43 tubes à centrifuger (40 échantillons plus trois témoins "sol T5" utilisé par le labo pour vérifier le dosage)
- 45 godets de 35 ml (43 extractions plus deux "blanc réactif")
- 43 entonnoirs à filtres en verre fritté
- balance à 0,01g de précision (pesée du sol) et 0,0001g (préparation de la cobaltihexamine)
- pompe péristaltique permettant de verser 35 ml
- agitateur basculant
- centrifugeuse
- étuve à 105 °C
- 3 l de cobaltihexamine à 2,229 g/l

méthode :

On introduit 3,5 g de terre sèche tamisée à 2 mm dans les tubes à centrifuger. Pour chaque échantillon, peser également environ 10 g de terre pour mesurer l'humidité résiduelle (24h à l'étuve à 105 °C).

On ajoute 35 ml de solution de cobaltihexamine à 2,229 g/l et on agite 1 heure.

On centrifuge 5 min. à 2000 tr/min. puis on filtre le surnageant à l'aide des entonnoirs et on récupère le filtrat dans les godets qui sont remis au labo pour le dosage.

3. Résultats

L'ensemble des résultats est donné en annexeVII. Les graphiques suivants montrent, pour chaque paramètre étudié, l'évolution au cours du temps en fonction du traitement (T1, T2 ou T3 respectivement en rose, vert et bleu)), de la profondeur (0-10 cm ou 10-20 cm respectivement en couleur claire ou foncée) et de la rangée de prélèvement (rangée A : rangée de côté et rangée B : rangée centrale).

Il faut signaler que l'épandage a eu lieu sur un mulch constitué des débris de culture de la coupe précédente ; on s'attend donc à ce que l'effet de l'épandage soit progressif, au moins dans les premiers temps. On doit également noter que l'apport d'engrais a eu lieu une semaine après l'épandage de la vinasse et que les prélèvements de sol du 16 octobre (prélèvement 1) ont eu lieu le même jour dans l'après-midi. L'irrigation a également commencé ce même jour.

