



HAL
open science

Dispositif portable de mesure de la teneur en CO₂ dans le sol: mise au point et évaluation

F. Aloulen

► **To cite this version:**

F. Aloulen. Dispositif portable de mesure de la teneur en CO₂ dans le sol: mise au point et évaluation. [Stage] IUT Mesures Physiques. Université Montpellier 2 (Sciences et Techniques) (UM2), FRA. 2002, 37 p. hal-02831981

HAL Id: hal-02831981

<https://hal.inrae.fr/hal-02831981>

Submitted on 7 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.



Centre de Recherche d'Avignon
Unité "Climat, Sol et Environnement"
Domaine Saint-Paul, Site Agroparc
84914 AVIGNON Cedex 9



Département "Mesures Physiques"
99, Avenue d'Occitanie
34096 MONTPELLIER Cedex 05



Soutenu le 18 juin 2002

Avant-propos

Ce stage a été effectué à l'unité "*Climat, Sol et Environnement*" du Centre d'Avignon de l'Institut National de la Recherche Agronomique (INRA). Cette unité travaille sur les relations entre climat, plantes, sol et aquifère. Les problématiques sous-jacentes sont l'environnement d'une part (apparition et/ou devenir de pollutions), les productions agricoles d'autre part (maraîchage et cultures céréalières). Elle est actuellement composée de 4 équipes de recherche, dont l'équipe "*Couplages entre Transferts et Cycles Biogéochimiques*".

Les thèmes prioritaires de cette dernière équipe ont trait à l'apparition et aux devenir de certaines pollutions, notamment la pollution de l'atmosphère par l'oxyde nitreux (N_2O), la pollution des aquifères par le nitrate (NO_3^-), certains éléments traces métalliques (ETM) et certains pesticides, et enfin l'apparition de toxicités dans le sol liées à des apports externes de composés (pesticides ...) et/ou à des changements de conditions de milieu (aération notamment). Mon travail sur la caractérisation de l'atmosphère du sol correspond à un axe méthodologique prioritaire de cette équipe. En effet, de nombreux gaz sont impliqués dans l'apparition et/ou le devenir des pollutions précédemment entrevues ; l'ensemble des chercheurs de l'équipe attend donc la mise à disposition de méthodes dans ce domaine.

Je remercie Pierre Renault, Directeur de Recherche et animateur de l'équipe "*Couplages entre Transferts et Cycles Biogéochimiques*" ainsi que Dalila Mohrath, assistante-ingénieur responsable de cet axe méthodologique, pour le suivi de mon travail et leur disponibilité. Je remercie aussi Alain Oriol, responsable de l'atelier, pour son professionnalisme, Bernard Bès et Pierre Perrin pour leur précieuse aide lors des campagnes de mesures sur le terrain.

Sommaire

I. INTRODUCTION GENERALE	p.1
II. DISPOSITIF DE MESURE ET PROTOCOLES	p.5
II.1. Le dispositif expérimental	p.5
II.1.a. L'analyseur infrarouge (IR)	p.5
II.1.b. La sonde de prélèvement	p.7
II.2. Mise en œuvre expérimentale : protocole de mesure	p.7
III. EVALUATION DU MATERIEL ET DES METHODES	p.9
III.1. Analyseur de CO ₂ :	p.9
III.1.a. Stabilisation du système en conditions optimales	p.9
III.1.b. Performance de l'analyseur IR en conditions optimales	p.11
<i>α. Relation entre signal IR et teneur en CO₂ pour des mélanges N₂-CO₂</i>	
<i>β. Influence des gaz accompagnateurs(N₂,O₂...)</i>	
III.1.c. Performance de l'analyseur IR en conditions dégradées	p.13
<i>α. Influence du débit d'air</i>	
<i>β. Influence de la température</i>	p.15
<i>γ. Influence de la consigne de surpression en aval du déverseur</i>	p.17
III.2. Couplage avec la sonde aiguille et fonctionnement <i>in situ</i>	p.17
III.2.a. Etude des pertes de charges	p.17
III.2.b. Retard à l'arrivée du gaz au détecteur IR	p.17
III.2.c. Risques de pompages dans les horizons adjacents et de transfert à l'interface sol-sonde	p.19
IV. EXEMPLES D'APPLICATIONS	p.23
IV.1. Le sol	p.23
IV.2. Profil de pression partielle de CO ₂	p.23
IV.3. Variabilité spatiale horizontale des pressions partielles en CO ₂	p.25
IV.3.a. Objectifs	p.25
IV.3.b. Méthodologie	p.25
IV.3.c. Résultats et discussion	p.29
V. CONCLUSION- PERSPECTIVES	p.33

I. INTRODUCTION GENERALE

Les sols sont exposés à des pollutions variées qui affectent leur fonctionnement biologique, ainsi que les productions agricoles et forestières (quantités et qualités). Situés à l'interface entre l'atmosphère et des zones plus profondes (zones non saturées profondes, aquifères), les sols participent positivement ou négativement à la qualité de ces derniers compartiments. L'INRA (Institut National de la Recherche Agronomique) travaille notamment sur :

- la qualité de l'atmosphère vue au travers des productions et consommations par le sol de certains gaz impliqués dans (i) l'effet de serre planétaire (CO_2 , N_2O , CH_4), (ii) la production d' O_3 dans la basse troposphère (NO , NO_2) et sa consommation dans la haute troposphère et la basse stratosphère (N_2O), et (iii) l'acidité des pluies (NO , NO_2 , NH_3) ;
- la qualité des aquifères au travers de leurs teneurs en NO_3^- , en éléments traces métalliques (ETM) tels que Mn et Al, en pesticides (triazines ...) et en autres composés organiques xénobiotiques (solvants, HAP, PCB) ;
- la qualité des sols vue notamment au travers de la mobilité des ETM et des divers composés organiques xénobiotiques précédemment cités.

L'atmosphère du sol est impliquée à des titres divers dans l'apparition et ou le devenir de ces pollutions. A titres d'exemples :

- la présence ou l'absence d' O_2 affecte le caractère aérobie ou anaérobie des transformations microbiennes et le potentiel redox (E_H) du milieu ;
- les teneurs en CO_2 , NH_3 et H_2S conditionnent le pH de la solution ;
- les concentrations totales en ETM de la solution dépendent des possibilités de d'association (complexation) des métaux avec des ligands dont HCO_3^- , CO_3^{2-} , NH_3 , HS^- et S^{2-} , ces derniers étant en équilibre avec les teneurs en CO_2 , NH_3 et H_2S ;
- de très nombreux gaz sont directement impliqués dans des processus microbiens.

Parmi ceux non cités auparavant, on trouve N_2O , H_2 , H_2S , CH_4 .

Enfin, signalons que certains gaz peuvent servir à tracer les transferts convectifs et/ou diffusifs, notamment ^{222}Rn , N_2 et Ar.

Décrire la distribution des gaz dans le sol suppose de prendre en compte la structure de ce dernier avec (i) d'une part des zones compactes (mottes ...), et (ii) d'autre part des vides entre ces zones formant ce que l'on appelle l'espace poral structural. Il existe des méthodes permettant d'appréhender au laboratoire la distribution des gaz au sein de mottes ou au voisinage de zones très réactives comme les racines ou les matières organiques en décomposition (micro-électrodes à O_2 ou à N_2O , fibres optiques pour CO_2 notamment). Si plusieurs travaux ont déjà mis en œuvre des techniques pour suivre l'atmosphère de l'espace poral structural *in situ* (au champ), il s'avère que ces méthodes étaient généralement limitées à 1 ou 2 gaz, et qu'elles n'ont jamais donné lieu à des études approfondies sur les biais qui pouvaient leur être inhérents.

