

Quelques aspects du comportement au laboratoire d'effluents de laiterie et de lisier sur les sols :

Minéralisation de l'azote Evolution de la microflore pathogène

C. BUSON, E. JAMES, M.C. TROTEL

I. — INTRODUCTION

Les sols sont utilisés pour épurer les effluents des activités agricoles et industrielles. Cette épuration s'effectue d'autant mieux que les sols permettent une rétention des effluents afin que les cultures recyclent la plus grande partie des éléments apportés par l'effluent.

Parmi les éléments susceptibles d'altérer la qualité des eaux, l'azote prend une grande importance. C'est pourquoi la question de la minéralisation de l'azote et de sa disponibilité pour les cultures est fréquemment posée.

Nous avons choisi d'étudier le devenir des matières azotées d'un effluent de laiterie et d'un lisier de porcherie apportés sur un sol, au laboratoire, sous trois températures. En effet, ces effluents sont produits en quantité importante dans le Massif Armoricain.

Parallèlement, grâce à des analyses réalisées sur les effluents frais, et après dix semaines d'incubation, nous avons observé le devenir de certaines bactéries fécales. Ces résultats seront rapportés ici à titre indicatif, notre étude étant surtout orientée sur les aspects chimiques de l'évolution des effluents.

II. — MODE OPERATOIRE

2.1. PREPARATION DE LA TERRE

Le prélèvement a été effectué dans l'horizon labouré d'un sol brun développé sur schiste gréseux, dans une zone où une cartographie préalable avait été effectuée (C. BUSON, P. EDELINE, J.-L. GAUQUELIN, 1978). La composition granulométrique et chimique de cet horizon est donnée dans le tableau 1.

L'échantillon a été tamisé sur un tamis à mailles carrées de 3,5 mm de diamètre. La terre se présentait alors sous forme d'agrégats polyédriques très fins, associés à des agrégats grumeleux fins. Des fractions de terre humide (équivalent à 100 g de terre sèche) ont été déposés ensuite dans des récipients en matière plastique, avant de recevoir les doses d'effluents correspondant au traitement.

L'ensemble des opérations, du prélèvement à l'épandage des effluents, s'est effectué dans un délai très bref (< 48 h), de façon à ne pas faire subir au sol des modifications trop profondes qui auraient pu intervenir sur les résultats obtenus. Les

Tableau 1. — Analyses du sol
Soil analyses

Granulométrie en ‰				
A	LF	LG	SF	SG
213	332	234	102	119

matière organique		azote minéral soluble	
C %	NTK ‰	N-NO ₃ ⁻ PPM	N-NH ₄ ⁺ PPM
1,66	1,92	8,10	3

pH		P ₂ O ₅	Capacité d'échange meq pour 100 g de terre sèche				
eau	Kcl	Dyer ‰	T	Ca	Mg	K	Na
6,6	5,7	0,122	10	8,4	0,42	0,124	0,062

% Ca total	% Mg total	% K total	% Na total	Cu PPM total	Zn PPM total	P total PPM
0,28	0,51	1,68	0,37	32	132	0,20

Granulométrie : size of the particles

Matière organique : organic substance

azote minéral soluble : soluble mineral nitrogen

capacité d'échange : exchange capacity

terre sèche : dry soil

précautions prises pour le transport, la conservation et les manipulations ont créé des perturbations vraisemblablement minimales de la structure, de la température et de la teneur en eau de l'échantillon.

2.2. LES EFFLUENTS

Les effluents utilisés sont, d'une part, un lisier de porcherie, qui a été dégrillé sur un tamis à mailles carrées de 0,5 mm de côté et, d'autre part, un effluent de laiterie : caséinerie, fromagerie.

Le tableau 2 donne la composition des effluents épanchés.

On remarquera que le lisier utilisé a une quantité d'azote ammoniacal relativement faible (23 % de l'azote Kjeldahl), par rapport aux chiffres fournis dans la littérature (R. PRIEM et A. MATON, 1980 ; Kw SMILDE, 1980 ; GERMON, 1980). Ceci est à mettre en relation avec le stockage en fosse relativement long du lisier prélevé.

L'effluent de laiterie est relativement chargé, mais reste caractéristique d'un effluent de laiterie.

