

Comment valoriser l'urine en agriculture ?

Problématique : Construction d'un protocole et mise en place d'un essai pour mesurer l'efficacité fertilisante de différents produits à base d'urine en agriculture.

Léa Tordera – Rapport soutenu le 26 juin 2018



Encadrants :

Sabine Houot, Directrice de recherche INRA
Florent Levavasseur, Ingénieur de recherche INRA
Tristan Martin, Thésard INRA

Rapporteur :

Benoît Xuereb, Maître de conférence Université Le Havre

Résumé

Aujourd'hui, le traitement de la pollution azotée en station d'épuration et l'utilisation d'engrais azotés minéraux dont la synthèse dépend d'énergies fossiles entraînent de lourdes conséquences sur l'environnement (émissions de gaz à effet de serre, dégradation de la qualité des rivières ...). C'est pourquoi des filières cycliques se développent de plus en plus, dont le produit de base est l'urine humaine qui n'est alors plus considérée comme un déchet, mais comme un élément ayant une valeur agronomique. En effet, l'urine concentre une grande partie des nutriments des eaux usées (N, P et K) essentiels à la croissance des plantes dans un faible volume. L'urine présente de plus un risque hygiénique faible. La récupération de l'urine se fait avant son passage en station d'épuration, grâce à des techniques de séparation à la source. À travers ce projet, nous avons étudié l'efficacité fertilisante (azote et phosphore) de nombreux produits à base d'urine. Pour cela, nous avons monté un protocole d'essai pour pouvoir comparer ces produits entre eux et à des engrais de référence (lisier, engrais chimique...). Différentes techniques de récupération des nutriments ont été utilisées : par stabilisation des composés azotés (acidification, alcalinisation, nitrification), récupération spécifique des composés phosphatés (échanges anionique, récupération de struvite), mélange de l'urine avec des produits organiques (boues de station d'épuration, copeaux). L'expérimentation est toujours en cours et les résultats préliminaires présentés dans ce rapport sont encourageants, mais leur interprétation reste aujourd'hui difficile.

Abstract

Today, the treatment of nitrogen pollution in wastewater treatment plants and the use of mineral nitrogen fertilizers for which the synthesis depends on fossil fuels, result in massive impacts on the environment (greenhouse gases emissions, degradation of the river quality ...). This is why recycling of nutrient is developing more and more. In that case, human urine is no longer considered as a waste but as an element with an agronomic value. Indeed, urine concentrates a large part of the nutrients of waste water (N, P and K) essential to plant growth in a small volume. Hygienic risks from reuse of urine in agriculture are low. Recover of urine is done before the waste water treatment plant, using source separation techniques. During this project, we have studied the fertilizer efficiency (nitrogen and phosphorus) of many urine based products. For this, we built an experimental protocol in order to compare these products between them and to reference fertilizer (cattle slurry, chemical fertilizers...). Different techniques of nutrient recovery were used: by stabilization of nitrogen compounds (acidification, alkalization, and nitrification), specific recovery of phosphate compounds (anionic exchanges, struvite recovery), and mix of urine with organic products (sewage sludge, wood chips).

The experimentation is still going on and the first primary results presented in this report looks good but their interpretation is still hard at that point.

Table des matières

Liste des figures.....	4
Liste des tableaux.....	5
Liste des abréviations.....	6
1.INTRODUCTION.....	7
1.1 Contexte général.....	7
1.1.1 Assainissement des eaux usées.....	7
1.1.2 Fertilisation en agriculture.....	8
1.2 L'urine en agriculture.....	10
1.2.1 Composition en nutriments.....	10
1.2.2 Composition en polluants.....	11
1.2.3 Techniques de récupération à la source.....	13
1.3 Traitements des urines et efficacité fertilisante des produits.....	14
1.3.1 Traitements.....	14
1.4 Contexte du stage.....	18
1.4.1 Problématique du stage.....	18
1.4.2 Objectifs et principe de l'expérimentation.....	18
2. MATÉRIEL ET MÉTHODE.....	19
2.1 Dispositif expérimental.....	19
2.1.1 Culture.....	19
2.1.2 Substrat.....	20
2.1.3 Produits testés.....	21
2.1.4 Témoins.....	26
2.1.5 Solutions nutritives.....	27
2.2 Mise en place de l'expérimentation.....	28
2.2.1 Traitement.....	28
2.2.2 Incorporation des produits liquides.....	29
2.2.3 Incorporation des produits solides.....	30
2.3 Conditions expérimentales.....	30
2.3.1 Température.....	30
2.3.2 Irrigation.....	31
2.4 Mesures réalisées.....	31
2.5 Traitement et analyse des données.....	31
2.5.1 Coefficients apparent d'utilisation et coefficient d'équivalence engrais.....	31
2.5.2 Analyse statistique.....	32
3. RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES.....	33
3.1 Résultats.....	33
3.1.1 Biomasse fraîche.....	33
3.1.2 Biomasse sèche.....	34
3.2 Discussion.....	34
4. CONCLUSION.....	36
Références bibliographiques.....	37
Annexes.....	40

Liste des figures

Figure 1. Schéma des flux des eaux usées.....	8
Figure 2. Consommation mondiale d'éléments nutritifs de 1976 à 2013.....	9
Figure 3. Composition volumique en nutriments N,P et K des eaux usées.....	10
Figure 4. Tableau des concentrations en éléments traces métalliques dans les urines.....	12
Figure 5. Exemple de toilette no-mix installée en Suède.....	13
Figure 6 . Support en plastique utilisé pour le développement des bactéries de nitrification.....	15
Figure 7. Schéma représentant l'échange anionique du PO_4^{3-} entre les LDH.....	16
Figure 8. Illustration d'une colonne de nitrification et évaporateur.....	17
Figure 9. Plan d'organisation des pots selon tirage aléatoire stratifié.....	19
Figure 10. Photo de la parcelle n°102 lors du prélèvement à Folleville.....	20
Figure 11. Dispositif de la collecte d'urine.....	21
Figure 12. Titration par ajout progressif de H_2SO_4 (96%).....	22
Figure 13.Échantillon de chaque produit.....	25
Figure 14. Courbe de réponse à l'engrais azoté.....	19
Figure 15. Mélange préalable dans un bac du sol et du produit solide (ici LDH (synt) avec le sol). 30	
Figure 16. Schéma d'incorporation des produits liquides (a) et solides (b).....	30
Figure 17. Exemple de graphique attendu modélisant la surface de réponse du rendement en fonction des apports d'azote et de phosphore.....	32
Figure 18. Biomasse fraîche pour chaque produit.....	33
Figure 19. Biomasse sèche pour chaque produit.....	34
Figure 20. Formation d'une croûte de battance bloquant la germination à certains endroits	35
Figure 21. Produit Aurin complémenté en phosphore.....	35
Figure 22. Produit 0N50P.....	35

Liste des tableaux

Tableau I. Estimation de l'excrétion des éléments nutritifs contenus dans l'urine par habitant pour différents pays.....	10
Tableau II . Résultats des analyses de la quantité de phosphore des parcelles 96 et 102 en 2010 et 2018.....	20
Tableau III. Volumes utilisés pour le traitement urine acidifiée avant hydrolyse.....	22
Tableau IV. Suivi du PH en fonction du volume d'H ₂ SO ₄ ajoutés dans l'urine.....	22
Tableau V. Volumes utilisés pour le traitement urine alcalinisée avant hydrolyse.....	23
Tableau VI. Volumes utilisés pour le traitement urine avec copeaux.....	24
Tableau VII. Doses de référence pour chaque témoin.....	26
Tableau VIII. Récapitulatif des traitements témoins.....	26
Tableau IX. Quantités prévisionnelles d'azote total et de phosphore minéral dans chaque produit. .	28
Tableau X. Tableau des concentrations des solutions nutritives.....	28
Tableau XI. Récapitulatif des noms des traitements et des différentes doses.....	29

Liste des abréviations

N, P, K: Azote, Phosphore, Potassium

CAU : Coefficient apparent d'utilisation

Kèq : Coefficient d'équivalence engrais

Nmin : Azote minéral

SIAAP : Syndicat interdépartemental pour l'assainissement de l'agglomération parisienne

1. INTRODUCTION

1.1 Contexte général

1.1.1 Assainissement des eaux usées

La notion de réseau d'assainissement, « rendre plus sain », est née avec le développement de l'espace urbain et l'intervention des médecins hygiénistes qui font vite le lien entre la maladie et l'environnement, notamment avec les épidémies de choléra à Paris en 1832 dont la cause était l'eau non assainie. Cependant, il faudra attendre 1894 pour que la loi dite du « tout à l'égout » se matérialise et permette un lieu d'évacuation des eaux usées. Les premiers dispositifs de traitement des eaux usées font donc leur apparition au XIX^{ème} siècle, consistant en l'application de techniques d'épandage dans les champs agricoles. Les volumes produits se révèlent cependant supérieurs à la capacité d'infiltration des champs (Esculier 2016). Plus tard, sont développées les premières stations de traitement par voie biologique.

La démarche admet deux objectifs: éliminer les mauvaises odeurs dans la ville et assurer à la population une eau de consommation saine. Il faudra attendre la deuxième moitié du XX^{ème} siècle pour que la protection du milieu récepteur et de son écosystème devienne une préoccupation avec la loi sur l'eau du 16 décembre 1964. De nouveaux objectifs sont alors fixés à travers l'assainissement des eaux usées pour empêcher l'altération du milieu récepteur, parmi lesquels la qualité des rivières et le traitement de la pollution carbonée, azotée et phosphorée. En 2000, l'entrée en vigueur de la directive cadre sur l'eau vise une obligation de résultat quand au bon état des masses d'eaux à atteindre.

Le traitement de la pollution azotée en station d'épuration se fait par voie biologique, appelé dénitrification et entraîne un rejet gazeux de diazote dans l'atmosphère. Cette dénitrification implique aussi une émission non négligeable de N₂O, un gaz à effet de serre ayant un pouvoir de réchauffement 310 fois plus fort que celui du CO₂ (Trogler 1999).

L'élimination de l'azote et du phosphore dans les stations d'épuration des eaux usées nécessite également beaucoup d'énergie. On estime que la dénitrification pour l'élimination de l'azote nécessite environ 45 MJ kg N⁻¹ alors que les précipitations pour l'élimination du P nécessitent environ 49 MJ kg P⁻¹ (Maurer et al. 2003).

Le reste des nutriments finit en partie dans les boues de station d'épuration, contenant en majorité du phosphore et de la matière organique, dont environ 60% est actuellement épandu en agriculture. A l'inverse, la plus grande partie de l'azote résiduel et du potassium est rejeté avec les eaux épurées en rivières, les lacs, les mers et les nappes phréatiques entraînant d'important phénomènes de eutrophisation, où les bactéries et les algues se développent en surface et appauvrissent rapidement le milieu en oxygène dissous.

Au total, seulement 4% de l'azote et 41% du phosphore excrétés par les parisiens sont recyclés (Esculier et al. 2018).

La linéarisation de l'économie et l'abondance de ressources facilement exploitables ont fait que les eaux usées ont été et sont toujours considérées comme des déchets à évacuer et une source de pollution, malgré les nombreux nutriments qu'elles contiennent.

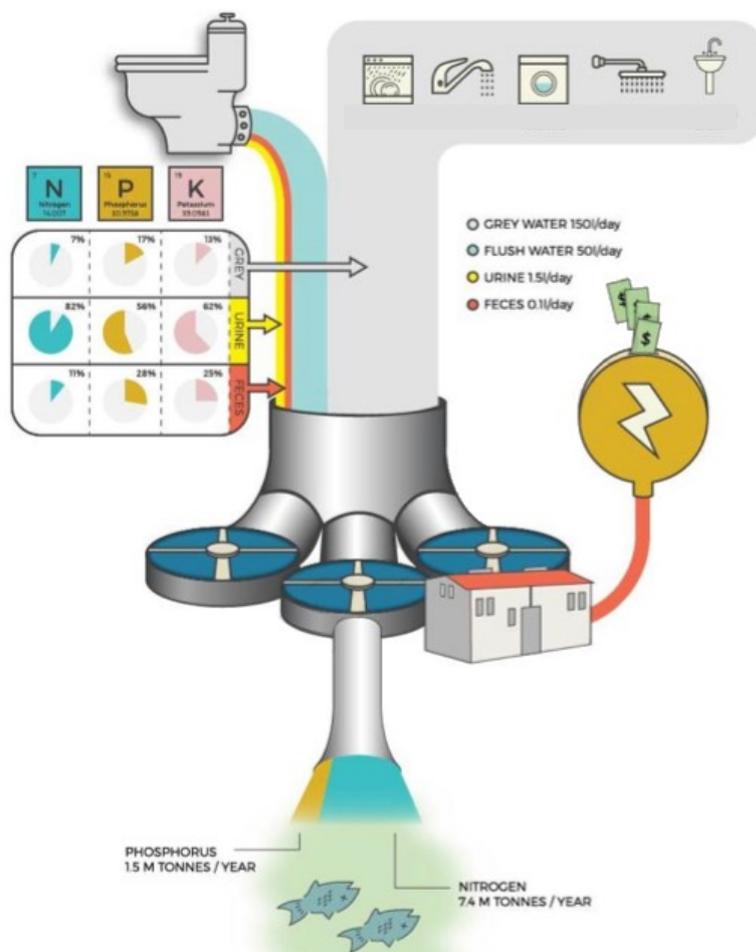


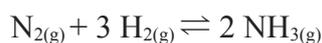
Figure 1. Schéma des flux des eaux usées : eaux grises (eaux de lavage : eaux d'évacuation de douche, de lavabo) urines et fèces. La composition de N, P et K dans chaque flux en pourcentage de la contribution totale est indiquée ainsi que le total des rejets annuels de P et de N dans les eaux de surface des stations d'épuration des eaux usées (source Randall et Naidoo 2018).

1.1.2 Fertilisation en agriculture

Depuis que l'industrie fait usage de la chimie de synthèse dans ses procédés, l'agriculture est passée dans un mode de production intensif et linéaire. L'actuelle agriculture conventionnelle repose sur l'utilisation de pesticides et d'engrais chimiques, ce qui n'est pas sans conséquence pour l'environnement. L'apport synthétique des nutriments azote, phosphate et potassium perturbe les cycles biogéochimiques de ces derniers.

L'azote est un composé majeur de l'atmosphère (présent à 78% sous forme de N_2), Pour être fixé, c'est à dire être incorporé aux squelettes carbonés des plantes, il doit cependant se trouver sous sa forme ammoniacale (NH_3) ou nitrique (NO_3^-). Certaines plantes peuvent, en association symbiotique avec un type de bactérie fixer l'azote de l'air (N_2) directement. C'est le cas des légumineuses.

L'engrais chimique azoté est principalement synthétisé selon le procédé Haber-Bosh où le diazote atmosphérique est converti en ammoniac par hydrogénation au dihydrogène pur.



