



**HAL**  
open science

# Etude des facteurs impliqués dans les émissions de N<sub>2</sub>O en fonction des pratiques culturales

Raphaëlle Planche

► **To cite this version:**

Raphaëlle Planche. Etude des facteurs impliqués dans les émissions de N<sub>2</sub>O en fonction des pratiques culturales. Sciences agricoles. 2011. hal-02806076

**HAL Id: hal-02806076**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02806076v1>**

Submitted on 6 Jun 2020

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

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

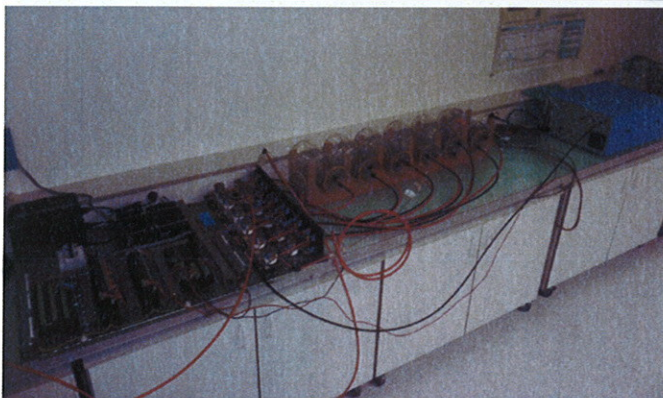
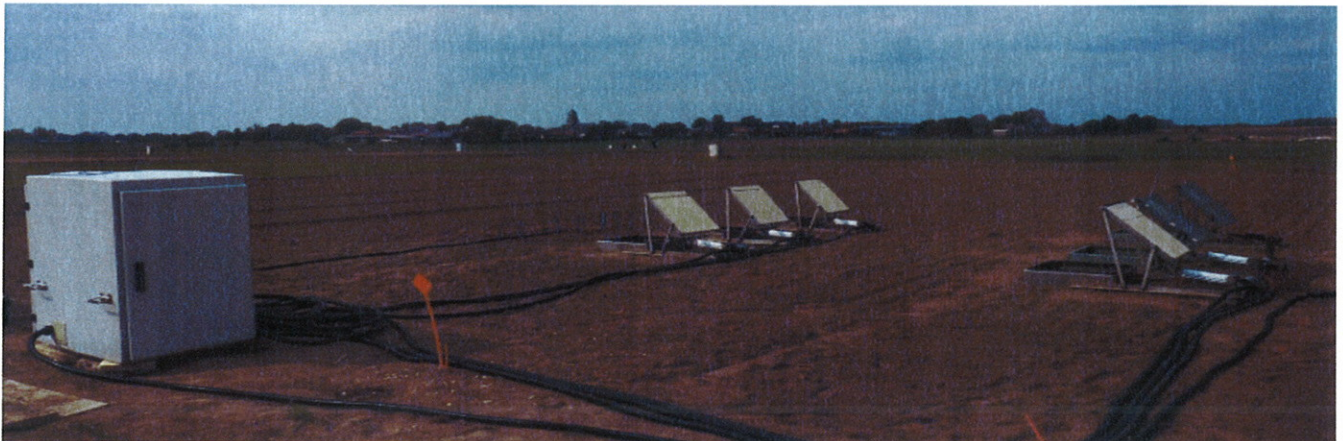
Raphaëlle PLANCHE

Stage de 2<sup>ème</sup> année [11/04 au 17/06/11]  
DUT Génie Biologique - Génie de l'Environnement  
Promotion : 09/11  
Année universitaire 2010-2011



Tuteur IUT : Ilham Mokbel

## *Etude des facteurs impliqués dans les émissions de N<sub>2</sub>O en fonction des pratiques culturales.*



### Structure d'accueil :

US Agro-Impact - INRA  
Pôle du Griffon - Laon  
180 rue Pierre-Gilles de Gennes  
02000 Barenton-Bugny



Maître de stage : Magali ROUSSEL  
[Ingénieur de recherche post doctorat]

## Remerciements

Je commencerai par remercier Magali ROUSSEL, ma maître de stage, pour m'avoir permise d'intégrer l'Unité Agro-Impact de l'INRA de Laon. J'ai apprécié sa pédagogie et les conseils qu'elle a su me donner durant ces dix semaines. Son oreille attentive, sa gentillesse, tout comme sa disponibilité, m'ont été précieuses.

Mes remerciements s'adressent également à Hubert BOIZARD, directeur de l'Unité, et à Valérie DAZIN, secrétaire de direction, pour m'avoir accueilli dans cette équipe.

Je tiens aussi à remercier Arnaud COUE, délégué prévention du centre INRA de Lille, et Caroline DOMINIARCZYK, agent chargé de prévention de l'Unité, pour le temps qu'ils ont pris à répondre à mes questions portant sur la santé et la sécurité à l'INRA.

Je remercie également Madame Ilham MOKBEL, ma tutrice de stage, pour avoir suivi le bon déroulement de mon stage et pour ces recommandations concernant la rédaction du rapport et la préparation de la soutenance de stage.

Je terminerai ces remerciements en les adressant à l'ensemble du personnel et des stagiaires travaillant dans l'Unité Agro-Impact pour leur très bon accueil, leur sympathie et leur disponibilité.

# Sommaire

## Remerciements

## Sommaire

<b>Introduction</b> .....	1
<b>I. L'INRA, un institut au cœur des problématiques environnementales</b> .....	4
1. De la création de l'INRA à nos jours.....	4
2. La structure de l'INRA.....	5
3. Le centre de Lille et les missions de l'Unité Agro-impact .....	5
4. Mon stage au sein de cette Unité.....	6
<b>II. Matériels et méthodes</b> .....	8
1. Suivi des teneurs en azote minéral et de l'humidité du sol.....	8
➤ Le site expérimental d'Estrées-Mons .....	8
➤ Mes expérimentations sur ces parcelles.....	9
➤ Humidité des échantillons de sol .....	14
2. Mesures des émissions de N <sub>2</sub> O et de CO <sub>2</sub> en laboratoire .....	15
➤ Le site expérimental de Boigneville .....	15
➤ Mes expérimentations sur ces deux essais .....	15
<b>III. Résultats et Discussion</b> .....	22
1. Suivi de l'azote minéral et de l'humidité sur les sols de Mons .....	22
➤ Pour les deux parcelles de Miscanthus .....	22
➤ Pour les parcelles de Fétuque et Luzerne.....	25
2. Mesures en laboratoire des émissions de N <sub>2</sub> O et CO <sub>2</sub> des échantillons de Boigneville.....	28
➤ Comparaison entre les 2 phases et les 2 essais .....	28
➤ Comparaison entre les traitements et les profondeurs .....	29
<b>Conclusion</b> .....	32
A. Bilan scientifique de mon travail.....	32
B. Bilan personnel du stage.....	33

## Bibliographie

## Glossaire

## Index des figures

## Table des annexes

## Annexes

## Abstract

## Introduction

Aujourd'hui, le changement climatique et plus particulièrement l'amplification de l'effet de serre sont au cœur des débats. Les Gaz à Effet de Serre (GES) naturellement présents à faible concentration permettent de maintenir une température propice à la vie sur Terre. En leur absence, la température à la surface de la Terre serait, en effet, d'environ  $-17^{\circ}\text{C}$ .

Le principe est le suivant : le Soleil est la principale source d'énergie reçue par Terre. Une partie de cette énergie est directement réfléchi, une autre est absorbée et la dernière est rayonnée sous forme d'infrarouges (rayonnement thermique) par la planète. Ce rayonnement émis est diffusé vers l'espace mais également intercepté par les GES de l'atmosphère, qui l'absorbent.

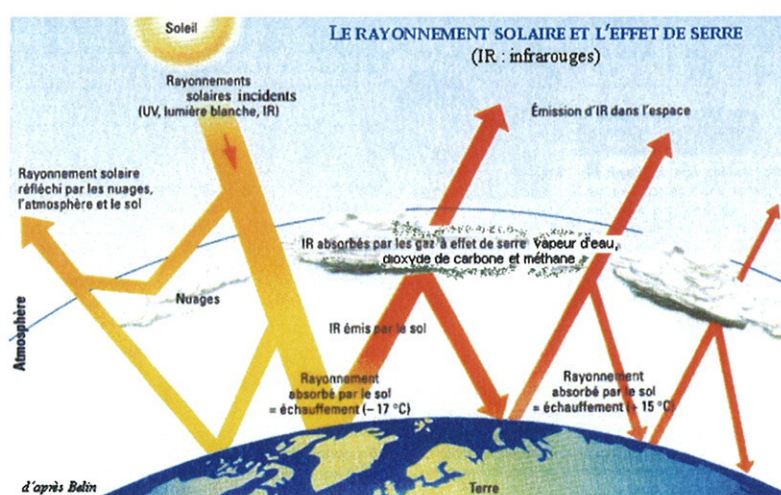


Figure 1 : Schéma expliquant le principe de l'effet de serre (d'après Belin)

Les principaux GES présents dans l'atmosphère sont (selon le GIEC 2001) :

- la vapeur d'eau ( $\text{H}_2\text{O}$ )
- le dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ )
- le protoxyde d'azote ou oxyde nitreux ( $\text{N}_2\text{O}$ )
- le méthane ( $\text{CH}_4$ )
- l'ozone ( $\text{O}_3$ ).

Or, à cause des activités anthropiques qui s'amplifient depuis la révolution industrielle, la concentration de ces gaz augmente, notamment celles du  $\text{CO}_2$  et du  $\text{N}_2\text{O}$  :

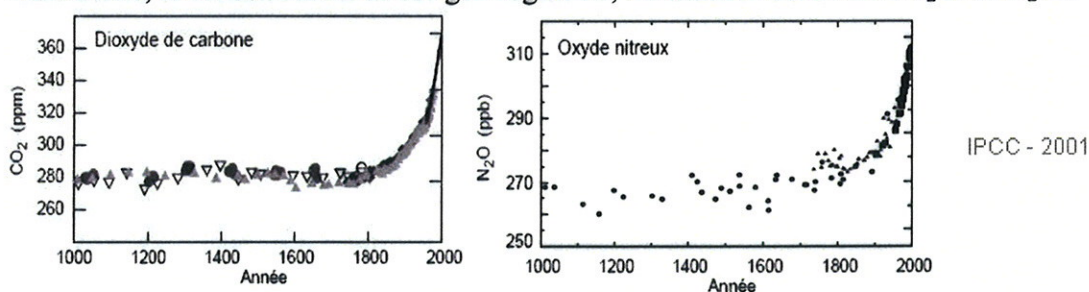
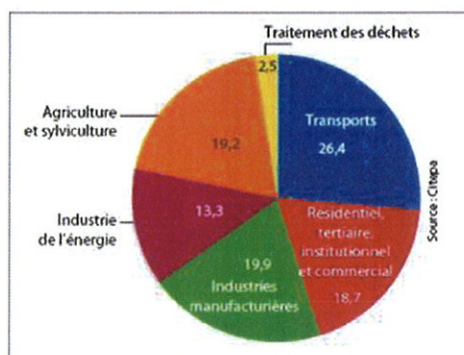


Figure 2 : Relevés des changements dans la composition atmosphérique de la teneur en  $\text{CO}_2$  et  $\text{N}_2\text{O}$  (exprimée en ppmv et ppbv : parties par million et billion en volume) au cours des 1000 dernières années.

Aujourd'hui, la teneur atmosphérique en CO<sub>2</sub> mesurée est de 380 ppm et celle en N<sub>2</sub>O est de 319 ppb.

Selon le Groupe d'Experts Intergouvernemental sur l'Evolution du Climat (GIEC), un réchauffement climatique de l'ordre de 1,9° à 2°C d'ici 2100 est désormais inévitable. La sonnette d'alarme a été tirée, mais les mesures et les objectifs de réduction des GES sont restés bien en deçà des préconisations de la communauté scientifique (Lepage 2009, Monbiot 2009). L'urgence est de mettre en place le plus rapidement possible des mesures effectives de réduction de ces gaz et de Captage et Stockage de Carbone (CSC) pour limiter le réchauffement.

Contribution aux émissions de gaz à effet de serre en France en 2006, par secteur d'activités, en %



Contribution à l'effet de serre des différents gaz, en %

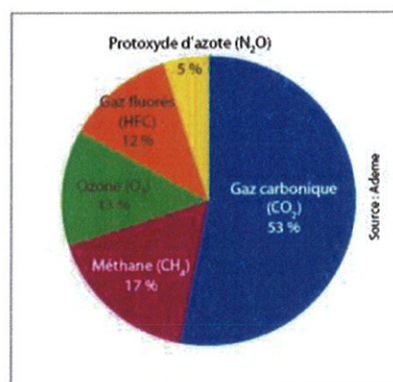


Figure 3 : Contribution de chaque secteur d'activité aux GES et contribution des différents GES à l'effet de serre (d'après «L'état du développement durable en France, Alternatives économiques, Juin 2008»)

La contribution des différents gaz à l'effet de serre est très variable, la plus forte étant celle du CO<sub>2</sub> avec 53% et la plus faible celle du N<sub>2</sub>O avec 5%. Cependant, cette contribution n'est pas seule déterminante. En effet, chaque gaz possède un Pouvoir de Réchauffement Global (PRG) qui lui est propre. Le PRG d'un gaz correspond à la puissance radiative qu'il va renvoyer vers le sol et permet alors de quantifier sa participation au réchauffement climatique. Il se mesure relativement au CO<sub>2</sub> qui possède un indice 1. Pour chaque GES, un PRG exprimé en Teq (Tonne équivalent Carbone) est alors attribué. Ainsi, le PRG du N<sub>2</sub>O est de 300, ce qui signifie qu'une tonne de N<sub>2</sub>O équivaut environ à 300 tonnes de CO<sub>2</sub>. L'étude et la réduction des émissions de N<sub>2</sub>O sont donc primordiales.

Avec 13,5 % des émissions globales de GES, l'agriculture se place au 4<sup>ème</sup> rang des activités les plus émettrices au niveau mondial. Elles se font principalement sous forme de N<sub>2</sub>O (46%), de CH<sub>4</sub> (45%) et de CO<sub>2</sub> (9%). Les émissions de méthane sont liées à la production animale, alors que les émissions de protoxyde d'azote sont produites dans les sols agricoles cultivés, notamment dans les systèmes avec de forts apports d'engrais azotés.

L'agriculture a donc sa carte à jouer dans la lutte contre le changement climatique.

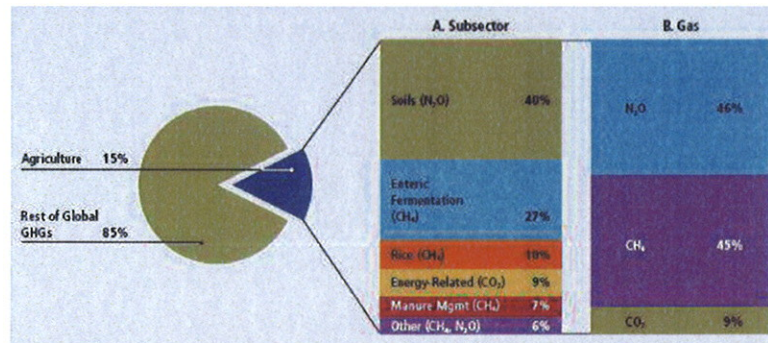


Figure 4 : Emissions de GES en agriculture (d'après Baumert et al. (2005))

Pour limiter ces émissions en agriculture, il est important d'étudier leur origine. Pour le CO<sub>2</sub>, elles sont liées à la respiration des microorganismes, des racines et de la faune du sol. Elles sont principalement d'origine microbienne pour le N<sub>2</sub>O. Deux processus entrent en jeu : le N<sub>2</sub>O est un intermédiaire réactionnel de la nitrification (transformation de l'ammonium en nitrate) et de la dénitrification (transformation des nitrates en N<sub>2</sub>). Il arrive que ces réactions soient incomplètes et produisent du N<sub>2</sub>O, qui après diffusion dans le sol est émis dans l'atmosphère.

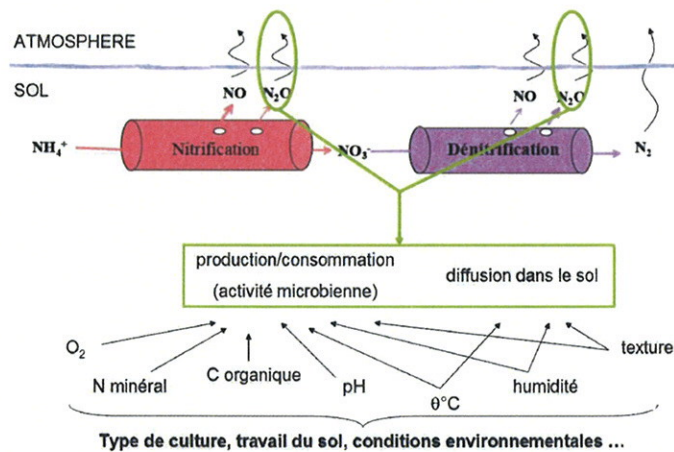


Figure 5 : Origine des émissions de N<sub>2</sub>O par les sols cultivés (d'après Firestone & David (1989); Khalil (2005))

Les émissions de N<sub>2</sub>O dépendent des propriétés physiques (structure\*, texture\*) et chimiques (pH, substrats...) du sol, certaines d'entre elles pouvant agir directement sur l'activité biologique, ou indirectement via le microclimat (température, humidité), l'oxygénation du sol, etc. Les pratiques culturales (travail du sol, fertilisation...) vont donc influencer des facteurs édaphiques\* tels que l'humidité, la température ou la quantité de substrats des réactions de nitrification et de dénitrification, ce qui peut conduire à augmenter ou diminuer les émissions de N<sub>2</sub>O.

Or, l'intensité de ces émissions ainsi que l'effet des facteurs cités ci-dessus restent mal connus, en particulier pour le N<sub>2</sub>O.