2.3. LES TRAITEMENTS

Les effluents ont été épanchés à l'aide d'une burette à la surface de l'échantillon de sol, sans mélange manuel entre la terre et l'effluent.

Nous avons appliqué des **doses faibles**, correspondant aux doses agronomiques généralement conseillées et également des **doses fortes** pour chacun des effluents (cf. Tableau 3).

Des échantillons témoins ont été réalisés. Ils n'ont reçu que de l'eau distillée.

Chaque traitement a été répété aux trois températures d'incubation et autant de fois qu'une analyse était programmée. Les traitements aux doses faibles ont fait l'objet d'une fréquence d'analyse plus forte. Au total, 400 échantillons ont ainsi été mis en place.

Le tableau 3 donne, pour chaque dose d'effluent, une estimation de la quantité d'éléments minéraux reçus par échantillon de 100 g. Afin de situer l'ordre de grandeur, nous avons également porté l'équivalent estimé par hectare.

Incubation :

Les différents échantillons ont été placés dans trois chambres thermostatées aux températures de 5°C, 15°C et 26°C.

Pendant toute la durée de l'expérience, l'humidité a été maintenue voisine de l'humidité au pF 2,5 qui donne une bonne estimation de la capacité au champ pour ces sols (C. BUSON, 1979).

Analyses des nitrates et de l'ammoniaque :

Chaque semaine, une série d'échantillons des différents traitements était prélevée et des analyses étaient effectuées.

Une fraction (80 %) de l'échantillon de sol subissait une agitation de une heure dans 250 ml de KCl (2N) et l'extrait obtenu par centrifugation servait au dosage de l'ammoniaque à l'aide de la méthode à l'acide borique.

L'autre fraction (20 %) de l'échantillon était agité pendant une heure dans 100 ml d'eau distillée. L'extrait obtenu après filtration sous vide, à travers des filtres de 0,45 µ, permettait le dosage des nitrates par la méthode proposée par CIESIELSKI (1978).

TABLEAU 2. — *Composition des effluents*
The composition of the effluents

Composition du lisier épandu
The composition of the pig-slurry spread

pH	MES mg/l	DCO mg/l O ₂	NTK mg/l-N	NH ₄ ⁺ mg/l-N	NO ₃ ⁻ mg/l-N	Ca mg/l	Mg mg/l	Na mg/l	K mg/l	Cl mg/l	PO ₄ mg/l	P Hal mg/l	Cu mg/l	Zn mg/l
6,55	38 000	79 000	5 600	1 300	0,9	5 440	1 040	360	1 280	460	7 000	10 900	24,5	115

Composition de l'effluent de laiterie épandu
The composition of the dairy effluent spread