Cette réaction est peu coûteuse et rendue rapide grâce à des catalyseurs. Cependant, elle est effectuée sous très haute pression et haute température, nécessitant une grande quantité d'énergie. En effet, la production d'ammoniac synthétique consomme 3 à 5% de la production mondiale de gaz naturel (Smith 2002), ce qui fait que sa production est localisée dans les pays disposant de grandes quantités d'énergie provenant de ressources fossiles et son prix est directement lié à celui des combustibles fossiles donc fluctuant.

Avant toute anthropisation, le cycle de l'azote était tel que la fixation d'azote atmosphérique (N_2) et la dénitrification (production de N_2) s'équilibraient. Cependant, aujourd'hui le cycle est perturbé car la quantité d'azote sous forme assimilable générée est en constante augmentation (Cébron 2004).

De plus, les sols agricoles soumis à l'utilisation d'engrais azotés produisent d'importants dégagements de N_2O , réactif qui entraîne, outre une forte pollution atmosphérique, une perte considérable d'azote (Hénault et al. 2012). Avec les rejets gazeux associés au traitement de la pollution azotée en station d'épuration, ces processus microbiens sont à l'origine d'une forte part de la production de N_2O atmosphérique totale (Conrad 1996).

Le phosphore et le potassium, des nutriments essentiels à la croissance des plantes sont synthétisés à partir de matières premières provenant des mines. Ces mines ne se trouvent que dans des régions restreintes du globe, dans les pays tels que le Maroc et la Chine pour le phosphore, la Russie et le Canada pour le potassium. Le Maroc représente environ 73% des réserves mondiales de roches phosphatées et l'augmentation de la demande se traduit par une baisse de la qualité du produit (Wilsenach et al. 2003).

Une étude prédit que le pic de production du phosphore aura lieu entre les années 2030 et 2040 (Cordell et al. 2009). C'est d'autant plus alarmant que si le pétrole et le gaz peuvent être relayés par d'autres sources d'énergie, le phosphate n'a pas de substitut en agriculture. Une diminution des ressources de phosphate aura donc des conséquences sur les coûts agricoles.

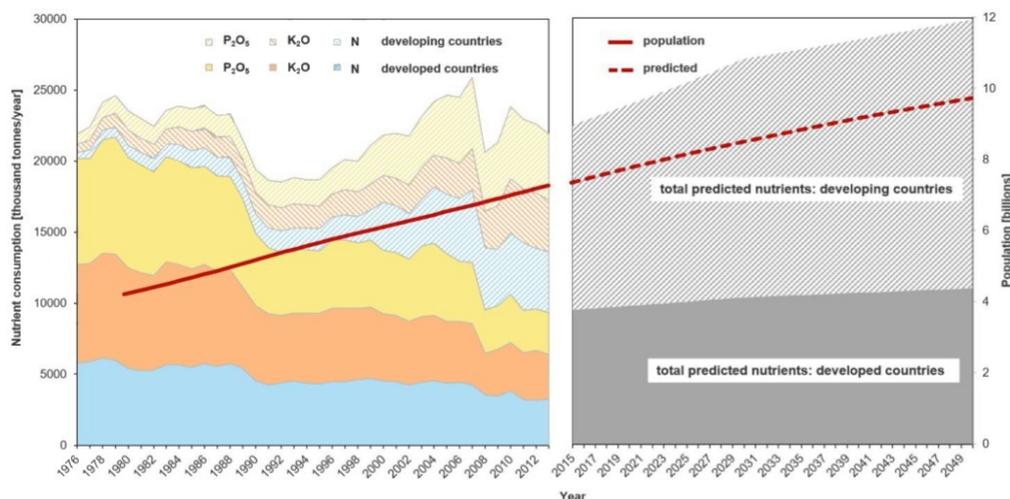


Figure 2. Consommation mondiale d'éléments nutritifs de 1976 à 2013 ainsi qu'une projection de la consommation jusqu'en 2050 (Randall et Naidoo 2018)

Ces ressources sont épuisables et entraînent notre dépendance à l'égard de certains pays, ce qui ne fonctionnera pas sur le long terme. Il devient urgent de tendre vers un modèle de production cyclique visant à la récupération des nutriments excrétés par les humains.

1.2 L'urine en agriculture

1.2.1 Composition en nutriments

L'urine est excrétée après passage du sang dans nos reins. Elle est complexe en terme de composition où de nombreuses substances sont présentes à des concentrations variables. Ces valeurs dépendent du régime alimentaire, des différences physiques d'excrétions, des conditions environnementales, tel que l'apport en eau, en sel et en protéines (Rose et al. 2015), et du pays où les individus vivent (tableau I).

Tableau I. Estimation de l'excrétion des éléments nutritifs contenus dans l'urine par habitant pour différents pays (Jönsson et Vinnerås 2004).

	Azote (kg/pers, an)	Phosphore (kg/pers, an)	Potassium (kg/pers, an)
Chine	3,5	0,4	1,3
Haïti	1,9	0,2	0,9
Inde	2,3	0,3	1,1
Afrique du Sud	3,0	0,3	1,2
Ouganda	2,2	0,3	1,0
Suède	4,0	0,4	1,0

Les humains produisent environ 1270 g d'urines par jour (Friedler et al. 2013) avec approximativement 15 g de nutriments (N, P et K) (D. Del Porto et C. Steinfeld 1999). Dans les eaux usées, c'est la fraction qui contient la majeure partie des nutriments : environ 80% de l'azote, 55% du phosphore et 60% du potassium (Figure 3) et seulement 1 % du volume total des eaux usées. Les urines permettent donc de recouvrer de grandes quantités de nutriments dans un faible volume.

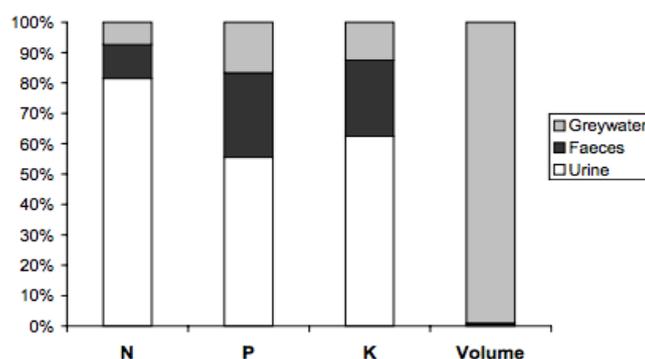
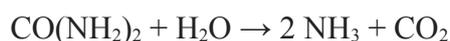


Figure 3. Composition volumique en nutriments N, P et K des eaux usées (Höglund 2001).

L'azote est initialement présent à environ 90% sous forme d'urée (Larsen et Gujer 1996), les 10% restant se répartissent entre créatine, acides aminés et acide urique. Ces composés sont rapidement dégradés sous l'activité biologique des bactéries. Les processus majeurs de transformations ayant lieu dans l'urine après excrétion sont l'hydrolyse bactérienne de l'urée, la précipitation des minéraux et la volatilisation de l'ammoniac.

Le pH de l'urine varie généralement entre 6 et 7, augmentant jusqu'à approximativement 9 durant le stockage à température ambiante (Udert et al. 2003). Ceci est dû au fait que des bactéries hydrolysent l'urée grâce à l'enzyme uréase, ce qui entraîne une forte consommation de protons et donc une augmentation du pH:



Le pH étant proche du pKa du couple $\text{NH}_4^+ / \text{NH}_3$ (pKa= 9,23), on trouve une partie de l'azote sous forme de NH_3 . Cette fraction pose problème pour l'application de l'urine en agriculture car l'ammoniac est fortement volatile et contribue à la pollution atmosphérique, entraînant une perte de nutriment et d'autre part, ce gaz est irritant et très odorant.

Cette augmentation de pH peut par ailleurs favoriser la précipitation de sels riches en nutriments tel que la struvite $\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ et l'hydroxyapatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$).

L'azote assimilable par les plantes se trouve sous forme de nitrate et d'ammonium. L'ammonium a une assimilation plus lente que le nitrate car il doit préalablement être oxydé en nitrate par les bactéries nitrifiantes.

Le phosphore se trouve en quantités plus faibles que l'azote (tableau I) mais l'avantage de l'urine en comparaison avec les engrais organiques, est qu'elle contient du phosphore sous des formes biodisponibles dissoutes (HPO_4) (Richert et al. 2011).

Le potassium est, comme indiqué dans le tableau I précédent présent à des quantités plus élevées dans les urines que le phosphore mais plus faible que l'azote, aux alentours du gramme par litre (Karak et Bhattacharyya 2011). Il est présent sous forme ionique, directement assimilable par les plantes.

On trouve aussi d'autres nutriments importants pour la bonne croissance des plantes, tels que le soufre, à de faibles concentrations : 0,175 à 0,225 g.L^{-1} (Kirchmann et Pettersson 1995), le calcium, le magnésium, le fer, le cuivre et le zinc.

Les processus majeurs de transformation ayant lieu dans l'urine après excrétion sont donc l'hydrolyse bactérienne de l'urée, la précipitation des minéraux et la volatilisation de l'ammoniac.

1.2.2 Composition en polluants

L'urine peut contenir des substances non désirables tels que des résidus pharmaceutiques, des métaux lourds, ou des organismes pathogènes. Des études sur les sujets montrent qu'environ 64% des substances actives présentes dans les pharmaceutiques sont relarguées dans nos urines, dont 42% en tant que métabolites polaires et solubles (Lienert et al. 2007). Cependant ces chiffres sont à prendre avec modération car de grandes variabilités ont été observées entre les résultats, reflétant les variabilités biologiques existant entre les propriétés physico-chimiques des différents pharmaceutiques. Un autre facteur de variabilité biologique est à prendre en compte, c'est celui du polymorphisme existant entre les enzymes de métabolisation des produits pharmaceutiques, qui entraîne des différences d'efficacité d'excrétion entre chaque individu. Ainsi, le recours exagéré aux produits pharmaceutiques pourraient rendre nécessaire l'ajout d'une étape de traitement dans le cadre d'une réutilisation des urines en agriculture.

Selon A. Richert et ses collaborateurs, le sol serait néanmoins un milieu plus favorable à la dégradation des produits pharmaceutiques que l'eau, car on y trouve des niveaux d'oxygène environ 50000 fois plus élevés que dans l'eau, favorisant la biodégradation. De plus, la surface spécifique élevée des particules du sol maximise l'exposition des produits chimiques absorbés, optimisant la cinétique des réactions de dégradation tels que l'oxydation et la réduction. Enfin, la grande biodiversité de la flore fongique et bactérienne du sol est également adaptée pour dégrader les différentes sortes de molécules organiques, à la fois complexes et simples.

Un autre argument atténuant l'effet de la présence des produits pharmaceutiques dans les urines est que la consommation humaine de substances pharmaceutiques est faible par rapport à la quantité de pesticides (insecticides, fongicides, bactéricides et herbicides), autres substances biologiquement actives, utilisés dans l'agriculture. Outre cela, la dose d'hormones naturelles et synthétiques et de nombreuses substances pharmaceutiques serait plus grande dans le fumier que dans les urines humaines (Hammer et Clemens 2007).

L'urine peut aussi contenir des éléments traces métalliques, mais les concentrations sont relativement basses comparées aux fèces (Jönsson et al. 2005), de l'ordre du $\mu\text{g.L}^{-1}$ comme indiqué dans le tableau ci-dessous (figure 4). Certains métaux (Al, As, Cu, Zn, Ni et Mo) sont retrouvés à des concentrations supérieures à $100 \mu\text{g.L}^{-1}$.

Le magnésium, présent à des concentrations de l'ordre du mg.L^{-1} dans l'urine est un élément essentiel à la croissance des plantes. C'est le cas du sodium aussi, présent environ 1000 fois plus que le magnésium, entraînant la nécessité de prendre des précautions sur la quantité d'urine épandue pour éviter la salinisation des sols, notamment dans les environnements arides. De plus, l'urine contient aussi du chlore, un autre sel, à des concentrations allant de 2,24 à $3,03 \text{ g.L}^{-1}$ (Kirchmann et Pettersson 1995).

ETM	Concentration	Référence
Al	0.185–0.210 mg.L^{-1}	Kirchmann and Pettersson (1995)
	2.3–14 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Campillo et al. (1999)
Ca	13.34–15.75 mg.L^{-1}	Kirchmann and Pettersson (1995)
Cd	0.2 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Kirchmann and Pettersson (1995)
	0.32–2.00 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Yaman (1999)
	0.014–0.35 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Heitland and Koster (2004)
Cu	0.32–0.76 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Husakova et al. (2007)
	155 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Kirchmann and Pettersson (1995)
	67 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Jonsson et al. (2004)
Fe	1.3–10.8 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Heitland and Koster (2004)
	0.165–0.205 mg.L^{-1}	Kirchmann and Pettersson (1995)
Hg	0.44–0.55 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Kirchmann and Pettersson (1995)
	10–20 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Vil'pan et al. (2005)
Mg	1.500–1.630 mg.L^{-1}	Kirchmann and Pettersson (1995)
Na	0.938–0.982 g.L^{-1}	Kirchmann and Pettersson (1995)
	0.32 mg.L^{-1}	Yoshinaga et al. (2000)
	2.0 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Kirchmann and Pettersson (1995)
Pb	1 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Jonsson et al. (2004)
	0.1–0.24 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Heitland and Koster (2004)
	6.2–11.5 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Husakova et al. (2007)
Zn	70–110 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Kirchmann and Pettersson (1995)
	0.62 mg.kg^{-1}	Yoshinaga et al. (2000)
	19–665 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Heitland and Koster (2004)
	30 $\mu\text{g.L}^{-1}$	Jonsson et al. (2004)

Figure 4. Tableau des concentrations en éléments traces métalliques dans l'urine retrouvées dans la littérature (à partir de Karak et Bhattacharyya, 2011).

Enfin, une autre catégorie d'indésirable que l'on peut trouver dans les urines sont les organismes pathogènes. À l'excrétion, les urines sont stériles, cependant des contaminations par pathogènes peuvent apparaître dans le cas d'infections, ou encore dans le cas de contamination croisée par les matières fécales. Cette dernière peut avoir lieu dans les toilettes séparatives (toilettes No-mix, Figure 5) utilisées pour la récupération à la source. Néanmoins, de nombreuses études montrent que la présence d'ammoniac dans les urines, toxique pour les bactéries, assure une stérilité, contrairement aux matières fécales (Larsen 2013).

Les agriculteurs et le personnel chargé de la collecte sont les groupes d'individus potentiellement à risque car ils sont en contact direct avec les urines. Il est donc conseillé de manipuler l'urine dans des cuves et des récipients fermés et d'utiliser des techniques d'épandage avec un enfouissement direct dans le sol (injecteur) et non à l'aide de buses palette, afin que l'agriculteur soit le moins possible en contact avec le produit (Richert et al. 2011).