a) pH

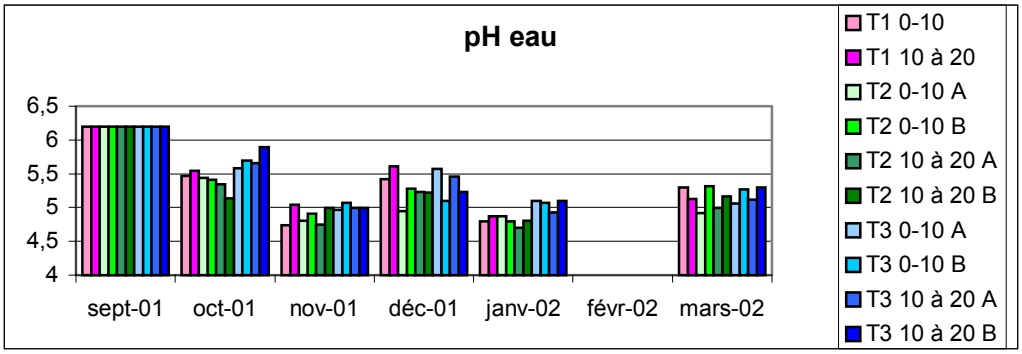


figure 39 : pH eau en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

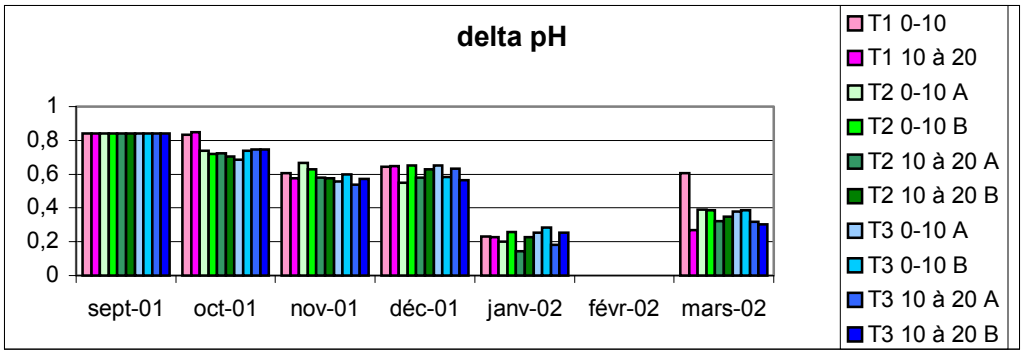


figure 40 : delta pH en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

On ne décèle pas d'acidification du pH due à l'acidité des vinasse, sauf pour le prélèvement 1 (octobre 2001) pour le traitement T3. En effet pour tous les autres prélèvements, la comparaison entre les traitements T1 d'une part et T2-T3 d'autre part n'indique pas de différence significative.

Il en va de même pour le delta pH (différence pH eau – pH KCl : acidité d'échange) : même si cette acidité évolue au cours du temps, elle ne diffère pas selon les traitements.

b) conductivité

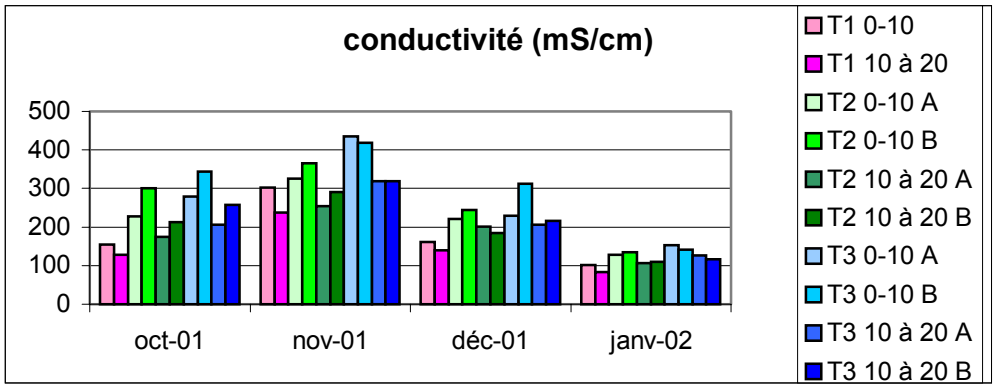
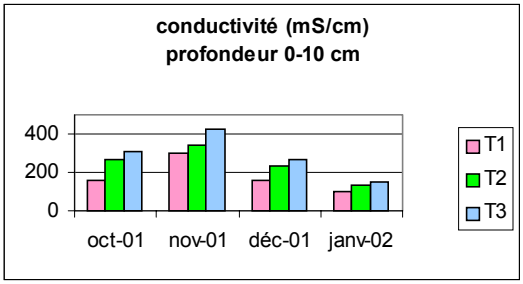
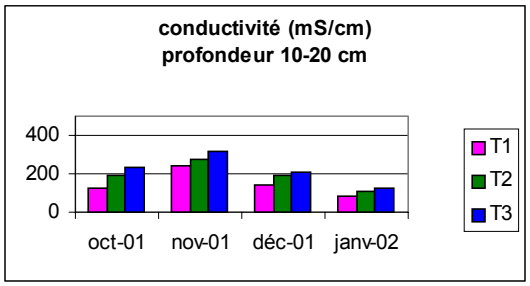


figure 41 : conductivité en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

La conductivité, par contre, est bien modifiée par l'apport de vinasse : elle augmente avec le dose de vinasse appliquée. On a représenté ci-dessous l'évolution de la conductivité en fonction du temps et du traitement pour les deux profondeurs.