L'équipe "*Couplages entre Transferts et Cycles Biogéochimiques*" de l'Unité "*Climat, Sol et Environnement*" travaille actuellement à la mise au point d'une nouvelle méthode de suivi *in situ* de l'atmosphère du sol dans cet espace poral structural. Ses finalités peuvent être décrites au travers de deux objectifs :

- objectif 1 : la mise au point d'un dispositif de suivi "en continu" de l'atmosphère du sol à différentes profondeurs et en différents sites d'une même parcelle ;
- objectif 2 : la mise au point d'un dispositif portable permettant de dresser aisément des cartographies de concentrations à une profondeur donnée.

Les défis méthodologiques associés à ces deux objectifs sont multiples et variés (du type échantillonnages spatial et temporel, artefacts et biais divers, protection des appareils, automatisation). L'équipe travaille actuellement à :

- l'optimisation des procédures d'échantillonnage dans l'espace (nombre et distribution spatiale des mesures pour appréhender une valeur moyenne et une variabilité autour de cette moyenne, distance entre prélèvements pour minimiser les corrélations entre mesures) ;
- à l'analyse des artefacts pouvant résulter des protocoles de prélèvements (fuites, dépressions liées au pompage, amortissement lié au volume de chambre, risque de moyennage d'une distribution spatialisée de valeurs ...).

Les objectifs spécifiques de mon stage étaient (i) de participer à la phase finale du montage d'un prototype portable permettant de doser le CO₂ à l'aide d'un système de détection infrarouge (IR) et d'un système de prélèvement dans le sol (sonde aiguille), (ii) d'évaluer les performances du système de détection IR et le caractère opérationnel de la combinaison "système de détection – sonde aiguille", et (iii) d'utiliser cette méthodologie pour faire un premier travail sur la distribution spatiale du CO₂ à une profondeur donnée et dans un contexte fixé (parcelle agricole, humidité du sol etc.).

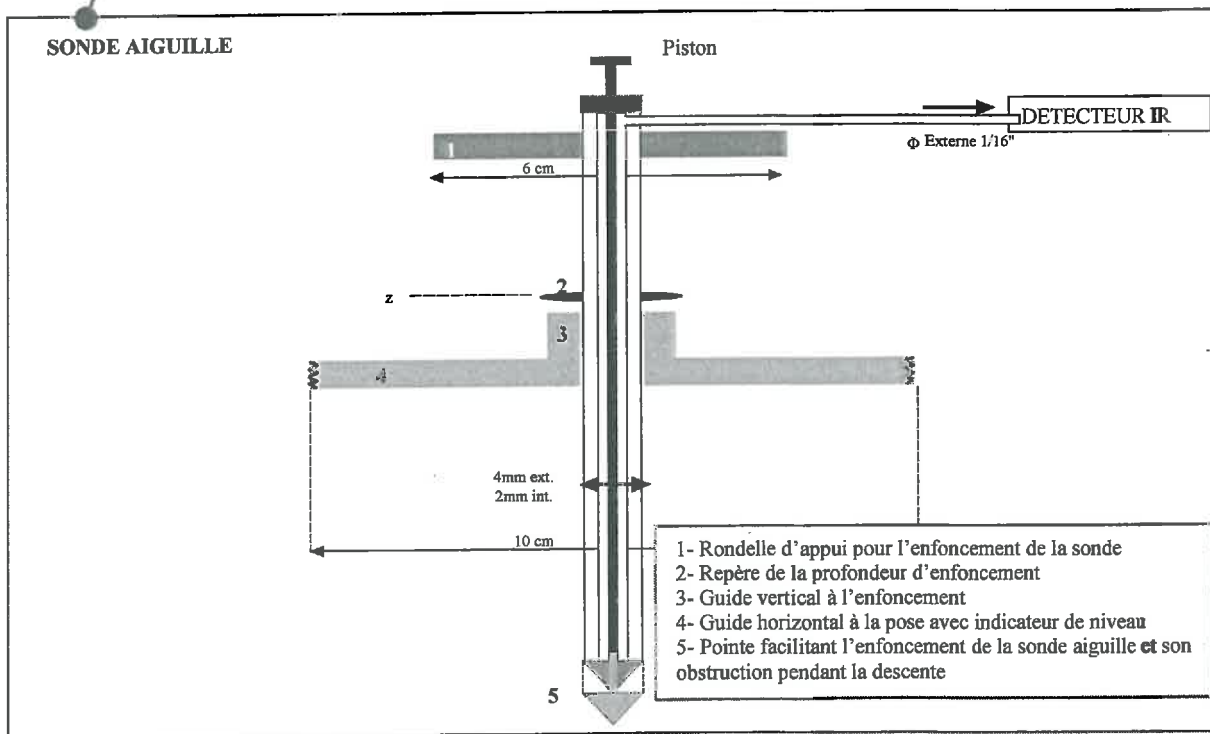
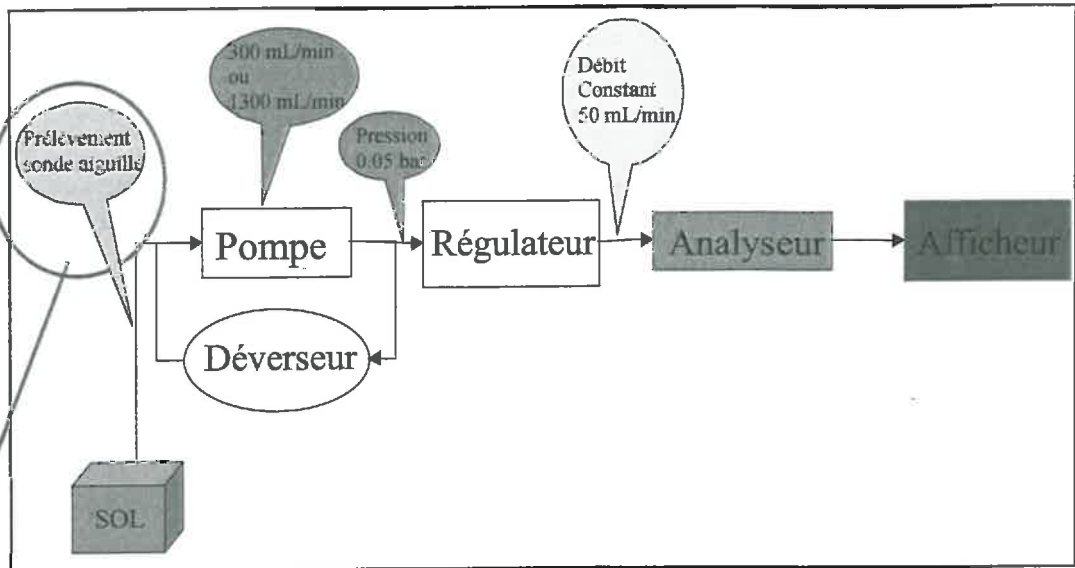


Figure 1 : schéma du prototype portable de mesure des teneurs en CO₂ dans le sol.

II. DISPOSITIF DE MESURE ET PROTOCOLES

Dans cette étude préliminaire, notre travail a été restreint à un seul gaz pour des raisons d'ordre financier. Le choix de l'équipe "*Couplages entre Transferts et Cycles Biogéochimiques*" s'est porté sur le CO₂ pour les raisons suivantes :

- d'une part, ce gaz est produit par la plupart des micro-organismes du sol ;
- d'autre part, une petite augmentation de CO₂ (0.5% par exemple) correspond à une grande variation relative de pression partielle (environ 1400%) par rapport à la teneur en CO₂ de l'atmosphère (0.036% approximativement aujourd'hui), alors qu'une variation similaire d'O₂ (0.5%) correspond à une petite variation relative de pression partielle (2.3%) par rapport à la teneur en O₂ dans l'atmosphère (21%) et sera donc mesurée avec beaucoup moins de précision.

