

Campagnes d'analyses sur le sulfate d'ammonium 2014 et 2015

Les produits minéraux issus du traitement du digestat, dont le sulfate d'ammonium issu de stripping ou de lavage d'air, ont été identifiés comme pouvant faire l'objet de demande de modification de norme.

Cependant il manquait des analyses, notamment pour identifier la quantité de matière organique résiduelle ainsi que les qualités fertilisantes et l'innocuité.

Une campagne d'analyses a donc été lancée sur les sulfates d'ammonium issus de traitement de digestat à la fin du printemps 2014. Les analyses ont été réalisées par le laboratoire LDAR.

Six sites ont été identifiés pour lancer cette campagne d'analyses :

- 2 sites n'étaient pas en capacité d'effectuer le prélèvement
- 1 site a réalisé un prélèvement mais le produit présentait un très faible pH, indiquant que l'acide n'était neutralisé par l'ammoniac qu'à 20%. A ce stade de fabrication, le produit n'est pas utilisable en fertilisation. Il a été considéré que ce produit était issu d'un équipement mal réglé et a donc été écarté de la présentation des résultats.

Afin de valider les résultats de cette 1^{ère} campagne, une seconde campagne a été mise en place début 2015. L'échantillonnage a été réalisé sur les 3 mêmes sites.

Les résultats présentés dans le tableau suivant sont issus des analyses réalisées par le LDAR02 sur 3 sites (2 stripping et 1 sécheur) :



Les 3 échantillons 2014 à réception



Les 3 échantillons 2014 après sédimentation

Paramètres	Site A				Site B				Site C			
	Echantillon 1 Été 2014		Echantillon 2 Début 2015		Echantillon 1 Été 2014		Echantillon 2 Début 2015		Echantillon 1 Été 2014		Echantillon 2 Début 2015	
	Sur brut	Sur sec	Sur brut	Sur sec	Sur brut	Sur sec	Sur brut	Sur sec	Sur brut	Sur sec	Sur brut	Sur sec
Humidité à 105°C (%)	82,5		72,9		69,6		68,2		79,4		72	
Matières sèches (%)	17,5		27,1		30,4		31,8		20,6		28	
MO sur brut (%) par calcul	<0,177	<1,009	<0,179	<0,659	<0,179	<0,589	<0,177	<0,557	<0,176	<0,855	<0,177	<0,632
Corganique sur brut (%)	<0,088	<0,502	<0,089	<0,328	<0,090	<0,296	<0,088	<0,277	<0,088	<0,428	<0,088	<0,314
MV (g/cm3)	1,1024		1,1536		1,1719		1,18		1,1168		1,1583	
MES (mg/L)	413	2,4%	169		209	0,7%	67		Non réalisé		9160	
Resistivité (Ohm.cm)					5		5		5		5	
Conductivité sur solution (mS/cm)					220,7		215,5		186,4		198,6	
pH	4,6		4,6		6,7		6		2,5		3,8	
T° mesure pH (°C)	20,5		20,3		21,9		20,2		21,2		21,1	
N total (%)	3,5	19,95	5,5	20,26	6,5	21,373	6,9	21,71	4,3	20,893	6	21,429
N ammo (%)	3,5	19,95	5,4	19,89	6,4	21,044	6,7	21,081	4,3	20,893	5,9	21,072
P2O5 total (%)	<0,037	<0,211	0,043	0,158	<0,040	<0,132	0,047	0,148	<0,041	<0,199	<0,05	<0,179
K2O total (%)	<0,074	<0,422	0,049	0,18	<0,080	<0,263	<0,094	<0,296	<0,082	<0,398	<0,099	<0,354
Anhydride sulfurique total (SO3) (%)	10,5	59,85	16,3	60,04	18,7	61,49	19,6	61,67	12,5	60,736	17,1	61,074
SO3 (%)	10,1	57,57	15,8	58,2								
Fe total (%)	<0,0097	<0,055	<0,0099	<0,036								
Cl (%)	<0,07		<0,07									
As (mg/kg)					<0,81	<2,66	<0,85	<2,67	<0,80	<3,89	<0,72	<2,57
Cd (mg/kg)					<0,16	<0,53	<0,17	<0,53	<0,16	<0,78	<0,14	<0,5
Cr (mg/kg)					<0,81	<2,66	<0,85	<2,67	1,2	5,83	67,1	239,65
Hg (mg/kg)					0,09	0,3	<0,085	<0,27	<0,080	<0,39	<0,072	<0,26
Ni (mg/kg)					<0,81	<2,66	<0,85	<2,67	<0,8	<3,89	42,9	153,22
Pb (mg/kg)					<4,0	<13,15	<4,2	<13,22	<4,0	<19,44	<3,9	<12,86
Se (mg/kg)					<0,32	<1,05	<0,34	<1,07	<0,32	<1,55	<0,29	<1,04
Cu (mg/kg)					<8	<26,31	<8	<25,17	<8	<38,87	9	32,14
Mo (mg/kg)					<2	<6,58	<2	<6,29	<2	<9,72	5,7	20,36
Zn (mg/kg)					<8	<26,31	<8	<25,17	<8	<38,87	7	<25
Micro-organismes à 30°C (/g)					<1000		<1000		<1000		<1000	
E. Coli (/g)					<100		<100		<100		<100	
Clostridium Perfringens (/g)					<40		<10		<10		<10	
Spores Clostridium Perfringens (/g)					<10		<10		<10		<10	
Entérocoques fécaux NPP (/g)					31		28		<23		<23	
Salmonelles (/25g)					Abs.		Abs.		Abs.		Abs.	
Listeria (/25g)					Abs.		Abs.		Abs.		Abs.	