Pour tous les traitements et pour les deux profondeurs, la conductivité augmente d'abord entre octobre et novembre puis diminue régulièrement jusqu'en janvier. La conductivité est toujours inférieure en profondeur qu'en surface mais pour les deux profondeurs, la conductivité augmente avec la quantité de vinasse. Cela paraît logique puisque la conductivité est liée à la quantité d'ions et qu'on apporte avec la vinasse une grande quantité d'ions, potassium en particulier ci-dessous : figures 42 et 43 : conductivité en fonction de la date et du traitement à 2 profondeurs





c) potassium

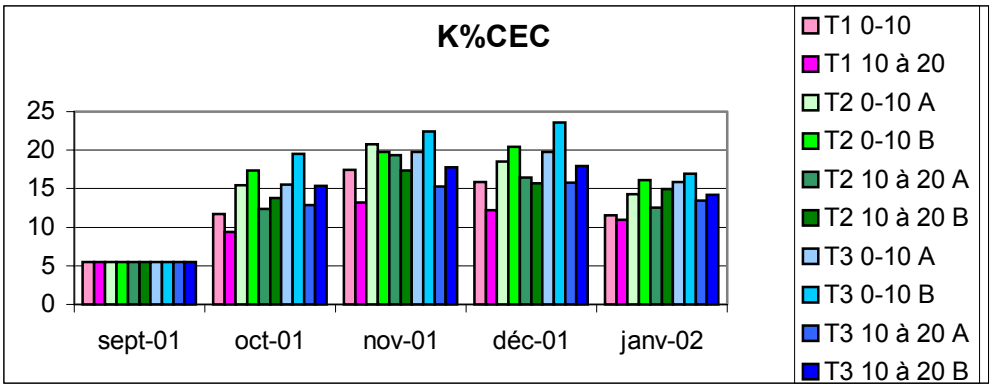
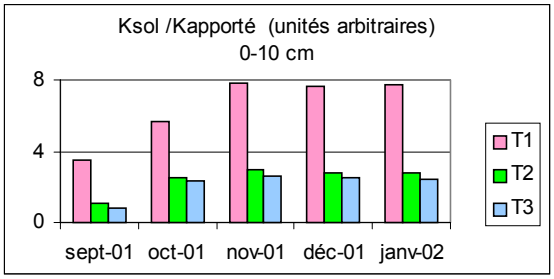
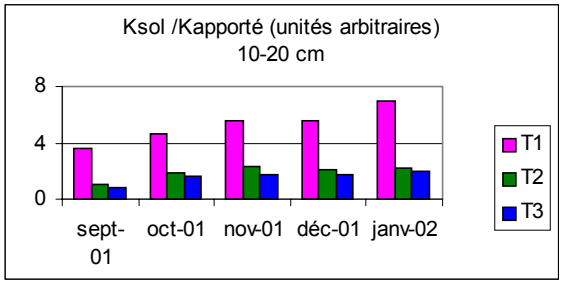


fig 44 : pourcentage de potassium dans la CEC en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

Le graphe du pourcentage de potassium dans la CEC ne permet pas de déceler un accroissement de la proportion de potassium entre les traitements T2 et T3 ; on peut néanmoins voir une augmentation du pourcentage de potassium entre les traitements T1 d'une part et T2 et T3 d'autre part. On peut se demander si cela est dû aux quantités apportées ou à la forme du potassium ; pour distinguer les deux, on peut diviser la quantité de potassium mesurée dans le sol par la quantité de potassium apportée.





figures 45 et 46 : rapport K mesuré dans le sol/ K apporté

Ce rapport permet de mettre en évidence que les deux phénomènes entrent en compte : d'une part le potassium du traitement 1 (potassium sous forme d'engrais chimique) se retrouve en beaucoup plus grande proportion que le potassium de la vinasse et d'autre part, la comparaison des traitements T2 et T3 montre que la quantité de potassium dans le sol n'augmente pas proportionnellement à la quantité de potassium apportée sous forme de vinasse.