En effet, la baisse de teneur en O₂ et l'augmentation concomitante de la teneur en CO₂ sont généralement faibles tant que l'on ne considère que l'espace poral structural.

Pratiquement, il existe dans le commerce des détecteurs infrarouges de CO₂ peu coûteux. Nous avons combiné l'un de ceux-ci à d'autres composants pour réaliser un prototype facile à déplacer et permettant de caractériser l'atmosphère du sol à une ou plusieurs profondeurs.

II.1. Le dispositif expérimental

Le dispositif combine un système de détection infrarouge du CO₂ à un système de prélèvement des gaz du sol (Fig. 1 et Photos 1-3). Il a été réfléchi pour perturber au minimum le sol et son atmosphère, tout en s'assurant du sens de la mesure. Les contraintes sont liées :

- d'une part au fonctionnement proprement dit du détecteur IR (50 mL.min⁻¹ pour le débit minimum de gaz à assurer, donnée constructeur) et au volume des circuits à purger totalement avant de pouvoir enregistrer un signal stabilisé ;
- d'autre part au sol avec les risques (i) de perturber son atmosphère lors de l'implantation de la sonde, (ii) de pomper dans les couches de sol adjacentes à la couche à caractériser, voire (iii) de pomper de l'atmosphère au dessus du sol par la présence de vides à l'interface entre le sol et la sonde implantée dans ce sol.

II.1.a. L'analyseur infrarouge (IR)

Le prototype devait permettre de balayer le détecteur *sensu stricto* avec un débit constant (généralement égal à 50 mL.min⁻¹) et ce quelque soit les conditions de milieu, alors que ces dernières peuvent induire des résistances variables au pompage de l'air du sol (en fonction de la profondeur explorée dans le sol, de l'humidité et de la masse volumique de ce dernier ...). Le prototype est constitué de plusieurs éléments (Fig. 1 et Photo 2) :

- un détecteur infrarouge (Ir1520, Servomex, St Denis la Plaine, France) : ce détecteur à système IR fournit des teneurs en CO₂ dans la gamme 0 - 2.5% ;
- une pompe à moteur continu assurant un débit très supérieur à 50 mL.min⁻¹ lorsque les pressions aval et amont sont voisines de la pression atmosphérique. Deux modèles ont été utilisés (KNF, Village-neuf, France) : le modèle NMP 05b à 300 mL.min⁻¹ (cf. section III.1.) et le modèle NMP 015b à 1300 mL.min⁻¹ (cf. sections III.2. et IV) ;

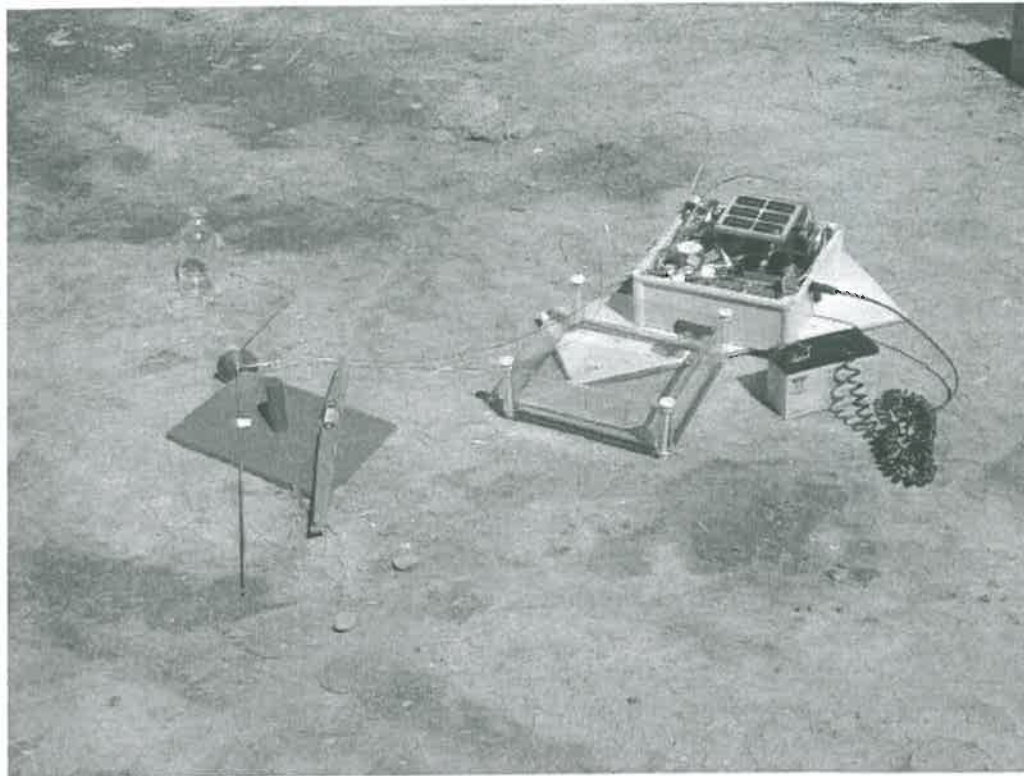


Photo 1 : Vue d'ensemble du dispositif de mesure portable de la teneur en CO₂ dans le sol.

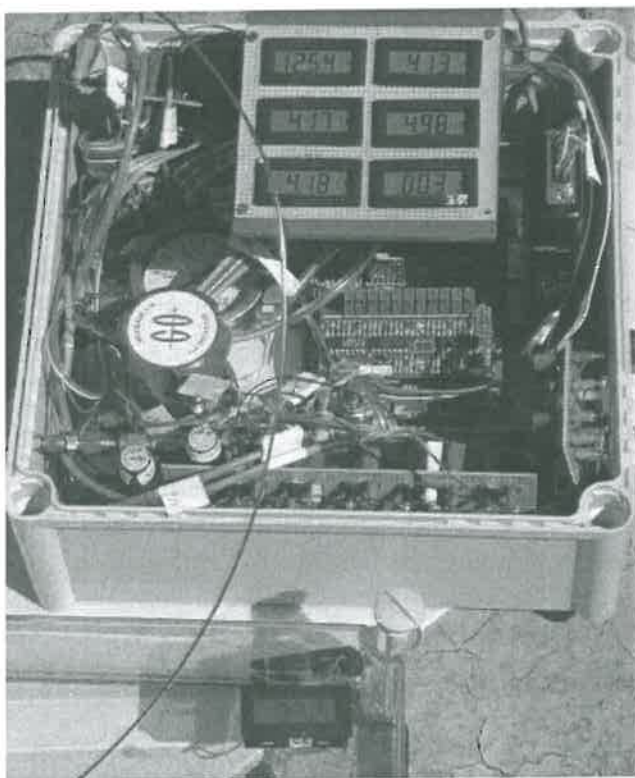


Photo 2 : Détails sur l'analyseur IR.

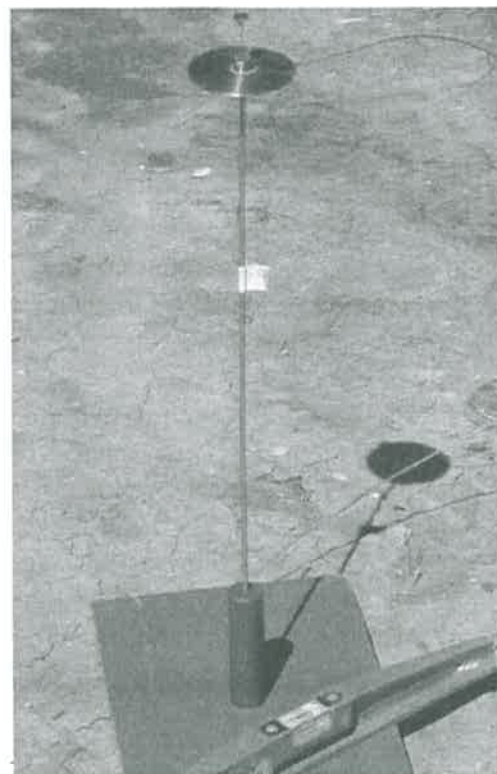


Photo 3 : Détails sur la sonde aiguille et son socle d'insertion dans le sol.