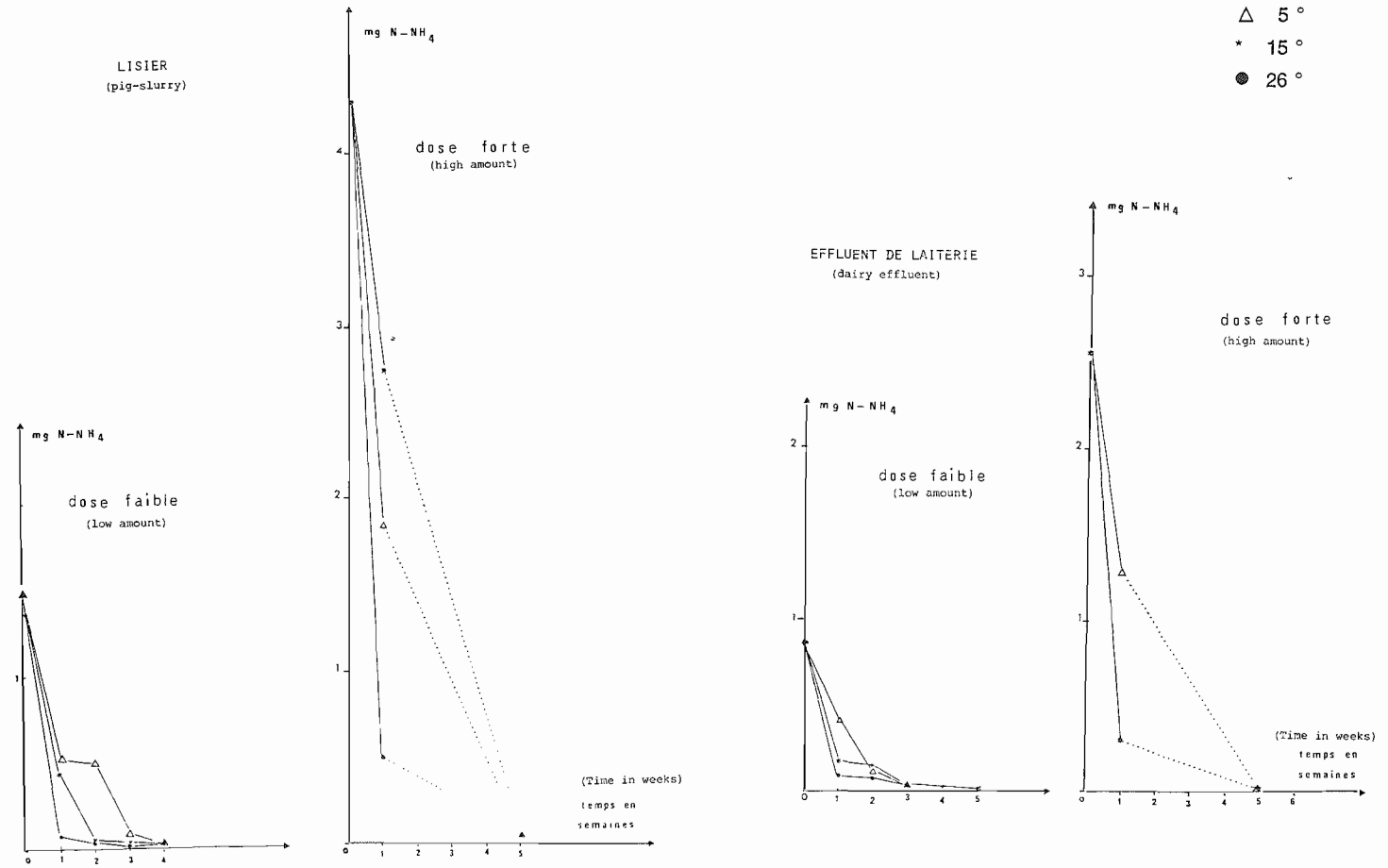
pH	MES mg/l	DCO mg/l O ₂	NTK mg/l-N	NH ₄ ⁺ mg/l-N	NO ₃ ⁻ mg/l-N	Ca mg/l	Mg mg/l	Na mg/l	K mg/l	Cl mg/l	PO ₄ mg/l	P Hal mg/l
3,95	400	4 440	400	275	1,5	76	16	240	180	880	680	1 192

TABLEAU 3. — *Éléments apportés par les effluents à 100 g de sol et apport équivalent par hectare*

The elements brought by the effluents to 100 g of soil and equivalent amount per ha

éléments apportés		Volume		N		PO ₄		Ca		Mg		K		Na	
pour 100 g	par ha	cm ³ /100g	m ³ /ha	mg /100g	kg /ha	mg /100g	kg /ha	mg /100g	kg /ha	mg /100g	kg /ha	mg /100g	kg /ha	mg /100g	kg /ha
lisier dose faible		1	45	5,6	252,0	7,0	315,0	245	244,8	10,4	47	12,8	58	0,36	16
lisier dose forte		3	135	16,8	756,0	21,0	945,0	163,2	734	31,2	141	3,84	171	1,08	49
laiterie dose faible		5	225	2,0	90,0	3,4	153,0	0,38	17	0,08	4	0,9	41	1,2	54,0
laiterie dose forte		10	450	4,0	180,0	6,8	306,0	0,76	34	0,16	7	1,8	81,0	2,4	108,0

FIGURE I. — Evolution de l'azote ammoniacal dans les sols
 Ammoniacal nitrogen evolution in soils



C. BUSON, E. JAMES, M.-C. TROTEL

Après la cinquième semaine, l'ensemble de l'échantillon était utilisé pour le dosage des nitrates.

Recherche des bactéries indicatrices de pollution fécale (ces déterminations ont été confiées au laboratoire de l'Ecole de la Santé Publique à Rennes) :

Après avoir dénombré les bactéries fécales (colliformes totaux, colliformes fécaux, streptocoques fécaux et salmonelles) dans l'effluent frais, nous avons étudié leur devenir après dix semaines d'incubation dans des conditions identiques à celles de l'expérience sur l'azote.