# **I. L'INRA, un institut au cœur des problématiques environnementales**

Depuis 1984, l'INRA (Institut National de la Recherche Agronomique) est un Etablissement Public à caractère Scientifique et Technologique (EPST), placé sous la double tutelle des ministères en charge de la recherche et de l'agriculture (BOISSEAU.F, 2004). Aujourd'hui, l'INRA est le premier organisme européen de recherche agronomique et le deuxième au niveau mondial pour ses publications. Cette notoriété s'est bâtie sur une prise de conscience des grands enjeux de l'agriculture depuis les années 50 : développer une alimentation saine et de qualité, une agriculture compétitive et durable, et un environnement préservé et valorisé.

## **1. De la création de l'INRA à nos jours...**

*1946* : Suite à la seconde guerre mondiale, l'agriculture française est affaiblie et ne peut plus subvenir aux besoins alimentaires de la population. C'est ainsi que l'INRA est créé avec pour objectif d'améliorer les techniques de production pour développer l'agriculture.

*Années 60* : Grâce à la modernisation des techniques, l'agriculture française peut, à présent, nourrir seule sa population.

*Années 70* : La France devient le premier pays exportateur de denrées alimentaires. Des travaux débutent sur la transformation de la matière première agricole pour limiter les excédents. L'INRA crée des partenariats avec les industries. L'agriculture devient le "pétrole vert".

*1973* : La crise énergétique incite l'INRA à se préoccuper de l'environnement et du développement local.

*Années 80* : Les pratiques de recherche évoluent et les biotechnologies sont en plein essor. L'INRA travaille à l'amélioration de la qualité des produits agricoles et leur adaptation à la demande des consommateurs. Il a également pour mission la protection et la gestion des ressources naturelles et de l'espace rural.

*Années 90* : Les crises dues à la sécurité sanitaire des aliments, l'impact des pratiques agricoles sur les écosystèmes ainsi que la préoccupation de plus en plus importante pour la préservation de l'environnement poussent l'INRA à élargir ses champs de compétences aux interactions entre agriculture, alimentation et environnement.

*Années 2000* : Les problématiques liées à l'environnement et à la santé guident les recherches de l'INRA qui œuvre pour le développement durable à l'échelle planétaire. De nombreux partenariats scientifiques sont mis en place pour traiter au mieux ces problèmes.



## 2. La structure de l'INRA

L'INRA se répartit en 20 centres régionaux (19 centres de recherche et 1 centre SDAR\*) en France métropolitaine et outre-mer. Les recherches menées s'orientent autour de 14 départements scientifiques ayant leur propre thème de travail.

Au sein de chaque centre, s'articulent les unités qui peuvent être de 3 types : les unités de recherche, les unités mixtes de recherche qui travaillent en partenariat avec d'autres organismes tels que des universités, des centres de recherches publiques (CNRS\*) ou encore privés (*Arvalis*) et les unités de service.

Puis au sein de chaque unité, on retrouve différentes équipes travaillant sur des thèmes plus ou moins reliés.

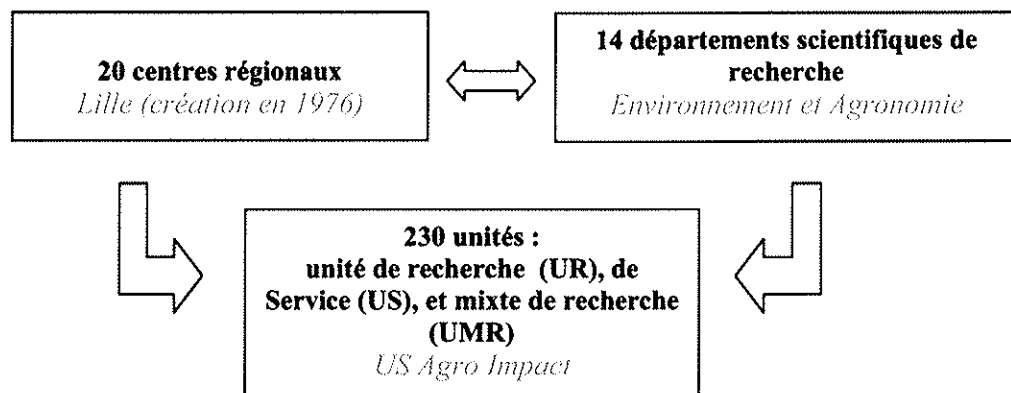


Figure 6 : Schéma de l'organisation de l'INRA du national à l'équipe «Azote et Matière organique» de l'Unité Agro-Impact.

## 3. Le centre de Lille et les missions de l'Unité Agro-impact

Le centre de recherche de l'INRA de Lille est composé de sept unités :

- 3 unités de recherche : - Procédés aux Interfaces et Hygiène des Matériaux.
  - Stress Abiotiques\* et Différenciation des Végétaux cultivés.
  - Fractionnement des agroressources et environnement.
- 2 unités de service : - **Agro-Impact**. (cf. Annexes 1 et 2 : Organigrammes)
  - Laboratoire d'Analyse des Sols.
- 1 unité expérimentale : Domaine expérimental de Brunehaut.
- 1 service déconcentré d'appui à la recherche : SDAR.

L'ensemble de ces unités appartient à quatre départements scientifiques : **Environnement et Agronomie**, Génétique et Amélioration des Plantes, Caractérisation et Elaboration des Produits Issus de l'Agriculture, et Microbiologie et Chaîne Alimentaire.

Les travaux de l'unité Agro-Impact peuvent être classés selon 4 thématiques majeures:

- La quantification, hiérarchisation, modélisation des impacts à court et long terme dans les trois compartiments : sol, eau et air.
- La prise en compte explicite des pratiques culturales.

- L'étude des cultures dédiées à la production de biomasse avec des travaux conduits sur le fonctionnement des plantes et les impacts environnementaux.
- La mise au point d'outils d'aide à la décision en matière de fertilisation et d'impacts environnementaux Carbone-Azote.

Pour cela, les études portent sur :

- L'analyse des cycles couplés de l'azote et du carbone dans les sols cultivés et leur modélisation
- L'étude et la modélisation de l'évolution de la structure et du fonctionnement physique des couches superficielles des sols cultivés sous l'effet des contraintes anthropiques\* (travail du sol, passages d'engins) et climatiques
- Les impacts environnementaux des modes d'occupation et de gestion des sols cultivés (qualité des sols, des eaux et de l'atmosphère) et notamment les questions posées par la conduite de systèmes de culture ayant vocation à produire de la biomasse végétale à des fins énergétiques ou de bio-matériaux.

#### **4. Mon stage au sein de cette Unité**

Mon stage intervient dans le projet *GESSYS\** mis en place en 2007 (par l'Unité Agro-Impact Laon-Mons). Ce projet vise à contribuer à une meilleure quantification des émissions de  $N_2O$  et  $CO_2$ , gaz à effet de serre émis par les sols agricoles en système de grande culture du nord de la France soumis à différentes pratiques culturales. Les systèmes étudiés sont les cultures à vocation alimentaire (*site de Boigneville*) ainsi que les cultures dédiées à la production de biomasse (*Estrées-Mons*). La biomasse va permettre la production de granulés ou plaquettes\* ainsi que de biocarburants de deuxième génération. Les plantes étudiées sont pérennes (*Miscanthus\**, *Switchgrass\**) ou pluriannuelles (luzerne\*, fétuque\*).

Ma problématique est la suivante : «Etude des facteurs impliqués dans les émissions de  $N_2O$  en fonction des pratiques culturales».

Mon stage consiste à compléter une étude déjà en cours d'acquisition de références *in situ* (terrain) sur les émissions de  $N_2O$  et de  $CO_2$  dans différents contextes pédo-climatiques.

Mon travail s'articule en deux parties :

- Le suivi de certains facteurs explicatifs des émissions de  $N_2O$  *in situ* : teneur en azote minéral des sols (nitrate et ammonium qui sont les substrats des réactions de nitrification et de dénitrification) et de l'humidité des sols. Cette partie permet de comparer, pour des cultures à vocation énergétique (*Miscanthus\**, fétuque et luzerne), l'effet de différentes pratiques culturales sur les caractéristiques du sol et ce à différentes profondeurs.
- Pour mieux comprendre les facteurs "favorisant" ces émissions et découpler leur effet respectif, il est nécessaire de réaliser des mesures d'émissions en conditions contrôlées (ce qui permet de faire varier chaque facteur indépendamment des autres), en laboratoire. Cette expérimentation est en cours de développement au sein de l'Unité Agro-Impact.

Les mesures d'émissions en conditions contrôlées sont réalisées en laboratoire à l'aide d'un système automatisé qui nécessite en amont un travail méthodologique relativement conséquent; détermination des temps d'incubation, programmation informatique de l'automate et méthodes de calcul. J'ai donc participé à sa mise au point et à son utilisation en routine (définition et amélioration du protocole expérimental). Pour ce faire, des échantillons de sols caractérisés par différentes modalités de travail du sol (labour\*, travail superficiel\* et semis-direct\*), et prélevés à deux profondeurs (en surface et entre 15 et 20 cm), et pour lesquels des mesures *in situ* sont disponibles ont été utilisés.

Le calcul des flux de  $CO_2$  et de  $N_2O$ , outre l'aspect validation, permet plusieurs comparaisons :

- celle des données de terrain et des mesures en laboratoire.
- celle d'échantillons issus de modalités de travail du sol identiques mais provenant de micro-parcelles différentes.
- celle des différents horizons de sol pour une même modalité de travail.

Enfin, ce calcul peut également mettre en évidence une variabilité inter-échantillons (sols appartenant au même horizon et travaillés selon la même modalité).

## **II. Matériels et méthodes**

Pour mesurer en continu et à long terme (plusieurs années) les émissions de N<sub>2</sub>O et de CO<sub>2</sub>, l'Unité Agro-Impact a mis en place des systèmes automatisés d'analyse de ces gaz. Ces systèmes et leur fonctionnement sont présentés en annexe (cf. Annexe 3 : *Système automatisé de mesure des flux de N<sub>2</sub>O et de CO<sub>2</sub> au champ*). Ils fonctionnent depuis 2007 et ont été disposés sur deux sites expérimentaux du nord de la France : Estrées-Mons et Boigneville. Ces sites présentent des modalités de traitement variées : travail du sol, culture intermédiaire, fertilisation...

### **1. Suivi des teneurs en azote minéral et de l'humidité du sol**

#### **➤ Le site expérimental d'Estrées-Mons**

Ce site se trouve dans la Somme en Picardie (Latitude 50°N, longitude 3°E, altitude 85m). Il a été implanté sur une parcelle de 4,5 ha du domaine expérimental INRA d'Estrées-Mons.

(Le climat est un climat océanique tempéré avec une pluviométrie annuelle de 624 mm et une température moyenne de 10.7°C.)

En 2006 a été mis en place le dispositif «Biomasse & Environnement» qui a pour objectif d'étudier sur le long terme les impacts environnementaux de la culture de plantes dédiées à la production de biomasse. (cf. Annexe 4 : *Plan et photographie du dispositif «Biomasse & Environnement» du domaine expérimental de Mons*)

Les cultures étudiées via ce dispositif sont pérennes (Miscanthus, Switchgrass), pluriannuelles (Fétuque et Luzerne) et annuelles (Sorgho et Triticale). Deux niveaux de fertilisation azotée sont adoptés pour chaque culture (avec ou sans fertilisation). De plus, deux modes de récolte sont imposés pour les cultures pérennes :

- Coupe précoce lorsque les feuilles sont encore vertes, en automne
- Coupe tardive lorsque la biomasse est sèche, en fin d'hiver.

Ces deux coupes pour le Miscanthus diffèrent par la présence du mulch sur la coupe tardive, c'est-à-dire d'une couche de résidus végétaux (feuilles et tige) non récoltés puisque les feuilles sont déjà tombées au sol au moment de la récolte. Par contre, pour la coupe précoce, comme les plantes sont récoltées alors qu'elles sont encore vertes, très peu de résidus sont présents sur le sol. Ainsi, il n'y a pas de protection physique du sol.

Le suivi des émissions de gaz à effet de serre, ainsi que de leurs déterminants (température du sol, humidité et teneur en azote minéral du sol) est actuellement réalisé sur quatre parcelles :

- Deux parcelles de Miscanthus fertilisées le 29/04/2011 (120 kg N/ha de mélange urée et ammo-nitrate) qui diffèrent par la date de coupe (précoce notée CP et tardive notée CT)
- Deux parcelles, l'une sur laquelle est implantée de la luzerne et l'autre sur laquelle est implantée de la fétuque.

Les cultures de fétuque et de luzerne sont en rotation, c'est-à-dire que tous les 3 ans, une inversion a lieu entre les deux cultures : de la luzerne est semée après destruction de la fétuque et inversement. Cette inversion a eu lieu en avril 2011. Aucune fertilisation n'est apportée la première année d'inversion mais ces parcelles ont été irriguées les 12 et 16/05/2011 à cause de la sécheresse actuelle.



Figure 7 : Photographie de *Miscanthus* sur le dispositif «Biomasse&Environnement» de Mons



Figure 8 : Photographie de luzerne sur le dispositif «Biomasse&Environnement» de Mons

## ➤ Mes expérimentations sur ces parcelles

### a. Prélèvements des échantillons

Mon travail a été de récolter des échantillons sur les quatre parcelles pour analyser la teneur en azote minéral de ces sols et leur humidité afin d'essayer, par la suite, de corréler ces données aux émissions de  $N_2O$  enregistrées *in situ*. Les prélèvements ont eu lieu les: 24 mars (antérieur à mon stage mais qui me servira de comparaison), 4 mai et 17 mai 2011.

Les échantillons sont prélevés à quatre profondeurs : 0-1 cm (sur *Miscanthus* uniquement), 0-5 cm, 5-15 cm et 15-30 cm.

Pour les profondeurs 0-5, 5-15, 15-30 cm, on utilise une tarière de 6 cm de diamètre et 30 cm de hauteur. Sur chacune de ces 4 parcelles, on reproduit 3 fois la même opération (prélèvements à 3 endroits différents) afin d'obtenir 3 répétitions et pouvoir ainsi comparer les résultats obtenus pour les valider ou non et écarter un résultat s'il n'est pas en accord avec les deux autres.

Pour la profondeur 0-1 cm, on mesure et délimite une surface sur la parcelle de 50cm\*50cm et on "gratte" la couche de sol pour récupérer le premier centimètre. On effectue cette opération une seule fois sur une parcelle. On obtient donc deux échantillons 0-1 cm correspondant aux traitements *Miscanthus* CP et *Miscanthus* CT.

Chaque prélèvement est mis dans un sac en plastique, identifié et numéroté (9 "carottes" par modalité + 2 prélèvements 0-1 cm et 4 modalités). Les sacs sont ensuite conservés dans une glacière pendant le transport et en chambre froide à environ 4°C dès le retour au laboratoire à Laon jusqu'à l'extraction.

## b. Extraction de l'azote minéral

Le lendemain des prélèvements, nous procédons à l'extraction de l'azote minéral, c'est-à-dire des ions ammonium  $\text{NH}_4^+$  et nitrate  $\text{NO}_3^-$  présents dans ces sols afin de connaître leur concentration.

### ❖ Rappel de physico-chimie des sols

L'azote est présent sous différentes formes dans le sol : principalement sous forme d'azote organique, mais également sous forme d'azote minéral.

Les ions  $\text{NO}_3^-$  étant solubles dans l'eau, la percolation de cette dernière sur les sols suffirait à extraire ces ions. Cependant, les ions  $\text{NH}_4^+$  sont liés aux colloïdes\* du sol. Il faut donc utiliser une solution qui permette de faire un échange d'ions afin de libérer les ions  $\text{NH}_4^+$  fixés, qui se retrouveront alors en solution, en les remplaçant par d'autres cations. Pour ce faire, on utilise une solution de KCl à 1 mol/L (les ions  $\text{K}^+$  vont prendre la place des ions  $\text{NH}_4^+$ ). Les deux ions d'intérêt ainsi extraits du sol se retrouvent en solution et peuvent à présent être dosés.

### ❖ Préparation des échantillons pour l'extraction de l'azote minéral

Nous utilisons un sachet rigide en plastique, qui porte le même numéro que l'échantillon de sol auquel il se réfère, où nous procédons au mélange d'une certaine quantité de sol avec la solution de KCl.

#### • La solution de KCl à 1 mol/L

Cette solution est préparée à partir de KCl solide. On cherche à obtenir une solution de KCl à 1 mol/L. Pour cela, on utilise la relation :  $m = M \cdot n = M \cdot c \cdot V$

$$\text{avec : } \begin{cases} m = \text{masse de KCl solide à prélever en g} \\ M = \text{masse molaire de KCl} \sim 74,5 \text{ g/mol} \\ c = \text{concentration qu'on cherche à obtenir} = 1 \text{ mol/L} \\ V = \text{volume d'eau déminéralisée qui sera le solvant} = 20 \text{ L} \end{cases}$$

Ainsi,  $m \sim 74,5 \cdot 1 \cdot 20 \sim 1,49 \text{ kg}$  de KCl à prélever pour préparer la solution.

Dans chacun des sachets, on verse 200 mL de solution de KCl. Le dosage est réalisé selon un principe de colorimétrie (détaillé plus loin dans le rapport).

Un sachet sans sol ("blancs" ou témoins) est aussi préparé, ce qui permettra de connaître le bruit de fond dû à la solution de KCl qui peut éventuellement contenir des traces de nitrate et d'ammonium.

#### • Les sols

Les sacs de sol identifiés et numérotés sont sortis de la chambre froide. On les renverse ensuite l'un après l'autre sur une grille pour les tamiser à la main sans omettre de placer un bac en métal de récupération du sol sous le tamis. On récupère le sol homogénéisé.



Figure 9 : Photographie d'un tamis et de bacs en métal de récupération de sol lors de l'extraction de l'azote minéral des échantillons du dispositif «Biomasse&Environnement» de Mons (18/05/2011)

Ensuite, pour chaque échantillon de sol, on prélève un sous-échantillon de 100g dans le bac que l'on met dans le sachet correspondant, au contact de la solution de KCl.

En plus des échantillons de sols prélevés à Mons, on réalise la même opération mais avec un sol "standard" appelé "Laon VII-Std AZOTE", prélevé, tamisé et séché en grande quantité par le Laboratoire Départemental d'Analyse et de Recherche (LDAR). On procède au mélange de 10g de ce sol dans 100 mL de la solution de KCl. Ce standard jouera le rôle de traceur interne lors du dosage.