- un déverseur (BP-3 Séries, Serv'instrumentation, Vitrolles, France) permettant de réguler la pression à l'entrée du régulateur de débit, et de limiter la pression en aval de la pompe pour ne pas créer un retour de gaz qui pourrait la détruire ;
- un régulateur de débit massique (5850 Tr, Serv'instrumentation, Vitrolles, France) qui permet de contrôler le débit d'air à l'entrée de l'analyseur.

Pour conserver au système son caractère portable, il était alimenté par une seule batterie 12 V unique, des convertisseurs assurant ensuite la fourniture des tensions adéquates à chacun des composants du système.

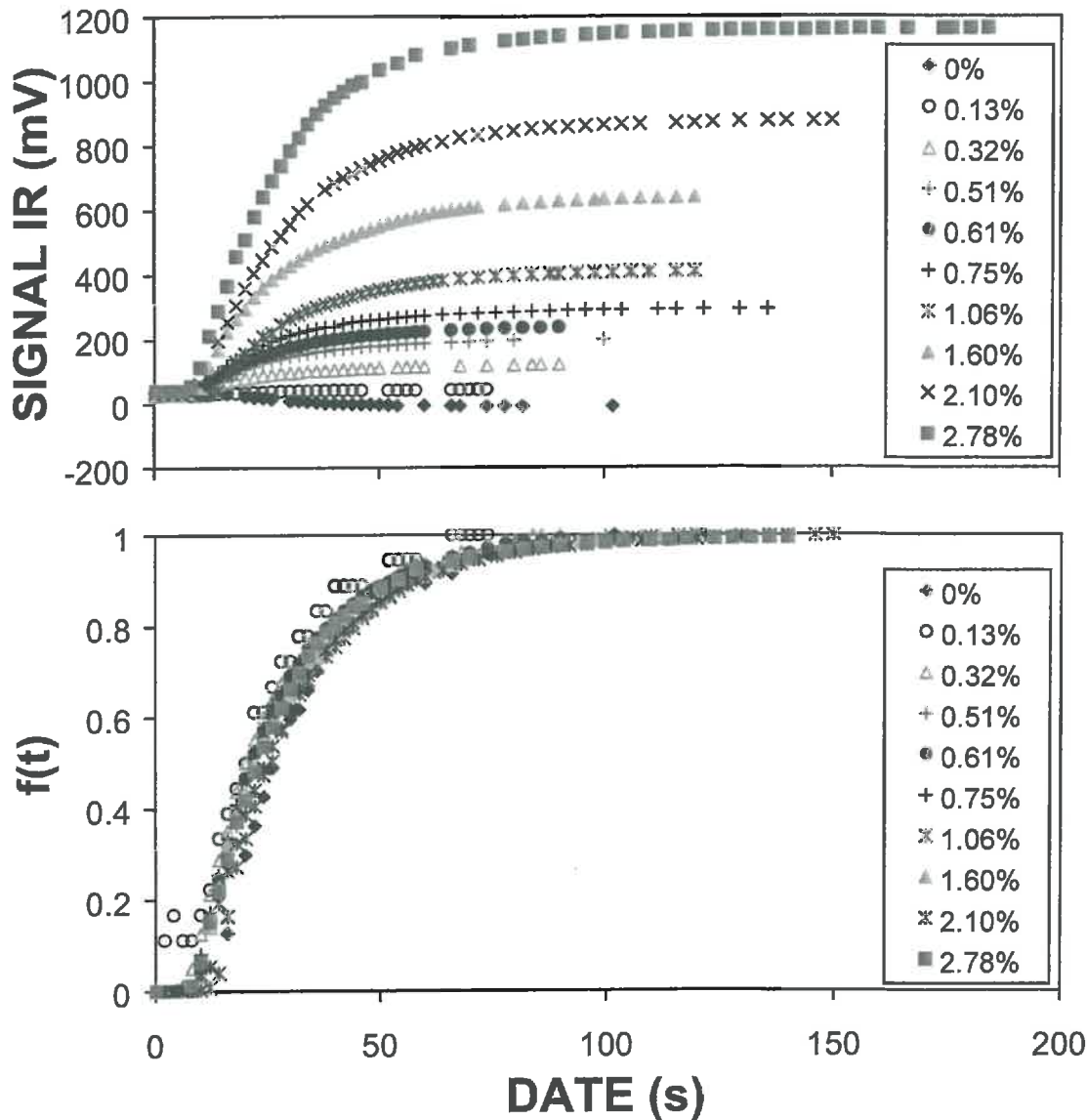
II.1.b. La sonde de prélèvement

La sonde de prélèvement devait (i) être facile à implanter et à retirer du sol pour assurer son caractère portable et déplaçable, (ii) avoir un volume d'air intérieur minimal pour réduire le temps de purge initial et ne pas trop perturber l'atmosphère du sol sans toutefois accroître significativement la résistance au pompage du système, (iii) assurer un contact entre son extrémité et l'espace poral structural libre à l'air (i.e. la fraction de l'espace poral structural remplie d'air), et (iv) minimiser les perturbations de l'interface sol – sonde aiguille lors de son implantation.

L'équipe "*Couplages entre Transferts et Cycles Biogéochimiques*" a opté pour le prototype décrit dans la Figure 1 et la Photo 3. Ce système de prélèvement est appelé "sonde aiguille".

II.2. Mise en œuvre expérimentale : protocole de mesure

La sonde aiguille est implantée dans le sol à l'aide d'un guide qui permet de l'enfoncer verticalement et sans risque de cisaillement ; ce dernier serait alors à l'origine de transferts préférentiels de gaz à l'interface sol – sonde. Lors de l'insertion, le piston de la sonde est en position fermée de manière à ne pas risquer de colmater le tube par de la terre. Pour des sols facilement pénétrables, la sonde est ainsi insérée à 24 cm de profondeur et son piston est alors poussé de 2 cm de manière à centrer la mesure sur la profondeur 25 cm. Pour des sols difficilement pénétrables, la sonde est insérée à 26 cm de profondeur, puis relevée de 2 cm en maintenant le piston enfoncé. L'analyse IR est alors mise en œuvre avec un pompage de gaz ; on réalise alors soit un suivi temporel du signal de l'analyseur IR, soit l'enregistrement d'une mesure unique après un temps supposé suffisant pour que le signal se soit stabilisé.



Figures 2a-b : Influence de la teneur en CO₂ : évolution du signal IR avec le temps après le début du pompage. **a/** données brutes : signal (mV) en fonction du temps (s) ; **b/** données normalisées : $f(t) = \frac{S(t) - S_i}{S_\infty - S_i}$ en fonction du temps, où t est la date (s), S le signal (mV), S_i le signal initial et S_∞ le signal après obtention de l'équilibre du système (mV).

III. EVALUATION DU MATERIEL ET DES METHODES

III.1. Analyseur de CO₂ :

Cette étape avait pour objectif d'étudier le fonctionnement de l'analyseur infrarouge (IR) en absence de la sonde aiguille et ceci pour différentes conditions :

- en conditions "optimales" (20°C, débit de gaz fixé à 50 mL.min⁻¹, surpression avale à la pompe égale à 0.05 bar), avec l'étude de la durée de stabilisation du signal, de la linéarité de la réponse du capteur et des interférences potentielles avec d'autres gaz ;
- en conditions "dégradées" avec l'étude de l'effet d'une perturbation de la température ambiante ou d'une baisse du débit de gaz balayant le détecteur.