d) CEC

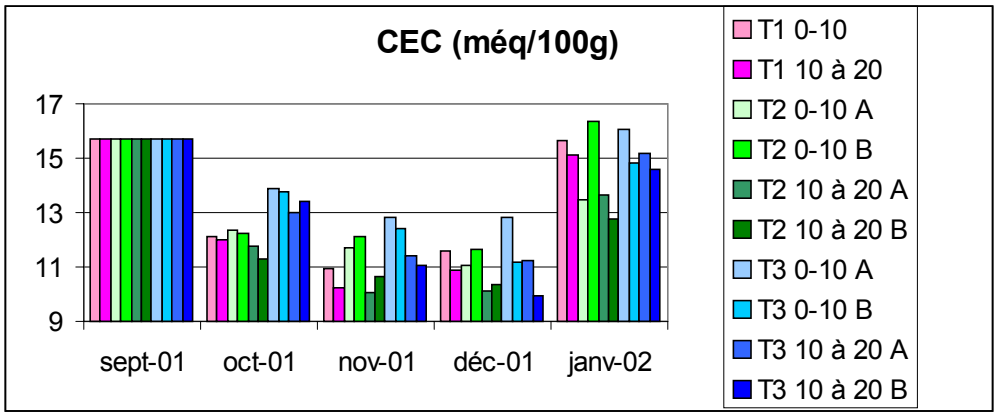


figure 47 : CEC en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

La CEC semble diminuer lors de l'apport d'engrais ou de vinasses, mais on ne peut pas accorder la même confiance aux résultats des prélèvements initiaux (avant épandage) qu'aux autres prélèvements : ils ne sont basés que sur cinq échantillons prélevés différemment que pour les autres prélèvements. Le prélèvement du 30/01/02 montre une augmentation brutale de la CEC qui est difficile à expliquer, on peut néanmoins remarquer que ce prélèvement a eu lieu quelques jours après le passage du cyclone Dina.

e) autres éléments

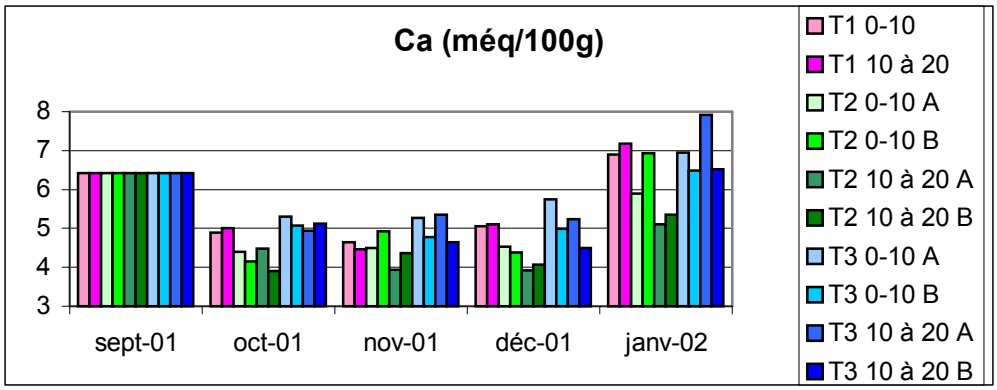


figure 48 : Ca en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

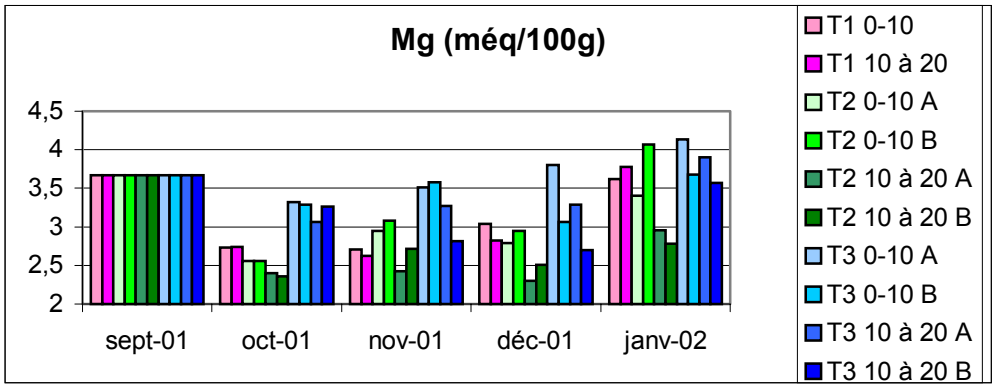


figure 49 : Mg en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

Calcium et magnésium suivent une évolution similaire à celle de la CEC (on verra par la suite qu'ils sont corrélés ensembles et avec la CEC)