Méthode d'extraction et de dénombrement :

Les bactéries ont été extraites par agitation du sol dans de l'eau distillée.

Les colliformes et les streptocoques ont été cultivés sur milieu électif de Rothe et sur milieu sélectif de Lisky.

Les salmonelles ont été observées après culture sur milieu S.B.G. et sélénite.

III. — RESULTATS ET INTERPRETATIONS

3.1. EVOLUTION DE L'AMMONIAQUE (Fig. 1)

Quand on apporte l'effluent, la quantité d'ammoniaque augmente de façon importante dans les sols. Dans les sols témoins, la concentration en ammoniaque reste voisine de 0 mg.

Très rapidement ensuite, quelles que soient la nature et la dose de l'effluent, cette quantité diminue et atteint à nouveau un niveau voisin du témoin, cela d'autant plus vite que la température est élevée.

Au bout de cinq semaines, tous les échantillons ont atteint un niveau faible, proche du témoin.

3.2. FORMATION DES NITRATES

Quel que soit le traitement, on observe que la quantité de nitrates ne cesse d'augmenter dans les échantillons de sol (fig. II). Le témoin subit une dynamique comparable.

Aucun phénomène de faim d'azote n'a été observé, comme cela était le cas dans les essais sur des effluents de sucrerie, décrits par MULLER (1977), et sur des lisiers de bovins, décrits par VLASSACK (1975).

De même, l'extra-minéralisation, observée par MARY et REMY dans des sols soumis à un dessèchement (1975), ne s'est pas manifestée.

3.2.1. Action de la température

La vitesse de formation des nitrates, estimée par la pente de la courbe de formation des nitrates, est d'autant plus forte que la température augmente (de 5°C à 26°C). L'augmentation des vitesses est plus que proportionnelle à l'augmentation de température (fig. III).