Cette étape du travail a été réalisée en laboratoire climatisé, voire, pour jouer sur les températures, en étuve thermostatée. La pompe ayant un débit de 300 mL.min⁻¹ en condition standard a été utilisée.

III.1.a. Stabilisation du système en conditions optimales

Dix sacs hermétiques *sample bag* (sac tedlar 3L, ARELCO, Fontenay sous bois, France) ont été remplis de mélanges CO₂ – N₂ obtenus grâce à des débitmètres régulateurs (5850 TR, Serv'instrumentation, Vitrolles, France). La composition de ces mélanges a été contrôlée par un chromatographe en phase gazeuse (HP 5890 Series II, Agilent Technologies, Paris, France) équipé d'un détecteur catharométrique et de deux colonnes remplies (Porapak Q et tamis moléculaire 5 Å,) de 6 Ft de longueur chacune. Le chromatographe a été préalablement étalonné avec 2 mélanges étalons (2 injections pour chaque mélange) :

- étalon 1 : 0.98% Kr, 5% CO₂, 1.01% N₂O, 10% O₂, 83.01% N₂ ;
- étalon 2 : 1% CO₂, 1% O₂, 98% N₂.

Les teneurs en CO₂ étaient respectivement de 0%, 0.13%, 0.32%, 0.51%, 0.61%, 0.75%, 1.06%, 1.60%, 2.10% et 2.78% pour chacun des 10 sacs. Les sacs ont été successivement connectés à l'entrée de l'analyseur IR et des suivis du signal du détecteur (mV) ont été effectués toutes les 2 s pendant approximativement 2 min. Les résultats ont été analysés d'abord à l'état brut (Fig. 2a), puis après une adimensionalisation des ordonnées destinée à tester la possibilité d'obtention d'une équation indépendante des conditions (Fig. 2b).

On observe tout d'abord une phase initiale sans modification du signal (Fig. 2a). Ce dernier est de l'ordre de 30 mV et correspond approximativement à 0.11% de CO₂, soit le triple de la teneur en CO₂ de l'atmosphère. Ce résultat n'est pas aberrant sachant que l'on réalise les mesures dans un laboratoire enrichi en CO₂ de par notre présence. Les 10-15 s de cette première phase correspondent au temps nécessaire à un début d'arrivée du CO₂ vers le détecteur IR. On observe ensuite une réponse tout d'abord rapide du détecteur, suivie d'une évolution plus lente du signal qui se stabilise après 2 min environ (Fig. 2a). Dans les dispositifs où la progression d'un gaz (ou d'un mélange de gaz) se fait en poussant le gaz initialement présent avec éventuellement des processus de diffusion et de dispersion, on arrive à une symétrie de la courbe par rapport au point correspondant au signal à équidistance entre le signal initial et le signal final (Renault, Communication personnelle). Ce n'est pas le cas pour les courbes expérimentales ; l'allure de ces dernières est souvent expliquée par des phénomènes de mélanges lents dans des zones d'air piégé au niveau du dispositif, ce pourrait être le cas notamment au niveau du déverseur. Une autre possibilité que nous testerons ensuite

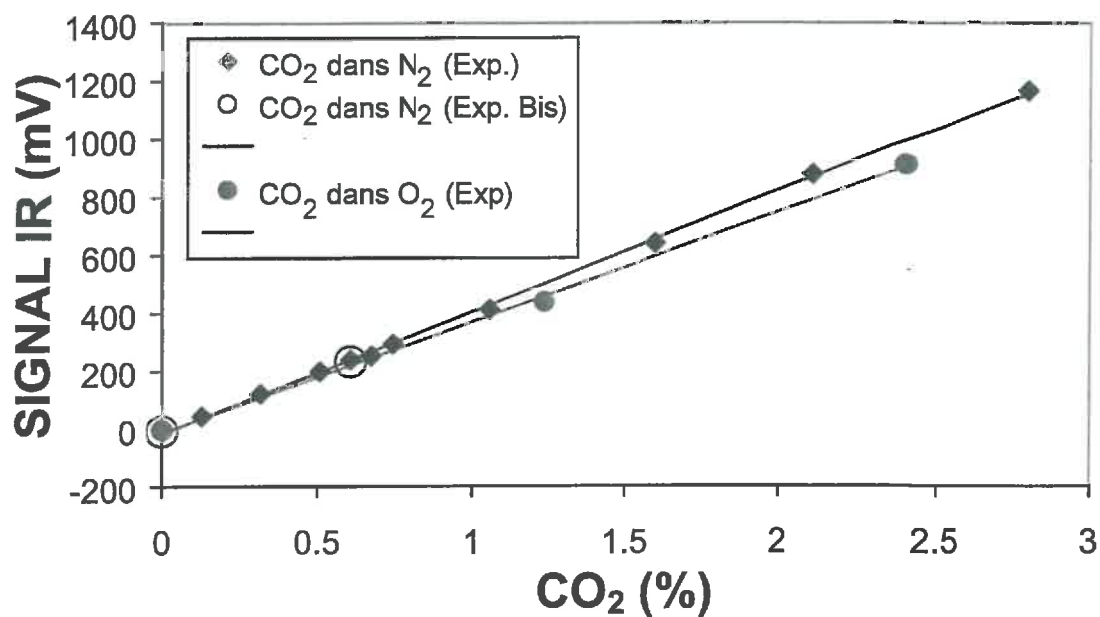


Figure 3 : Influence de la teneur en CO₂ : dépendance du signal brut IR stabilisé (mV) à la concentration en CO₂ (%) mesurée par chromatographie en phase gazeuse.

Gaz	Equivalence CO ₂
CO ₂	-
CH ₄	1
CO	2
H ₂ O	6
SO ₂	20
NH ₃	3
N ₂ O	4
NO	0
O ₂	0

Tableau 1 : Sensibilité du détecteur IR à différents gaz. Erreurs données en équivalents ppm de CO₂ par % du gaz interférant (données constructeur)

serait une réponse cinétique lente du détecteur IR *sensu stricto*. L'adimensionalisation des résultats aboutit à confondre toutes les courbes (Fig. 2b). Ainsi, il semble possible d'adopter une équation du type :

$$f(t) = \frac{(S(t) - S_i)}{(S_\infty - S_i)} \quad (1)$$

où S est le signal (mV), t la date (s), f une fonction sans dimension ne dépendant que de t pour le débit choisi, S_i le signal initial et S_∞ le signal après obtention de l'équilibre du système (mV). Pratiquement, S_∞ a été fixé à la dernière valeur enregistrée.

Dans les conditions normales d'utilisation, le système de détection IR ne se stabilise qu'après 2 min de pompage environ. Il est ainsi nécessaire de pomper environ 100 mL d'air. Pour un sol qui aurait une porosité libre à l'air de 20%, ceci reviendrait en première approche à explorer un volume d'environ 500 mL, soit une sphère de 4.9 cm de rayon environ. Le temps de stabilisation du système IR pourrait être du soit à des phénomènes de mélange de gaz dans des zones en cul de sac des circuits – notamment au niveau du déverseur –, soit à la réponse du détecteur *sensu stricto*. Si la première hypothèse explique l'essentiel de ce délai, il faudra envisager de réduire au maximum ces volumes par des artifices du type remplissage partiel par divers matériaux.

III.1.b. Performance de l'analyseur IR en conditions optimales

III.1.b.α. Relation entre signal IR et teneur en CO₂ pour des mélanges N₂-CO₂

Les valeurs stabilisées brutes (mV) issues des expériences précédentes ont été reprises et confrontées aux données (%) des analyses effectuées par chromatographie en phase gazeuse (Fig. 3). Une régression linéaire a été obtenue à partir des données expérimentales.