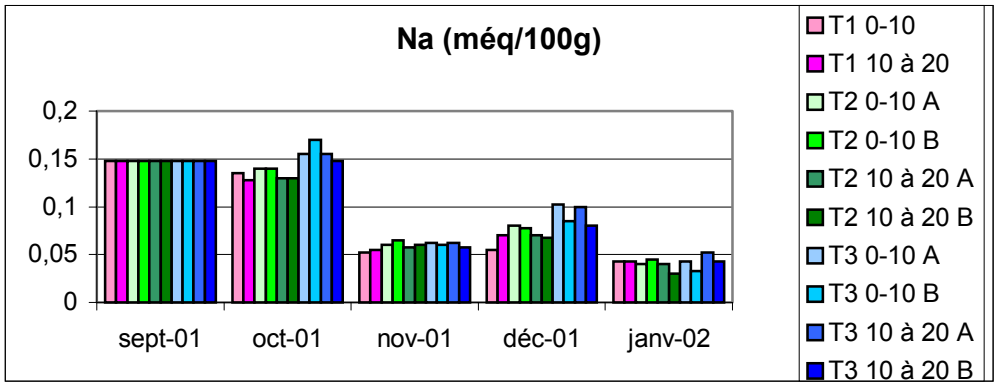


figure 50 : Na en fonction de la date, du traitement, de la profondeur et de la rangée

Le sodium est en quantités très faibles dans le sol, il n'y a pas de différence significative entre les différents traitements mais on observe une diminution de la teneur en sodium entre septembre-octobre d'une part et novembre-décembre-janvier d'autre part.

f) corrélations entre les différents paramètres étudiés

On peut tracer le diagramme cartésien montrant les corrélations entre les différents paramètres étudiés (figure 51).

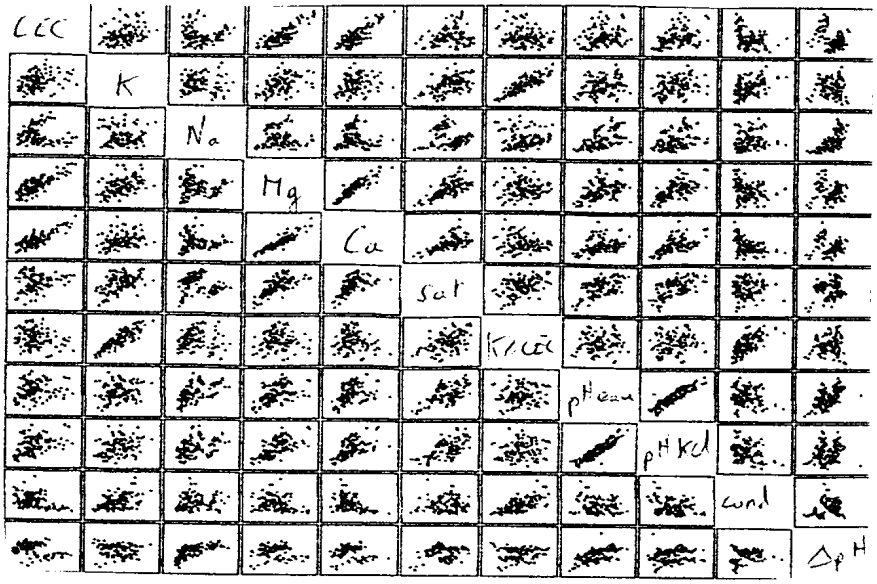


figure 51 : diagramme de corrélations entre les différents paramètres étudiés

On remarque ainsi d'une part les corrélations entre pH eau et pH KCl et entre K et K%CEC, ce qui est logique, mais également entre Ca et CEC et entre Ca et Mg, ce qui est plus étonnant.

On a réalisé une analyse factorielle sur les données pour déterminer les paramètres qui distinguent le mieux les observations, le cercle des corrélations (qui est ici une ellipse car les échelles des facteurs f1 et f2 sont différentes) ainsi que la projection des points des données sur le plan principal sont représentés dans les figures 52 et 53.