Enfin, les sachets sont scellés puis retournés pour vérifier leur étanchéité. Pour finir, ils sont placés dans un bac cloisonné et agités automatiquement pendant 30 min à température ambiante pour permettre l'extraction des ions  $\text{NH}_4^+$  et  $\text{NO}_3^-$  du sol.

Après l'agitation automatique, on laisse décanter les échantillons sur une paille pendant 30 min à nouveau.

### c. Dosage de l'azote minéral

#### ❖ Préparation des tubes pour le dosage de l'azote minéral

Une fois le sol décanté, on prélève, à l'aide d'une seringue et d'un tube sous vide portant le même numéro que l'échantillon, 5 mL de surnageant qui seront ensuite analysés. On ajoute à ces tubes-échantillons, les 6 prélèvements dans le sachet "blanc" et les 3-4 prélèvements dans le sachet "standard".



Figure 10 : Photographies des sachets, contenant du sol et de la solution de KCl et prélèvement du surnageant à la seringue, contenant l'azote minéral extrait du sol.

### ❖ Principe du dosage

J'ai réalisé, avec ma maître de stage, une technicienne, ainsi qu'un autre stagiaire, l'ensemble des manipulations (préparations des échantillons pour l'extraction et le dosage) précédemment décrites. Pour le dosage, on s'adresse cependant au LDAR présent également sur le site du Pôle du Griffon, qui dispose du matériel et des compétences nécessaires pour cette manipulation.

L'appareillage utilisé pour le dosage est un colorimètre en flux continu SKALAR.

Le principe du dosage est expliqué dans la notice suivante fournie par le LDAR :

- Dosage de l'azote ammoniacal :

La détermination de l'ammoniac utilise la réaction de Berthelot : l'ammoniac est dialysé, tamponnée et chloré en monochloramine; celle-ci réagit avec le salicylate pour former le 5-aminosalicylate. Après oxydation et couplage oxydant, il se forme un complexe coloré vert. L'intensité de sa coloration, mesurée à 660 nm, est en relation avec la concentration initiale en ammoniac.

- Dosage du nitrate et nitrite :

La détermination automatisée des nitrates et nitrites est basée sur la méthode par réduction sur colonne de cadmium : après dialyse, l'échantillon est dilué dans un tampon à pH 8,2 puis passe sur une colonne de grains de cadmium recouverts de noir de cuivre, pour réduire les nitrates en nitrites. Les nitrites résultants (ceux présents à l'origine + ceux issus de la réduction) donnent une réaction de diazotation avec la sulfanilamide, puis un couplage avec le chlorhydrate d' $\alpha$ -naphtyl-éthylènediamine, pour former un complexe rose, dont l'intensité de la coloration, mesurée à 540 nm, est proportionnelle à la concentration initiale en nitrites+nitrates dans l'échantillon.

(Plus la coloration est intense (plus le pic d'absorption est grand), plus la solution est concentrée en ions)

Ce principe nécessite tout de même la préparation de gammes d'étalonnage  $\text{NH}_4/\text{NO}_3$  et  $\text{NO}_2$ . En effet, grâce à ces 5 solutions-étalons de concentrations connues, on va pouvoir "situer" les échantillons et avoir une idée assez précise de leur concentration en ions ammonium et nitrate.

N° solution étalon	[NO3] (mg/L)	[NH4] (mg/L)	[NO2] (mg/L)
0	0	0	0
1	2	0.5	2
2	4	1	4
3	6	1.5	6
4	8	2	8

### ❖ Mode opératoire

Chaque dosage commence par le passage dans le colorimètre d'un "blanc" puis des 5 étalons. Des graphiques, représentant l'absorption pour chacune des solutions en fonction du temps, sont tracés. Les aires sous les courbes sont mesurées et leur valeur est reportée en abscisse sur un deuxième graphique dont l'ordonnée est la concentration théorique de ces 5 solutions (données dans le tableau ci-dessus). La courbe d'étalonnage est ainsi tracée, que l'on assimilera à une droite.

Ensuite, le standard est passé. On ne connaît pas la valeur absolue de sa concentration en azote minéral mais, comme on le dose depuis des années, on en a une valeur approchée qui vaut : 0,62 mg/L pour le  $\text{NH}_4^+$  et 1,58 mg/L pour le  $\text{NO}_3^-$ . Par exemple, le 17/05/2011, on a trouvé 0,63 mg/L pour le  $\text{NH}_4^+$  et 1,68 mg/L pour le  $\text{NO}_3^-$ .



Puis, selon le même principe, on passe dans l'appareillage 20 échantillons, puis à nouveau un standard et enfin le reste des échantillons. On obtient à chaque fois une valeur d'absorption, puis une aire qui est reportée sur le deuxième graphique. Grâce à la droite d'étalonnage, on obtient la concentration en azote minéral du sol.

Les mesures de concentrations obtenues prennent en compte la "coloration" due à la solution de KCl. Grâce à la moyenne des "blancs", par soustraction, on obtient les concentrations corrigées et plus réalistes en azote minéral des échantillons. Souvent, la concentration des blancs est inférieure à 0.04 mgN/L pour  $\text{NH}_4^+$  et  $\text{NO}_3^-$ . Dans ce cas, on néglige cette valeur et on ne corrige pas les mesures.

#### ❖ Conversion des mg/L en kg N/ha

Les concentrations en ions ammonium  $\text{NH}_4^+$  et nitrate  $\text{NO}_3^-$  transmises par le LDAR sont en mg/L. Or, sur le terrain, les unités utilisées sont : kg N/ha car elles sont plus représentatives à l'échelle de la parcelle. La formule qui permet de convertir des mg/L en kg N/ha est la suivante :

$$\frac{(1000 * V \text{ KCl}) * (m \text{ sol humide} * \text{humidité}) * (Da * \text{épaisseur de sol}) / 10 * [\text{ions dosés}]}{m \text{ sol humide} * (1000 - \text{humidité})}$$

avec :

- V KCl = volume de solution de KCl (en mL) = 200 mL
- m sol humide = masse de sol humide pesée = 100 g
- humidité = humidité du sol (en g d'eau / kg de sol humide)
- Da = densité apparente du sol (en g de sol sec /  $\text{cm}^3$ )
- Épaisseur de sol = 1 (couche 0-1 cm) ou 5 (en surface) ou 10 (en profondeur) (en cm)
- [ions dosés] =  $[\text{NO}_3^-]$  ou  $[\text{NH}_4^+]$  (en mg/L)

Les volumes et les masses ainsi que les humidités sont regroupés dans un fichier Excel. Le calcul des humidités est détaillé dans le prochain paragraphe.

Les densités apparentes (Da) sont calculées à partir des échantillons prélevés avec des cylindres de 5 cm de diamètre et 5 cm de hauteur, au moment du déplacement des enceintes sur le terrain en avril 2011.

On utilise la formule :  $\Pi * r^2 * h$  avec  $r = h/2 = 2,5$  cm, pour déterminer le volume de sol contenu dans un cylindre. Ainsi, il est d'environ  $98 \text{ cm}^3$ .

De plus, les échantillons sont mis à l'étuve à  $105^\circ\text{C}$  pendant 24h. Connaissant au préalable la masse de chaque cylindre, on détermine, après pesée, la masse de sol sec en grammes.

Enfin, la Da est le rapport entre la masse de sol sec, qui dépend de l'échantillon, et le volume du cylindre, qui, lui, est constant. Elle s'exprime en  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

Prélèvement	Da ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
Miscanthus C.T. 0-5	1.55
Miscanthus C.T. 5-15	1.58
Miscanthus C.T. 15-30	1.51
Miscanthus C.P. 0-5	1.42
Miscanthus C.P. 5-15	1.51
Miscanthus C.P. 15-30	1.54
Luzerne 0-5	1.43
Luzerne 5-15	1.43
Luzerne 15-30	1.42
Fétuque 0-5	1.53
Fétuque 5-15	1.53
Fétuque 15-30	1.45

### ➤ Humidité des échantillons de sol

Parallèlement à la préparation des échantillons pour l'extraction de l'azote minéral, on effectue des mesures d'humidité des sols prélevés. Pour cela, on pèse un godet vide puis on ajoute environ 30g de sous-échantillon pour chaque sol. On note la masse précise godet + sol humide.



Figure 11 : Photographie du matériel utilisé pour déterminer l'humidité d'un sol

Quand toutes les pesées d'humidité sont réalisées, on place l'ensemble des sous-échantillons à l'étuve à 105°C pendant 24h pour séchage. A la sortie de l'étuve, on pèse à nouveau l'ensemble godet + sol sec. On peut alors estimer l'humidité de ces sols.

*(cf. Annexe 5 : Deux tableaux Excel indiquant les valeurs d'humidité et les concentrations d'azote minéral des échantillons de sol prélevés le 4/05/2011 sur l'essai «Biomasse & Environnement» du domaine expérimental de Mon)*

On calcule deux types d'humidité :

- L'humidité pondérale ou massique en % : c'est le rapport entre la quantité d'eau dans le sol (masse de sol humide – masse de sol sec) en grammes et la masse de sol sec (sans la masse du godet) en grammes.
- L'humidité volumique en % : c'est le produit de l'humidité pondérale par la densité apparente ( $D_a$ ) du sol considéré (voir paragraphe précédent pour  $D_a$ ).

Pour des raisons pratiques, on peut également exprimer l'humidité en grammes d'eau par kilogrammes de sol : c'est le rapport entre la quantité d'eau et la masse de sol humide (sans la masse du godet) multiplié par  $10^{-3}$ .

## **2. Mesures des émissions de N<sub>2</sub>O et de CO<sub>2</sub> en laboratoire**

### **➤ Le site expérimental de Boigneville**

Ce site se trouve dans l'Essonne en Ile-de-France (Latitude 48°N, longitude 2°E) et comporte deux essais : l'essai "Travail du sol" et l'essai "Environnement".

(cf. Annexe 6 : Photographie des essais «Travail du sol» et «Environnement» du site expérimental de Boigneville)

Ces essais ont pour objectif d'étudier l'impact de :

- différentes techniques de travail du sol (labour, labour superficiel (~10 cm) et semis-direct),
- l'implantation de cultures intermédiaires (pièges à nitrates : culture de moutarde notamment),
- la restitution des résidus de récolte sur les performances des cultures et sur le sol.

Les différentes modalités (travail du sol et implantation ou non de culture intermédiaire) sont différenciées depuis 20 et 40 ans respectivement sur les essais "Environnement" et "Travail du sol". Une partie de l'essai "Travail du sol" présente une rotation maïs/blé et l'essai "Environnement" une rotation orge/pois/blé.

### **➤ Mes expérimentations sur ces deux essais**

#### **a. Prélèvements des échantillons**

Des échantillons ont été prélevés sur les essais "Travail du sol" et "Environnement" de Boigneville le 12/04/2011, par une partie de l'équipe Agro-Impact mais je n'ai pas assisté à ces prélèvements de sol comme je débutais tout juste mon stage.

Dès le retour au laboratoire le 13/04/2011, ces échantillons ont été mis en chambre froide à environ 4°C pour les conserver.

#### **❖ Caractéristiques des échantillons prélevés sur l'essai "Travail du sol"**

Les échantillons ont été prélevés à 2 profondeurs (0-5 cm; 15-20 cm) avec des cylindres mesurant 5 cm de diamètre et 5 cm de hauteur et sur 3 modalités de traitement de sol : semi-direct (sol non remanié), travail superficiel (sol travaillé sur 0-10 cm) et labour (sol travaillé sur 0-20 cm). Cette opération a été réalisée 6 fois. Ainsi, on obtient au final 36 échantillons (6 répétitions \* 3 modalités \* 2 profondeurs).

#### **❖ Caractéristiques des échantillons prélevés sur l'essai "Environnement"**

Des carottes de sol (8 cm de diamètre et 30 cm de hauteur) ont été prélevées puis découpées de sorte à obtenir la couche 0-5 cm et la couche 15-20 cm. Ces échantillons proviennent de deux modalités de traitement de sol : semis-direct (sol non remanié) et labour (sol travaillé sur 0-20 cm). Cette opération a été réalisée 6 fois. Ainsi, on obtient au final 24 échantillons (6 répétitions \* 2 modalités \* 2 profondeurs).

## b. Dispositif de mesures des émissions de N<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub>

### ❖ Objectif

La nitrification et la dénitrification sont des processus biologiques qui dépendent de la température, de l'humidité et de la présence en substrat, autrement dit, des teneurs en azote minéral et en eau du sol. L'impact de chacun de ces facteurs sur les émissions est difficile à estimer sur le terrain. C'est pourquoi on réalise des manipulations en laboratoire afin de dissocier leur effet respectif.

Ces expérimentations se développent au sein de l'Unité Agro-Impact et ont pour objectifs d'établir des courbes de réponse à la teneur en azote minéral, à la température et à la quantité d'eau dans le sol ainsi que d'obtenir des mesures d'émissions de N<sub>2</sub>O en conditions non limitantes (en substrat, eau, température).

Il est pour cela nécessaire d'établir au préalable un travail méthodologique permettant l'automatisation des mesures d'émissions de CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O issues de divers échantillons de sol. La mesure des émissions de CO<sub>2</sub>, en deçà d'acquérir des données ultérieurement exploitables, va servir indicateur de fiabilité du dispositif. En effet, la production de CO<sub>2</sub> étant favorisée par les conditions d'incubations imposées, des flux nuls de CO<sub>2</sub> révéleraient un dysfonctionnement du système.

### ❖ Système de mesure

Le dispositif est constitué :

- d'un analyseur N<sub>2</sub>O et d'un analyseur CO<sub>2</sub>, tous deux branchés en série,
- de six bocal de 3L,
- d'un automate qui comprend une console d'acquisition des données qui a aussi la fonction de centrale de pilotage et qui va permettre de synchroniser l'ouverture et la fermeture des électrovannes. Ce jeu d'électrovannes a pour fonction de permuter le circuit d'air d'un bocal à l'autre.

### **Les analyseurs :**

L'analyseur N<sub>2</sub>O, doté d'une pompe, est branché en série avec l'analyseur CO<sub>2</sub> et prélève les gaz en continu. La mesure des concentrations est réalisée avec un pas de temps de 10s. Les analyseurs CO<sub>2</sub> (Licor820) et N<sub>2</sub>O (Thermocycle 46i) sont des analyseurs infrarouge (IR) dont le principe se base sur l'absorption des gaz d'intérêt dans l'IR. Les appareils sont donc dotés d'une source IR (résistance) qui émet le rayonnement IR au sein de la cellule de mesure des analyseurs dans lequel est présent l'échantillon gazeux préalablement prélevé dans l'un des 6 bocal. Le détecteur en sortie va alors détecter la quantité d'IR non absorbée et l'analyseur va être capable de déterminer par différence entre la quantité émise et celle perçue, la proportion absorbée par le mélange gazeux. Cette proportion correspond à la quantité de N<sub>2</sub>O ou CO<sub>2</sub> (selon l'analyseur) présente dans l'échantillon. (Plus le milieu sera concentré, plus les rayons IR seront absorbés.)

### **Le déroulement d'un cycle de mesure :**

Le dispositif est un circuit fermé. Cela signifie que le gaz prélevé au sein d'un bocal va évoluer à travers les analyseurs avant de retourner dans ce bocal. Il n'y a donc aucune perte gazeuse lors des mesures. Tour à tour, les concentrations de gaz dans les bocal vont être mesurées durant 10 minutes, à raison d'une mesure toutes les 10 secondes. Une fois les mesures pour le sixième bocal effectuées, le cycle est terminé et le suivant débute de nouveau par le bocal 1. Les mesures d'un même bocal d'un cycle à l'autre sont alors espacées de 60 minutes.

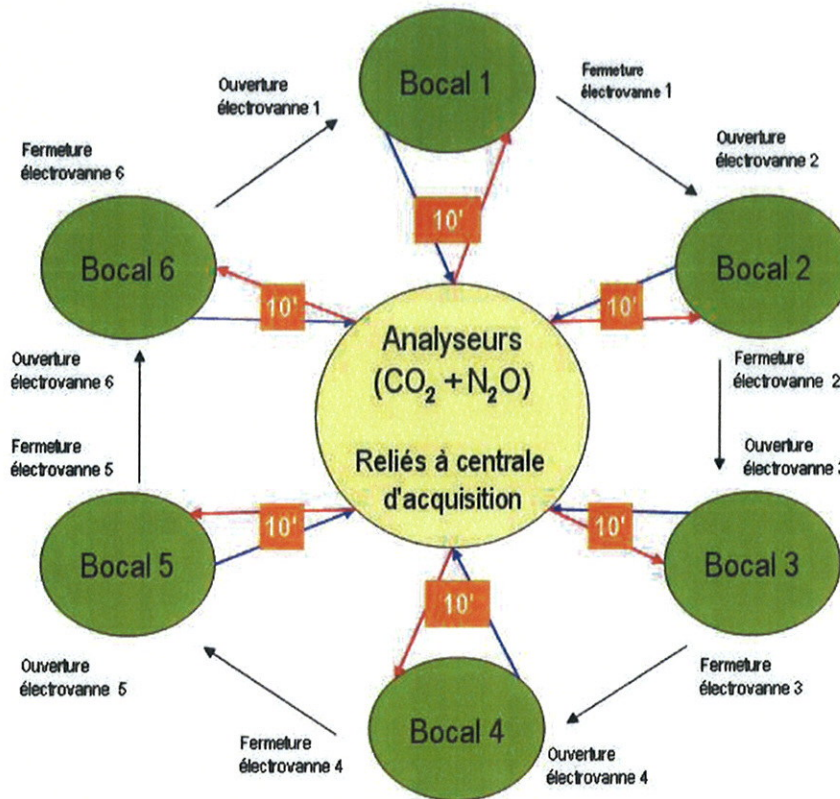


Figure 12 : Schéma descriptif du déroulement d'un cycle de mesure en laboratoire dans le cadre d'incubation automatisée.