De part sa composition, l'urine répond aux critères d'un engrais minéral complet. Nous avons vu que la composition en métaux est négligeable par rapport aux fèces, et que la présence de substances pharmaceutiques variait énormément, sans ne jamais excéder la quantité de substance active présente dans les pesticides, même si les substances sont différentes. Et quand bien même, le sol est un milieu où la dégradation se fait plus aisément que dans les milieux aquatiques.

1.2.3 Techniques de récupération à la source

La séparation à la source de l'urine et des fèces est possible en utilisant des toilettes « no-mix », à chasse d'eau avec une cuvette divisée en deux : une partie reçoit les fèces et l'autre partie les urines diluées (figure 5). Les urines sont directement collectées dans une cuve reliée aux toilettes et ne vont pas dans le même canal de collecte que les fèces. Ce dispositif peut aussi convenir à des toilettes sèches et à des urinoirs secs, dans le but de ne pas diluer les urines. Cette technique permettrait non seulement de diminuer de beaucoup le rejet d'eaux usées non totalement épurées dans les lacs et rivières mais aussi de mettre en place un cycle des nutriments où ils ne seraient plus considérés comme des déchets mais bien comme une source essentielle à la croissance des plantes. De plus, la séparation de l'urine à la source constitue une importante barrière contre la transmission des agents pathogènes.



Figure 5. Exemple de toilette no-mix installée en suède (Johansson et al., 2000)

Un traitement des urines centralisé entraînerait d'importants coûts de réorganisation du réseau d'assainissement dû aux infrastructures de tuyauterie, ainsi qu'au transport. On va s'intéresser ici aux systèmes de traitement décentralisés, c'est à dire directement au niveau des foyers.

Afin de mettre en place une filière complète de traitement des urines pour son utilisation en agriculture, le transport et le stockage nécessitent aussi d'être repensés. Souvent le transport est assuré par des conteneurs qui sont ensuite vidés par des tubes de raccordement et le stockage se fait dans des cuves fermées non loin des champs pour minimiser les risques hygiéniques.

Aujourd'hui, tous les pays du monde ne bénéficient pas de traitement des eaux usées par voie de station d'épuration centralisée. Ces systèmes, garantissant la réutilisation des eaux et la récupération de certaines ressources sont très coûteux pour un pays. Les pays en voie de développement ne possédant pas ce système pourraient être bénéficiaires sur le plan économique d'un nouveau système de traitement des eaux usées local qui récupérerait les nutriments des urines, une solution d'assainissement durable (Randall et Naidoo 2018). Ceci aiderait à réduire la pauvreté en alimentant une symbiose industrielle entre traitement des eaux usées et agriculture et créerait du travail. Cet objectif ne peut être atteint qu'avec une acceptation socio-culturelle de ces systèmes et la prise en compte des coûts de transport et de logistique.

1.3 Traitements des urines et efficacité fertilisante des produits

La composition de l'urine fait d'elle un engrais complet qui, pour être un fertilisant aussi efficace que ses analogues chimiques actuellement utilisés dans l'agriculture, doit présenter des nutriments directement disponibles pour la plante, excluant tout organisme pathogène, et doit être suffisamment concentrée pour optimiser les coûts de transport et les capacités de stockage. Pour cela, plusieurs traitements sont possibles, dont quelques exemples pertinents pour la réalisation de ce stage ont été regroupés ci-après, à partir de données de la littérature.

1.3.1 Traitements

Hygiénisation

Afin de résoudre les problèmes liés à l'intrusion de pathogènes causée par la contamination croisée lors de l'utilisation des toilettes no-mix ou par la présence d'infection chez les individus, des précautions peuvent être prises comme le stockage dans des cuves fermées. La durée de stockage, la température et le pH sont des paramètres pouvant influencer la stérilité de l'urine (Maurer et al. 2006). À une température de 20°C et pour une durée d'au moins 6 mois, l'urine est considérée apte à être utilisée comme fertilisant quelle que soit la culture, selon les études de Høglund et ses collaborateurs (2002). Combiné à un pH fort (>9), le stockage à 20°C pendant plusieurs mois permet une diminution des pathogènes, due à la présence de l'ammoniac qui inactive bon nombre de micro-organismes. La diminution des pathogènes est encore plus effective à un pH faible (<4) (Hellström et al. 1999).

Comme vu précédemment, lors du stockage de l'urine, le pH augmente et favorise la précipitation des composés phosphorés. Ce traitement ne serait donc pas en faveur d'une récupération de phosphore.

Concentration

La concentration des urines peut se faire grâce à la distillation par compression de vapeur. Selon le rapport de Etter et Udert (2015), 90% d'eau a été extraite des urines.

Cette étape nécessite une consommation d'énergie conséquente, entre 277 et 396 MJ.m⁻³ pour 90 % d'évaporation et entraîne des pertes ammoniacales par évaporation (Maurer et al. 2006). La perte d'énergie peut être minimisée par la réutilisation de l'eau distillée extraite pour la chasse d'eau par exemple ou par la réutilisation d'énergie qui peut atteindre jusqu'à 90 % de récupération (Etter et Udert, 2015).

Stabilisation

Par stabilisation, on entend stabilisation des nutriments contenus dans l'urine. On cherche à stabiliser les nutriments afin d'optimiser leur récupération. Comme expliqué préalablement en 1.2.1, l'hydrolyse de l'urée entraînant l'élévation du pH, elle implique la présence d'ammoniac volatil et donc le dégagement d'une mauvaise odeur, une perte de valeur fertilisante (volatilisation d'ammoniac), ainsi que la précipitation de composés très peu solubles. Pour ce procédé, différents traitements sont pertinents.

La nitrification est un processus biologique (utilisé en station d'épuration) qui correspond à l'oxydation par des bactéries de la moitié de l'ammoniac en nitrate (NO₃⁻), à la suite de laquelle a lieu une diminution du pH ce qui fait que l'autre moitié est stabilisée en NH₄⁺.

Plusieurs études différentes ont été menées sur cette méthode de stabilisation parmi lesquelles l'équipe de Feng en 2008, qui ont montré qu'un ajustement du pH à 8 ainsi qu'un fort taux d'oxygène dissous entraînait une nitrification de 95 % du NH_4 , contre seulement 50 % sans ajustement du pH et 39,4 % avec peu d'oxygène dissous.

Etter et Udert (2015) ont utilisé un support en plastique pour favoriser le développement des bactéries nitrifiantes (figure 6).



Figure 6. Support en plastique utilisé pour le développement des bactéries de nitrification (Etter et Udert 2015)

L'acidification en prévention de l'hydrolyse de l'urée est une autre méthode largement utilisée qui permet aussi de stabiliser les nutriments. Boncz et collaborateurs (2003), obtinrent la récupération de presque 100 % de l'azote contenu dans l'urine grâce à partir de l'ajout de 60 mM d'acide fort ou de 540 mM d'acide faible comme le vinaigre afin d'atteindre un pH inférieur à 4. Le pH faible inhibe aussi en partie les pathogènes. Un autre effet positif a été relevé concernant l'inactivation de substances pharmaceutiques à ces pH. À pH 2, un taux d'inactivation compris entre 50 % et 95 % a pu être trouvé pour les antibiotiques (sulfaméthazine, sulfaméthoxazol, tétracycline) et le médicament anti-inflammatoire diclofénac (Butzen et al., 2005).

Il est plus pertinent d'ajouter l'acide avant l'hydrolyse, sur de l'urine fraîche que après, où les besoins en acide pour la stabilisation sont énormes. En effet, 600-650 meq d'acide était nécessaire dans les expériences menées par Hellström et al. (1999) contre seulement 60 meq avant hydrolyse.

Une méthode alternative de stabilisation de l'azote par acidification a été récemment développée. Elle consiste en la production d'acides lactiques par les bactéries lactiques anaérobies, l'urine étant un bon milieu de croissance pour les bactéries lactiques (Andreev et al., 2017). La fabrication de ces acides est facile et ne nécessite pas d'équipement particulier car il suffit de laisser fermenter des aliments comme par exemple le chou, dans une boîte privée d'oxygène. En ajoutant le jus de la choucroute qui contient les bactéries lactiques, et une source de glucide dans l'urine on peut fabriquer de l'urine fermentée acidifiée (Beganovic et al., 2014). Les études de Andreev et ses collaborateurs ont montré que l'urine fermentée a augmenté la germination des radis de 74 à 86% contre 2 à 31% avec de l'urine stockée. Ils ont aussi montré que l'acidification se faisait mieux lorsque les bactéries lactiques étaient ajoutées avant l'hydrolyse de l'urée.

L'hydrolyse de l'urée peut aussi être empêchée par l'ajout de base. Des études ont été réalisées à ce sujet par Randall et ses collaborateurs en 2016 qui utilisent de la chaux en tant que base. Les résultats montrent que la stabilisation se fait efficacement pour une concentration de 10 g de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ par litre d'urine fraîche permettant de rester à des valeurs de pH en dessous de la valeur limite qui favorise l'hydrolyse de l'urée (pH 11). Les pH élevés, comme les faibles favorisent la stérilité de l'urine.

Récupération du phosphore

Un procédé de récupération du phosphore plus ciblé a été mis en place, il s'agit de la précipitation de la struvite. La struvite, de formule $MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$ est présente dans les urines sous forme dissoute et cristallise à un pH fort, donc il n'y a pas d'ajustement du pH à réaliser après hydrolyse spontanée de l'urine. Le rapport réalisé par Etter et Udert en 2015 explique que l'ajout d'une source de magnésium soluble tel que du chlorure de magnésium dans les urines permet de faire réagir la totalité du phosphore et plus rapidement. Le solide s'obtient ensuite par filtration et séchage. Ces expériences ont révélé que le séchage tuait tous les pathogènes s'ils ne l'avaient pas été préalablement avec le stockage.

Le calcium phosphate et la calcite peuvent aussi être cristallisés afin d'en récupérer le phosphore, cependant peu d'études ont été réalisées à ce sujet.

La struvite est intéressante du point de vue de sa valeur marchande car elle pourrait être transformée en un engrais qui libérerait ses nutriments en deux parties. D'une part, le magnésium phosphate $MgHPO_4$ et d'autre part l'ammonium phosphate $(NH_4)_2HPO_4$, plus aisément soluble (Gaterell et al., 2000).

Une méthode innovante a été récemment développée pour récupérer le phosphore dans l'urine en utilisant les hydroxydes à double couche (LDH), layered double hydroxides en anglais, qui sont des minéraux sous-produit du métabolisme de certaines bactéries et caractérisés par leur charge positive en excès et leur structure en double lamelle. Ces lamelles possèdent des anions intercalés faiblement liés qui peuvent s'échanger facilement. Les LDHs ont une surface d'adsorption à capacité d'échange anionique. Ils ont une forte affinité pour les anions multivalents comme le PO_4^{3-} et agissent donc comme colonne échangeuse d'anions. Ce qui les diffère des simples colonnes échangeuses d'ions sont leur haute capacité d'échange anionique et le fait qu'elles puissent adsorber un grand nombre de substances organiques et inorganiques, ainsi que leur résistance à des températures élevées (Li et Duan, 2006). Dans le cadre de la récupération du phosphore, on peut traiter l'urine au LDH afin de récupérer le PO_4^{3-} (Everaert, 2016).

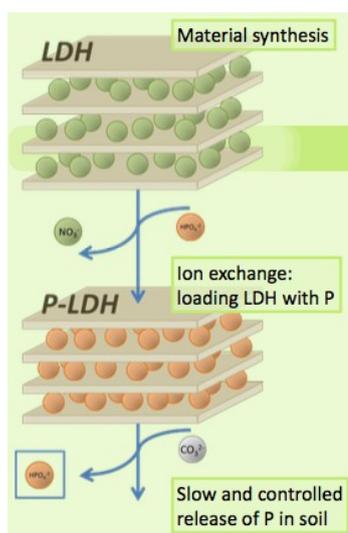


Figure 7. Schéma représentant l'échange anionique du PO_4^{3-} entre les LDH (source : Everaert, 2014)

Récupération de l'azote

La récupération de l'azote de l'urine peut se faire par passage de l'urine sur une colonne échangeuse d'ions, où l'ammonium, chargé positivement se lie aux composés ioniques de charge opposée.

De nombreuses études combinent certains de ces traitements afin d'obtenir un produit final stérile et concentré en nutriments, prêt à être commercialisé.

C'est le cas du projet Eawag en Suisse qui a récemment développé une filière partant d'un système décentralisé où l'urine est collectée par le système no-mix. Ils récupèrent l'urine afin de la concentrer au maximum en composés azotés. Pour cela, l'azote est stabilisé par nitrification dans une colonne où des support en plastique sont utilisés pour le développement bactéries nitrifiantes. On obtient 50% de nitrates et 50% d'ammonium. Ensuite, l'urine est distillée afin d'évaporer une partie de l'eau et de concentrer le produit (figure 8).



Figure 8. Illustration d'une colonne de nitrification et évaporateur : les bactéries dans une colonne aérée stabilisent l'urine avant que le liquide ne s'évapore dans un distillateur.

1.4 Contexte du stage

Mon stage se déroule dans l'unité mixte de recherche en écologie fonctionnelle et écotoxicologie des agroécosystèmes (ECOSYS) de l'INRA et d'AgroParistech. Dans le cadre de leur implication à travers une agriculture durable, un des axes de recherche du laboratoire portent sur l'optimisation de la valorisation en agriculture des produits résiduels organiques (PRO). Les principaux objectifs sont de déterminer leur valeur agronomique et leurs impacts environnementaux. Ces produits peuvent provenir de différentes activités, principalement agricoles (engrais de ferme), urbaines (traitement des eaux usées, déchets verts, déchets alimentaires) ou agro-industrielles, Ils possèdent des propriétés fertilisantes de par leur composition en nutriments (N, P et K) ou amendantes de par leur capacité à relever la matière organique du sol.

D'autre part, le laboratoire est partenaire du programme OCAPI (optimisation des cycles carbone azote et phosphore en ville) qui a pour but d'explorer les voies possibles d'évolution des systèmes d'assainissement qui permettraient de maximiser la valorisation des ressources carbonées, azotées et phosphorées tout en limitant la consommation d'énergie, le recours aux ressources fossiles ainsi que la pollution environnementale. Mon stage s'inscrit dans ce contexte et vient en soutien d'une thèse menée par Tristan Martin sur la valorisation des produits issus des urines en agriculture.

L'année dernière, une expérimentation a été réalisée sur la valorisation des urines en agriculture. Cette étude avait pour principal objectif de tester le potentiel fertilisant en tant qu'engrais azoté de deux produits à base d'urine. Ces produits ont été comparés à des produits commercialisés tels qu'un engrais chimique minéral azoté et un engrais organique tel que du lisier de bovins. Pour cela, des essais en serre ont été réalisés avec d'une part une urine traitée, stabilisée par nitrification puis concentrée, et d'autre part une urine stockée sans traitement. Ces deux produits ont révélé une disponibilité de l'azote pour la plante et donc une efficacité du produit similaire à celle de l'engrais chimique et plus efficace que celle de l'engrais organique (lisier bovin).