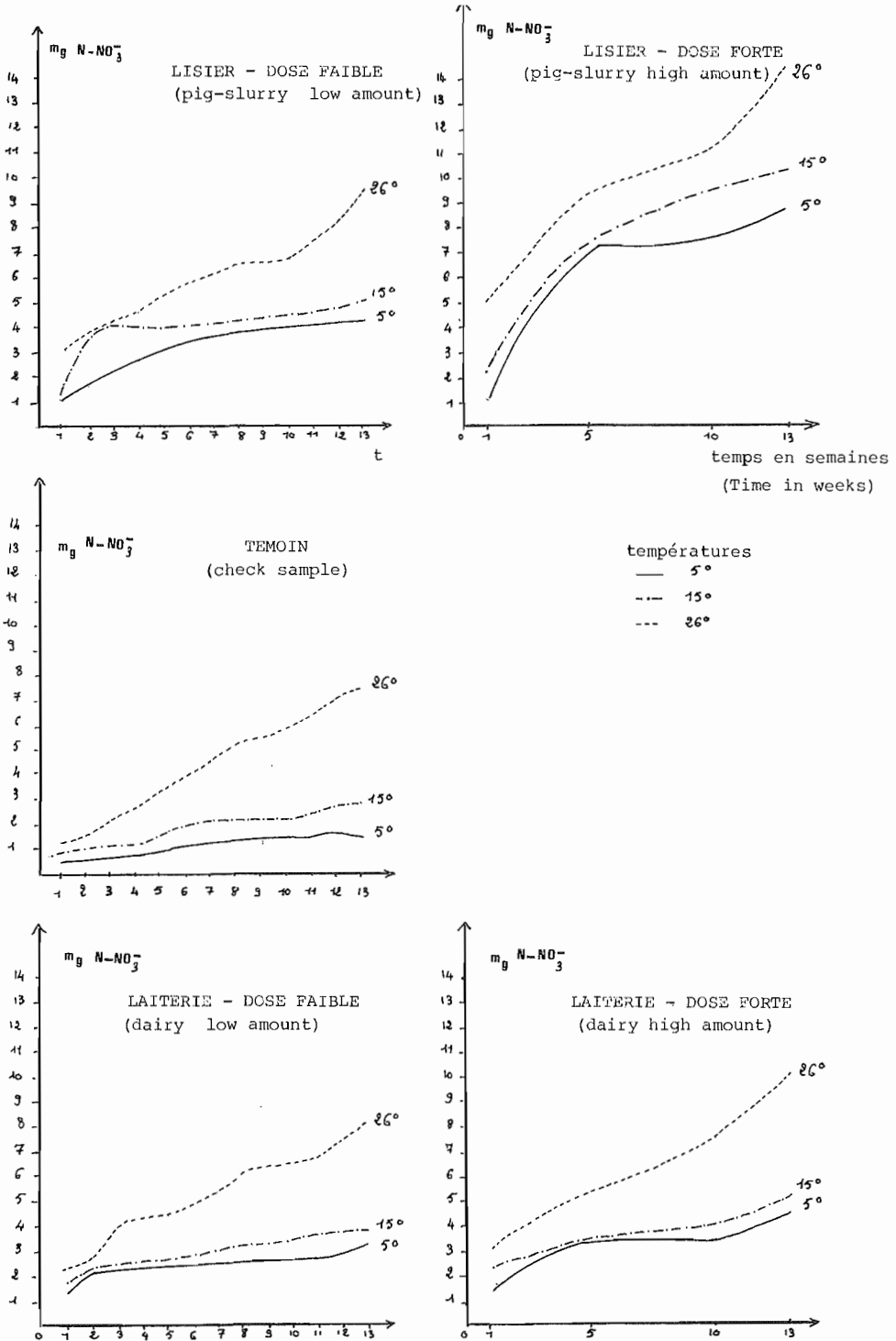


FIGURE II. — Evolution de l'azote nitrique dans les sols
Nitric nitrogen evolution in soils

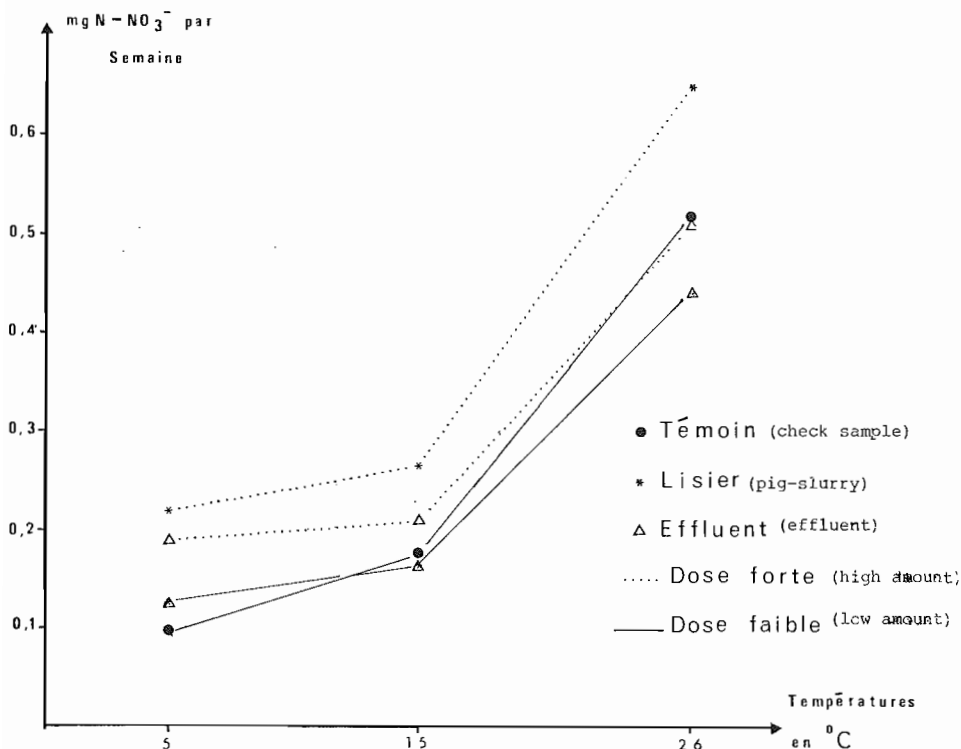


FIGURE III. — *Vitesse de formation des nitrates*
Nitrate formation speed

D'autre part, on observe sur cette courbe que à 26° les nitrates se forment plus vite dans le sol témoin que dans les sols ayant reçu des effluents (sauf lisier dose forte). L'augmentation de température semble donc :

- soit favoriser les pertes d'azote par dénitrification dans les sols ayant reçu des effluents ;
- soit permettre l'action de substances inhibitrices de la nitrification.