### La collecte des données :

Les données sont enregistrées automatiquement toutes les 10s par la centrale d'acquisition. Sont indiqués : la date et l'heure de la mesure, sa numérotation, le bocal concerné, la concentration en N<sub>2</sub>O (en ppb), la concentration en CO<sub>2</sub> (en ppm) ainsi que la température de l'air. On collecte ensuite ces données en temps voulu sur l'ordinateur sous forme d'un fichier brut de sortie afin de les traiter.

### ❖ Température

La température étant un facteur qui influence les émissions de GES, une sonde la mesurant est placée près des 6 bocaux pour connaître, en parallèle, la température du laboratoire. J'ai constaté qu'elle était relativement stable, autour de 20°C. On considère que la température du sol s'équilibre rapidement avec celle de la pièce.

Par la suite, on pourrait envisager de mettre des sondes sans fil dans chaque cylindre lors de la mesure pour connaître réellement la température du sol.

### c. Mise en place de l'expérimentation

Pour mes premières mesures d'émissions en laboratoire, j'ai donc utilisé les échantillons de sol des deux essais de Boigneville. L'expérience consistait à étudier les profondeurs 0-5 cm (surface) et 15-20 cm (profondeur) ainsi que différentes modalités de traitement de sol en pratique sur ces deux essais, afin d'observer la répétabilité des mesures et la différence de flux selon les conditions.

#### ❖ Protocole pour l'expérimentation sur l'essai "Travail du sol"

Pour analyser ces échantillons, nous avons décidé de les répartir en 4 groupes, comme nous disposons de 6 bocaux seulement :

- 3 groupes de composition identique : 2 échantillons Labour profondeur, 2 Travail superficiel surface, 2 Travail superficiel profondeur, 2 Semis-direct surface et 2 Semis-direct profondeur.
- 1 groupe : 3\*2 échantillons Labour surface.

Ensuite, pour chacun des 3 premiers groupes, nous avons procédé en 3 phases :

- Phase 1 : Première incubation manuelle des 2 échantillons identiques (mêmes traitement et profondeur) dans le bocal 1 pendant 40 min. (Opération à réitérer 5 fois pour passer les 10 échantillons du groupe.)
- Phase 2 : Incubation automatisée des échantillons : les cylindres sont placés 2 par 2 (modalité et profondeur identiques) dans chaque bocal et les incubations durent entre 24h et quelques jours.
- Phase 3 : identique à la phase 1.

Pour le quatrième groupe, le protocole est le même sauf qu'il y a au total 6 cylindres et non 10, donc 3 bocaux vides lors de l'incubation de l'ensemble des échantillons.

#### ❖ Protocole pour l'expérimentation sur l'essai "Environnement"

Pour analyser ces échantillons, nous avons décidé de les répartir en 5 groupes de 5 échantillons chacun : 4 échantillons différents (2 modalités et 2 profondeurs) + 1 échantillon pris au hasard.

Ensuite, pour chacun des 3 premiers groupes, nous avons procédé de la façon suivante :

- Phase 1 : Première incubation manuelle d'un échantillon seul dans le bocal 1 pendant 40 min. (Opération à réitérer 5 fois pour passer les 5 échantillons du groupe.)
- Phase 2 : Incubation automatisée des échantillons (avec un seul échantillon par bocal).
- Phase 3 : identique à la phase 1.

Pour le cinquième groupe, la démarche est la même sauf qu'il y a au total 4 cylindres et non 5, donc 2 bocaux vides lors de l'incubation de l'ensemble des échantillons.

#### ❖ Pesées des échantillons de sol

Chaque échantillon est pesé 5 fois :

- Directement après le prélèvement au champ (donc dès l'arrivée au laboratoire)
- Avant et après la première incubation des échantillons dans les bocaux
- Après l'incubation simultanée des échantillons
- Après la deuxième incubation.

Ceci permet de quantifier la perte en eau des échantillons au cours des manipulations.

La période limitée à deux mois et demi de mon stage ne m'a pas permis de couvrir l'ensemble des expérimentations étant donné le nombre important d'échantillons à étudier. Pour accéder à l'évolution de l'humidité volumique des échantillons, il aurait fallu obtenir leur masse sèche, paramètre ayant une influence sur les émissions de N<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub>, ce qui n'a pas été fait.

#### d. Traitement des données et calcul des flux pour les phases 1 et 3

Concrètement, j'ai donc réalisé les différentes manipulations en laboratoire et récupéré les données brutes enregistrées par la centrale. Ensuite, j'ai traité les phases 1 et 3, c'est-à-dire les données des échantillons incubés individuellement dans les bocaux.

Pour les échantillons passés en phase 2 (incubation de l'ensemble des échantillons), le traitement des données est plus complexe, puisqu'il faut tenir compte des "pollutions" d'un échantillon sur l'autre. En effet, lors du changement de bocal, du gaz prélevé dans le bocal précédent est toujours dans les tuyaux et dans les analyseurs et se retrouve ainsi dans le bocal suivant, ce qui modifie sa concentration propre. Ce traitement de données, que vous pouvez retrouver en annexe, a été fait par un stagiaire Master II de l'équipe. (cf. *Annexe 7 : Méthodes de détermination des flux pour la phase 2 (incubation des échantillons simultanée)*).

Pour traiter les données, j'ai utilisé le tableur Excel et créé un fichier "type" qui m'a permis d'analyser l'ensemble des échantillons sur le même modèle.

Pour chaque échantillon des 2 essais passé individuellement, j'ai donc obtenu un enregistrement de 40 min environ des concentrations en N<sub>2</sub>O en ppb et en CO<sub>2</sub> en ppm en fonction du temps de mesure (une mesure toutes les 10 sec).

Voici un exemple en phase 1 : l'échantillon Labour 15-20 cm de profondeur, de l'essai "Environnement".

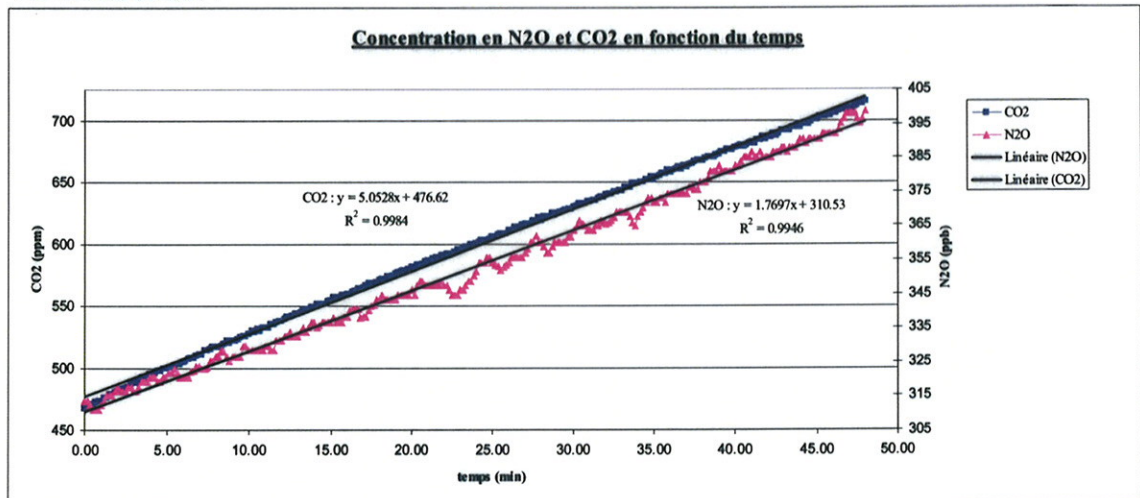


Figure 13 : Graphe permettant d'obtenir le flux de CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O émis par un échantillon en phase 1 et 3

La pente de la régression linéaire (notée Linéaire sur le graphique), qui est un ajustement le plus représentatif possible de la courbe, correspond au flux en ppb/min pour le N<sub>2</sub>O ou ppm/min pour le CO<sub>2</sub>.

(Dans cet exemple, il est de 1,77 ppb/min pour le N<sub>2</sub>O et de 5,05 pour le CO<sub>2</sub>.)

Pour comparer avec les données obtenues *in situ*, on préférera exprimer les flux de N<sub>2</sub>O et de CO<sub>2</sub> respectivement en g N/ha/j ou kg C/ha/j.

Ainsi, lors du traitement des données obtenues en laboratoire, il faut convertir les unités en utilisant les formules suivantes :

- Pour le CO<sub>2</sub>, on multiplie le flux en ppm/min par :

$$V (\text{bocal+analyseur-cylindre}) * (M(C) / V_m) * (100\ 000\ 000 / \Pi * \text{rayon}^2 * n) * (24 (\text{heure}) * 60 (\text{minute})) * 10^{-6}$$

- Pour le N<sub>2</sub>O, on multiplie le flux en ppb/min par :

$$V (\text{bocal+analyseur-cylindre}) * (M(N) * 2 (\text{stoechiométrie}) / V_m) * (100\ 000\ 000 / \Pi * \text{rayon}^2 * n) * (24 * 60) * 10^{-9}$$

avec :

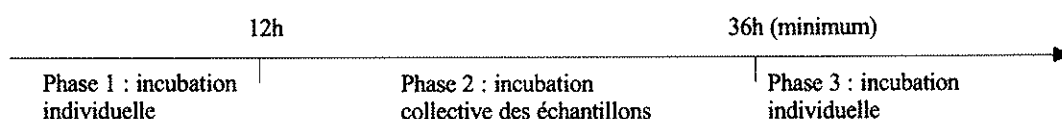
- Volume (bocal + analyseur – cylindre) ~ 3.4 L
- V<sub>m</sub> = Volume molaire = 24,1 L/mol
- M(C) = Masse molaire C = 12 g/mol
- M(N) = Masse molaire N = 14 g/mol
- rayon = le rayon du cylindre contenant l'échantillon (2,5 ou 4 cm)
- n = nombre de cylindres ou d'échantillons par bocal (1 ou 2)



Pour chacun des deux essais, il y a 3 répétitions par modalité de traitement et profondeur. Ainsi, une fois tous les flux de CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O déterminés, j'ai regroupé ces répétitions (autrement dit, les 3 échantillons de modalité et profondeur identiques à chaque fois) pour calculer une moyenne et un écart-type sur 3 valeurs; ceci dans le but de tester la variabilité entre les 3 échantillons d'une même parcelle. Au final, j'ai regroupé ces flux moyens de CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O dans 2 tableaux, un pour chaque essai.

(cf. Annexe 8 : Deux tableaux Excel récapitulant la moyenne et l'écart-type des flux pour chaque modalité et profondeur des échantillons des essais «Environnement» et «Travail du sol» de Boigneville)

J'ai utilisé différents outils graphiques qui permettent de comparer les émissions de CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O selon différents paramètres comme la profondeur, le traitement ou la phase considéré (1 ou 3) qui est en relation avec le temps. En effet, entre ces 2 phases, il y a au minimum 24h de décalage comme les 5 échantillons d'un groupe passent l'un après l'autre pendant 40 min chacun dans le bocal 1 (phase 1), puis qu'ils sont ensuite incubés au minimum une nuit tous ensemble (phase 2) avant d'être incubés à nouveau séparément (phase 3). Ces graphiques sont présentés, décrits et commentés en deuxième partie de "Résultats et Discussion".



### III. Résultats et Discussion

#### 1. Suivi de l'azote minéral et de l'humidité sur les sols de Mons

##### ➤ Pour les deux parcelles de Miscanthus

##### ▪ Description des résultats

On notera coupe tardive CT (avec mulch) et coupe précoce CP (pas ou peu de mulch).

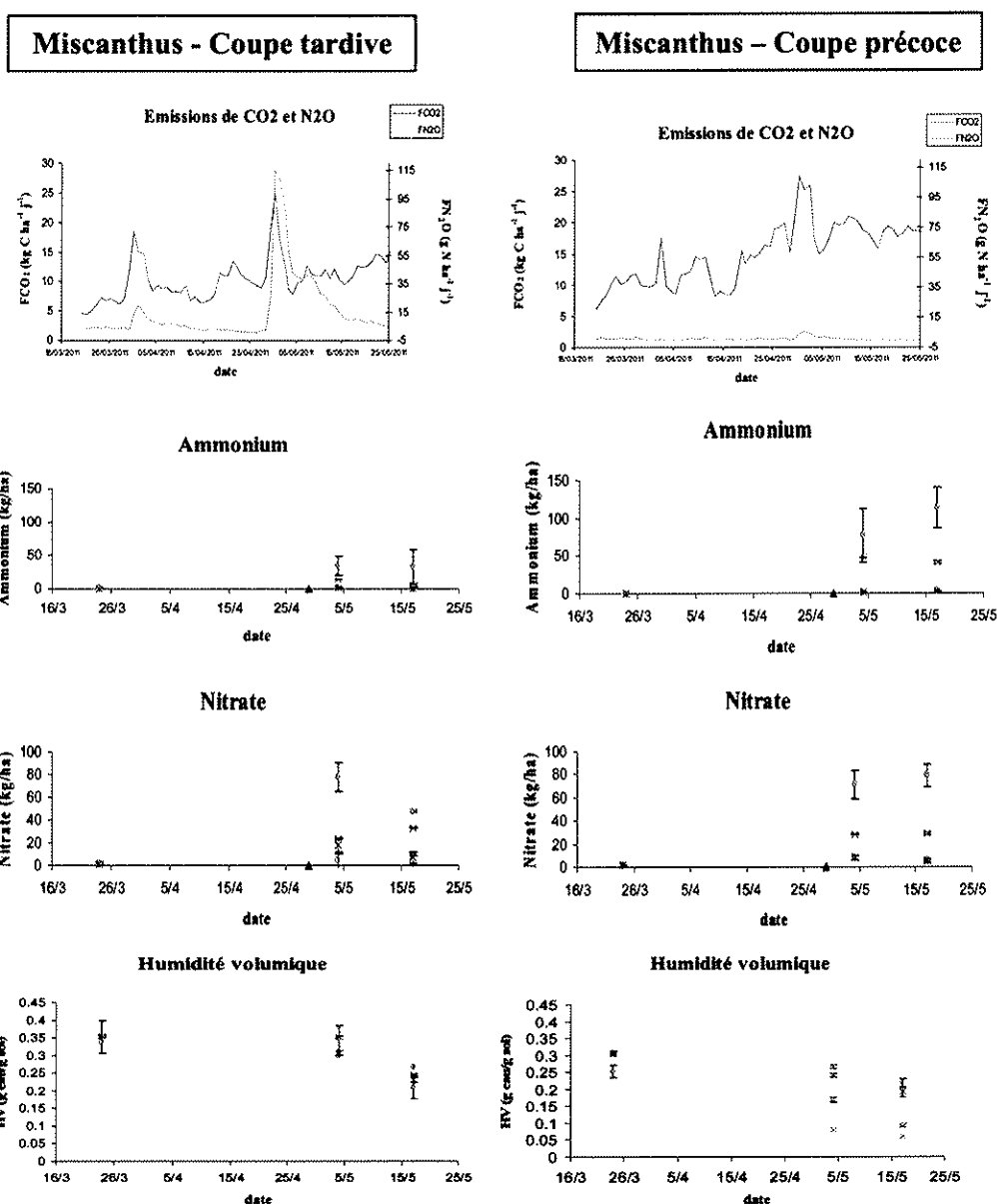


Figure 14 : Suivi des teneurs en azote minéral et de l'humidité sur 2 modalités pour le Miscanthus couplé aux émissions in situ de  $CO_2$  et  $N_2O$  (respectivement  $FCO_2$  et  $FN_2O$ ; F=flux) (Essai "Biomasse&Environnement de Mons")

Chaque point représente la moyenne des 3 prélèvements  $\pm$  l'écart-type.

Légende :  $\times$  : couche 0-1 cm;  $\otimes$  : couche 0-5 cm;  $*$  : couche 5-15 cm;  $\circ$  : couche 15-30 cm

$\blacktriangle$  : représente la date de fertilisation

Les 2 premiers graphiques du haut montrent l'évolution des émissions de N<sub>2</sub>O (en rose) et CO<sub>2</sub> (en bleu) selon la coupe (CT ou CP), enregistrées directement sur le terrain avec le système automatisé. Les 6 autres en-dessous reprennent notamment les résultats des 3 dosages. J'ai représenté l'humidité et les concentrations en azote minéral des sols prélevés, en indiquant la fertilisation du 29/04/2011 (par un triangle noir), selon la profondeur et la modalité de traitement (symboles de forme et couleur différents), au cours du temps (en jour).

Sur l'ensemble de la période, la température reste comprise entre 10 et 20°C (données non montrées). De plus, on notera les 2 périodes de précipitation : 10 mm du 29/03 au 3/04 et 14 mm du 28/04 au 30/04.

Tout d'abord, on remarque que les allures des courbes de flux de CO<sub>2</sub> pour CT et CP sont semblables. Sur l'année, ces courbes suivent l'évolution de la température enregistrée simultanément (données non montrées).

A l'opposé, on constate que les courbes de flux de N<sub>2</sub>O pour les 2 modalités sont très différentes. En effet, pour CT, on observe 2 pics : au jour 93, le flux passe de 2 à 5 kg N/ha/j et au jour 120, de 1 à 115 kg N/ha/j (2 jours après la fertilisation). Par contre, pour CP, le flux reste relativement constant (de 1 à 3 kg N/ha/j). Les flux de N<sub>2</sub>O sont donc propres à la modalité de traitement du sol et ainsi plus complexes à interpréter que ceux de CO<sub>2</sub>.

De plus, on constate, qu'avant fertilisation (point du 24/03), il n'y a pas ou peu d'ammonium et nitrate dans les sols pour toutes les profondeurs aussi bien sur CT que sur CP. Après fertilisation, cette constatation reste vraie pour les horizons profonds. Cependant, en surface (0-5 cm), on observe 2 résultats différents : pour CT, la concentration en ammonium au 4 et 17/05 a augmenté : elle est à chaque fois de 25 kg N/ha. Pour CP, cette valeur est respectivement doublée et triplée. La concentration en nitrate augmente également : elle est de 80 kg N/ha pour les 2 modalités le 4/05 puis diminue de moitié pour CT le 17/05 alors qu'elle se maintient pour CP.