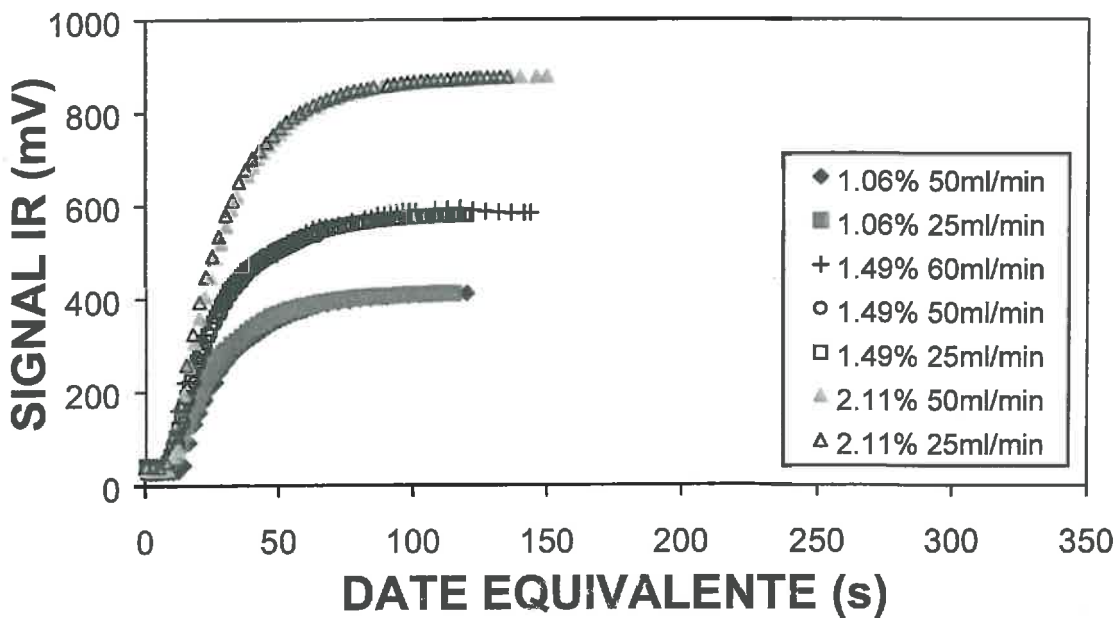
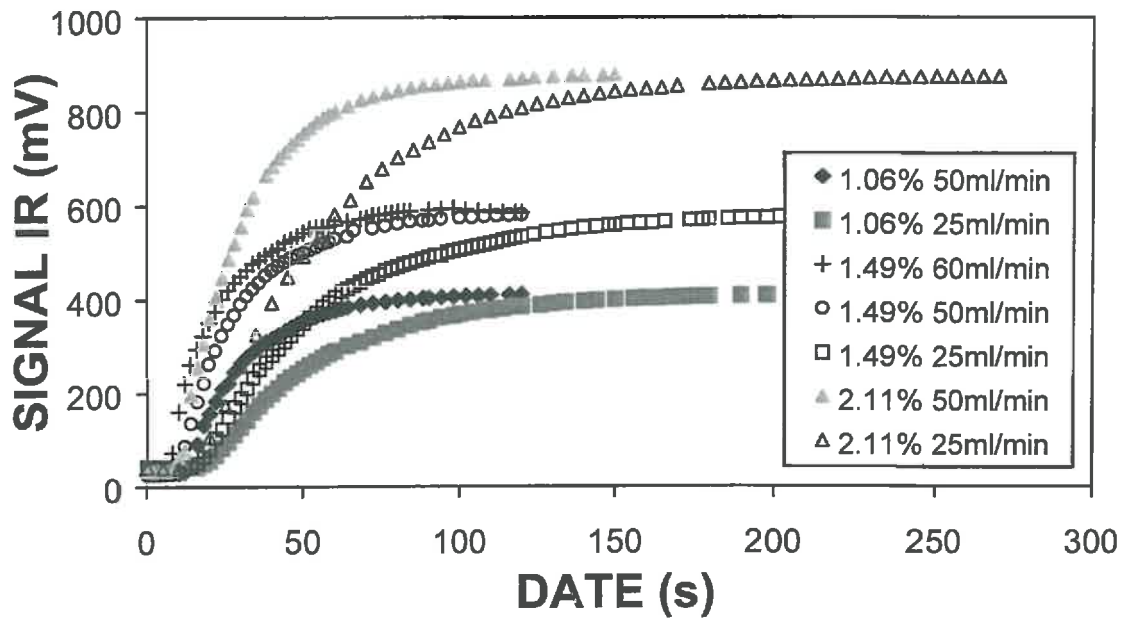
On observe une excellente corrélation entre le signal du détecteur IR (mV) et la teneur en CO₂ (%) donnée par le chromatographe ($\rho = 0.9995$) :

$$S_\infty = a[CO_2] + b \quad (2)$$

où $[CO_2]$ est la teneur en CO₂ (%) donnée par analyse chromatographique, a un coefficient de proportionnalité (417.83 mV.%⁻¹) et b l'ordonnée à l'origine (offset) (-17.94 mV). Négliger cet offset reviendrait à faire une erreur absolue d'environ 0.042% sur la valeur estimée de la teneur en CO₂.

III.1.b.β. Influence des gaz accompagnateurs (N₂, O₂ ...)

Trois sacs ont été remplis de mélanges de CO₂ – O₂. La composition de ces mélanges a été contrôlée par chromatographie ; les teneurs en CO₂ étaient respectivement de 0%, 1.24% et 2.41%. Les sacs ont été successivement connectés à l'entrée de l'analyseur IR et des suivis du signal du détecteur (mV) ont été effectués toutes les 2 secondes pendant approximativement 2 min. Nous nous sommes focalisés sur les valeurs de signal stabilisées (Fig. 3).



Figures 4a-b : Influence du débit de gaz : évolution du signal IR avec le temps après le début du pompage. a/ données brutes : signal (mV) en fonction du temps (s) ; b/ données normalisées : date multipliée par le rapport "débit imposé/50".

On observe là encore une excellente corrélation entre le signal du détecteur IR (mV) et la teneur en CO₂ (%) mesurée par chromatographie ($\rho = 0.9994$). La droite de régression obtenue est :

$$S_{\infty} = 379.87[CO_2] - 13.25 \quad (2)$$

Négliger l'offset reviendrait à faire une erreur d'environ 0.035% sur la valeur estimée de la teneur en CO₂. On remarque une différence d'environ 10% entre les pentes des droites de régression spécifiques aux mélanges CO₂ - N₂ et CO₂ - O₂ (respectivement égales à 417.8 et 379.9 mV.%⁻¹). Cet écart pourrait être du à :

- une petite variation de la pression atmosphérique de l'air entre les journées de mesures dédiées aux mélanges CO₂ - N₂ et la journée de mesure dédiée aux mélanges CO₂ - O₂. En effet le gaz balaye le détecteur IR à une pression proche de la pression atmosphérique et les données météorologiques locales montrent qu'il y a eu une baisse de pression entre ces dates de mesure (10 mbar). Toutefois, cette baisse de pression permet d'expliquer une baisse de la pente d'environ 1% (au lieu de 10%) ;
- une variation du débit régulé par le débitmètre massique qui a été calibré pour un mélange à 20% d'O₂ et 80% de N₂, et non pour des mélanges CO₂ - O₂.

Une erreur liée à l'absorption du rayonnement IR par O₂ n'est *a priori* pas à envisager car ce gaz n'absorbe pas dans ce domaine de longueur d'onde (Tableau 1).