1. Caractérisation et efficacité agronomique

Caractérisation

Les 3 produits correspondent à des solutions de sulfate d'ammonium, avec un degré de pureté élevé.

La proportion d'azote et de soufre est proche de l'équilibre chimique du sulfate d'ammonium. Le taux (calculé) de neutralisation de l'acide est supérieur à 95% (produit B) et atteint 98 à 99% pour E et F.

Le pH de E proche de la neutralité (6 à 6.7), faiblement acide pour B (4.6). Il reste faible pour F (2.5 à 3.8) ce qui n'est pas tout à fait cohérent avec l'observation précédente (une nouvelle analyse demandée au laboratoire a confirmé ces valeurs).

Le produit E est le plus concentré en azote (moyenne de 79 kg N par m³). Les produits F et B sont sensiblement moins concentrés (respectivement 51 et 59 kg N par m³), mais ils sont cependant environ 10 fois plus riches en azote ammoniacal que les digestats bruts.

Le sulfate d'ammonium est bien le composant principal de la matière sèche de ces 3 produits. Le taux d'impuretés (dans la matière sèche) est faible : de l'ordre de 2% pour B et E et de 1% pour F.

Ces liquides contiennent un peu de matières en suspension, mais en faible proportion correspondant à moins de 0,2% de la MS pour B et moins de 0.06% pour E.

Pour l'échantillon F, la valeur MES n'a pas pu être confirmée lors de la première campagne, en raison d'une cristallisation parasite lors de la filtration sous vide. La valeur de 2.8% de la MS obtenue lors de la seconde campagne questionne sur ce même phénomène (le produit F2 avait le même aspect visuel que le produit F1).

Pour les autres éléments recherchés, témoins de contaminants organiques (MO, C) et/ou minéraux (P, K, Fe, Cl), les résultats des analyses sont inférieurs aux seuils de détection, ce qui confirme leur faible présence. Ainsi les teneurs en carbone organique, P et K sont inférieures respectivement à 0,09% (C organique), 0,05% (P₂O₅) et 0,1% (K₂O) sur produit brut.

Ce sont donc bien des engrais azotés et soufrés minéraux.

Les fractions organiques étant négligeables, il n'y a donc pas lieu de les classer en engrais organo-minéraux.

Utilisation en plein champ

Les préconisations d'utilisation pour des cultures de plein champ sont semblables à celles des solutions azotées déjà normées.

En pratique, un apport unitaire de 50 kg/ha nécessitera l'épandage de 0,6 à 1,3 m³/ha (tableau), ce qui est plus important qu'avec les solutions azotées liquides les plus utilisées (150 à 200 litres / ha).

		Min	Moy	Max
Concentration en azote	N (Kg/m ³)	38,6	62,9	81,4
Dose pour un apport de 50 N	m ³ /ha	1,3	0,8	0,6
Apport de soufre	Kg SO ₃ /ha	136	130	120

Ce fertilisant apporte du soufre en quantité importante. Ainsi une dose de 50 N/ha apporte 120 à 136 kg de S-SO₃, ce qui couvre largement les besoins de fertilisation des cultures (préconisation pour le colza : 75 kg/ha SO₃). Des apports importants d'azote avec ce fertilisant conduiront ainsi à un déséquilibre et à une sous-valorisation du soufre.

Pour rétablir un meilleur équilibre et optimiser la valorisation du soufre, il peut être intéressant de réaliser un apport en mélange avec des solutions azotées (sans soufre).

En situation de carence ou de subcarence en soufre, l'apport d'un tel engrais N et S, pourra se traduire par une meilleure efficacité de l'azote et une augmentation tangible des rendements.

Il a été vérifié (produit E) que l'épandage avec un pulvérisateur classique équipé de buses « filet » ne pose aucune difficulté et ne génère aucune odeur.