1.4.1 Problématique du stage

L'expérimentation en serre précédente a permis de soulever de nouvelles questions. Une première question concerne les traitements sur l'urine ou l'élaboration de produits combinés à l'urine, tels que des produits organiques, qui permettraient d'obtenir une forme sous laquelle on aurait le meilleur rendement, et d'engendrer un impact environnemental et des coûts minimes. D'autre part, explorer son potentiel fertilisant en tant qu'engrais à la fois azoté et phosphaté cette fois-ci.

Dans ce contexte, mon stage a pour objectif d'étudier la valeur fertilisante azotée et phosphatée de différents produits issus d'urine traitées ou non. Au moment de la rédaction de ce rapport, seuls deux mois de stage sur quatre au total sont écoulés. L'expérimentation n'est pas encore parvenue à sa fin, c'est pourquoi mon rapport de stage s'est axé sur la problématique suivante : construction du protocole expérimental et mise en place de l'essai agronomique visant à mesurer l'efficacité fertilisante de différents produits à base d'urine en agriculture.

1.4.2 Objectifs et principe de l'expérimentation

L'expérimentation se fait en serre sur une culture de ray-grass traitée avec 14 produits différents. Les produits sont soit de l'urine, de l'urine traitée ou de l'urine combinée à un autre produit amendant, dont on cherche à tester le pouvoir fertilisant sur les plantes. Parmi ces produits, le lisier est utilisé comme témoin engrais organique et différentes doses d'engrais minéraux chimiques seront utilisées comme témoins de référence d'engrais minéraux phosphatés et azotés.

Ces témoins serviront de comparaison à l'efficacité de l'urine en tant qu'engrais. D'une part, la biomasse produite par le ray-grass est mesurée et d'autre part les exportations d'azote et de phosphore réalisées par la plante sont quantifiées afin de mettre en évidence une possible interaction entre eux.

Enfin, il s'agira de calculer l'efficacité en tant que fertilisant azoté et phosphaté propre à chaque produit. Grâce aux résultats obtenus, nous pourrions calculer des coefficients afin de comparer l'efficacité des différents PRO avec celle d'un engrais chimique considéré comme référence.

2. MATÉRIEL ET MÉTHODE

2.1 Dispositif expérimental

Les essais se déroulent dans les serres du site de l'INRA de Grignon partagées avec l'institut Terres Inovia. Elles sont équipées d'un régulateur de température et de luminosité. Nous disposons sur deux tables les pots servant à l'expérimentation. Les pots sont remplis avec 1,3 kg de sol, auxquels sont ajoutés les graines de ray-grass, le produit à tester, ainsi que la solution nutritive selon un protocole détaillé plus loin. On réalise 3 répétitions pour chaque traitement, qui sont disposées selon un plan d'organisation généré aléatoirement pour chaque groupe de répétitions à partir de la liste des produits. En ce sens, les différentes conditions climatiques et expositions au soleil caractéristiques de l'emplacement dans la serre n'influent pas sur l'essai. De plus, une rotation des pots est effectuée deux fois par semaine afin que les conditions soient similaires pour chaque pot.

R1	1	2	3	4	5	6
	7	8	9	10	11	12
	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24
	25	26	27	28	29	30
R2	31	32	33	34	35	
	1	2	3	4	5	6
	7	8	9	10	11	12
	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24
R3	25	26	27	28	29	30
	31	32	33	34	35	
	1	2	3	4	5	6
	7	8	9	10	11	12
	13	14	15	16	17	18
	19	20	21	22	23	24
	25	26	27	28	29	30
	31	32	33	34	35	



Figure 9. Plan d'organisation des pots selon tirage aléatoire stratifié.

Le matériel expérimental utilisé est listé dans le protocole qui figure en annexe 1. Le choix de ce matériel s'est fait en fonction de celui qui a été utilisé lors des essais en serre réalisés l'année dernière, où une synthèse bibliographique a été faite au préalable.

2.1.1 Culture

La culture qui a été utilisée est le ray-grass anglais (*Lolium Perenne*), une plante herbacée vivace (qui vit plus de 2 ans) de la famille des poacées. Elle est connue pour sa germination et sa pousse rapide et dense puisqu'elle forme des touffes de 20cm à 60cm de haut ce qui permet de voir facilement si il y a une différence de biomasse d'un pot à l'autre. Ses points forts sont qu'elle peut s'adapter à tout type de sol et qu'elle est résistante aux champignons et maladies.

Elle est aussi résistante au piétinement et à l'arrachement, c'est pourquoi on voit cette plante herbacée souvent sur les terrains de football ou de rugby, mais surtout en tant que prairie pâturée. Cette espèce possède des conditions de culture humide et fraîche, facilement reproductibles en serre.

2.1.2 Substrat

Le but de l'expérimentation étant de mesurer les exportations en azote et en phosphore de la plante, il faut que le sol soit carencé en azote et en phosphore. Notre choix s'est donc porté sur le sol des essais de Folleville, où des expérimentations sont menées par l'INRA visant à étudier la fertilisation phosphorée depuis 1958. C'est un sol brun limoneux d'une profondeur de 75cm environ sur substrat calcaire. Pour les autres nutriments, il a une teneur élevée en Calcium et Soufre et il n'est pas carencé en oligoéléments Cuivre, Manganèse et Zinc.

L'intérêt de cet essai est qu'une partie des parcelles n'ont pas eu d'apport de phosphore depuis 60 ans. Un apport d'engrais minéral azoté (ammonitrate) concentré à 33,5 % et potassique (chlorure de potassium) concentré à 60 % a été réalisé de manière uniforme en 2015, 2016 et 2017. Les doses de chlorure de potassium apportées ont été chaque année de 120 unités alors que celles d'ammonitrate étaient de 100 unités en 2015 pour la culture de maïs grain, 180 unités en 2016 pour du blé tendre et 120 unités en 2017 de l'escourgeon.

Nous avons été prélever sur les parcelles 96 et 102 de la sole n°7 de l'essai de Folleville (figure 10).



Figure 10. Photo de la parcelle n°102 lors du prélèvement du sol à Folleville.

Les dernières analyses effectuées en 2010 indiquent une forte concentration en phosphore sur la parcelle 102 (tableau III). Cependant, les analyses réalisées cette année par l'université de KU Leuven (avec qui nous collaborons pour cet essai) n'ont pas confirmé cette tendance. La concentration en phosphore dans les échantillons de chaque prélèvement de parcelle a été analysée (3 répétitions), afin de pouvoir estimer la variance entre eux. Les résultats des 2 analyses sont indiqués dans le tableau ci-dessous (tableau II).

Tableau II. Résultats des analyses de la quantité de phosphore des parcelles 96 et 102 en 2010 et 2018.

Analyses sol	2010	2018
Parcelle 96	P=9,61 mgP/kg sol	P=0,38 mgP/kg sol
Parcelle 102	P=38,42 mgP/kg sol	P=0,09 mgP/kg sol

2.1.3 Produits testés

Les produits testés sont issus de différents traitements sur l'urine : hygiénisation (urine stockée), stabilisation soit par acidification (2 produits, avant hydrolyse et après hydrolyse), alcalinisation (3 produits, avant hydrolyse, déshydratée avec chaux, déshydratée avec chaux et biochar), récupération spécifique du phosphore (3 produits, struvite, urine avec hydroxyde à double couche), association de traitement de nitrification et concentration (Aurin), combinaison de l'urine avec un autre produit organique (boues de station d'épuration), et combinaison de l'urine avec des copeaux (toilettes de festivals). Au total, 14 produits sont testés, détaillés ci-dessous.

Hygiénisation : Urine stockée

L'urine provient des urinoirs de l'école des ponts ParisTech et a été récoltée l'année dernière puis stockée dans une cuve fermée. Le fait qu'elle ait été stockée si longtemps implique qu'il ne devrait pas y avoir de pathogènes et l'azote devrait être présent sous forme ammoniacale suite à l'hydrolyse de l'urée.

Stabilisation : Acidification

L'intérêt de ce traitement est de s'affranchir de l'odeur et de la volatilisation de NH_3 , en inactivant l'enzyme uréase qui hydrolyse l'urée. Cette enzyme est inactive pour des pH inférieurs ou égaux à 4 et supérieurs ou égaux à 10 (Boncz et al. 2003). Dans le cas où l'urée est déjà décomposée, l'espèce NH_3 étant présente en solution à des pH environ supérieurs à 9, nous avons cherché à acidifier l'urine afin que l'espèce NH_4^+ prédomine. Nous choisissons d'une part d'acidifier l'urine avant hydrolyse, afin de garder tout l'azote contenu dans l'urée en inactivant l'uréase, et d'autre part, nous acidifions l'urine après hydrolyse afin que l'espèce qui prédomine en solution soit NH_4^+ et non NH_3 .

-Urine acidifiée avant hydrolyse : pour pouvoir traiter l'urine à l'acide avant qu'ait eu lieu l'hydrolyse de l'urée, il faut ajouter l'acide dans de l'urine fraîche de quelques heures maximum. Une collecte d'urine a été organisée en trois fois sur deux jours auprès du personnel de l'unité ECOSYS. Une affiche a été réalisée et le contexte de la collecte et les consignes pour réaliser un don d'urine ont été détaillées aux participants (voir en annexe2). Le matériel, à savoir l'affiche, les consignes, les flacons de 500mL et le frigidaire a été disposé à l'entrée des toilettes (figure 11).



Figure 11. Dispositif de la collecte d'urine.

Au total, 14 hommes et 9 femmes ont participé ce qui nous permet d'avoir une bonne diversité d'échantillons. Certains ou certaines ont réalisé plusieurs dons et 8 litres d'urine fraîche ont été collectés.

L'urine a été collectée environ toutes les 3 heures. Nous avons mesuré le pH afin de savoir si l'hydrolyse s'était produite. On considère que pour un pH supérieur à 7, l'hydrolyse a eu lieu. Pour tous les échantillons présentant un pH inférieur à 7, on a ajouté l'acide sulfurique pour bloquer l'hydrolyse. Lors de la dernière et troisième collecte tous les échantillons possédaient un pH supérieur à 7, ceci est sans doute dû au fait que nous n'avons pas procédé à un lavage complet, mais à un rinçage à l'eau distillée entre la deuxième et la troisième collecte et donc que les bactéries réalisant l'hydrolyse étaient possiblement présentes. Nous n'avons donc pas récupéré d'urine de la dernière collecte. Sur les 8 litres, 3 litres ont été collectés la première fois et 5 litres la deuxième fois.

Au même moment ont été réalisés les traitements Urine avec base et Urine avec copeaux, Nous avons donc reparti en 3 la totalité du volume d'urine collecté. Les volumes utilisés pour le traitement urine acidifiée avant hydrolyse sont indiqués dans le tableau ci-dessous (tableau III).

Tableau III. Volumes utilisés pour le traitement urine acidifiée avant hydrolyse

Collecte	Volume d'urine	Volume H ₂ SO ₄ (96%)	Concentration H ₂ SO ₄
1	1 L	1,605 mL	-
2	1,66 L	2,675 mL	-
Mélange total	2,66 L	4,28 mL	2,96 g.L ⁻¹

-Urine acidifiée après hydrolyse : pour ce traitement nous avons utilisé l'urine stockée dont l'urée est décomposée puis nous avons ajouté de l'acide sulfurique afin d'atteindre un pH de 6,5 pour que l'azote soit sous forme NH₄⁺, le pka du couple NH₄⁺/NH₃ étant 9,2. L'acide sulfurique a été ajouté progressivement à des volumes indiqués dans le tableau ci-dessous (tableau IV) et le pH est suivi après chaque ajout. Une courbe de titration de l'acide sulfurique a été réalisée ci dessous (figure 12).

Tableau IV. Suivi du pH en fonction du volume d'H₂SO₄ ajoutés dans l'urine

Ajout H ₂ SO ₄ en mL	0	4,61	4,61	4,61	4,61	0,5344	0,5344	0,5344	0,5344	0,5344	0,5344	0,5344	0,5344	2,1379	2,1379	2,1379	2,1379
pH	9,14	8,82	8,44	8,1	7,15	7,12	7,07	7,02	6,97	6,96	6,94	6,93	6,94	6,83	6,68	6,64	6,46

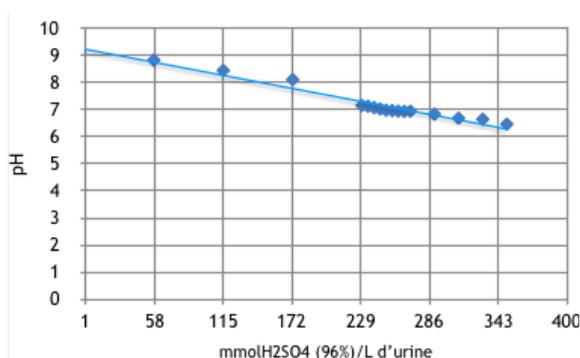


Figure 12. Titration par ajout progressif de H₂SO₄ (96%)

-Urine fermentée : ce produit vient d'être mis au point par la société Petit coin de paradis qui récupère l'urine des urinoirs des festivals. Comme indiqué précédemment dans 1.3.1, il s'agit d'une urine acidifiée par la présence d'acide lactique. Dans ce cas les acides lactiques sont ajoutés après seulement quelques heures donc une partie de l'urée n'est pas hydrolysée.

Alcalinisation :

On peut aussi stabiliser les composés azotés en utilisant une base, qui aura l'effet d'empêcher la décomposition de l'urée.

-Urine alcalinisée avant hydrolyse

Pour empêcher l'hydrolyse de l'urée, on peut ajouter une base dans l'urine fraîche. L'urine utilisée provient de la collecte et la base utilisée est de la chaux. Elle est ajoutée à une concentration de 10 g/L d'urine. Les quantités ajoutées sont indiquées dans le tableau ci-dessous (tableau V).

Tableau V. Volumes utilisés pour le traitement urine alcalinisée avant hydrolyse.

Collecte	Volume d'urine	Masse de chaux
1	1 L	10,01 g
2	1,66 L	16,67 g
Mélange total	2,66 L	26,68 g

-Urine alcalinisée avec de la chaux déshydratée (Uppsala)

Ce produit nous a été envoyé par un groupe de chercheurs Suédois travaillant sur l'urine à l'université d'Uppsala. Il s'agit d'urine déshydratée traitée à la chaux. L'intérêt de ce produit est qu'il est déshydraté donc très concentré en nutriments pour un faible volume et facile à transporter.