Enfin, l'humidité diminue très fortement au fil des jours à cause de la sécheresse actuelle, qui touche notamment la Picardie depuis mars, avec un effet plus tamponné en profondeur. Dans l'ensemble, on remarque que l'humidité est plus forte pour le traitement CT que pour CP. Notamment, pour la couche 0-1 cm, on note une différence significative. En effet, avec les échantillons du 4 et du 17/05, on constate que cette valeur d'humidité chute pour CP (à 5%) et se distingue de celles des autres profondeurs (qui restent à 20%), ce qui n'est pas le cas pour CT (20%), où il y a moins de disparités entre les couches.

## ▪ Discussion

Les précédents résultats montrent qu'il est nécessaire de prendre en compte à la fois l'humidité, la température et la teneur en azote minéral pour expliquer les flux de  $N_2O$ .

Le profil saisonnier d'émissions de  $N_2O$  est tout à fait différent de celui des émissions de  $CO_2$  et diffère aussi entre les 2 parcelles caractérisées par des dates de coupe différentes. Contrairement aux flux de  $CO_2$  qui suit une évolution croissante au cours de la période considérée, les émissions de  $N_2O$  sont soit faibles sur l'ensemble de la période (pour CP), soit ponctuées de pics (pour CT).

L'apparition de pics d'émissions de  $N_2O$  est concomitante avec la fertilisation (29/04), bien qu'un petit pic d'émission soit aussi détectable fin mars. Ce pic serait certainement lié à la précipitation de 10 mm à cette période. Mais seule, la fertilisation n'explique pas les pics d'émissions. En effet, le traitement CP qui reçoit la même fertilisation que CT, ne présente pas de pic d'émissions de  $N_2O$ .

On s'intéresse donc à l'humidité volumique qui présente de grandes différences entre ces 2 traitements, CT étant plus humide que CP, surtout au moment de l'apport d'engrais. Or, l'activité microbienne (nitrification et dénitrification) dépend de l'humidité du sol.

C'est donc un ensemble de conditions qui "favorise" les émissions de  $N_2O$  : une teneur en azote minéral élevée dans le sol, une forte humidité et une température favorable aux processus microbiens.

La différence majeure entre ces traitements est la présence de mulch (ou paillis) sur CT. Cette couche supplémentaire en surface permet de limiter l'évaporation de l'eau et d'apporter de la matière organique au sol. Dans les conditions climatiques actuelles exceptionnelles (très peu de précipitations et température élevée), le mulch favorise les processus de nitrification et dénitrification. C'est pourquoi, les teneurs en azote minéral (ammonium et nitrate) dans les sols sont plus faibles pour CT que pour CP car ce sont les substrats de ces 2 réactions, comme décrit dans l'introduction.

## ➤ Pour les parcelles de Fétuque et Luzerne

### ■ Description des résultats

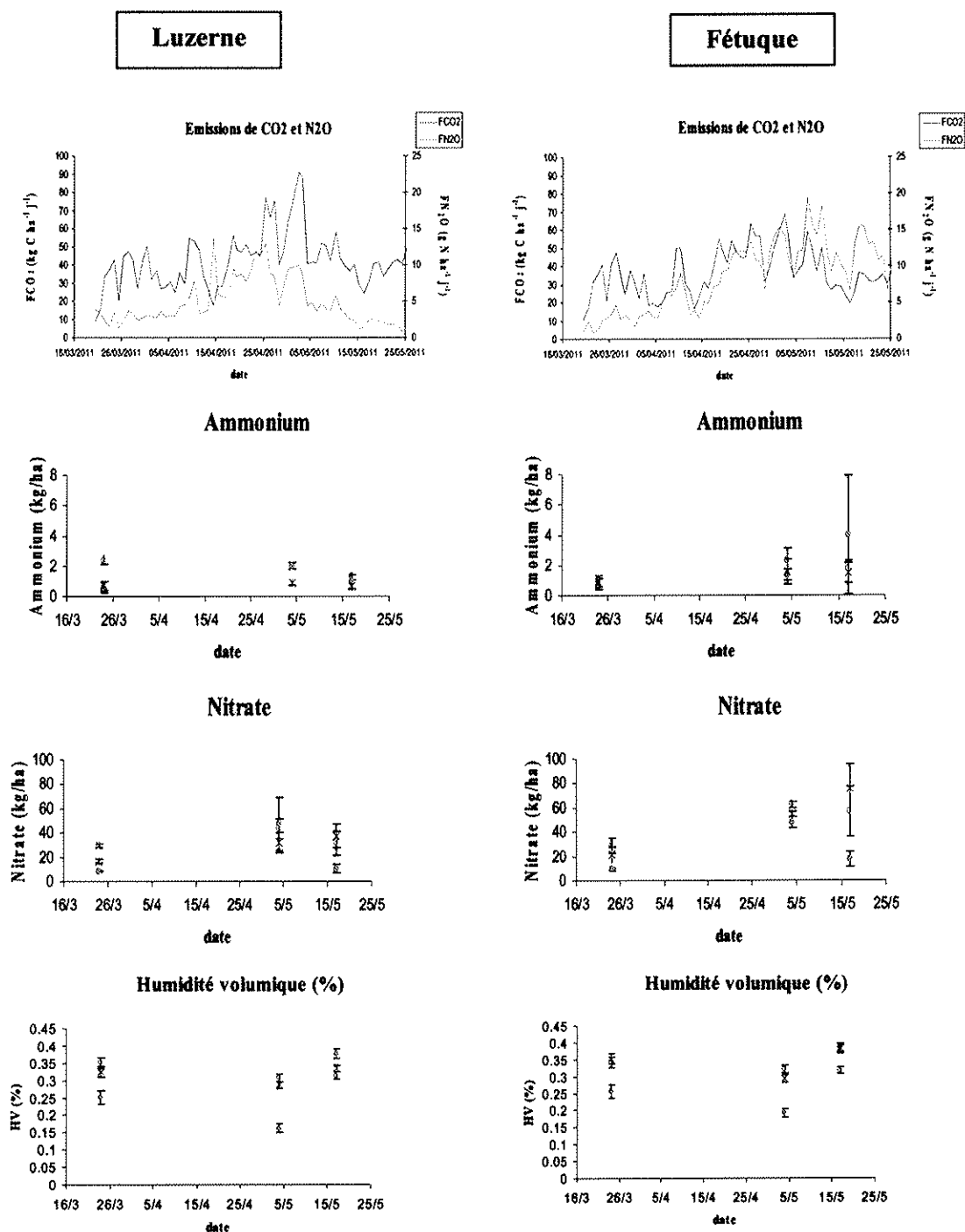


Figure 15 : Suivi des teneurs en azote minéral et de l'humidité sur Luzerne et Fétuque couplé aux émissions in situ de  $N_2O$  et  $CO_2$  (respectivement FCO2 et FN2O; F=flux) (Essai "Biomasse&Environnement de Mons)

Chaque point représente la moyenne des 3 prélèvements  $\pm$  l'écart-type.  
**Légende :** ● : couche 0-5 cm; \* : couche 5-15 cm; ○ : couche 15-30 cm  
 (Les échelles sont différentes de celles des graphiques précédents)

Cette année, les parcelles de fétuque et luzerne ont été inversées et ressemées. Mais compte-tenu de la sécheresse, ces 2 plantes ont peu poussé et le sol est resté nu sur une grande partie des parcelles. C'est pourquoi, deux irrigations ont été faites les 12 et 16/05/2011. Contrairement aux parcelles de miscanthus, il n'y a pas eu de fertilisation.

Les 2 premiers graphiques du haut montrent l'évolution des émissions de N<sub>2</sub>O (en rose) et CO<sub>2</sub> (en bleu) pour les parcelles Fétuque et Luzerne, enregistrées directement sur le terrain avec le système automatisé.

La teneur en azote minéral et l'humidité des sols prélevés sont représentées, selon la profondeur et la modalité de traitement au cours du temps.

Tout d'abord, on remarque que les allures des courbes de flux de CO<sub>2</sub> pour fétuque et luzerne sont semblables. A nouveau, les émissions de CO<sub>2</sub> sont en phase avec les variations de température (données non montrées).

En ce qui concerne les émissions de N<sub>2</sub>O, elles suivent le même profil entre parcelles (fétuque et luzerne) jusqu'au 26/04 puis différent. En effet, pour la fétuque, la courbe des flux de N<sub>2</sub>O suit celle des flux de CO<sub>2</sub>. Pour la luzerne, on observe une augmentation des émissions du 5 au 26/04 puis une diminution. Les flux maximaux observés sont de l'ordre de 15 à 20 g N/ha/j.

Sur toute la période d'étude, il y a peu d'ammonium dans les sols quelles que soient la profondeur et la parcelle (< 5 kg N/ha). Concernant le nitrate, pour les 2 parcelles, les teneurs sont identiques : le 24/03, 10 kg N/ha pour la profondeur 0-5 cm; 20 kg N/ha pour 5-10 cm et 30 kg N/ha pour 15-30 cm.

Enfin, l'évolution de l'humidité des sols est comparable pour les 2 parcelles. Elle diminue fortement en surface pour atteindre environ 20%, de mars à mi-mai à cause de la sécheresse. La diminution en profondeur est beaucoup plus tamponnée (baisse de 30 à 35%). Les 2 irrigations successives permettent de réhumecter les sols, surtout en surface avec une humidité volumique qui remonte à 35%.

## ▪ Discussion

On a pu constater, ici, que les conditions sont identiques (teneurs en azote minéral, humidité, température (données non montrées)) mais que pourtant, les profils d'émissions de  $N_2O$  sont différents entre les 2 parcelles, notamment à partir de début mai.

Après retournement de la fétuque et de la luzerne, on assiste à une minéralisation de l'azote, c'est-à-dire une transformation de l'azote organique en azote minéral, due à la dégradation biologique par les organismes du sol. Cet azote minéralisé, c'est-à-dire sous forme  $NH_4^+$ , peut ensuite être absorbé par la plante, nitrifié, organisé (transformation en azote organique) ou volatilisé.

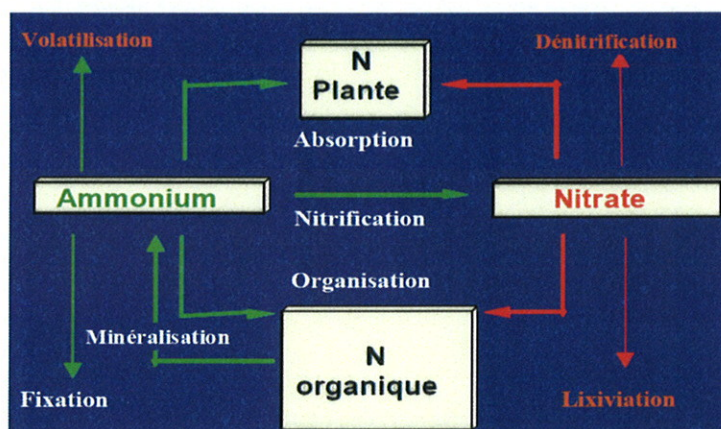


Figure 16 : Cycle biochimique de l'azote dans les sols (d'après "Biodisponibilité des différentes sources d'azote pour la nutrition des plantes", J.M. MACHET et S. RECOUS)

Comme il n'y a quasiment pas de plante à cause de la sécheresse, l'azote n'est pas absorbé. Pour le reste (organisation et volatilisation), on a aucun moyen de conclure. Mais l'ammonium doit être nitrifié, ce qui explique les quantités de nitrates présentes dans le sol.

Enfin, les irrigations ont permis de maintenir des conditions d'humidité fortes par rapport aux conditions climatiques actuelles. Ceci a pu avoir un rôle dans les quelques pics d'émission de  $N_2O$  observés pour la modalité fétuque, une forte humidité étant essentielle à l'activité des micro-organismes.

## 2. Mesures en laboratoire des émissions de N<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> des échantillons de Boigneville

### ➤ Comparaison entre les 2 phases et les 2 essais

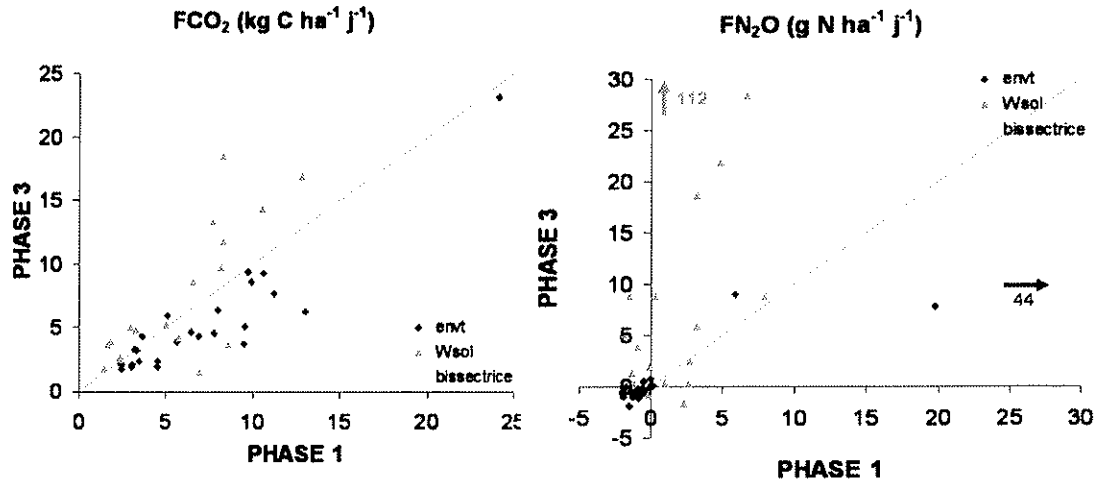


Figure 17 : Comparaison des flux de CO<sub>2</sub> (kg C/ha/j) et de N<sub>2</sub>O (g N/ha/j) des essais Travail du sol (noté Wsol) et Environnement (noté envt) entre les phases 1 et 3.

Chaque point représente un échantillon (1 répétition pour 1 modalité et 1 profondeur et pour chaque essai).

#### ▪ Pour le CO<sub>2</sub>

La bissectrice permet d'évaluer la similarité entre les 2 phases. Tout point se trouvant sur cette bissectrice a la même valeur en phase 1 et en phase 3.

On remarque que, dans l'ensemble, les points sont centrés autour de la bissectrice. Il y a donc une correspondance entre les 2 phases. Pour l'essai Travail du sol (en vert), ils sont néanmoins un peu au-dessus; le flux d'un échantillon est donc plus fort en phase 3 qu'en phase 1. Pour l'essai Environnement, c'est plutôt l'inverse.

#### ▪ Pour le N<sub>2</sub>O

On constate que les points ne sont pas du tout alignés le long de la bissectrice. De plus, les 2 points très éloignés (44 pour Environnement et 112 pour Travail du sol), qui ne vont pas dans le même sens, montrent qu'on ne peut pas établir de relation entre les mesures de flux en phase 1 et en phase 3.

Les observations faites pour les émissions de CO<sub>2</sub> et de N<sub>2</sub>O révèlent l'effet du "Temps". En effet, entre les 2 phases, il s'écoule au minimum 36h. Les échantillons subissent donc des modifications de température et d'humidité (tendance à l'assèchement au cours du temps), paramètres qui jouent sur les émissions.



## ➤ Comparaison entre les traitements et les profondeurs

### ▪ Pour le CO<sub>2</sub>

On s'intéresse aux flux issus de la phase 1 de l'expérimentation. Vous pouvez retrouver les mêmes graphiques pour la phase 3 en annexe (cf. Annexe 9 : Comparaison des flux de CO<sub>2</sub> (kg C/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 3.). On notera que, pour l'essai Environnement, le traitement "Labour superficiel" est absent. Pour l'essai Travail du sol, on dispose, en plus, des données enregistrées sur le terrain à Boigneville avec les systèmes automatisés (enceintes).

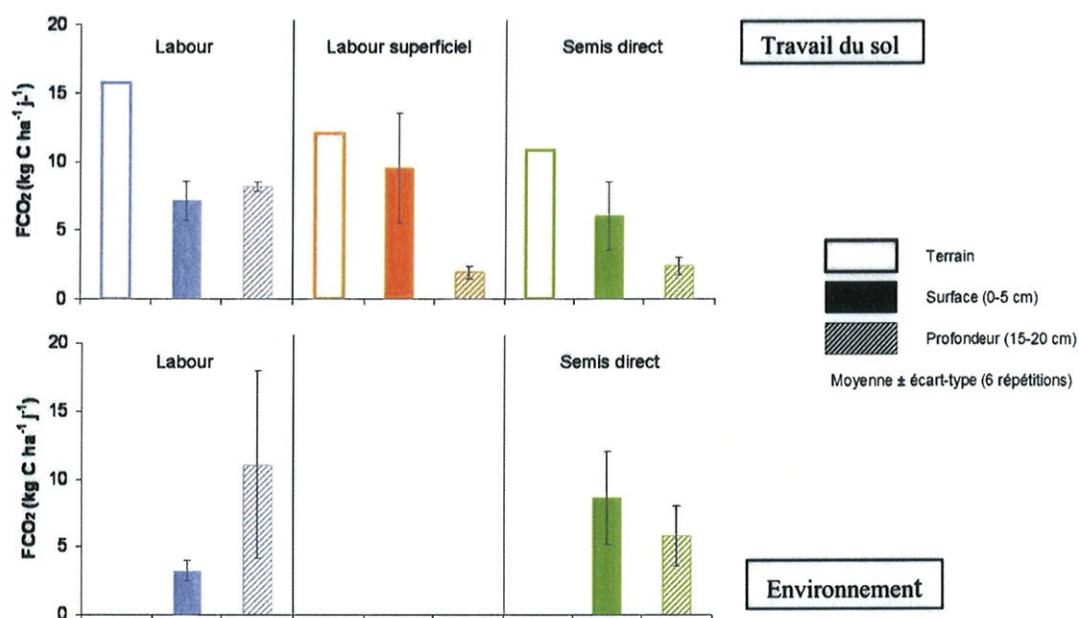


Figure 18 : Comparaison des flux de CO<sub>2</sub> (kg C/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 1.