3.22. Bilan de l'azote

Le tableau 4 donne les valeurs de minéralisation nette des déchets, observée sur les différents traitements, au bout d'une semaine et de trois mois d'incubation.

Après une semaine à 5°C et 15°C, la quantité de nitrates formés est inférieure à la quantité d'ammoniaque qui a disparu. L'ammoniaque a, soit été perdue sous forme NH₃ (volatilisation), soit oxydée dans le sol à l'état de nitrite ; les deux mécanismes pouvant se produire simultanément.

Au bout de trois mois d'incubation, le bilan est le suivant :

- **pour le lisier**, nous retrouvons 40 à 50 % de l'azote total apporté sous forme nitrrique. GERMON et Al. (1978), qui obtenaient des résultats plus élevés (65 % à 80 % en huit semaines) ont utilisé un lisier beaucoup plus riche en ammo-

TABLEAU 4. — *Bilans de l'azote*
Nitrogen evolutions

Echantillons	T°C	Début de l'expérience	une semaine	trois mois
		$\frac{\text{NH}_4^+}{\text{N total app.}}$	$\frac{\text{NH}_4^+ + \text{NO}_3^-}{\text{N total app.}}$	$\frac{\text{NO}_3^-}{\text{N total app.}}$
lisier dose faible	5	27,7	19	48
	15		21	43
	26		35	37
lisier dose forte	5	26,5	16	44
	15		25	46
	26		27	49
effluent de laiterie dose faible	5	48,2	69	74
	15		49	46
	26		61	33
effluent de laiterie dose forte	5	65,9	59	77
	15		50	64
	26		53	69

échantillons : samples

lisier - dose faible : pig-slurry low amount

lisier - dose forte : pig-slurry high amount

effluent de laiterie - dose faible : dairy effluent low amount

effluent de laiterie - dose forte : dairy effluent high amount

début de l'expérience : beginning of the experiment

une semaine : one week

trois mois : three months

niaque (72 % de NTK) que celui utilisé dans nos essais (23 % de NTK). Il semble donc qu'une part importante de l'azote organique (25 %) se soit minéralisée en trois mois ;

— **pour l'effluent de laiterie**, nous retrouvons 60 à 80 % de l'azote apporté sous forme nitrique. Les valeurs restent toutefois plus faibles pour les faibles doses à forte température (perte par volatilisation possible - cf. § 3.21).

Il semble donc que la forme ammoniacale qui domine pendant les premières semaines de l'essai subisse une oxydation plus complète assez rapide, aboutissant à la formation de nitrates ; ceux-ci seront alors utilisables par les plantes.