-Urine alcalinisée avec de la chaux et du biochar déshydratée (Uppsala)

Ce produit provient aussi de l'université d'Uppsala. Il s'agit d'urine déshydratée traitée à la chaux mélangée avec du biochar. Ceci permet entre autres d'apporter de la matière organique au sol, favorisant sa texture et son activité microbienne.

Récupération du P :

Ces produits proviennent d'un groupe de chercheur de l'université de Leuven en Belgique travaillant sur le développement d'un nouvel engrais phosphaté.

-Urine stockée avec double couche d'hydroxyde (LDH) : Dans le cadre de cette expérimentation, l'urine stockée a été traitée au LDH afin de récupérer le PO_4^{3-} , par l'équipe de Marteen Everaert et Kris Dox.

-Urine synthétique avec double couche d'hydroxyde (LDH) : d'autre part, de l'urine synthétique est aussi traitée aux LDHs, considérée dans ce cas comme de l'urine fraîche dont le pH est neutre.

-Nous avons également testé de la struvite. Elle nous a été fournie par l'université de Ku Leuven et fabriquée à partir d'une solution « synthétique », mais elle peut aussi être récupérée à partir d'urines. La struvite de formule $\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ est riche en phosphore nous la testons donc comme apport en phosphore.

Concentration + stabilisation(nitrification) :

Il s'agit d'un produit commercialisé à l'issu du projet de recherche VUNA du laboratoire Eawag dans lequel l'urine a été stabilisée par nitrification (biofilms en plastique faisant office de support pour les bactéries nitrifiantes) puis concentrée par distillation. On obtient un produit concentré contenant 50% de nitrates et 50% d'ammonium.

Combinaison urine avec un autre produit organique :

Le SIAAP (Syndicat d'assainissement de l'île de France) souhaite installer des toilettes à séparation dans deux de ces nouveaux bâtiments. Les boues sont depuis longtemps utilisées en épandage agricole pour leur richesse en nutriments (sauf en azote minéral) ainsi que pour leur qualité d'amendement. Afin d'augmenter la teneur en azote minéral des boues de station d'épuration, la SIAAP a proposé de tester un mélange entre ces boues et de l'urine. Cette filière pourra facilement être implantée sur leurs sites équipés de technique de séparation à la source. Nous avons été prélever ces boues dans une des stations d'épuration du SIAAP, à Achères puis nous avons réalisé le mélange urine + boues en utilisant un ratio de mélange permettant un épandage facile des boues (maintien de la texture solide). Les quantités utilisées sont 3 kg de boues pour 750 g d'urines.

Combinaison urine avec copeaux de bois :

Ce produit est un mélange d'urine avec des copeaux de bois. Les copeaux de bois sont très souvent utilisés dans les toilettes sèches en festival, ou autre événements éphémères car l'installation est simple, ils permettent de faire des économies d'eau et ils neutralisent les odeurs. L'intérêt de ce produit est qu'il ne nécessiterait aucun procédé d'extraction, que les problèmes de forte odeur seraient diminués par rapport à l'urine liquide. Nous avons utilisé de l'urine non hydrolysée afin d'être proche de ce qu'il se passe en festivals, L'objectif d'étudier ce produit est également de vérifier si les copeaux peuvent stabiliser l'azote.

Pour réaliser ce produit nous avons utilisé l'urine fraîche collectée et des copeaux pour litières. Les volumes d'urine et masse de copeaux qui compose le produit sont indiqués dans le tableau ci-dessous (tableau VI).

Tableau VI. Volumes utilisés pour le traitement urine avec copeaux.

Collecte	Volume d'urine	Masse de copeaux
1	1 L	285,71 g
2	1,66 L	476,16 g
Mélange total	2,66 L	761,87 g

Lisier bovin :

Le lisier est un mélange de déjections d'animaux d'élevage (urines et excréments). Il a été prélevé à la ferme de Villtain (bovin lait). Il est utilisé comme engrais organique,. Ce produit sert de témoin comme engrais de référence car il est aujourd'hui très utilisé en agriculture même s'il a une proportion moins élevée en azote que l'urine.

Un échantillon de chaque produits est présenté dans les figures 13 ci-dessous.



Figure 13a. Échantillon d'urine stockée



Figure 13b. Échantillon d'urine acidifiée avant hydrolyse



Figure 13c. Échantillon d'urine acidifiée après hydrolyse



Figure 13d. Échantillon urine alcalinisée avant hydrolyse

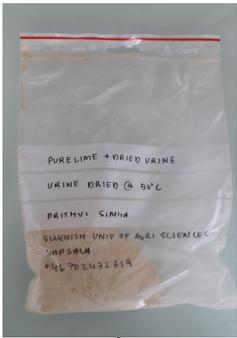


Figure 13e. Échantillon urine déshydratée alcalinisée



Figure 13f. Échantillon urine déshydratée alcalinisée et biochar.



Figure 13g. Échantillon d'urine fermentée



Figure 13h. Échantillon de struvite



Figure 13i. Échantillon d'urine synthétique avec LDH



Figure 13j. Échantillon urine nitrifiée et concentrée (Aurin).



Figure 13k. Échantillon urine + boues.



Figure 13l. Échantillon urine + copeaux.



Figure 13m. Échantillon de lisier.

2.1.4 Témoins

Tous les produits testés sont comparés à différents témoins de référence, où sont utilisées des doses d'engrais minéral azoté (solution d'ammonitrate, NH_4NO_3) et/ou d'engrais minéral phosphaté (solution de phosphate de potassium, K_2HPO_4).

Les doses de référence sont établies après une recherche bibliographique effectuée sur les différents essais similaires déjà réalisés. L'objectif est de se placer dans la partie linéaire de la courbe de réponse de la plante par rapport à l'azote (figure 14) et au phosphore. Ces courbes correspondent à l'exportation de l'azote ou du phosphore par la plante en fonction de l'administration de doses croissantes d'engrais azoté ou phosphaté. Celles ci montrent qu'à partir d'une certaine dose administrée, l'export de la plante diminue et on arrive à un plateau sur la courbe. Au-delà encore, cette dose peut devenir toxique et le rendement va décroître si on augmente la dose d'azote ou de phosphore. Nous avons donc choisi les doses de référence afin de s'assurer d'être bien en dessous de surdoses. Une dose à 0, une dose intermédiaire et une dose en dessous du seuil du plateau sur la courbe ont été utilisées pour l'azote et le phosphore. Un des buts de l'expérimentation étant de voir si une interaction existe entre le phosphore et l'azote, chaque dose de référence en azote a été croisé avec chaque dose de référence en phosphore. Au total, 9 témoins de référence sont réalisés (3x3).

Les doses de référence sont indiquées dans le tableau VII et un récapitulatif des traitements témoins est disponible dans le tableau VIII.

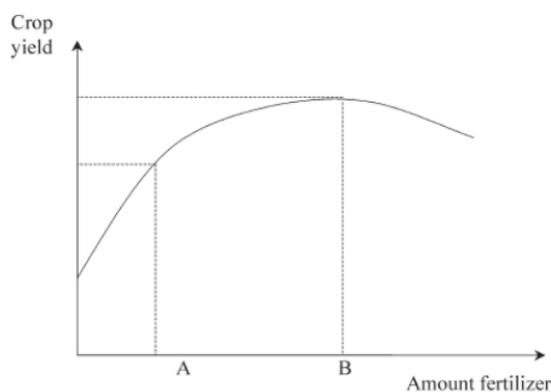


Figure 14. Courbe de réponse à l'engrais azoté (larsen et al., 2013)

Tableau VII. Doses de référence pour chaque témoin

Témoin référence	Dose référence min	Dose référence intermédiaire	Dose référence max
N	0 mgN/kgsoil sec	150 mgN/kgsoil sec	250 mgN/kgsoil sec
P	0 mgP/kgsoil sec	50 mgP/kgsoil sec	100 mgP/kgsoil sec

Tableau VIII. Récapitulatif des traitements témoins

Engrais N	Engrais P		
	0 mgP/kgsoil sec	50 mgP/kgsoil sec	100 mgP/kgsoil sec
0 mgN/kgsoil sec	0N0P	0N50P	0N100P
150 mgN/kgsoil sec	150N0P	150N50P	150N100P
250 mgN/kgsoil sec	250N0P	250N50P	250N100P

2.1.5 Solutions nutritives

Une solution nutritive est préparée afin de compléter le traitement en éléments nécessaires pour la croissance de la plante qui ne seraient pas nécessairement apportés en quantité suffisante par les produits ou par le sol. Elle est apportée afin que l'élément limitant pour la croissance des cultures soit l'azote ou le phosphore. D'après les analyses de sol disponible, seuls le magnésium ou le fer sont susceptibles de manque. On prépare donc deux solutions nutritives séparément (afin d'éviter la précipitation du Fer qui est peu soluble en présence d'autres ions) : une avec du Magnésium et une avec du Fer.

Pour chaque produit testé, nous avons également réalisé deux traitements, un complété uniquement avec la solution nutritive (Fe, Mg) ci-dessus, le second avec la même solution et une solution de phosphore et d'azote. En effet, afin d'exprimer pleinement la réponse à l'azote des produits pauvres en phosphore, et pleinement la réponse au phosphore des produits pauvres en azote, cette complémentation dans un second traitement pour chaque produit était nécessaire.

Les produits dont l'apport majoritaire est le phosphore, c'est à dire : la struvite, l'urine stockée avec LDH, l'urine synthétique avec LDH et l'urine avec les boues ont été complétés en azote.

Les produits dont l'apport majoritaire est l'azote, c'est à dire : l'urine stockée, l'Aurin, l'urine acidifiée avant hydrolyse, l'urine acidifiée après hydrolyse, l'urine alcalinisée avant hydrolyse, l'urine avec la chaux déshydratée, l'urine avec la chaux déshydratée et le biochar, l'urine avec copeaux, l'urine fermentée et le lisier ont été complétés en phosphore. Le tableau ci-dessous indique les quantités d'azote total et de phosphore minéral dans chaque produit (tableau IX).

Une solution d'ammonitrate (NH_4NO_3) est utilisée pour compléter les produits en azote et une solution de phosphate de potassium (K_2HPO_4) est utilisée pour compléter les produits en phosphore.

Un autre élément essentiel à la croissance des plantes est le potassium. Il est déjà présent dans le phosphate de potassium utilisé pour compléter les produits en phosphore donc il n'est pas nécessaire d'en ajouter dans les traitements dont l'apport d'azote est majoritaire.

Par contre, dans les traitements où l'apport de phosphore est majoritaire, c'est à dire ceux où l'on complète en azote, il est nécessaire d'ajouter une solution nutritive contenant du potassium. Cette solution est du sulfate de potassium (K_2SO_4). Les concentrations des solutions nutritives utilisées figurent dans le tableau ci-dessous (tableau X).

N'ayant pas encore reçu les résultats des analyses effectués sur les produits par un laboratoire extérieur, nous avons estimé nos apports d'azote en fonction de résultats d'analyses dont nous disposons. Les concentrations en azote et en phosphore des produits Urines, Urine+acide avant et après hydrolyse, Urine alcalinisée avant hydrolyse, Urine + Chaux déshydratée (avec et sans biochar) sont basés sur les valeurs mesurées pour l'urine stockée réalisée lors de l'expérimentation effectuée en 2017. Nous avons attribué cette même valeur à tous les produits cités précédemment, car nous les considérons comme proche. Les valeurs pour l'Aurin ont aussi été mesurées en 2017. Nous disposons d'analyses récentes pour les autres produits. Les valeurs pour les mélanges urine + boues et urine + copeaux ont été estimés en fonction des ratios de mélange.

Tableau IX. Quantités prévisionnelles d'azote total et de phosphore minéral dans chaque produit

Traitement	N-Tot (gN/L or gN/kg)	P-P2O5 (gP/L or gP/kg)	Ratio N/P
Urine stockée	6,60	0,19	35,31
Aurin	66,24	4,69	14,12
Urine + acide avant hydrolyse	6,60	0,19	35,31
Urine + acide après hydrolyse	6,60	0,19	35,31
Urine alcalinisée avant hydrolyse	6,60	0,19	35,31
Urine + chaux déshydratée	164,90	6,03	27,36
Urine + chaux déshydratée + Biochar	131,80	5,88	22,40
Urine + copeaux	5,13 (Nmin)	0,15	34,74
Urine fermentée	3,00	-	-
Lisier	3,90	1,34	4,42
Struvite	5,71	12,62	0,45
Urine stockée + LDH	0	25	0
Urine synthétique + LDH	0	40	0
Urine + boues	7,96	33,16	0,24

Tableau X. Tableau des concentrations des solutions nutritives.

Solutions nutritives	Concentration (g/L)
Solution Phosphatée (K ₂ HPO ₄)	112.26
Solution Azotée (NH ₄ NO ₃)	142.86
Solution potassique (K ₂ SO ₄)	89.23
Mg solution	40
Fe solution	1

2.2 Mise en place de l'expérimentation

2.2.1 Traitement

Au total, l'expérimentation porte sur 9 témoins de référence, 14 produits à tester que l'on traite une fois avec une complémentation en élément nutritif limitant et une autre fois sans complémentation, et 3 répétitions pour chaque traitement. Disposant d'une faible quantité des deux produits à base d'urine et LDH, nous avons choisi de compléter en azote seulement le produit urine synthétique et LDH et de ne pas compléter seulement le produit urine stockée et LDH.

Nous avons donc au total 105 pots.

Tableau XI. Récapitulatif des noms des traitements et des différentes doses

Produit	Nom traitement avec dose non complémentée	Dose complémentée	
		Nom traitement	Nature complément
Urine stockée	U.S	U.S – C	Solution Phosphatée (5,846 mL)
Aurin	A	A – C	
Urine + acide avant hydrolyse	U + Acide av H	U + Acide av H – C	
Urine + acide après hydrolyse	U + Acide ap H	U + Acide ap H - C	
Urine alcalinisée avant hydrolyse	U + Base av H	U + Base av H – C	
Urine + chaux déshydratée	U + Chaux DH	U + Chaux DH – C	
Urine + chaux déshydratée + Biochar	U + Chaux(B) DH	U + Chaux(B) DH – C	
Urine + copeaux	U + Cop	U + Cop – C	
Urine fermentée	U.F	U.F – C	
Lisier	L	L – C	
Struvite	S	S – C	Solution Azotée (5,846 mL)
Urine stockée + LDH	LDH		
Urine synthétique + LDH		LDH(synt U) - C	Solution Azotée (5,846 mL)
Urine + boues	U + Boues	U + Boues - C	

Parmi les produits utilisés, les produits liquides et les produits visqueux à solides n'ont pas été incorporés de la même façon et n'ont pas reçu le même apport d'eau. Un apport en eau a été réalisé afin que chaque pot dispose du même taux d'humidité.