Utilisation en fertirrigation

La conductivité est un paramètre utilisé pour la fertirrigation. Généralement on veille à ne pas dépasser 1,5 à 2,5 mS. Elle doit être déclarée pour les engrais liquides. Les produits étudiés seront à diluer fortement avant utilisation (d'un facteur 100) et une filtration sera nécessaire.

2. Innocuité

Éléments trace métalliques

Pour 5 échantillons sur 6, les éléments traces métalliques sont inférieurs aux seuils de détection du laboratoire, à l'exception d'une faible teneur en mercure mesurée sur le produit E (0,3 mg/kg de MS), ce qui reste bien inférieur aux limites préconisées (2 mg/kg de MS).

Avec ce produit E1, un apport de 100 kg N par ha conduit à un apport de mercure correspondant à 1,4% du flux maximum annuel préconisé par l'ANSES.

En revanche, le produit F2 présente des concentrations importantes en Chrome et Nickel. L'origine de ces éléments n'est pas connue. Ces deux éléments traces métalliques n'étant pas volatils, il est probable qu'ils proviennent soit de l'acide sulfurique utilisé dans le laveur d'air, soit d'une détérioration des canalisations au contact des solutions acides.

Ces concentrations dépassent les valeurs seuils du guide ANSES et de la norme NF U42 001-1, mais pour un apport de 70 kg N/ha, l'apport en Chrome reste inférieur à 10 % du flux maximal annuel moyen sur 10 ans et l'apport en Nickel inférieur à 15 %.

Pour ce procédé de fabrication, contenu d'un risque de présence d'ETM, une surveillance par des analyses régulières des lots de fabrication est préconisée.

Microbiologie

L'ensemble des résultats microbiologiques respectent les valeurs guide ANSES, hormis la valeur *Clostridium* sur l'échantillon 1 du site E : < 40/g (une présence de germes entre 1 et 3 a été constatée à une dilution au dixième). Il est possible que cet échantillon ait été contaminé au prélèvement ou lors de l'analyse ; le second échantillon prélevé quelques mois plus tard n'a pas révélé une telle contamination.

La valeur <40/g est bien inférieure aux concentrations habituellement rencontrées dans des déjections animales (10² à 10⁴ bactéries par gramme), représentant déjà un risque faible de contamination par voie orale de l'homme ou de l'animal dans le cadre de l'utilisation en tant que matière fertilisante, selon l'AVIS de l'ANSES relatif aux conclusions de l'autosaisine sur la méthodologie de l'évaluation qualitative des risques liés à la présence de *Clostridium perfringens* dans les Matières Fertilisantes et les Supports de Culture - Autosaisine n° « 2008-SA-0257a ».

3. Valorisation du sulfate d'ammonium

D'après les bilans matière réalisés sur plusieurs unités, les solutions de sulfate d'ammonium issues :

- d'un traitement des fractions solides de digestat permettent de récupérer une part d'environ 5 à 10% de l'azote contenu dans le digestat brut.
- d'un traitement des fractions brutes ou liquides permettent de récupérer une part d'environ 20 à 45 % de l'azote dans le mélange initial.

En Bretagne, les unités équipées de post-traitement de digestat gèrent souvent entre 20 000 et 40 000 unités d'azote, ce qui permet de récupérer plusieurs milliers d'unités d'azote dans chaque installation de méthanisation, permettant de substituer directement des engrais issus de sources non renouvelables.

4. Conclusion

Les solutions de sulfate d'ammonium issues du traitement du digestat présentent des concentrations élevées en N.

Sous réserve d'utiliser un acide de qualité et du matériel adapté, ces solutions présentent une innocuité avérée, ce qui justifie l'intérêt de les intégrer dans les normes actuellement en vigueur.

Par ailleurs, il serait intéressant d'évaluer la faisabilité économique de la production de solution de nitrate d'ammonium. Leur valeur marchande est supérieure à celle des solutions de sulfate d'ammonium, mais le coût élevé de l'acide nitrique et les précautions à respecter pour supprimer tout risque explosif freinent son utilisation sur ces procédés de traitement de digestat.

Rédacteurs :

J. LENCAUCHEZ¹, P. QUIDEAU², P. DABERT³, S. MERLE¹, A. HAUMONT¹

¹ AILE, 73 rue de St Briec, CS 56520, F-35065 Rennes Cedex, France.

² Chambre d'Agriculture de Bretagne, CS 74223, F-35042 Rennes Cedex, France

³ IRSTEA, UR GERE, 17 avenue de Cucillé, CS 64427, F-35044 Rennes, France.

Étaient également présents au comité de pilotage :

P. MERIGOUT et J.R. DUMENIL de l'ANSES

P. CHENON de RITMO

C. LABOUBEE de SOLAGRO

D. OLLIVIER de TRAME



Avec la contribution financière du compte d'affectation spéciale « développement agricole et rural »

"La responsabilité du ministère en charge de l'agriculture ne saurait être engagée"