Témoin : check sample

lisier : pig-slurry

laiterie : dairy

dose forte : high amount

dose faible : low amount

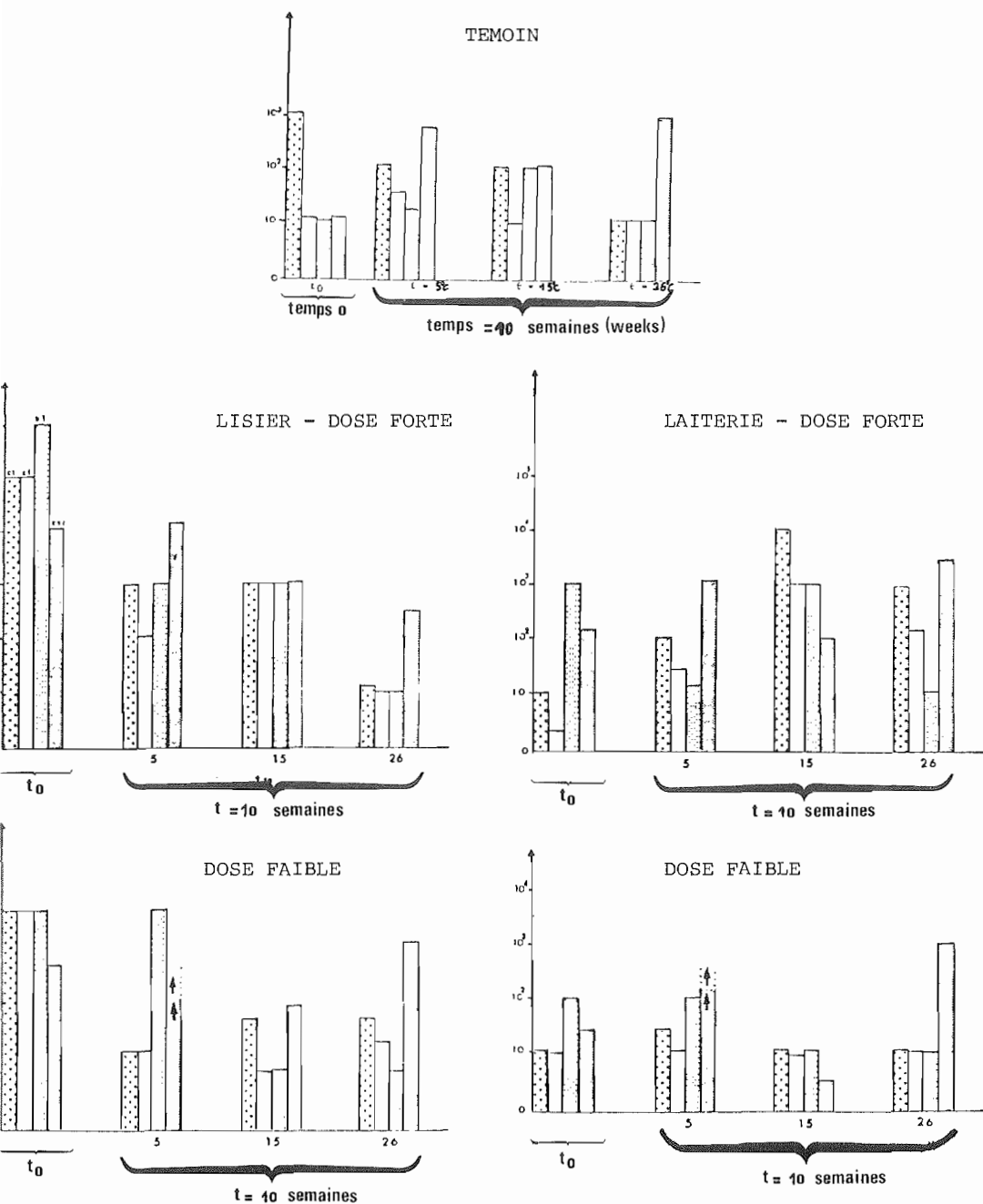
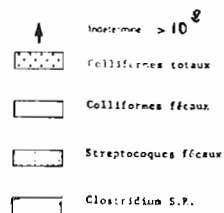


FIGURE IV. — Résultats des analyses microbiologiques

IV. — EVOLUTION DES BACTERIES INDICATRICES DE POLLUTION FECALE

Les diagrammes de la figure 4 montrent l'évolution des bactéries suivant les traitements.

Les résultats des tests effectués sur l'échantillon témoin écartent l'hypothèse d'un sol anormalement contaminé à l'origine.

Le lisier apporte au sol un grand nombre de bactéries, y compris les salmonelles (5 au temps 0). Après dix semaines d'incubation, le nombre de bactéries reste très élevé dans le cas des fortes doses, alors qu'à faible dose, l'épuration semble plus satisfaisante. Dans tous les cas, les salmonelles, présentes à l'origine, ont disparu. La température accélère l'épuration de l'effluent.

L'effluent de laiterie apporte moins de bactéries, qui subissent ensuite une épuration satisfaisante.

V. — CONCLUSION

Les précautions particulières prises lors de la mise en place des échantillons ont permis de limiter les perturbations de la microflore responsable de la minéralisation de la matière organique.

Les résultats obtenus indiquent que la minéralisation de l'azote organique apporté par les effluents est assez rapide à une température comprise entre 5°C et 26°C ; l'azote nitrifié peut donc être rapidement mis à la disposition des cultures (40 à 50 % de l'azote total apporté par le lisier, 60 à 70 % de l'azote apporté par l'effluent de laiterie, en trois mois d'incubation).

Les tests de contamination fécale montrent une épuration satisfaisante des effluents épandus après dix semaines d'incubation pour des doses d'effluents proches des doses agronomiques ; cette épuration est d'autant mieux obtenue que la température est élevée.