Il en est de même pour les solutions nutritives de magnésium et de fer, ainsi que les solutions complémentées en phosphore ou azote et potassium où le but a été d'avoir un apport non limitant de nutriments pour tous les pots. Les doses sont détaillées pour chaque produit plus loin, pour les produits liquides d'une part (tableaux VII et VIII) et les produits solides d'autre part (tableaux IX et X).

2.2.2 Incorporation des produits liquides

Parmi les produits liquides, on dénombre les témoins, l'urine stockée, Aurin, l'urine avec acide avant hydrolyse, l'urine avec acide après hydrolyse, l'urine avec base avant hydrolyse, et l'urine fermentée. L'incorporation de ces produits s'est faite de manière à éviter que l'apport ne se fasse qu'en surface mais plutôt sur la totalité du volume de sol. En effet, l'apport en surface sur de petits volumes comme ceux des pots utilisés peut entraîner la formation d'une croûte imperméable et une pénétration par les bords qui rejoint directement la coupelle. Pour ce faire, nous avons réalisé l'apport des produits mélangés à la solution nutritive sur 4 couches et en surface, dont les doses sont indiquées dans les tableaux XIII et XIV.

La 4^{ème} couche a été séparée en deux afin de disposer 1 gramme de graines de ray-grass entre les deux demi-couches (figure 16a).

2.2.3 Incorporation des produits solides

Les autres produits sont solides ou visqueux : le lisier, l'urine avec copeaux, l'urine avec boues, l'urine avec la chaux déshydratée, urine avec la chaux déshydratée et le biochar, la struvite, l'urine stockée avec LDH et l'urine synthétique avec LDH. Ces produits ont été mélangés préalablement dans un bac contenant les 1,3 kg de sol (figure 15), avant d'être disposés par couches entre lesquelles ont été disposées la solution nutritive et l'eau. Les doses sont indiquées dans les tableaux XV et XVI. De la même manière, la 4^{ème} couche a été séparée en deux afin de disposer 1 gramme de graines de ray-grass entre les deux demi-couches (figure 16b).



Figure 15. Mélange préalable dans un bac du sol et du produit solide (ici LDH (synt) avec le sol).

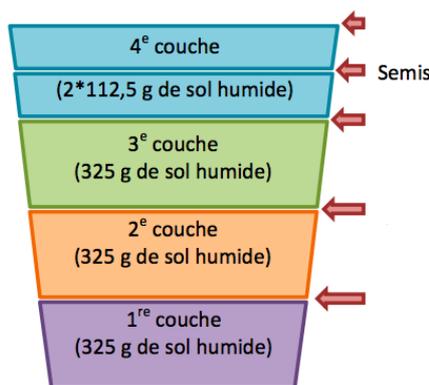


Figure 16. Schéma d'incorporation a). des produits liquides : les flèches indiquent où l'apport en produit, en solution nutritive et en eau à été fait (sauf où indiqué semis), entre chaque couche de sol.

b). des produits solides et visqueux : les flèches indiquent où l'apport en solution nutritive et en eau à été fait (sauf où indiqué semis) entre chaque couche du mélange de produit et de produit.
(Source : Martin, 2017)

2.3 Conditions expérimentales

2.3.1 Température

Le ray-grass est une plante dont la croissance est optimale à des températures comprises entre 20 °C et 25 °C la journée et plus fraîches la nuit telles que 13 °C à 17 °C.

Les températures de la serre ont été contrôlées afin qu'elles soient comprises entre ces valeurs grâce à un thermomètre suspendu dans la serre. Si la valeur de la température mesurée dépassait l'intervalle de valeurs alors le système de ventilation se mettait en route afin de réduire la température et inversement, si la valeur mesurée était inférieure à la valeur minimale de l'intervalle alors le système de chauffage démarrait et augmentait la température. Nous avons adapté les consignes de température en fonction de l'état des cultures et de la chaleur extérieure, à 18°C le jour et 16°C la nuit pendant 7 jours quand les plantes étaient fragiles puis nous avons de nouveau augmenté les consignes à 20°C le jour et 17°C la nuit pour le reste de l'expérimentation.

2.3.2 Irrigation

Le besoin en eau des plantes va beaucoup varier selon leur vitesse de croissance et la température de la serre. En effet, s'il fait chaud la plante va transpirer et vouloir récupérer plus d'eau du sol pour combler ce qui aura été perdu, tout comme une plante dont la vitesse de croissance est rapide qui aura besoin de plus d'eau qu'une plante qui croît lentement. C'est pourquoi chaque plante va nécessiter un apport différent et régulier en eau au cours de l'expérimentation, dont la méthode d'irrigation la plus sûre reste manuelle. Pour déterminer quel volume d'eau ajouter à chaque fois, nous avons déterminé la capacité au champ du sol, c'est à dire la teneur en eau qui correspond environ à la rétention maximale en eau du sol (avant que l'eau soit drainée). Pour ce sol, elle est de 24,44% d'eau par kg de sol sec. Nous avons irrigué nos pots pour atteindre 90 % de la capacité au champ en début d'expérimentation. Le sol séchant rapidement nous avons choisi de maintenir l'humidité à 100 % de la capacité au champ. Nous calculons les quantités d'eau à ajouter par pesée. Au début de l'expérimentation les plantes étaient arrosées tous les jours en fonction de leur perte en eau puis moins fréquemment les jours suivants (tous les 2-3 jours).

2.4 Mesures réalisées

Une coupe de biomasse fraîche a été réalisée afin de mesurer la quantité de matière végétale produite et stimuler la croissance de la plante. Nous avons procédé à la coupe des brins au 23^{ème} jour après le lancement de l'expérimentation. La coupe s'est faite à près d'un centimètre du sol pour chaque pot, puis la masse a été pesée directement. La biomasse fraîche a ensuite été entreposée dans une étuve à 40°C pendant 5 jours afin de peser la biomasse sèche.

La suite de l'expérimentation comptera deux autres coupes. L'ensemble de la biomasse récoltée lors des 3 coupes sera réuni pour chaque traitement, puis sera envoyé à un laboratoire extérieur (SADEF) afin qu'ils identifient la composition en azote et en phosphore de ces échantillons. Ces données serviront à déterminer les exportations d'azote et de phosphore par les plantes pour chaque traitements et nous permettront de dire quel produit a été le plus efficace.

2.5 Traitement et analyse des données

2.5.1 Coefficients apparent d'utilisation et coefficient d'équivalence engrais

Grâce aux mesures d'exportation réalisées, les coefficients apparents d'utilisation de l'azote et du phosphore pourront être calculés ainsi que les coefficients d'équivalence engrais de l'azote et du phosphore afin de comparer l'efficacité des produits par rapport aux engrais chimiques minéraux et aux engrais organiques. Le coefficient apparent d'utilisation (CAU) de l'azote est la fraction de l'azote totale d'un fertilisant qui est absorbé par les plantes.

Il varie en fonction de la quantité d'azote présente dans le produit, mais surtout en fonction de la forme sous laquelle est apporté cet azote, car seule la forme minérale (d'origine ou organique minéralisée) est absorbée par les plantes. Il s'agit donc de calculer pour chaque produit, l'azote exporté par la plante et de soustraire l'azote exporté dans le traitement témoin qui n'a eu aucun apport de nutriments (ONOP) (dans ce traitement, l'azote exporté provient uniquement du sol), et de diviser par l'azote apporté par le produit.

$$CAU(N) = \frac{N_{exp\ produit} - N_{exp\ témoin(ONOP)}}{N_{apporté\ produit}}$$

Pour un engrais minéral, ce coefficient est généralement compris entre 50 % et 95 %

Pour connaître son efficacité par rapport à un engrais chimique on utilise le coefficient d'équivalence engrais K_{éq}.

$$K_{éqN} = \frac{CAU\ produit}{CAU\ eng.\ chimique}$$

Ces deux coefficients seront appliqués à chaque produit pour l'azote et le phosphore séparément.

La croissance d'une plante peut être limitée par l'élément qui vient à manquer le premier. C'est à dire, l'élément assimilable par la plante dont la concentration dans le milieu est la plus faible. Afin d'exprimer le rendement en prenant en compte les doses d'azote et de phosphore apportées, selon si elles proviennent d'engrais minéraux ou du produit testé, on utilise le modèle mathématique de Mitscherlich-Baule (Frank et al., 1990). La modélisation de la réponse à l'azote et au phosphore combinée est donc représentée par une surface de réponse dont l'équation est la suivante :

$$Rdt = Rdt_max * (1 - \exp(-b * QNmin + c * QNPRO + d)) * (1 - \exp(-e * QPmin + f * QPPRO + g))$$

où rdt : rendement, QNmin: quantité azote dans engrais minéral, QNPRO : quantité azote dans produit, Qnmin : quantité phosphore dans engrais minéral et QPPRO : quantité phosphore dans produit. Cette équation admet plusieurs paramètres à déterminer : b, d, e, f et g.

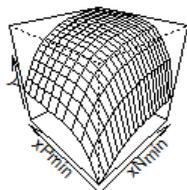


Figure 17. Exemple de graphique attendu modélisant la surface de réponse du rendement en fonction des apports d'azote et de phosphore

Une fois les paramètres estimés (par régression non linéaire), cette surface de réponse nous permettra de prédire le rendement, les exportations d'azote et de phosphore en fonction de l'apport d'azote et de phosphore et de leur origine (minéral ou produits dérivés d'urine). La comparaison des paramètres de l'équation associés aux termes d'apport de N et de P, minéral et du PRO, nous permettra également de juger de l'efficacité relative des PRO et des engrais minéraux,

2.5.2 Analyse statistique

Afin de déterminer si les différences de biomasse, d'exportations d'azote et de phosphore entre chaque traitement sont significative ou non, nous appliquons des tests statistiques. L'échantillon étant trop petit pour réaliser un test paramétrique d'analyse de la variance tel qu'ANOVA, on utilise le test de Kruskal-Wallis, son alternative non paramétrique. Ce test s'applique sur des échantillons indépendants et indique si il existe au moins un couple d'échantillons significativement différents.

Le cas échéant, on réalise ensuite un test post hoc indiqué par Conover et Iman (1999) utilisant une distribution de Student. Ce test fait la comparaison de tous les échantillons entre eux pour indiquer entre quels échantillons les différences sont significatives.

3. RÉSULTATS PRÉLIMINAIRES

3.1 Résultats

3.1.1 Biomasse fraîche

À l'issue de la coupe de la première pousse, la biomasse est pesée et les résultats sont présentés dans le graphique ci-dessous (figure 18). Le traitement Urine + boues est celui qui a produit le moins de biomasse, environ 8 grammes, au même niveau que les témoins sans apports d'azote (0N0P, 0N50P et 0N100P). On note une forte variation entre les répétitions pour certains traitements, notamment tous les témoins avec apport d'azote (150N0P, 150N50P, 150N100P, 250N0P, 250N50P et 250N100P), Urine stockée, Aurin, Urine fermentée, Urine + copeaux et tous leurs analogues complémentés. Les traitements Urine stockée complémentée, Aurin complémenté et Urine + Acide avant hydrolyse complémentée ont une biomasse supérieure à 15 g, similaire au témoin 150N100P. Tous les traitements complémentés ont un rendement plus élevé que leurs analogues non complémentés sauf les traitements lisiers et struvite qui ont un meilleur rendement que leur analogues complémentés. Les traitements Urine fermentée, Urine + Acide après hydrolyse et Urine + Base avant hydrolyse ont des biomasses égales, que les doses aient été complémentées ou non. Pour les traitements Aurin, Urine + Acide avant hydrolyse et Urine + chaux déshydratée, on note une telle variation entre les répétitions qu'on ne peut pas dire à ce stade de l'expérimentation s'il y a une différence significative entre les traitements.

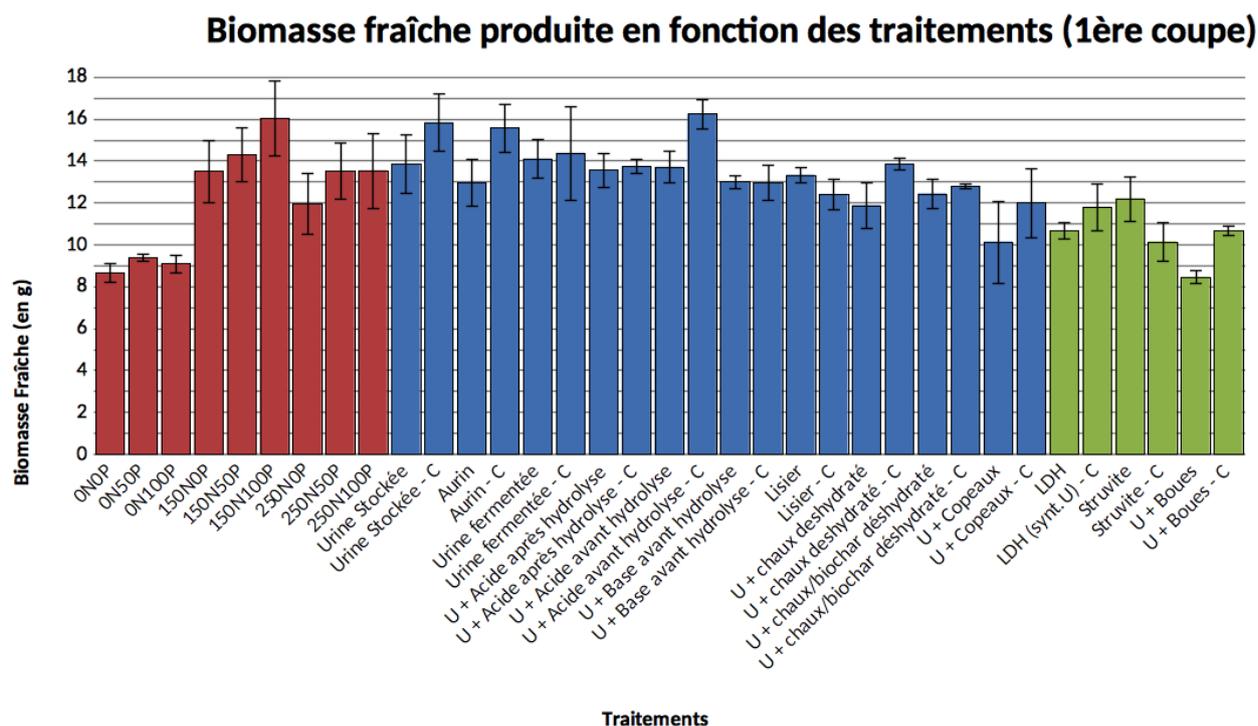


Figure 18. Biomasse fraîche pour chaque produit. En rouge les témoins de référence, en bleu les produits azotés et en vert les produits phosphatés.