Ces 2 graphiques représentent les flux de CO<sub>2</sub> (en kg C/ha/j) mesurés en laboratoire (sauf pour les rectangles vides) en fonction des modalités de traitement (2 ou 3 selon l'essai) et des profondeurs (0-5 ou 15-20 cm).

On observe une tendance à la diminution des flux en profondeur, pour les traitements "Labour superficiel" et "semis-direct" et sur les 2 essais (pour semis-direct). On peut émettre l'hypothèse que les sols sont plus tassés en profondeur, la teneur en oxygène serait donc faible, ce qui limite la respiration et donc la production de CO<sub>2</sub>.

Pour tenter d'expliquer cette tendance, on peut s'interroger aussi sur les stocks de carbone dans le sol. Pour le "semis-direct", il y aurait davantage de carbone en surface qu'en profondeur (B.DIMASSI, communication personnelle), ce qui semble cohérent avec les émissions de CO<sub>2</sub> mesurées. Pour le traitement "Labour", on remarque une tendance à l'augmentation des flux en profondeur, pour les 2 essais. Or, le carbone serait réparti de façon homogène pour ce modalité de travail du sol (B.DIMASSI, communication personnelle). On peut penser que les sols sont plus secs en surface, ce qui limite la respiration comme les conditions sont moins "favorables".

Cependant, la variabilité entre les échantillons peut être forte (notamment "Labour en profondeur", essai Environnement); ce qui permet de donner des tendances mais pas de conclure sur la différence entre traitements et profondeurs.

Enfin, l'ordre de grandeur entre terrain et incubations est le même (sauf pour "Labour", essai Travail du sol). Ainsi, l'expérimentation en laboratoire semble correcte.

▪ Pour le N<sub>2</sub>O

On s'intéresse aux flux issus de la phase 1 de l'expérimentation. Vous pouvez retrouver les mêmes graphiques pour la phase 3 en annexe (cf. *Annexe 10 : Comparaison des flux de N<sub>2</sub>O (g N/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 3*). On notera que, pour l'essai Environnement, le traitement "Labour superficiel" est absent. Pour l'essai Travail du sol, on dispose, en plus, des données enregistrées sur le terrain à Boigneville avec les systèmes automatisés (enceintes).

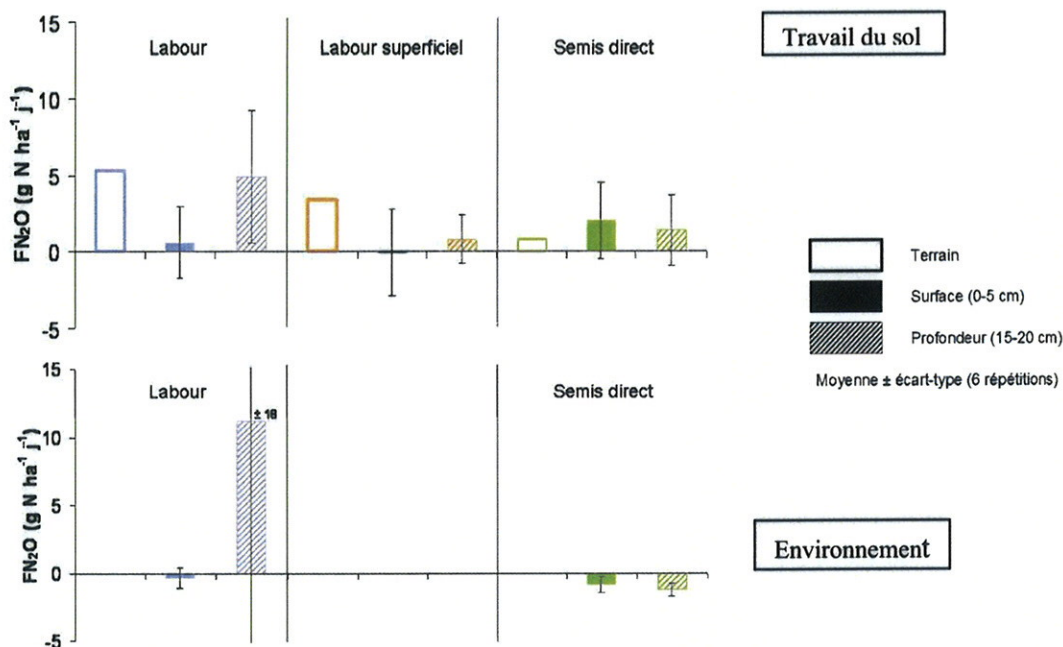


Figure 19 : Comparaison des flux de N<sub>2</sub>O (g N/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 1.

Ces 2 graphiques représentent les flux de N<sub>2</sub>O (en kg C/ha/j) mesurés en laboratoire (sauf pour les rectangles vides) en fonction des modalités de traitement (2 ou 3 selon l'essai) et des profondeurs (0-5 ou 15-20 cm).

On remarque que les écarts-types sont très élevés pour toutes les répétitions (mêmes essai, profondeur et modalité de traitement). Cela signifie qu'il existe une grande variabilité entre les échantillons d'une même répétition.

Or, cette variabilité n'est pas la cause d'un seul flux mesuré pour un échantillon, qui serait très différent de ceux mesurés pour les autres échantillons de la même répétition, et que l'on pourrait ainsi écarter pour rendre la moyenne plus juste. Il faut donc bien considérer les flux de tous les échantillons d'une répétition pour calculer la moyenne.

De plus, on constate que ces flux restent très faibles. Ils n'excèdent pas  $5 (\pm 4)$  g N/ha/j pour l'essai Travail du sol et environ  $10 (\pm 18)$  g N/ha/j pour l'essai Environnement, à la fois pour les incubations mais également sur le terrain.

Conclure sur ces résultats est délicat étant donné l'incertitude élevée qui rend les résultats non significativement différents les uns de autres. On peut simplement dire qu'il n'y a pas de tendance entre les traitements, profondeurs et essais pour les flux de  $N_2O$ , sur le terrain et en laboratoire.

# Conclusion

## A. Bilan scientifique de mon travail

Mon stage s'est donc articulé autour de deux axes de travail :

- d'une part les mesures d'humidité et de teneur en azote minéral d'échantillons de l'essai "Biomasse et Environnement" d'Estrées-Mons,
- d'autre part les mesures de flux CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O en laboratoire d'échantillons issu des essais "Travail du sol" et "Environnement" de Boigneville.

Les mesures d'humidité et de teneurs en ammonium et nitrate au sein des différentes modalités de travail du sol, et ce pour divers horizons, m'ont permis de déterminer l'influence de ces facteurs sur les émissions de N<sub>2</sub>O, celles-ci étant plutôt le résultat d'une interaction entre ces facteurs. Cette particularité rend l'étude de ces émissions relativement complexes. A l'inverse, l'étude des émissions de CO<sub>2</sub> paraît plus simple puisque l'évolution de ces flux suit celle de la température.

Les mesures de flux de N<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> réalisés en laboratoire ont montré que le protocole n'était pas encore bien au point. En effet, la variabilité observée pourrait être amoindrie par l'analyse d'un ensemble d'échantillons plus important, tout en trouvant un bon compromis entre précision des mesures de flux et temps passé à l'expérimentation. La variabilité constatée pose la question suivante : ces quelques échantillons (de 98 cm<sup>3</sup> chacun), issus de mêmes modalités et profondeur, sont-ils réellement représentatifs d'une parcelle mesurant plusieurs dizaines de m<sup>2</sup> ?

D'autre part, au fil des mesures, j'ai pu remarquer en pesant les échantillons qu'ils subissaient un dessèchement qui pourrait avoir une influence sur les émissions de N<sub>2</sub>O, comme c'est un facteur qui intervient dans les réactions de nitrification et dénitrification.

Enfin, j'ai constaté qu'il était nécessaire d'améliorer les conditions de conservation des échantillons puisque le conditionnement en chambre froide n'empêche pas l'apparition de moisissures sur certains échantillons au cours du temps.

Pour finir, en deçà des contraintes protocolaires, des problèmes techniques se sont révélés. En effet, lors de la phase 2, des fuites de gaz au niveau des bords peuvent être visibles, ce qui modifie les valeurs des flux. Or l'objectif final serait d'utiliser, en routine, uniquement cette phase 2, afin d'automatiser cette expérimentation pour un gain de temps.

## **B. Bilan personnel du stage**

Réaliser mon stage au sein de l'Unité Agro-Impact de Laon m'a beaucoup appris, tant sur le plan professionnel que personnel.

Durant ces dix semaines, j'ai pris conscience de l'importance que représente l'Agronomie dans la recherche de processus viables et durables qui construiront le monde de demain. J'ai apprécié réfléchir et travailler dans un but autre que celui de production, auquel on rattache souvent l'Agronomie. La richesse que la nature propose est absolument à préserver. Il est ainsi inévitable que l'utilisation ou la transformation des bioressources deviennent des secteurs d'activités encore plus importants qu'aujourd'hui.

De plus, ce stage m'a permis de mettre en application mes connaissances et compétences acquises au cours de mon Diplôme Universitaire de Technologie. J'ai notamment réutilisé l'outil Excel en découvrant de nouvelles fonctions, ce qui m'a permis de gagner en efficacité lors du traitement des données. La rigueur et la précision enseignées en Travaux Pratiques m'ont permis de manipuler de façon autonome et avec sérieux, dans le but d'atténuer au maximum les incertitudes dues à l'expérimentateur. Prendre conscience d'un problème, l'analyser et essayer de le traiter en proposant des solutions pour le minimiser voire le résoudre est une démarche que j'ai acquise tout au long de mon cursus scolaire scientifique mais qui prend tout son sens dans le domaine de la Recherche que j'ai découvert.

Enfin, j'ai pu constaté l'importance du relationnel. C'est grâce aux savoirs et expériences de chacun, mais également à l'entraide, que la Recherche peut avancer. Cet esprit d'équipe est très présent dans l'Unité Agro-Impact. J'ai apprécié pouvoir demander conseils quand je rencontrais une difficulté lors des expérimentations ou du traitement des données. Malgré leurs activités, l'ensemble du personnel, et plus particulièrement ma maître de stage, se sont toujours montrés disponibles pour m'aider.

Pour finir, pouvoir échanger avec des techniciens, des ingénieurs et des chercheurs a été très enrichissant et a confirmé mon envie de poursuivre mes études et de travailler, par la suite, dans le domaine de l'Agronomie.

## **Bibliographie**

Site INRA : [WWW.inra.fr](http://WWW.inra.fr)

Site sur l'effet de serre:

[www.premiumwanadoo.com/renard/travaux/TPE/S/rechaufClim/effetSerre.gif](http://www.premiumwanadoo.com/renard/travaux/TPE/S/rechaufClim/effetSerre.gif)

*Alternatives économiques, Juin 2008, L'état du développement durable en France,*

**BAUMERT et al., 2005, Emissions de GES en agriculture**

**BOISSEAU.F, 2004, Plaquette INRA.**

**FIRESTONE & DAVID, 1989; KHALIL 2005, Origine des émissions de N<sub>2</sub>O par les sols cultivés.**

**LEPAGE C., 2009, Changement climatique : parlons clair ! Actu-Environnement, 30 septembre**

**MARIOTTE J, 2011, Dosage de l'azote minéral NH<sub>4</sub><sup>+</sup>/NO<sub>3</sub> par le flux continu SKALAR**

**WATSON.R.T., 2001, Des changements climatiques, Rapport de synthèse. 184 p, Genève (suisse)**

## Glossaire

- Anthropique** : dû aux activités humaines.
- CIPAN** : Culture Intermédiaire Piège A Nitrate.
- CNRS** : Centre National de Recherche Agronomique.
- **Colloïdes** : argiles et acides humiques qui fixent les cations ( $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $NH_4^+$ )
- Edaphique** : relatif au rapport entre le sol et le vivant.
- Fétuque** : légumineuse dont certaines espèces sont utilisées comme plante fourragère
- GESSYS** : projet porté par l'unité Agro-Impact ayant pour objectif une meilleure quantification des émissions de GES.
- LDAR** : Laboratoire Départemental d'Analyse et de Recherche.
- Miscanthus** : (appelé aussi « Roseau de Chine » ou « Herbe à éléphant »), graminée originaire d'Asie du sud-est. C'est une plante à rhizomes non invasive. L'espèce majoritairement cultivée est le *Miscanthus giganteus*.
- Plantes annuelles** : qui accomplissent leur cycle de vie en une année.
- Plantes pérennes** : (ou vivace) qui vit plus de deux ans.
- Plantes pluriannuelles** : propre à une plante qui fleurit après plusieurs années.
- SDAR** : Service Déconcentré d'Appui à la Recherche (administratif).
- Semis Direct**: semis effectué sans travail du sol.
- Sorgho**: plante herbacée annuelle de la famille des poacées.
- Stress abiotique**: stress dont l'origine ne provient pas d'organisme vivant (ex : vent).
- Switchgrass**: *Panicum virgatum* (aussi appelé switchgrass) est une plante vivace rhizomateuse.
- Tarière** : outil permettant de percer et de prélever du sol.
- Texture d'un sol** : définie la composition en sable, limon et argile.
- Travail Superficiel** : technique culturale sans labour (ex: déchaumage).
- Triticale** : poacée, hybride artificiel entre le blé (*triticum*) et le seigle (*sécale*).
- Structure d'un sol** : décrit l'organisation spatiale des éléments de texture.

## Index des figures

Figure 1 : Schéma expliquant le principe de l'effet de serre (d'après Belin)

Figure 2 : Relevés des changements dans la composition atmosphérique de la teneur en CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O (exprimée en ppmv et ppbv : parties par million et billion en volume) au cours des 1000 dernières années.

Figure 3 : Contribution de chaque secteur d'activité aux GES et contribution des différents GES à l'effet de serre (d'après «L'état du développement durable en France, Alternatives économiques, Juin 2008»)

Figure 4 : Emissions de GES en agriculture (d'après Baumert et al. (2005))

Figure 5 : Origine des émissions de N<sub>2</sub>O par les sols cultivés (d'après Firestone & David (1989); Khalil (2005))

Figure 6 : Schéma de l'organisation de l'INRA du national à l'équipe «Azote et Matière organique» de l'Unité Agro-Impact.

Figure 7 : Photographie de Miscanthus sur le dispositif «Biomasse&Environnement» de Mons

Figure 8 : Photographie de luzerne sur le dispositif «Biomasse&Environnement» de Mons

Figure 9 : Photographie d'un tamis et de bacs en métal de récupération de sol lors de l'extraction de l'azote minéral des échantillons du dispositif «Biomasse&Environnement» de Mons (18/05/2011)

Figure 10 : Photographies des sachets, contenant du sol et de la solution de KCl et prélèvement du surnageant à la seringue, contenant l'azote minéral extrait du sol.

Figure 11 : Photographie du matériel utilisé pour déterminer l'humidité d'un sol

Figure 12 : Schéma descriptif du déroulement d'un cycle de mesure en laboratoire

Figure 13 : Graphe permettant d'obtenir le flux de CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O émis par un échantillon en phase 1 et 3

Figure 14 : Suivi des teneurs en azote minéral et de l'humidité sur 2 modalités pour le Miscanthus couplé aux émissions *in situ* de CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O (respectivement FCO<sub>2</sub> et FN<sub>2</sub>O; F=flux) (Essai "Biomasse&Environnement de Mons)

Figure 15 : Suivi des teneurs en azote minéral et de l'humidité sur Luzerne et Fétuque couplé aux émissions *in situ* de N<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> (respectivement FCO<sub>2</sub> et FN<sub>2</sub>O; F=flux) (Essai "Biomasse&Environnement de Mons)

Figure 16 : Cycle biochimique de l'azote dans les sols (d'après "Biodisponibilité des différentes sources d'azote pour la nutrition des plantes", J.M. MACHET et S. RECOUS).

Figure 17 : Comparaison des flux de CO<sub>2</sub> (kg C/ha/j) et de N<sub>2</sub>O (g N/ha/j) des essais Travail du sol (noté Wsol) et Environnement (noté envrt) entre les phases 1 et 3.

Figure 18 : Comparaison des flux de CO<sub>2</sub> (kg C/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 1.

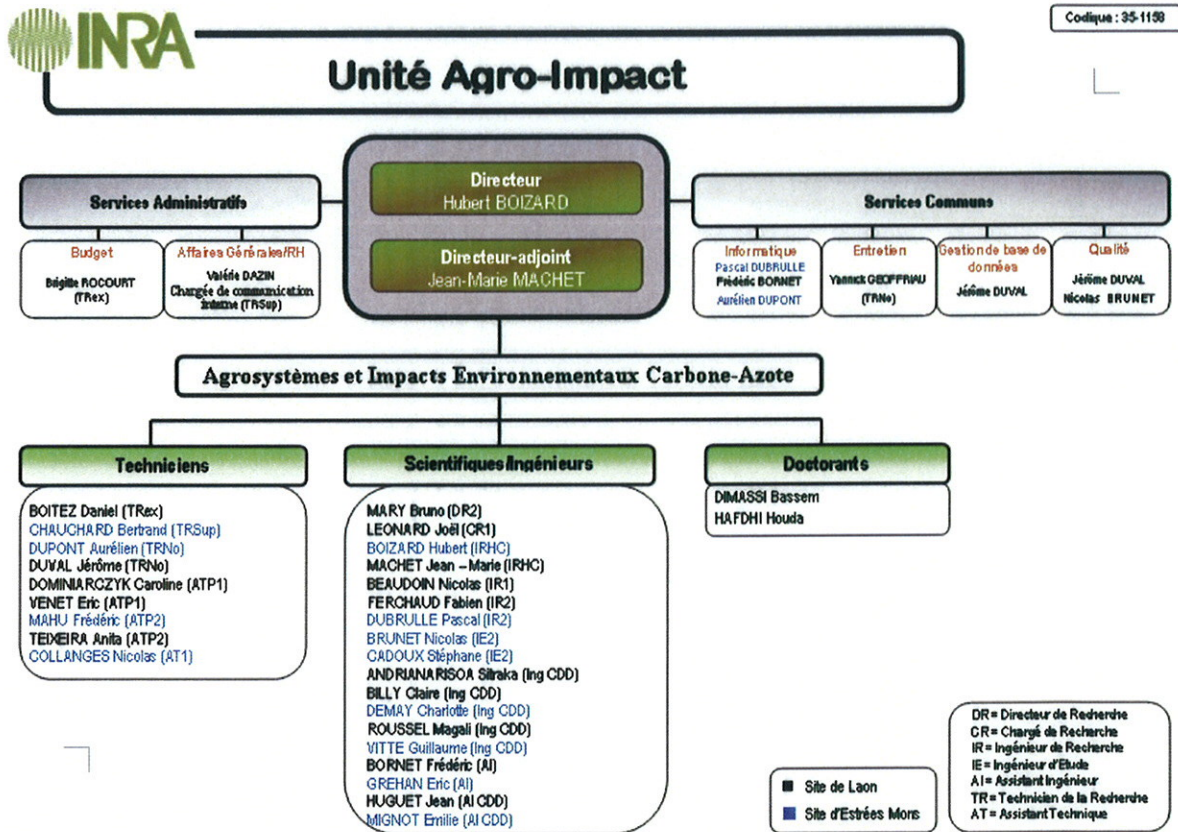
Figure 19 : Comparaison des flux de N<sub>2</sub>O (g N/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 1.