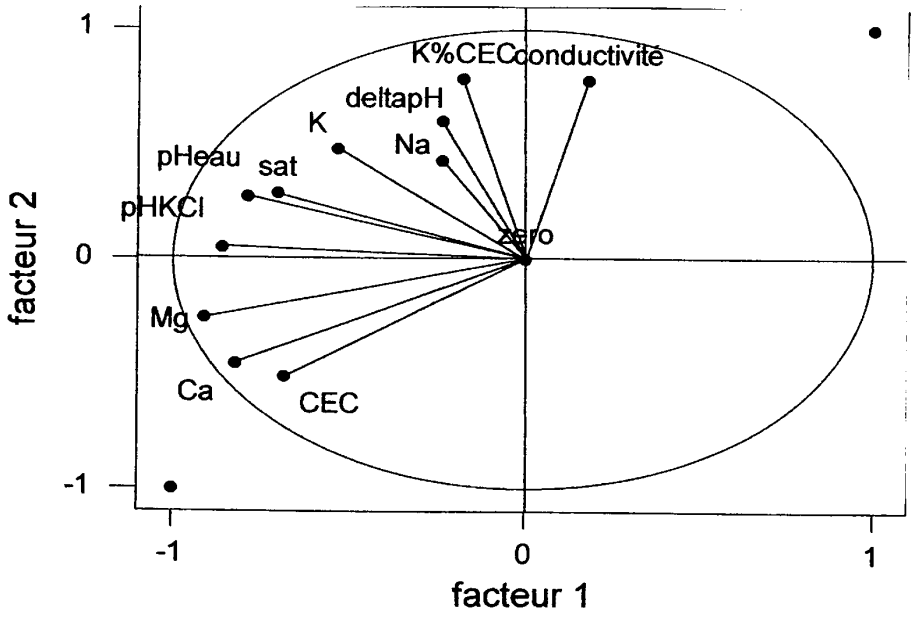


figure 52 : projection des variables sur le plan principal

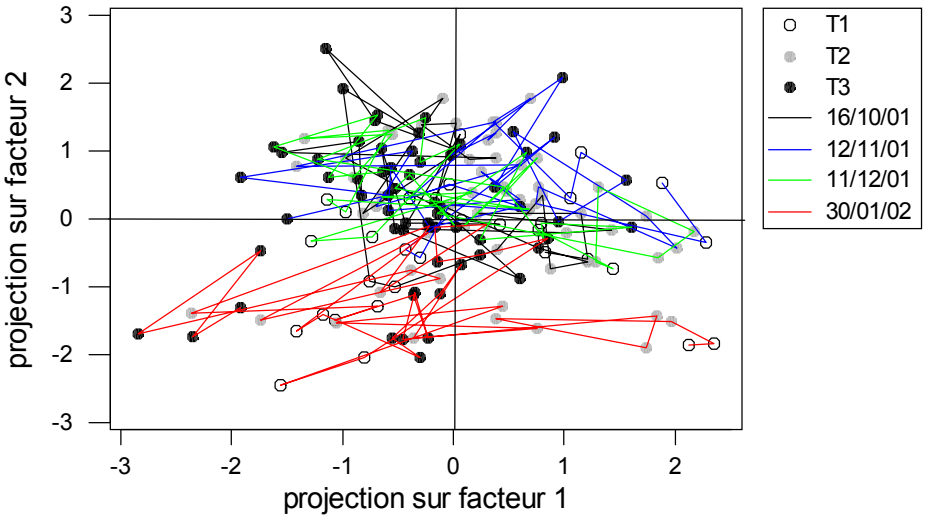


figure 53 : projection des données sur le plan principal

On voit tout d'abord que le facteur qui distingue le plus les données est la teneur en magnésium : elle est très corrélée au premier facteur ; le deuxième facteur est, quant à lui, corrélé, mais dans une moindre mesure, au pourcentage de K dans la CEC et à la conductivité. La projection du nuage des points sur le plan principal ne montre pas de groupements des points par traitement mais on distingue un groupe constitué des prélèvements du 30/01/02 (reliés en rouge) qui sont séparés des autres points suivant le deuxième facteur, la projection sur le plan secondaire (annexe VIII) montre même trois groupes plus ou moins séparés correspondant aux dates 16/10/01, 12/11/01 et 11/12/01 mélangés et enfin 30/01/02. Malheureusement il est difficile d'interpréter ce résultat car aucune des variables étudiées n'est très corrélée au facteur 2 ou au facteur 3.