Les données sont analysées avec le test statistique de kruskall wallis sur R qui nous indique avec une certitude de 95 % (marge d'erreur de 0,05) qu'il existe au moins un couple de données dont les valeurs sont significativement différentes. On réalise ensuite le test post hoc de Conover (1999) qui indique pour plusieurs couples de produits qu'il existe une différence significative. Parmi les résultats de cette analyse on trouve une production de biomasse significativement plus importante lorsque le produit est complété, que lorsque le produit n'est pas complété, pour les traitements Aurin, Urine + acide avant hydrolyse et Urine + chaux déshydratée. Des différences significatives entre d'autres traitements ont été trouvées, mais seulement les plus pertinentes ont été relevées.

3.1.2 Biomasse sèche

La biomasse fraîche est placée à l'étuve pendant 5 jours à 40°C puis les échantillons sont pesés. Les résultats sont présentés dans la figure 19. On trouve des biomasses relativement proportionnelles aux biomasses fraîches. Suite à l'analyse statistique, une production de biomasse significativement plus importante lorsque le produit est complété, que lorsque le produit n'est pas complété, a été observé pour les traitements Aurin et LDH. Pour le LDH cette différence n'était pas significative sur la pesée de la biomasse fraîche. Une production de biomasse significativement plus importante lorsque le produit n'est pas complété, que lorsque le produit est complété, a été observé pour Lisier, ce qui n'était pas le cas sur la biomasse fraîche. Idem que pour la biomasse fraîche, seuls les différences significatives les plus pertinentes ont été citées.

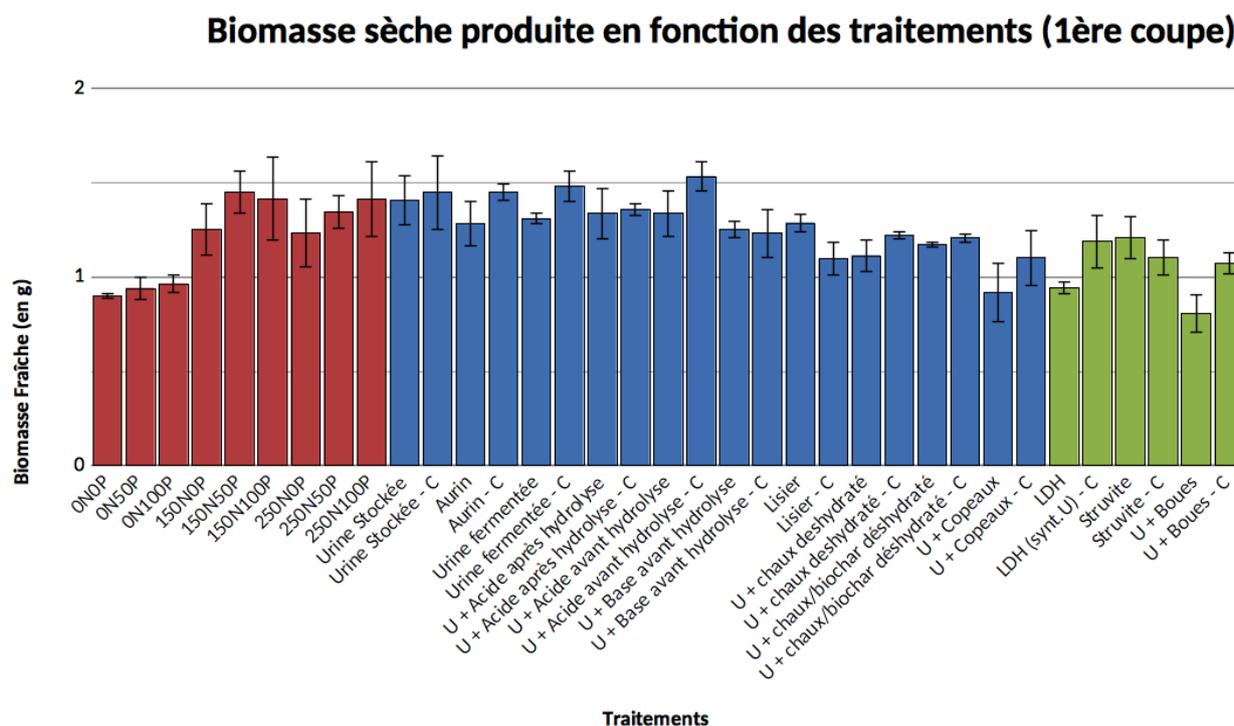


Figure 19. Biomasse sèche pour chaque produit. En rouge les témoins de référence, en bleu les produits azotés et en vert les produits phosphatés.

3.2 Discussion

Cette première coupe ne nous permet pas de dire qu'un traitement en particulier produit une plus grande quantité de biomasse qu'un autre sauf entre les doses complétées ou non entre le traitements Aurin, Urine + acide avant hydrolyse et Urine + chaux déshydratée. Premièrement, il existe des variations assez élevées entre les répétitions d'un même produit.

Ceci peut s'expliquer par le fait que certaines graines aient eu une germination bloquée par la présence d'une croûte de battance au niveau de la surface du pot (figure 20). Ce phénomène est causé par un arrosage en grande quantité en surface, qui entraîne le fractionnement des agrégats et forme une croûte compacte difficile à traverser pour la plantule. Deuxièmement, les doses en azote et en phosphore de chaque produit ont été estimées afin d'apporter la même quantité pour chaque produit, néanmoins il s'agit d'estimation et non de dosage précis. Enfin, la première coupe de biomasse a nécessité une journée, il est possible que les dernières plantes coupées aient eu le temps de se déshydrater par rapport aux premières coupées, ce qui peut impacter la validité des résultats de biomasse fraîche.

Pour les produits Aurin, Urine + acide avant hydrolyse et Urine + chaux déshydratée, on observe un effet positif significatif de la complémentation pour la biomasse fraîche. Cependant, pour la biomasse sèche cette différence n'est significative que pour le produit Aurin et pour le produit LDH. Enfin, les témoins sans azote ayant produit significativement moins de biomasse que les témoins sans phosphore, nous pouvons émettre l'hypothèse que la carence en azote se fait sentir dès cette première coupe.



Figure 20. Formation d'une croûte de battance bloquant la germination à certains endroits.



Figure 21. Produit Aurin complétement en phosphore



Figure 22. Produit 0N50P

4. CONCLUSION

La transition vers une agriculture et une gestion de nos déchets durables passe par le bouclage des cycles des nutriments, au travers du recyclage des urines vers l'agriculture.

Le protocole élaboré durant ce stage, plus précisément les doses utilisées pour chaque produit, le choix des témoins de référence et organique, la réalisation des produits issus de la collecte d'urine, la préparation du substrat, forment une base essentielle qui a permis la mise en place d'une expérimentation comparative de plusieurs produits.

Les résultats obtenus sont prometteurs mais ne sont pas suffisant pour conclure sur l'efficacité d'un produit par rapport à un autre ni par rapport aux engrais minéraux. Il faudra pour cela attendre les résultats des mesures des exportations d'azote et de phosphore par la plante, qui auront lieu à la fin de l'expérimentation. Ces mesures nous permettront de calculer les coefficients nécessaires à l'établissement de comparaisons chiffrées. Il est assez difficile d'interpréter ces premiers résultats, mais ils sont encourageants car nous commençons à distinguer quelques différences entre nos traitements.

Les résultats préliminaires présentés dans ce rapport seront approfondis prochainement lors des prochaines coupes de biomasses. D'autres analyses concernant l'impact environnemental engendré par les produits testés vont être réalisées, notamment des mesures de la volatilisation d'ammoniac afin d'estimer les pertes lors de l'épandage du produit au champ.

Le recyclage des urines vers l'agriculture pose des questions d'un point de vue agronomique sur l'efficacité fertilisante des produits, mais d'autres interrogations subsistent tant dans le domaine de l'écotoxicologie : ces produits amènent-ils des polluants avec eux ?, que du domaine de la logistique et des enjeux sociaux : quels sont les limites et les opportunités liés à la mise en place de ces filières ?, ou encore environnemental : quel est le bilan carbone de ces filières ? Ces différentes questions seront étudiées dans la suite du projet de recherche.

À l'issue de mes 4 mois de stage, j'espère que cette expérimentation servira de support pour réduire le fossé existant actuellement entre l'utilisation de l'urine en tant que fertilisant et son utilisation en agriculture.

Références bibliographiques

- N. Andreev, M. Ronteltap, B. Boincean, M. Wernli, E. Zubcov, N. Bagrin, N. Borodin, P.N.L. Lens « Lactic acid fermentation of human urine to improve its fertilizing value and reduce odour emissions », *Journal of Environmental Management* 198 (2017) 63e69
- Beganovic, J., Kos, B., Lebos Pavunk, A., Jokic, M., Suskovic, J., 2014. Traditionally produced sauerkraut as source of autochthonous functional starter cultures. *Microbiol. Res* 169, 623e632.
- Boncz, Marc A, Edinéia L Formagini, Felipe X C Arima, et Paula L Paulo. 2003. « Methods for Stabilising and Concentrating Human Urine for Use as a Fertilizer », 8.
- Butzen, A., Werres, F., Balsaa, P., 2005. Aufbau und Einsatz einer problemorientierten Analytik mit dem Ziel eines Monitorings ausgewählter Pharmaka in Boden und Urin (“Implementation and application of problem oriented analytical methods with the goal of monitoring selected pharmaceuticals in soil and urine”, in German). in: *Nährstofftrennung und –verwertung in der Abwassertechnik am Beispiel der „Lamberts-mühle”*, Bonner Agrikulturchemische Reihe, Band 21, p. 25–54, Bonn, Germany, ISBN 3-937941-02-9. Source: Verein zur Förderung der Agrikulturchemie e.V., c/o Institut für Pflanzenernährung, Karlobert-Kreiten-Strasse 13, 53115 Bonn, Germany.
- Cébron, Aurélie. 2004. « Nitrification, Bactéries nitrifiantes et émissions de N₂O », 289.
- Conrad, R. 1996. « Soil Microorganisms as Controllers of Atmospheric Trace Gases (H₂, CO, CH₄, OCS, N₂O, and NO). » *Microbiol L.rev.*, 33.
- Cordell, Dana, Jan-Olof Drangert, et Stuart White. 2009. « The Story of Phosphorus: Global Food Security and Food for Thought ». *Global Environmental Change* 19 (2): 292-305.
<https://doi.org/10.1016/j.gloenvcha.2008.10.009>.
- Del Porto, D. Steinfeld (1999) *The composting toilet system book*.
- Esculier, cours à l'École des ponts, 2016
- Esculier, 2018. « Le système alimentation/excrétion des territoires urbains : régimes et transitions socio-écologiques »
- Etter, Udert et Gounden « Valorisation of Urine Nutrients », *Promoting Sanitation & Nutrient Recovery through Urine Separation Final Project Report* 2015
- Everaert, Warrinnier, Baken, Gustafsson, De Vos, and Smolders « Phosphate-Exchanged Mg–Al Layered Double Hydroxides: A New Slow Release Phosphate Fertilizer », *Department of Earth and Environmental Science, Division of Soil and Water Management, ACS Sustainable Chem. Eng.* 2016, 4, 4280–4287 DOI:10.1021/acssuschemeng.6b00778
- Everaert, De Vos, and Smolders « Development of slow and controlled release P fertiliser using layered double hydroxides », poster, August 2014
- Frank, Michael D., Bruce R. Beattie, et Mary E. Embleton. 1990. « A Comparison of Alternative Crop Response Models ». *American Journal of Agricultural Economics* 72 (3): 597.
<https://doi.org/10.2307/1243029>.
- Friedler, E, R Kovalio, et N I Galil. 2013. « On-Site Greywater Treatment and Reuse in Multi-Storey Buildings », 8.

- Gaterell, M.R., Gay, R., Wilson, R., Gochin, R.J., Lester, J.N., 2000. An economic and environmental evaluation of the opportunities for substituting phosphorus recovered from wastewater treatment works in existing UK fertiliser markets. *Environ. Technol.* 21 (9), 1067–1084.
- Hammer, M., et J. Clemens. 2007. « A Tool to Evaluate the Fertiliser Value and the Environmental Impact of Substrates from Wastewater Treatment ». *Water Science & Technology* 56 (5): 201. <https://doi.org/10.2166/wst.2007.573>.
- Hellström, Daniel, Erica Johansson, et Kerstin Grennberg. 1999. « Storage of Human Urine: Acidification as a Method to Inhibit Decomposition of Urea ». *Ecological Engineering* 12 (3-4): 253-69. [https://doi.org/10.1016/S0925-8574\(98\)00074-3](https://doi.org/10.1016/S0925-8574(98)00074-3).
- Hénault, C., A. Grossel, B. Mary, M. Roussel, et J. Léonard. 2012. « Nitrous Oxide Emission by Agricultural Soils: A Review of Spatial and Temporal Variability for Mitigation ». *Pedosphere* 22 (4): 426-33. [https://doi.org/10.1016/S1002-0160\(12\)60029-0](https://doi.org/10.1016/S1002-0160(12)60029-0).
- Höglund, « Evaluation of microbial health risks associated with the reuse of source-separated human urine » 2001.
- Jönsson, Hakan, Andra Baky, Ulf Jeppson, Daniel Hellström, et Erik Kärrman. 2005. « Composition of Urine, Faeces, Greywater and Biowaste », 49.
- Johansson, 2000 « Urine separation – Closing the nutrient cycle ».
- Karak, Tanmoy, et Pradip Bhattacharyya. 2011. « Human Urine as a Source of Alternative Natural Fertilizer in Agriculture: A Flight of Fancy or an Achievable Reality ». *Resources, Conservation and Recycling* 55 (4): 400-408. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2010.12.008>.
- Kirchmann, H., et S. Pettersson. 1995. « Human Urine - Chemical Composition and Fertilizer Use Efficiency ». *Fertilizer Research* 40 (2): 149-54. <https://doi.org/10.1007/BF00750100>.
- Larsen, Tove A. 2013. « Source Separation and Decentralization for Wastewater Management ». *Water Intelligence Online* 12 (janvier). <https://doi.org/10.2166/9781780401072>.
- Larsen, Tove A, et Willi Gujer. 1996. « Separate Management of Anthropogenic Nutrient Solutions (Human Urine) », 8.
- Li et Duan « Applications of Layered Double Hydroxides », Ministry of Education Key Laboratory of Science and Technology of Controllable Chemical Reactions, Beijing University of Chemical Technology, 100029 Beijing, P.R. China, DOI 10.1007/430_007
- Lienert, J., T. Bürki, et B.I. Escher. 2007. « Reducing Micropollutants with Source Control: Substance Flow Analysis of 212 Pharmaceuticals in Faeces and Urine ». *Water Science & Technology* 56 (5): 87. <https://doi.org/10.2166/wst.2007.560>.
- Maurer, M., W. Pronk, et T.A. Larsen. 2006. « Treatment Processes for Source-Separated Urine ». *Water Research* 40 (17): 3151-66. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2006.07.012>.
- Maurer, M, P Schwegler, et T A Larsen. 2003. « Nutrients in Urine: Energetic Aspects of Removal and Recovery », 10.
- Randall, D.G., et V. Naidoo. 2018. « Urine: The Liquid Gold of Wastewater ». *Journal of Environmental Chemical Engineering* 6 (2): 2627-35. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.04.012>.