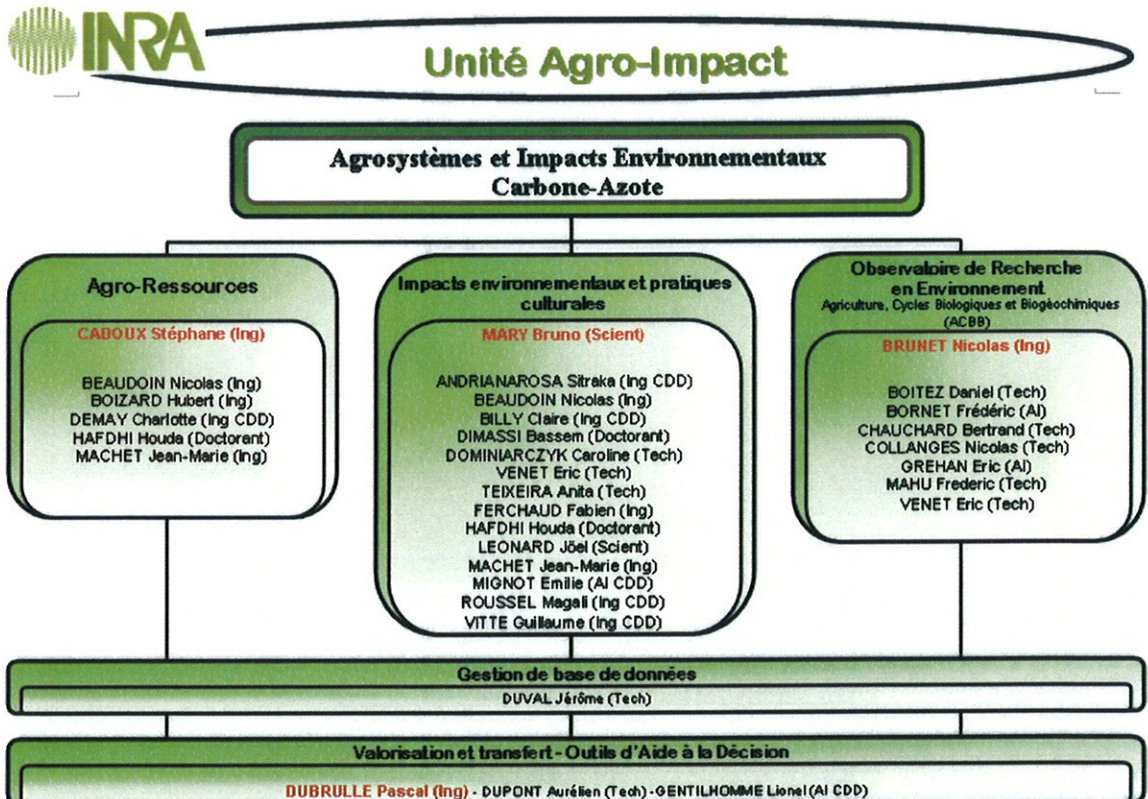
## **Table des annexes**

<b>Annexe 1</b> : Organigramme administratif "Unité Agro-Impact" de Laon-Mons .....	1
<b>Annexe 2</b> : Organigramme des équipes "Unité Agro-Impact" de Laon-Mons .....	1
<b>Annexe 3</b> : Système automatisé de mesure des flux de N <sub>2</sub> O et de CO <sub>2</sub> au champ .....	2
<b>Annexe 4</b> : Plan et photographie du dispositif «Biomasse & Environnement» du domaine expérimental de Mons .....	4
<b>Annexe 5</b> : Deux tableaux Excel indiquant les valeurs d'humidité et les concentrations d'azote minéral des échantillons de sol prélevés le 4/05/2011 sur l'essai «Biomasse & Environnement» du domaine expérimental de Mons .....	5
<b>Annexe 6</b> : Photographie des essais «Travail du sol» et «Environnement» du site expérimental de Boigneville .....	6
<b>Annexe 7</b> : Méthodes de détermination des flux pour la phase 2 (incubation des échantillons simultanée).....	6
<b>Annexe 8</b> : Deux tableaux Excel récapitulant la moyenne et l'écart-type des flux pour chaque modalité et profondeur des échantillons des essais «Environnement» et «Travail du sol» de Boigneville.....	8
<b>Annexe 9</b> : Comparaison des flux de CO <sub>2</sub> (kg C/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 3.....	9
<b>Annexe 10</b> : Comparaison des flux de N <sub>2</sub> O (g N/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 3.....	9

**Annexe 1 : Organigramme administratif "Unité Agro-Impact" de Laon-Mons**



**Annexe 2 : Organigramme des équipes "Unité Agro-Impact" de Laon-Mons**



### Annexe 3 : Système automatisé de mesure des flux de N<sub>2</sub>O et de CO<sub>2</sub> au champ

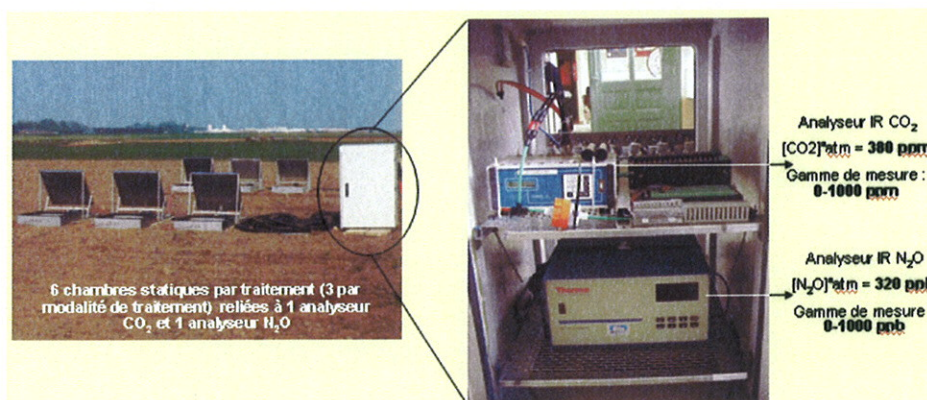
#### • Description l'appareillage.

Les deux sites expérimentaux de Boigneville et Estrées-Mons sont équipés de jeux d'enceintes automatiques qui vont permettre la mesure des flux de N<sub>2</sub>O et CO<sub>2</sub> au sein des micro parcelles expérimentales.

Chaque jeu va être composé de: (cf photo ci-dessous)

- 6 chambres automatiques reliées aux analyseurs par des gaines plastiques
- Un caisson étanche contenant
  - Un analyseur N<sub>2</sub>O
  - Un analyseur CO<sub>2</sub>
  - Une centrale d'acquisition et de pilotage
  - Un modem pour collecter les données directement au bureau

La centrale d'acquisition est également couplée à deux jeux de 6 sondes. Chaque jeu comprend 3 sondes TDR (Time Domain Reflectometry) et 3 sondes thermiques.



#### **Chambres automatiques**

Les chambres sont des caissons métalliques de 0.49 m<sup>2</sup> (0.7\*0.7) dotés d'un couvercle amovible monté sur vérin. Elles vont être enfoncées de 10cm dans le sol afin de capter les gaz issus de la portion de sol sous-jacente. La fermeture du capot va permettre le piégeage des gaz pour lesquels la concentration pourra alors être mesurée par les analyseurs. L'ouverture et la fermeture de ces chambres est complètement automatisée et commandée par la console de pilotage.

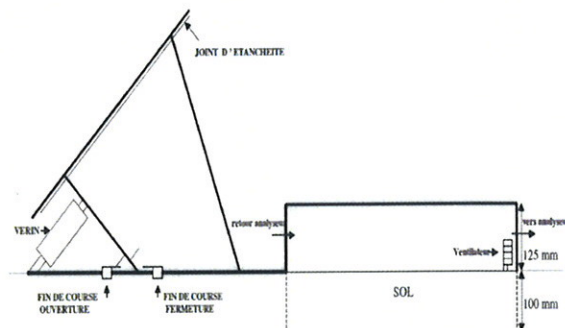


Schéma d'une chambre automatique (vue latérale)

#### **Analyseurs CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O**

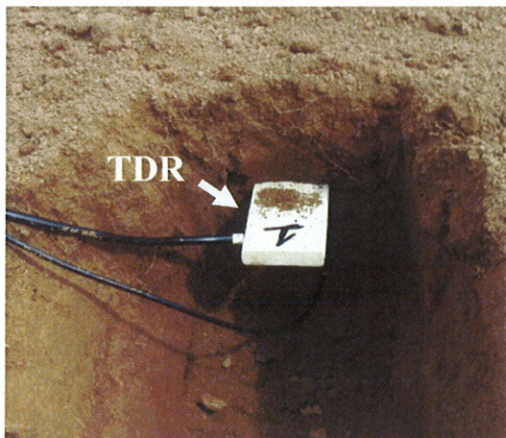
Les analyseurs vont permettre de mesurer les concentrations en CO<sub>2</sub> et N<sub>2</sub>O au sein des chambres. Les analyseurs N<sub>2</sub>O (thermocycle 46i) et CO<sub>2</sub> (Licor...) fonctionnent tous deux sur le principe de spectrométrie infrarouge par absorption. Les appareils sont dotés d'une source IR (résistance) qui émet le rayonnement infra-rouge au sein de l'enceinte de mesure des analyseurs dans lequel est présent l'échantillon gazeux issu des chambres. Le CO<sub>2</sub> et le N<sub>2</sub>O vont en fait, par nature, absorber ces radiations infrarouges; le détecteur en sortie va alors détecter la quantité d'IR "retour" et l'analyseur va alors être capable de déterminer par différence entre la quantité émise et celle perçue, la proportion absorbée par le mélange gazeux. Cette proportion va alors correspondre à la quantité de N<sub>2</sub>O ou CO<sub>2</sub> (selon l'analyseur) présente dans l'échantillon, finalement plus le milieu sera concentré plus le gaz sera absorbé.

L'analyseur N<sub>2</sub>O, doté d'une pompe, est branché en série avec l'analyseur CO<sub>2</sub> et prélève les gaz en continue la mesure des concentrations est réalisée avec un pas de temps de 10s par le biais de la sortie analogique.

### Centrale d'acquisition et de pilotage

La Campbell CR 1000 est une centrale qui va permettre à la fois l'acquisition des données issues des analyseurs et des sondes mais va également avoir le rôle de pilotage. C'est-à-dire qu'elle va permettre la synchronisation des mesures au niveau des 6 enceintes. Cette synchronisation prend en compte l'ouverture et la fermeture du capot amovible ainsi que l'ouverture et la fermeture des électrovannes propres à l'enceinte dont le contenu est analysé.

### Sondes TDR et température.



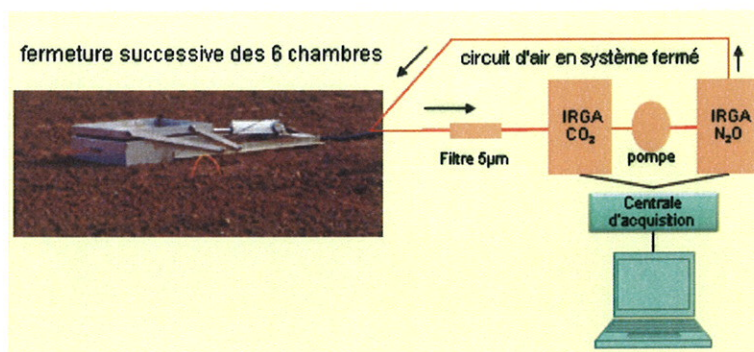
Ce sont des sondes étanches qui vont être enterrées à deux niveaux différents 10cm et 20cm, permettant ainsi de déterminer les teneurs en eau ainsi que les températures propres à ces horizons. La teneur en eau du sol ainsi que la température sont des facteurs influençant les émissions de  $N_2O$  et  $CO_2$ , l'acquisition de ces données permettront en terme de corrélérer ces déterminants à la dynamique d'émission.

- Méthodologie.

Le choix d'utiliser 6 enceintes par jeu est totalement lié à l'expérimentation. Cela va permettre de séparer ce jeu en deux et de placer chaque demi-jeu sur une modalité de traitement, permettant ainsi de comparer pour un traitement donné deux modalités différentes. On peut citer par exemple Miscanthus coupe précoce et tardive, fétuque et luzerne ou encore labour et semis direct. Il est nécessaire d'implanter sur chaque modalité 3 enceintes, 3 répétitions minimum sont indispensables pour obtenir des données exploitables.

Les enceintes se ferment successivement durant 20 minutes pendant lesquelles le volume de gaz piégé va être analysé. Le choix d'une période de 20 minutes a été établie sur acquis, la pertinence des résultats n'est pas plus importante pour une période de piégeage plus longue et ne tendrait qu'à perturber le système d'un point de vue biologique.

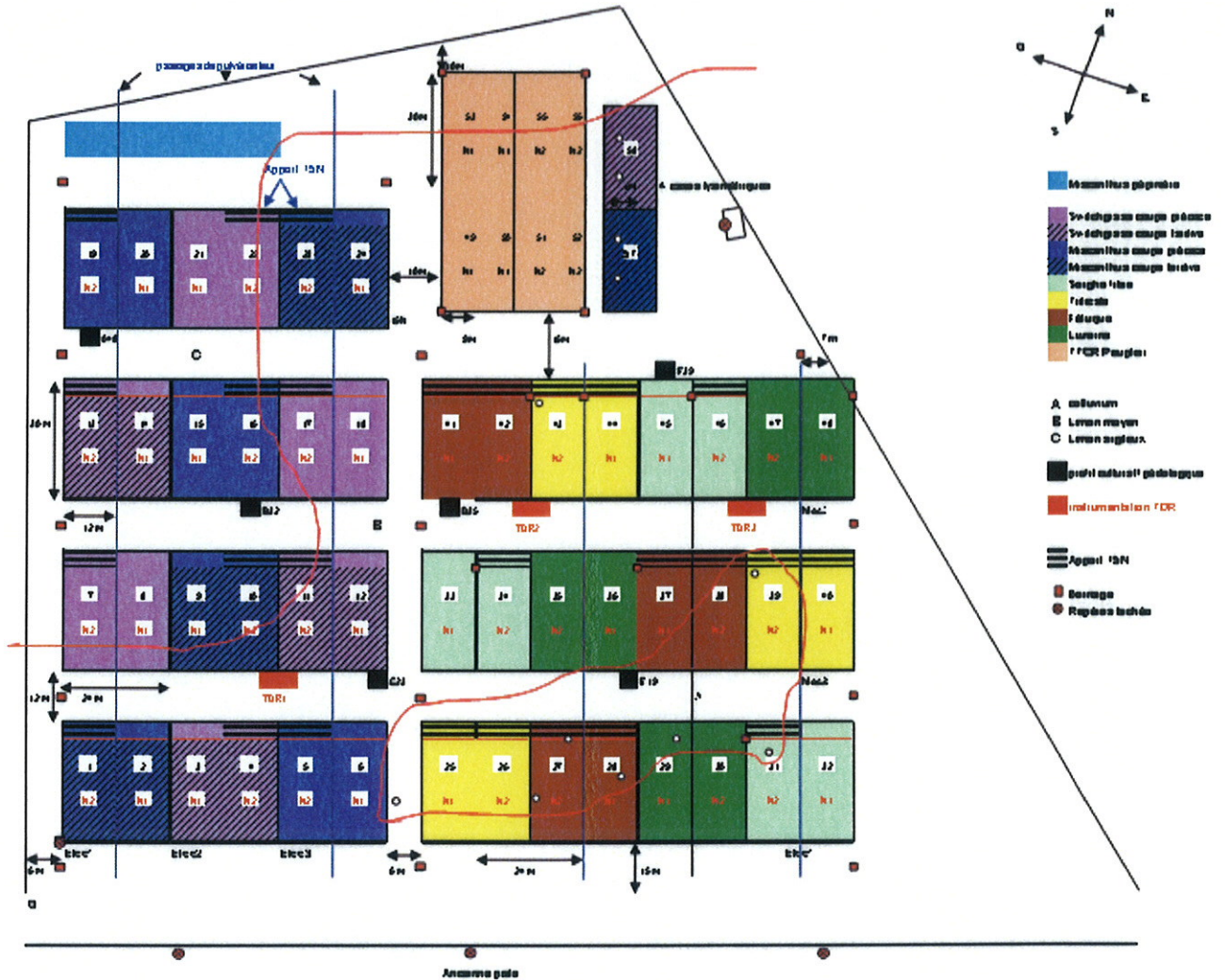
Chaque enceinte va se fermer 4 fois par jours (6h,12h,18h et 24h) permettant ainsi de couvrir un cycle journalier et de visualiser, de fait, les dynamiques d'émission diurne et nocturne caractérisées par des plages de températures différentes.