De manière plus générale, certains gaz absorbent très faiblement le rayonnement IR spécifique au détecteur (Tableau 1). Ce dernier est d'abord sensible à SO₂ qui n'est pas un gaz produit par le sol. Une teneur de 1% de ce gaz engendrerait un biais de 20 ppm sur la teneur en CO₂ ; ce biais est inférieur à 10% de la teneur atmosphérique en CO₂ et peut devenir négligeable pour les teneurs en CO₂ rencontrées dans le sol.

III.1.c. Performance de l'analyseur IR en conditions dégradées

Le travail sur le fonctionnement de l'analyseur IR en conditions "dégradées (i.e. en conditions sortant soit des normes constructeur (débit), soit des conditions standards de calibration de l'appareil (température)) se justifie par 2 types de raisons :

- d'une part, le prototype réalisé est conçu pour fonctionner à l'extérieur, i.e. dans des conditions variables de température, d'humidité et de densité du sol ;
- d'autre part, nous pensions pouvoir tirer avantage à réduire le débit de balayage du détecteur IR en deçà de la norme constructeur pour minimiser la perturbation de l'atmosphère du sol.

Nous avons complété ce travail par une étude des effets de la surpression régulée par le déverseur en aval de la pompe. Nous pensions en effet que cette pression pouvait jouer sur l'allure des cinétiques d'évolution du signal au travers de la quantité de gaz (mol) stockée en aval de cette pompe.

III.1.c.α. Influence du débit d'air

Trois sacs hermétiques ont été remplis de mélanges gazeux CO₂ - N₂ ; les teneurs en CO₂ étaient respectivement de 1.06%, 1.49% et 2.11%. Des suivis du signal du détecteur (mV) ont été effectués toutes les 2 s pendant approximativement 3 min. Les résultats ont d'abord été analysés à l'état brut (Fig. 4a), puis après une renormalisation des abscisses destinée à tester la possibilité d'obtention d'une équation indépendante des conditions (Fig. 4b).

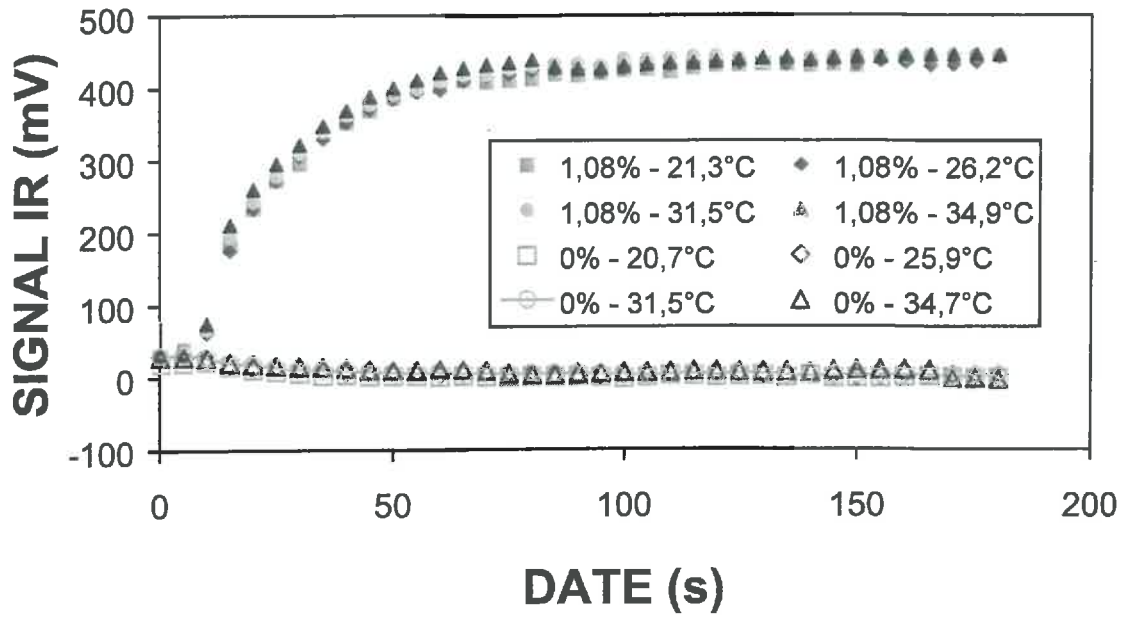


Figure 5 : Influence de la température : évolution du signal IR avec le temps après le début du pompage en fonction de la température pour 0 et 1.08% de CO₂.

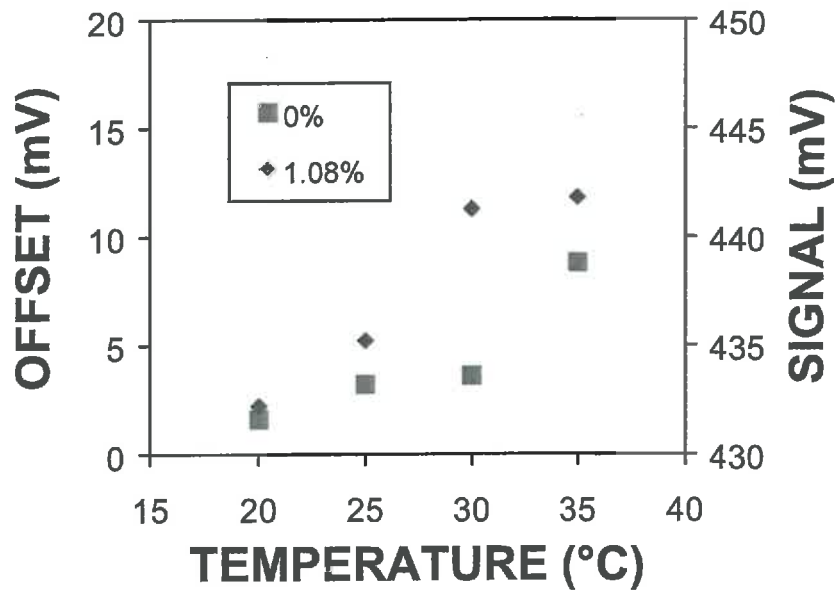


Figure 6 : Influence de la température : évolution de l'offset (signal après stabilisation pour 0% de CO₂) et du signal stabilisé pour 1.08% de CO₂ avec la température.

Pour chacun des 3 mélanges, on observe tout d'abord des signaux identiques après stabilisation (Fig. 4a) ; ceci suggère que la variation des débits n'engendre pas de différence significative de la pression totale de gaz dans le détecteur *sensu stricto*. On observe ensuite des cinétiques d'évolution du signal qui diffèrent avec le débit (Fig. 4a). Ces différences suggèrent que le caractère cinétique de la réponse du détecteur *sensu stricto* (si c'est le cas) ne peut pas suffire à expliquer les cinétiques de réponse de l'analyseur IR. La renormalisation des dates par l'équation (3) aboutit à confondre toutes les courbes spécifiques à chaque sac (Fig. 4b) :

$$t' = t \times \left(\frac{Q}{50} \right) \quad (3)$$

où t et t' sont les dates respectivement réelle et équivalente (s), 50 est le débit standard utilisé pour le détecteur IR ($\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$), et Q le débit réel utilisé ($\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$). La superposition parfaite des courbes observées montre qu'il n'est pas nécessaire d'invoquer le caractère cinétique de la réponse du détecteur IR *sensu stricto* pour expliquer les cinétiques d'évolution des signaux : les transferts dans l'analyseur IR, dont les phénomènes de diffusion, dispersion et dilution expliqueraient l'essentiel de ces évolutions.