Richert, Anna, Robert Gensch, et Håkan Jönsson. 2011. « Conseils Pratiques pour une Utilisation de l'Urine en Production Agricole », 73.

Rose, C., A. Parker, B. Jefferson, et E. Cartmell. 2015. « The Characterization of Feces and Urine: A Review of the Literature to Inform Advanced Treatment Technology ». *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 45 (17): 1827-79.

<https://doi.org/10.1080/10643389.2014.1000761>.

Smith, B. E. 2002. « Structure: Nitrogenase Reveals Its Inner Secrets ». *Science* 297 (5587): 1654-55. <https://doi.org/10.1126/science.1076659>.

Trogler, William C. 1999. « Physical Properties and Mechanisms of Formation of Nitrous Oxide ». *Coordination Chemistry Reviews* 187 (1): 303-27. [https://doi.org/10.1016/S0010-8545\(98\)00254-9](https://doi.org/10.1016/S0010-8545(98)00254-9).

Udert, K M, C Fux, M Münster, T A Larsen, H Siegrist, et W Gujer. 2003. « Nitrification and Autotrophic Denitrification of Source-Separated Urine », 12.

Wilsenach, J A, M Maurer, et T A Larsen. 2003. « From Waste Treatment to Integrated Resource Management », 9.

A. Général:

- Début expérimentation : 17 Mai 2018
- Fin expérimentation estimée : Mi-Juillet - 2018
- Conditions climatiques initiales de la serre : 20°C jour / 17°C nuit
- Analyses prévues: Matière fraîche, Matière sèche, Exportation d'azote, Exportation de phosphore
pH du sol, éléments nutritifs du sol.

B. Matériel :

- 155kg sol carencé en phosphore (Parcelle CP0 N°96 et N°102 de l'essai de Folleville)
- 14 produits :
 - Bidon 4L d'urine stockée
 - Bidon 4L de lisier
 - Bidon 4L d'Aurin
 - Bidon 4L urine + acide avant hydrolyse
 - Bidon 4L urine + base avant hydrolyse
 - Pot Urine + Chaux déshydratée
 - Pot Urine + Chaux/biochar déshydratée
 - Seau de mélange Urine + Copeaux
 - Seau de mélange Urine + boues achères
 - Bidon de 4L urine + acide après hydrolyse
 - Bidon de 4L d'urine fermentée
 - Pot de struvite
 - Pot des deux LDH
- Grande bâche pour homogénéisation du sol
- Cuillères en métal
- Grosses cuillères en plastique
- Essuie-tout
- Bidon de 10L eau osmosée
- 3 Balances
- 3 micropipettes (10/1/0,5mL)
- Dispensette pour eau osmosée + bidon
- Pipette / bécher / pissette d'eau
- Boite de gants
- Blouses
- Lunettes
- Masque
- Manchettes
- Spatule en plastique pour mélange
- Sacs Poubelle
- Seaux en plastique pour mélange
- 105 pots
 - Etiquettes pour pots
- Pots : Forme carré légèrement évasée à la base. Dimensions au sommet 13x13x10cm
- Ciseaux
- 105 sachets de 1g de graines
- Préparation des 105 étiquettes
- Transport du sol, pots, plateaux, coupelles aux serres et autre matériel aux serres
- Homogénéisation du sol sur une bâche avec pelle

C. Manipulations pré-expérimentation :

1. Préparation des solutions nutritives :

Les analyses du sol utilisé pour l'expérimentation révèlent une teneur élevée en Calcium et Soufre. Pour les oligoéléments Cuivre, Manganèse et Zinc le sol n'est pas carencé.

On prépare séparément 2 solutions nutritives pour éviter que le Fer précipite : 1 avec du Magnésium et 1 avec du Fer.

	Concentration (g/L)
Solution Phosphatée(K ₂ HPO ₄)	112.26
Solution Azotée (NH ₄ NO ₃)	142.86
Potassium solution (K ₂ SO ₄)	89.23
Mg solution	40
Fe solution	1

2. Préparation des produits :

Collecte de 8L d'urine fraîche divisée dans les 3 traitements :

Urine + copeaux, Urine + Base avant hydrolyse et Urine + Acide avant hydrolyse :

-2.66 L d'urine + 781.87 g de copeaux

-2.66 L d'urine + 26.68 g de chaux

-2.66 L d'urine + 4.28 mL de H₂SO₄ à 96%

Urine + acide après hydrolyse :

3L d'Urine stockée + 31.27 mL de H₂SO₄ (ajoutés progressivement pour voir la diminution du pH)

Urine + boues achères :

750g d'urine + 3kg de boues

D. Préparation des pots :

1. Traitements :

- 14 produits
- 2 traitements pour chaque produit
 - 1 dose complémentée en azote pour les produits phosphorés ou en phosphore pour les produits azotés
 - 1 dose non complémentée
- dose référence pour la complémentation en azote -> 150mgN/kgsol sec
- dose référence pour la complémentation en phosphore -> 50mgP/kgsol sec
- 3 Doses pour la courbe de réponse à l'azote 0-150-250 mgN/kgsol sec
- 3 Doses pour la courbe de réponse au phosphore : 0-50-100 mgP/kgsol sec
- 1 Traitement témoin
- 3 Réplicas par traitement
- Au moins 3 coupes à environ 20j d'écart
- 105 pots au total

2. Expérimentation :

- a) Urine, Aurin, Solution azotée et phosphatée, urine + acide avant hydrolyse, urine + acide après hydrolyse, urine + base avant hydrolyse, urine fermentée : disposés en couches avec la solution nutritive

-Préparer 12 flacons (3 répliques x 4 couches) de PRO + solution nutritive (Mg et Fe, solution azotée, solution potassique ou phosphatée) avec une pipette. L'eau est ajoutée pour ajuster jusqu'à 90% de la capacité au champ avec pissette et balance.

- Etiqueter les pots
- Remplir les pots de 325 g de terre
- Epancre 1^{er} flacon (4 flacons par pot)

- Recommencer l'opération pour 3 couches.
- Remplir 162,5g de terre pour la dernière couche de sol.
- Tasser légèrement le sol
- Semer 1 g de graines
- Recouvrir des derniers 162,5g de sol
- Epancre le 4^{ème} flacon.
- Tasser légèrement le sol
- Placer sur le plateau selon le plan de répartition

Tableau des volumes de solution nutritive (Mg et Fe, solution azotée, solution potassique ou phosphatée) et d'eau pour chaque pot contrôle.

Treatment	Nutritive solution doses					Water volum per layer in mL
	Mg solution	Fe solution	N solution	P solution	K solution	
	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	
0N0P	1,4615	1,4615			1,4615	27,2253
0N50P	1,4615	1,4615		0,7308	0,7308	27,2253
0N100P	1,4615	1,4615		1,4615		27,2253
150N0P	1,4615	1,4615	0,8769		1,4615	26,3484
150N50P	1,4615	1,4615	0,8769	0,7308	0,7308	26,3484
150N100P	1,4615	1,4615	0,8769	1,4615		26,3484
250N0P	1,4615	1,4615	1,4615		1,4615	25,7638
250N50P	1,4615	1,4615	1,4615	0,7308	0,7308	25,7638
250N100P	1,4615	1,4615	1,4615	1,4615		25,7638

Tableau des volumes des produits liquides azotés, solution nutritive et eau pour chaque pot.

Treatment	Product doses in mL	Product doses per layer in mL	Nutritive solution doses				Water volum per layer in mL
			Mg solution	Fe solution	P solution Complementation	K solution	
			Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	
Stored Urine	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615		1,4615	20,5821
	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615	1,4615		20,5821
Aurin	2,6477	0,6619	1,4615	1,4615		1,4615	26,5634
	2,6477	0,6619	1,4615	1,4615	1,4615		26,5634
Urine + Acid before hydrolysis	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615		1,4615	20,5821
	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615	1,4615		20,5821
Urine + Acid after hydrolysis	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615		1,4615	20,5821
	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615	1,4615		20,5821
Alkanised urine before hydrolysis	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615		1,4615	20,5821
	26,5730	6,6433	1,4615	1,4615	1,4615		20,5821
Fermented urine	58,4606	14,6152	1,4615	1,4615		1,4615	12,6101
	58,4606	14,6152	1,4615	1,4615	1,4615		12,6101

b) Lisier, urine + copeaux, urine + boues, urine + chaux déshydratée, urine + chaux(Biochar) déshydratée, Struvite, LDH (urine), LDH (urine synthétique) : dispersés dans le sol

-Préparation des béciers:

Pour chaque produit :

- 1 dose complétementée
-1 dose non complétementée
x3 réplicas
au total : 6 béciers

-1 dose seulement pour chaque LDH parce qu'il n'y a pas assez de produit dont un est complétementée et l'autre ne l'est pas.
x3 réplicas
au total : 3 béciers

Urine+ Chaux déshydratée : 6 béciers de 1.0636g

Urine + Chaux(Biochar) déshydratée : 6 béciers de 1.3307g

Struvite : 6 béciers de 4.6324g

LDH (urine synthétique) : 3 béciers de 1.4615g

LDH (urine stockée) : 3 béciers de 2.3384g

Urine + boues achères : 6 béciers de 1.7631g

Urine + copeaux : 6 béciers de 34.1653g

-Préparer 12 flacons (3 réplicas x 4 couches) de solution nutritive (Mg et Fe, solution azotée, solution potassique ou phosphatée) avec une pipette. L'eau est ajoutée pour ajuster jusqu'à 90% de la capacité au champ avec pipette, à laquelle est soustraite 5mL pour chaque couche (4x5 = 20mL au total) correspondant au volume nécessaire au rinçage du bécier afin de ne pas perdre de produit.

- Etiqueter les pots
- Dans un bac rectangulaire peser 1.3 kg de sol
- Ajouter le contenu de 1 bécher de produits dans le bac
- Rincer avec 20mL d'eau
- Mélanger pour homogénéiser
- Remplir les pots de 330 g de terre
- Epande 1^{er} flacon (4 flacons par pot)

- Recommencer l'opération pour 3 couches.
- Remplir 165g de terre pour la dernière couche de sol.
- Tasser légèrement le sol
- Semer 1g de graines
- Recouvrir des derniers 165g de sol
- Epande le 4^{ème} flacon.
- Tasser légèrement le sol
- Placer sur le plateau selon le plan de répartition

Cas particulier pour le produit Urine + Boues qui est mélangé aux 20mL d'eau puis versé dans le bac de sol.

Tableau des masses des produits phosphatés solides, et volumes de solution nutritive et eau pour chaque pot.

Treatment	Product doses per pot in g	Nutritive solution doses				Water volum per layer in mL
		Mg solution	Fe solution	N solution Complementation	K solution	
		Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	
Struvite (as P fertilizer)	4,6324	1,4615	1,4615		1,4615	22,2253
	4,6324	1,4615	1,4615	1,4615	1,4615	20,7638
Layered double hydroxides (stored urine)	2,3384	1,4615	1,4615		1,4615	22,2253
Layered double hydroxides (synthetic urine)	1,4615	1,4615	1,4615	1,4615	1,4615	20,7638
Urine + sludge (Achères)	1,7631	1,4615	1,4615		1,4615	22,2253
	1,7631	1,4615	1,4615	1,4615	1,4615	20,7638

Tableau des masses des produits azotés solides, et volumes de solution nutritive et eau pour chaque pot.

Treatment	Product doses per pot in g	Nutritive solution doses				Water volum per layer in mL
		Mg solution	Fe solution	P solution Complementation	K solution	
		Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	Dose per layer in mL	
Urine + Dehydrated lime (Uppsala)	1,0636	1,4615	1,4615		1,4615	22,2253
	1,0636	1,4615	1,4615	1,4615		22,2253
Urine + Dehydrated lime (Biochar) (Uppsala)	1,3307	1,4615	1,4615		1,4615	22,2253
	1,3307	1,4615	1,4615	1,4615		22,2253
Urine + chips	34,1653	1,4615	1,4615		1,4615	25,2608
	34,1653	1,4615	1,4615	1,4615		25,2608
Slurry	44,9697	1,4615	1,4615		1,4615	16,5843
	44,9697	1,4615	1,4615	1,4615		16,5843

3. Prélèvement :

- Coupe à 1cm du sol
- Pesée fraîche
- Mise à l'étuve à 40°C pendant 5jours
- Pesée sèche

E. Suivie de l'expérimentation

- 3 Arrosages par semaine au moins
- Arrosage à 100% de la capacité aux champs
- Suivi du poids de la plante dans son pot
- Rotation des plateaux par groupe chaque arrosage en fonction du plan.

Annexe 2 : Collecte d'urine

Contexte de la collecte

Savez-vous que vous produisez (et malheureusement jetez) chaque jour 1,5 L d'engrais complet ? Comment ? Grâce à vos urines ! Une fois apportés au champ, les engrais (azote, phosphore, potassium) sont absorbés par les cultures puis par les consommateurs de ces cultures : Nous. Après avoir traversé notre corps, ils sont orientés vers les stations d'épuration et finissent pour partie dans les rivières occasionnant diverses pollutions. Aujourd'hui, la gestion de ces éléments essentiels en agriculture est linéaire. La fabrication des engrais représente un coût énergétique très important et pour certains éléments fossiles (phosphore, ...), nous ne disposons de réserves (minières) que pour quelques décennies si nous ne bouclons pas les cycles. Présents en quantités considérables dans les eaux usées, ils sont pourtant extrêmement peu recyclés. Aujourd'hui, en Ile-de-France seulement 4% de l'azote des eaux usées est recyclé alors que ce gisement représente 140% de nos besoins en engrais azoté ! Les urines présentent l'avantage de concentrer la majorité des nutriments excrétés dans un faible volume. De plus, elles sont faiblement contaminées en éléments pathogènes et en métaux. De nombreux traitements peuvent être effectués sur les urines afin d'aboutir à différents produits (liquides, solides, concentrés...). Dans le cadre du programme de recherche AGROCAPI, nous étudions le potentiel fertilisant de ces différents produits à travers des essais en serre et au champ.

Pourquoi collectons-nous votre urine ?

L'azote que vous excrétez est sous forme d'urée. Cependant, dans un milieu non stérile, l'urée va se dégrader rapidement en ammoniac entraînant une forte odeur et des pertes gazeuses lors de l'épandage au champ. En mélangeant de l'urine « fraîche » avec de l'acide ou de la chaux nous souhaitons bloquer cette dégradation de l'urée afin d'obtenir un produit avec peu d'odeur et dont la volatilisation sera faible. Contact : tristan.martin@inra.fr

Affiche de la collecte :