**Annexe 4 : Plan et photographie du dispositif «Biomasse & Environnement» du domaine expérimental de Mons**

**Dispositif Biomasse & Environnement**

Dispositif expérimental 2010-11



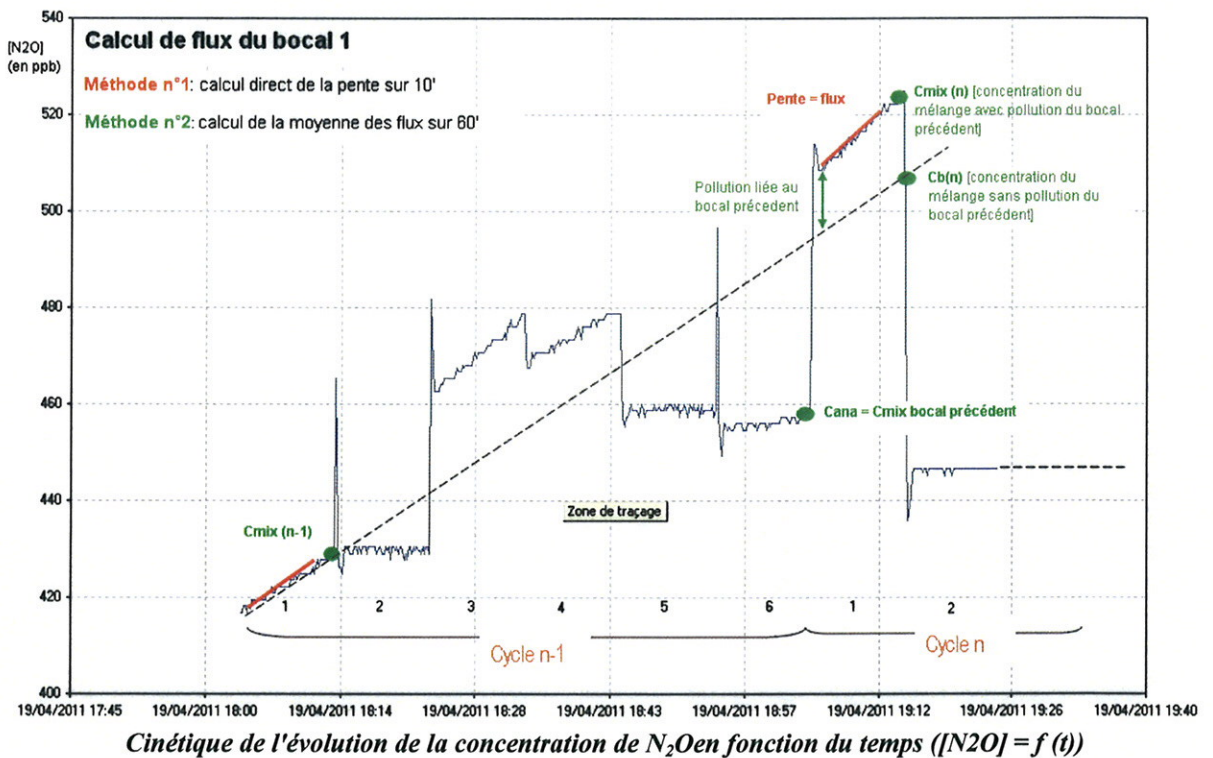


**Annexe 6 : Photographie des essais «Travail du sol» et «Environnement» du site expérimental de Boigneville**



**Annexe 7 : Méthodes de détermination des flux pour la phase 2 (incubation des échantillons simultanée).**

Les flux peuvent être déterminés selon 2 méthodes :



- **Méthode n°1**

Le graphique représentant l'évolution de la concentration en fonction du temps, la pente calculée va alors déterminer le flux estimé sur une période de 10 minutes.

Cette méthode est la plus directe et la plus explicite puisqu'elle va nous informer sur le flux propre au bocal. Cependant, une certaine incertitude est associée au calcul de ce flux, compte tenu de la précision de l'analyseur N<sub>2</sub>O (± 5 ppb), et du temps de mesure relativement court (10 min).

- **Méthode n°2**

Cette méthode va nous permettre de moyenniser le flux sur une période de 60 minutes. Elle consiste à observer le delta de concentration [Cb(n)-Cmix(n-1)] en N<sub>2</sub>O entre deux cycles (n et n-1) pour un même bocal, qui va donc correspondre à la production (voire consommation) en N<sub>2</sub>O de l'échantillon durant cette période (60 minutes).

La concentration du mélange au sein du bocal au cycle n (Cmix (n)) n'est pas propre à la concentration du bocal. En effet, le dispositif de mesure entraîne une pollution des bocaux de proche en proche, concrètement le Cmix(n) du bocal1 va correspondre à la concentration pondérée de ce bocal (Cb(n)) et de l'analyseur qui contient une concentration en gaz (Cana) provenant du bocal précédemment mesuré (bocal6).

Il est donc nécessaire de prendre en compte la participation de l'analyseur (Pa=0.15) et du bocal mesuré (Pb=0.85) pour déterminer la concentration propre de ce bocal (Cb(n)).

### Calcul

$$C_{mix}(n) = Pa * C_{ana} + Pb * C_b(n) \quad [Eq 1]$$

On sait que la concentration propre au bocal va être égale à la concentration déjà présente au cycle précédent sommée à celle issue de la production durant l'heure séparant les deux mesures.

$$On \text{ peut donc écrire: } C_b(n) = C_{mix}(n-1) + F * \Delta t \quad [Eq 2] \quad \text{avec } \Delta t = t(n) - t(n-1) = 60 \text{ min}$$

En intégrant l'équation 1 à l'équation2 on obtient:

$$C_{mix}(n) = Pa * C_{ana} + Pb * [C_{mix}(n-1) + F * \Delta t]$$

$$C_{mix}(n) - Pa * C_{ana} = Pb * [C_{mix}(n-1) + F * \Delta t]$$

$$C_{mix}(n-1) + F * \Delta t = (C_{mix}(n) - Pa * C_{ana}) / Pb$$

$$F * \Delta t = [(C_{mix}(n) - Pa * C_{ana}) / Pb] - C_{mix}(n-1)$$

$$F = [(C_{mix}(n) - Pa * C_{ana}) / Pb] - C_{mix}(n-1) / \Delta t$$

- **Comparaison qualitative des méthodes**

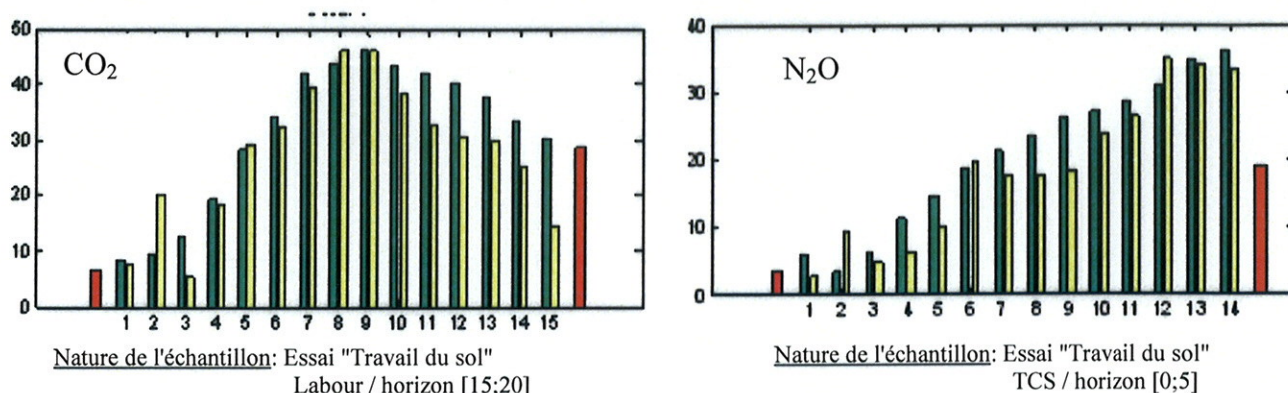
Afin de déterminer s'il est convenable d'utiliser la première méthode qui est plus directe (plus simple), il est nécessaire de vérifier que les résultats qui en découlent sont qualitativement proches de ceux de la seconde plus représentative.

Pour cela, on va mettre en place des histogrammes sur lesquels vont figurer les flux calculés selon la première méthode (barres jaunes) ainsi que ceux issus de la seconde (barres vertes). Les axes sont définis comme tel : en ordonnée les flux de N<sub>2</sub>O (en g N / ha / j) ou de CO<sub>2</sub> (en kg de C / ha / j) et en abscisse le numéro de cycle.



Cette approche méthodologique est réalisée à partir des échantillons collectés à Boigneville sur les essais "Environnement" et "Travail du sol" et ce, pour le N<sub>2</sub>O ainsi que le CO<sub>2</sub>. Le jeu de données est relativement conséquent et permet donc une interprétation convenable des résultats.

#### Exemples d'histogrammes



Les flux estimés en phases 1 et 3 (correspondant aux incubations individuels), qui sont représentés par les 2 barres rouges sur les graphiques, et en phase 2 semblent correspondre. Ainsi, les deux méthodes peuvent être validées. De plus, on observe peu de différences entre les méthodes 1 et 2 de calcul des flux pour la phase 2. Notre méthodologie semblerait être adaptée.

#### Annexe 8 : Deux tableaux Excel récapitulant la moyenne et l'écart-type des flux pour chaque modalité et profondeur des échantillons des essais «Environnement» et «Travail du sol» de Boigneville

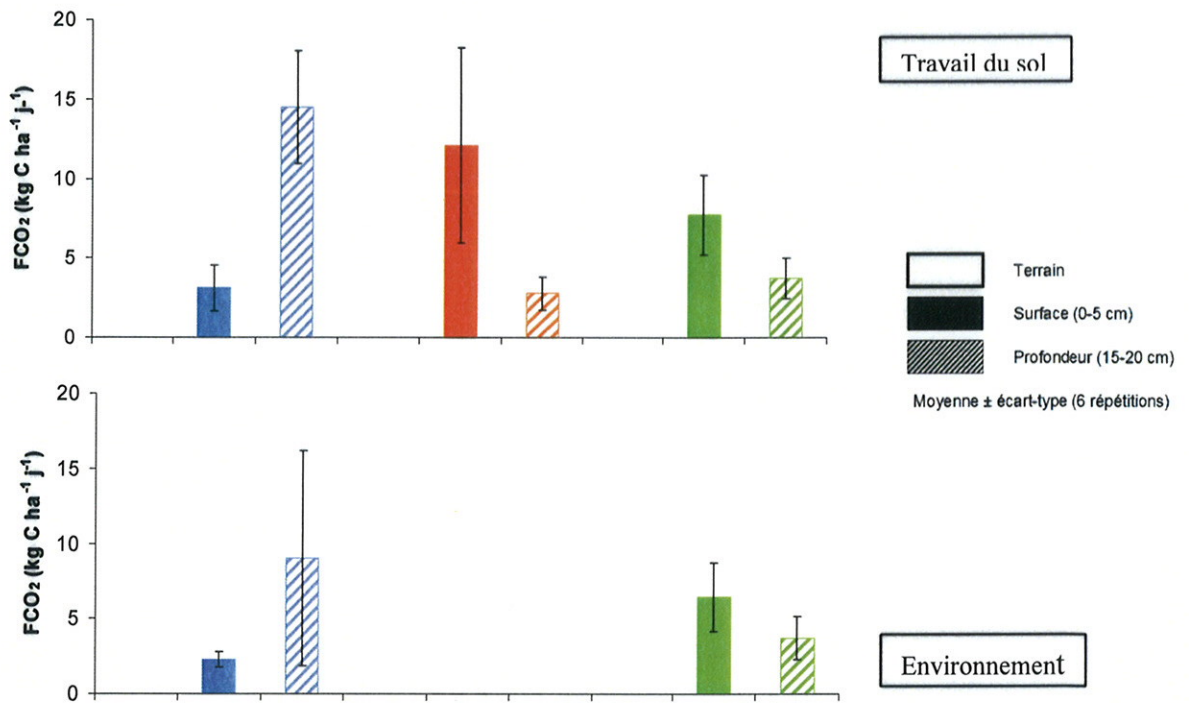
- Pour l'essai "Environnement" :

Modalité	Prof (cm)	Phase 1				Phase 3			
		CO2		N2O		CO2		N2O	
		moyenne	ecart-type	moyenne	ecart-type	moyenne	ecart-type	moyenne	ecart-type
L0	0-5	3.258	0.7675	-0.334	0.7391	2.281	0.5069	0.1478	0.3068
L0	15-20	11.046	6.9234	11.178	18.0247	9.047	7.1742	4.382	5.2539
L2	0-5	8.580	3.4490	-0.838	0.5828	6.451	2.2697	-0.614	0.3526
L2	15-20	5.804	2.2174	-1.211	0.5012	3.734	1.4205	-0.886	0.4961

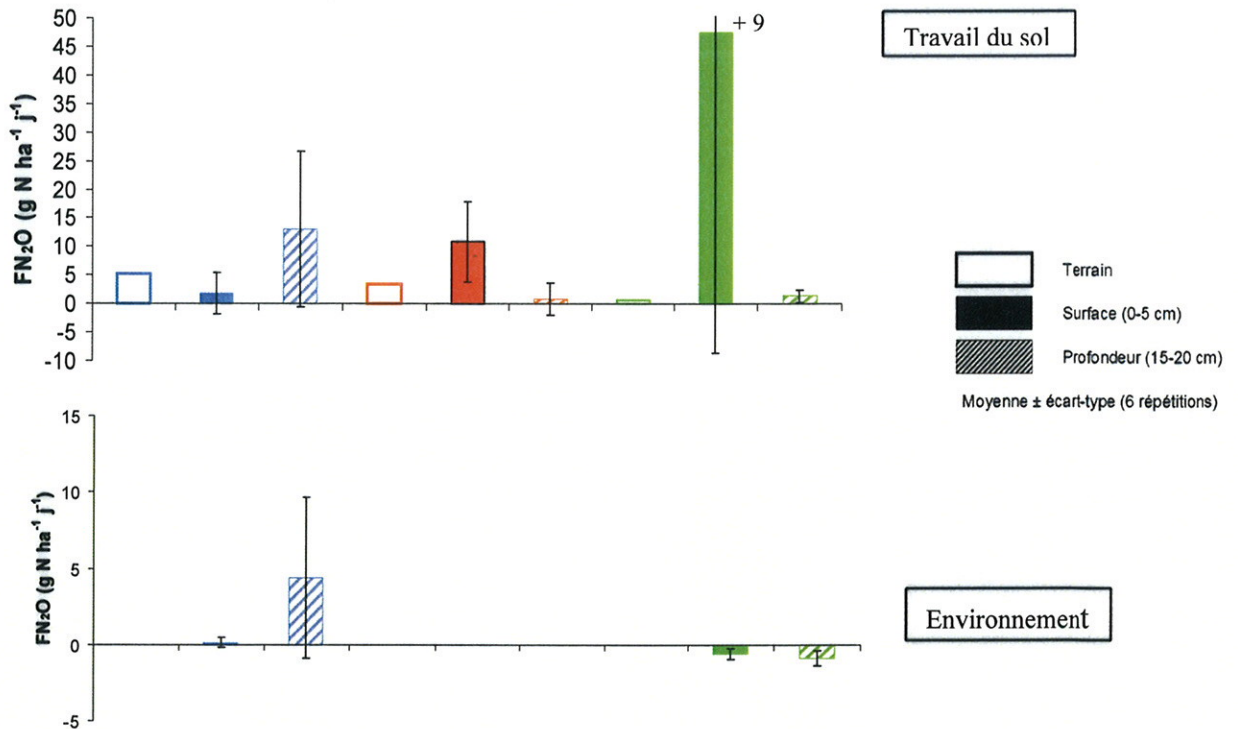
- Pour l'essai "Travail du sol" :

Modalité	Prof (cm)	Phase 1				Phase 3			
		CO2		N2O		CO2		N2O	
		moyenne	ecart-type	moyenne	ecart-type	moyenne	ecart-type	moyenne	ecart-type
L0	0-5	7.141	1.436	0.584	2.316	3.133	1.444	1.812	3.603
L1	0-5	9.504	4.027	-0.050	2.875	12.113	6.141	10.832	7.006
L2	0-5	6.041	2.473	1.975	2.518	7.732	2.524	47.627	56.275
L0	15-20	8.138	0.331	4.868	4.337	14.523	3.536	13.031	13.697
L1	15-20	1.907	0.432	0.786	1.616	2.787	1.056	0.811	2.754
L2	15-20	2.380	0.650	1.357	2.292	3.747	1.251	1.377	1.065

**Annexe 9 : Comparaison des flux de CO<sub>2</sub> (kg C/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 3.**



**Annexe 10 : Comparaison des flux de N<sub>2</sub>O (g N/ha/j) des essais Travail du sol et Environnement selon les modalités de travail du sol et les profondeurs, pour la phase 3.**



I'm working in the "Unité Agro-Impact" (INRA Laon-Mons, Picardie) which is interested in environmental impacts of agricultural practices, especially greenhouse gas (GHG) emissions ( $N_2O$  or nitrous oxide and  $CO_2$ ) from cultivated soils. In a context of climate change and global warming, quantification and decrease of GHG emissions are actually essential. This is why I have chosen this subject and also because it is a part of my project for my future studies in Agronomy.

GHG emissions are controlled by various factors (fertilization, precipitation, soil tillage). But, the effect of these factors is yet misunderstood, in particular for  $N_2O$ . To better understand the factors "favouring" these emissions, it is necessary to realize measurements of emissions in controlled conditions (in laboratory) using automation of the data acquisition system to make a large number of measurements. My work is composed by 3 parts : (1) definition and improvement of the experimental protocol, (2) measurements of GHG fluxes from soils characterized by various tillage managements (plowing or no till), and collected at different depths, (3) treatment and analysis of the data to validate the methodology and compare the results between the different studied soils.

The first results are encouraging and allow to validate the method. However I observe a lot of variability between samples. Furthermore, results are sometimes different from in situ measurements and not necessarily in agreement with the current scientific knowledge (especially for  $N_2O$ ).

Because of their low volume, soil samples used in this work are not representative of the plot. This implies to study a large number of samples which would be impossible without automating the measurement system. Finally, the automation is original with regard to methodologies usually used in this domain.