Ces résultats, obtenus au laboratoire, semblent confirmer, tant au niveau de la disponibilité de l'azote apporté par les effluents que des risques de contamination après épandage, les observations enregistrées auprès des agriculteurs et des industriels qui pratiquent l'épandage de ces effluents dans le Massif Armoricain.

SUMMARY

A FEW ASPECTS OF THE EVOLUTION OF DAIRY AND PIG-SLURRY EFFLUENTS IN LABORATORY: NITROGEN MINERALIZATION - PATHOGENIC MICROFLORA EVOLUTION

During three months, we followed the mineralization of the nitrogen brought by dairy and pig-slurry effluents to brown silty soil samples. The incubation temperatures were 5°, 15°, and 26°C.

Special care was taken not to disturb the soil microflora (sieving of moist soil).

During the three month experiment, the soil moisture was kept constant and close to the field capacity.

Every week, we rated the nitrates and ammonia in the soils having received small amounts of effluents and in the check samples, having received only distilled water. This rating was done every month only for the soils having received high amounts of effluents.

We obtained the following results:

1) The ammonia is disappearing very quickly, all the more as the incubation temperature is high.

2) The nitrate concentration in soil is constantly increasing during the three month experiment. This increase is all the more rapid as the incubation temperature is high. However, the nitrogen mineralization is important at 5°C.

3) We do not see extramineralization nor N lack.

4) After three months, 60 to 80% of the nitrogen brought by the dairy effluent are rated in the soil in nitrate form; 40 to 50% of the dairy effluent N are found in nitric form in the soil.

As a parallel, we searched for bacteria indicating faecal pollution in soils, just after sewage and after a ten week incubation, at the three temperatures. These analysis show:

— Slurry is a potentially dangerous effluent for, at the start, it contained salmonella and it's bringing a great amount of faecal bacteria to the soil.

— The dairy effluent is bringing not as great an amount of faecal bacteria. It seems to have a toxic effect on coliforms.

— After a three month incubation, the number of faecal bacteria has decreased in every soil. The purifying is all the better as the incubation temperature is high (however, it is not sufficient concerning high amounts of pig-slurry effluent).

Bibliographie

- BUSON C. (1979). — Une approche pédologique du problème de l'épandage : caractérisation hydrique des sols bruns sur schistes briovériens de la région de Vire. Effet des épandages de laiterie sur les sols et les eaux. Thèse doct. ingénieur, E.N.S.A.R., Université de Rennes, 119 p.
- BUSON C., EDELINE P., GAUQUELIN J.-L. (1978). — « Etude de périmètre d'épandage de la laiterie Bridel à Retiers (35) ». SDS 133. Multigr. E.N.S.A.-I.N.R.A.-C.R.E.B.S., Rennes.
- CHIESIELSKI M., SOIGNET G., CATOIRE M., VANCAYZEELE P. (1978). — « Dosage colorimétrique des nitrates ». *Analisis*, vol. 6, n° 1, p. 38-44.
- GERMON J.-C., GIRAUD J.-J., CHAUSSOD R., DUTHION C. (1979). — « Nitrogen mineralization and nitrification of pig slurry added to soil in laboratory conditions ». « Modeling nitrogen from farm wastes », ed. by Grasser, p. 170-184.
- GERMON J.-C. (1980). — « Effluent from livestock ». Ed. by Grasser, 712 p.
- MARY B., REMY J.-C. (1979). — « Essai d'appréciation de la capacité de minéralisation de l'azote des sols de grandes cultures : I. Signification des cinétiques de minéralisation de la matière organique humifiée ». *Ann. Agron.* 30 (6), p. 513-527.
- MULLER J.-C. (1977). — « Transformation dans le sol des déchets de l'industrie sucrière ». *Travaux de la station de Sciences du Sol de Châlon-sur-Marne. Public*, n° 50, 50 p.
- PRIEM R., MATON R. (1980). — « Effluent from livestock ». Ed. by Grasser, 712 p.
- SMILDE Kw (1980). — « Effluent from livestock ». Ed. by Grasser, 712 p.
- VLASSAK K., VERHEYDEN C.M. (1975). — « La transformation du lisier dans le sol ». *Revue de l'Agriculture*, n° 2, p. 367 à 379 (revue belge).