4. Discussion

Finalement aucune des analyses statistiques effectuées (modèle linéaire généralisé pour déterminer les paramètres ayant des effets significatifs, analyse discriminante pour voir si on pouvait distinguer des groupes de données en fonction des variables explicatives (traitement, date, profondeur…), analyse factorielle pour déterminer les variables les plus pertinentes) n'a donné de résultat satisfaisant. Cela est sans doute dû au fait que les traitements n'étaient pas assez différents les uns des autres ; on n'a pas par exemple appliqué de très forte dose de vinasse.

Cinq mois après l'application de vinasse, aucun effet négatif n'a été détecté sur le sol, il faudra attendre les résultats des analyses foliaires pour savoir si la vinasse a eu un effet sur la plante. Cela confirme que les quantités actuellement appliquées par la distillerie (très proches des quantités appliquées dans l'essai) n'ont pas d'effet néfaste sur l'environnement, en tout cas à court terme.

Il est prévu de poursuivre le suivi de cet essai pendant trois ans afin de percevoir l'effet à moyen terme. Il est peu probable que les différences entre les traitements soient plus marquées que cette année. La canne devant être replantée l'année prochaine, ce serait peut-être l'occasion de renouveler ces essais en appliquant des doses plus fortes de vinasse pour voir l'effet d'un sur-dosage de l'effluent.

Bibliographie

- BERNAT, J. P. (1986). Technologie de l'élaboration du rhum. Montpellier, lycée agricole départemental de l'Hérault.

- BIESKE, G. C. (1979). Agricultural use of dunder. Australian society of sugar cane technologists.

- BONTEMPS, J. C. (1987). Evaluacion de la fertilizacion organica (vinaza de melaza) en la caracteristicas agroindustriales de la cana de azucar. departamento de industrias agricolas. Mexique, Universidad Autonoma Chapingo**:** 101 p.

- BORIES (1997). Etude du traitement des vinasses de distillerie de canne à sucre par méthanisation à échelle pilote industriel. Congrès ARTAS.

- BOUSQUET, N. (1986). Addition des effluents de distillerie à l'eau d'irrigation sur le périmètre agro-industriel de Médine (Ile Maurice). Toulouse, ENSAT.

- Chaux, D. (1991). "La protection de l'environnement dans l'industrie de la canne à sucre." UNEP Industry and environment(oct-nov-dec 1991): p.50-58.

- F. BAZILE, A. B. (1989). Utilisation d'écosystèmes naturels : application à la dégradation anaérobie des vinasses de canne à sucre. Bulletin Agronomique Antilles Guyane. **n°9:** p.20-26.

- J.A. MAZZA, J. L. I. D., F.J. ORLANDO (1986). The effects of repeated applications of vinasse on the properties of some soils. XIX Congress of ISSCT, Jakarta, ISSCT.

- Marinus Brouwers, J.-L. F. (1999). "Utilisation agricole des sous-produits de la mélasse et fertilisation de la canne à sucre." Agriculture et développement **24 (1999)**: p 60-62.

- PICHOT, J.-P. (1983). Analyse d'effluents de distillerie. Saint-Denis (Réunion), GERDAT-IRAT.

- POUZET, D. (1996). Mission en Guadeloupe du 5/6 au 15/6/96. Saint-Denis (Réunion), CIRAD-CA.

- RAUNET Michel, (1991) *Le milieu physique et les sols de l'île de la Réunion – conséquences pour la mise en valeur agricole*, CIRAD, 1991