Réduire le débit d'air pour limiter la perturbation induite de l'atmosphère du sol ne changera rien à notre problème : il est nécessaire de pomper environ 100 mL d'air pour permettre au signal de se stabiliser, et ce quelque soit le débit choisi. Ainsi, si nous voulons ultérieurement limiter la quantité de gaz prélevée pour chaque analyse, il sera d'abord nécessaire de réduire les volumes morts de l'analyseur IR.

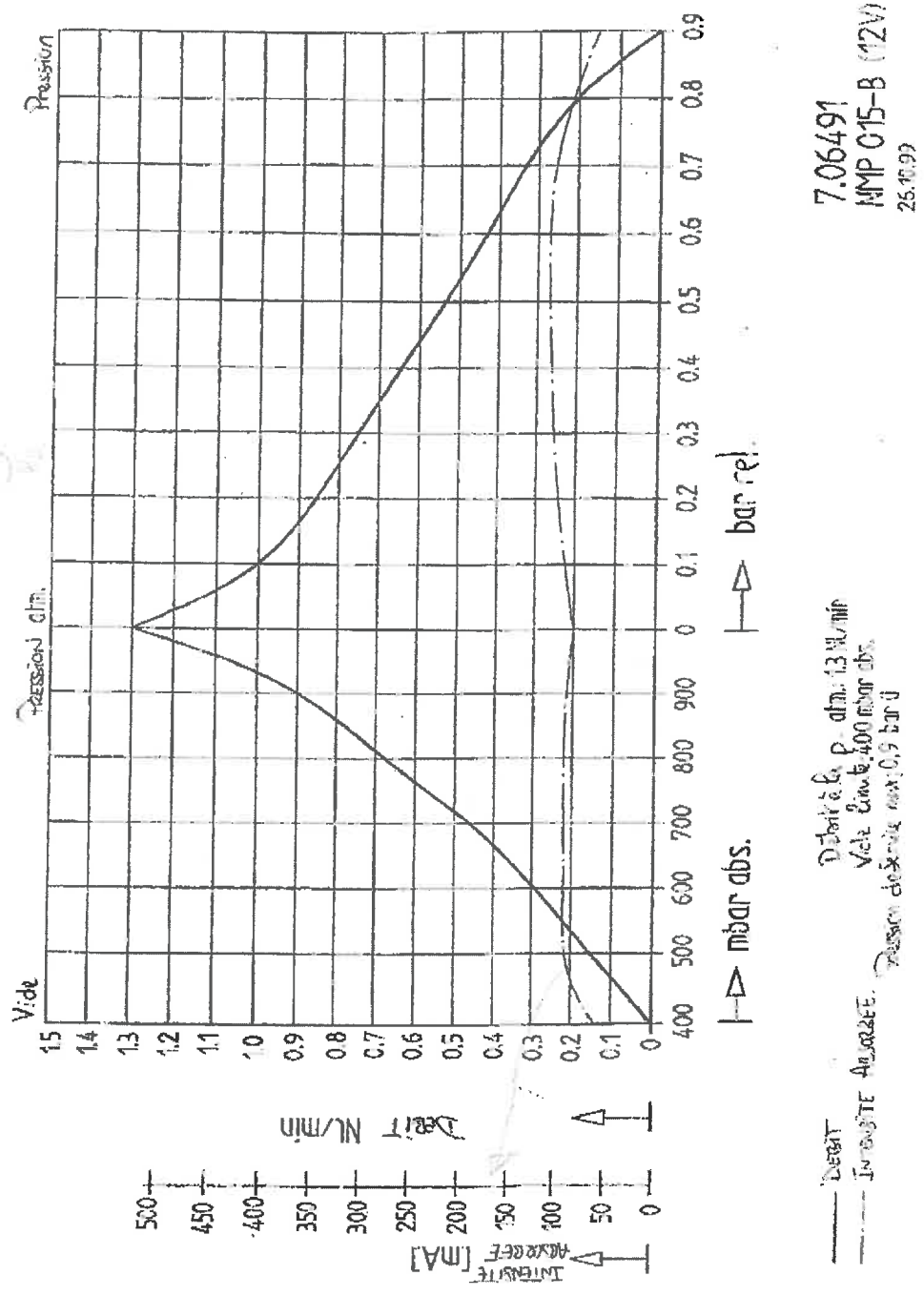
III.1.c.β. Influence de la température

Deux sacs hermétiques ont été remplis de mélanges gazeux $^{\circ}\text{CO}_2 - \text{N}_2$. Leurs teneurs en CO_2 étaient respectivement égales à 0% et 1.08%. Les sacs et l'analyseur IR ont été installés dans une étuve thermostatée permettant de réguler la température successivement à environ 21, 26, 31 et 35°C. Pour chacune de ces températures, des suivis du signal du détecteur (mV) ont été effectués toutes les 5 secondes pendant approximativement 3 minutes après le début du pompage dans chacun des 2 sacs.

On observe des courbes d'évolution du signal très similaires pour chacun des 2 sacs aux 4 températures (Fig. 5), avec toutefois de petites différences sur les valeurs stabilisées du signal (Fig. 6). L'effet de la température sur le système IR pourrait être du soit à la réponse du détecteur *sensu stricto*, soit à une réponse plus globale de l'ensemble de l'analyseur IR (régulation des tensions d'alimentation, débits, etc.).

Entre 20 et 35°C, il semble facile de faire varier le signal d'environ 10 mV pour un même mélange de gaz (Fig. 6). Cet écart de signal correspond approximativement à 0.025% de CO_2 , soit un peu plus de 2/3 de la teneur en CO_2 dans l'atmosphère. Cet écart n'est pas négligeable, mais il peut le devenir dès lors que les concentrations dans le sol sont supérieures à 0.5%. Il suggère toutefois d'améliorer la protection du boîtier de l'analyseur IR contre les effets d'une exposition au soleil. On pourrait par ailleurs envisager, après des études complémentaires, de corriger les teneurs en CO_2 en tenant compte d'une température mesurée en parallèle.

COUVERES DE PERFORMANCES NMP015B (12V)



7.06491
NMP 015-B (12V)
25.10.99

Figure 7 : Débit de la pompe (ml.min⁻¹) (trait plein) et intensité consommée (tirets) pour une tension d'alimentation de 6 V DC, en fonction d'une dépression amont (mbar) ou d'une surpression aval (mbar) (données du constructeur).

III.1.c.γ. Influence de la consigne de surpression en aval du déverseur

Un sac hermétique a été rempli d'un mélange gazeux $\text{CO}_2 - \text{N}_2$. La teneur en CO_2 était de 1.66%. Le sac a été connecté à l'entrée du système de détection IR et des suivis du signal du détecteur (mV) ont été effectués toutes les 5 s pendant approximativement 3 min, pour différentes consignes de surpression de gaz en aval de la pompe (surpression quasi-nulle, 0.05 bar, et 0.1 bar). On constate que la différence de pression en aval n'a aucun effet sur les mesures du détecteur IR tant que le débit n'est pas modifié (résultats non présentés).

III.2. Couplage avec la sonde aiguille et fonctionnement *in situ* :

Avec le couplage de la sonde aiguille à l'analyseur IR, il nous fallait évaluer (i) la résistance que la sonde aiguille (puis le sol) peut ajouter au transfert de gaz et la capacité du système à maintenir le débit de consigne (i.e. $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$), (ii) le retard à l'arrivée des gaz au détecteur liée à l'ajout de cette sonde, et (iii) la perturbation du signal (et de l'atmosphère du sol) liée au pompage de gaz dans un horizon donné avec d'une part le risque de pomper dans les horizons adjacents (voire plus d'un côté que de l'autre), d'autre part le risque de transfert préférentiel de gaz à l'interface entre le sol et la sonde aiguille. Pour cette étape du travail, la pompe ayant un débit de $1300 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ en condition standard a été utilisée.

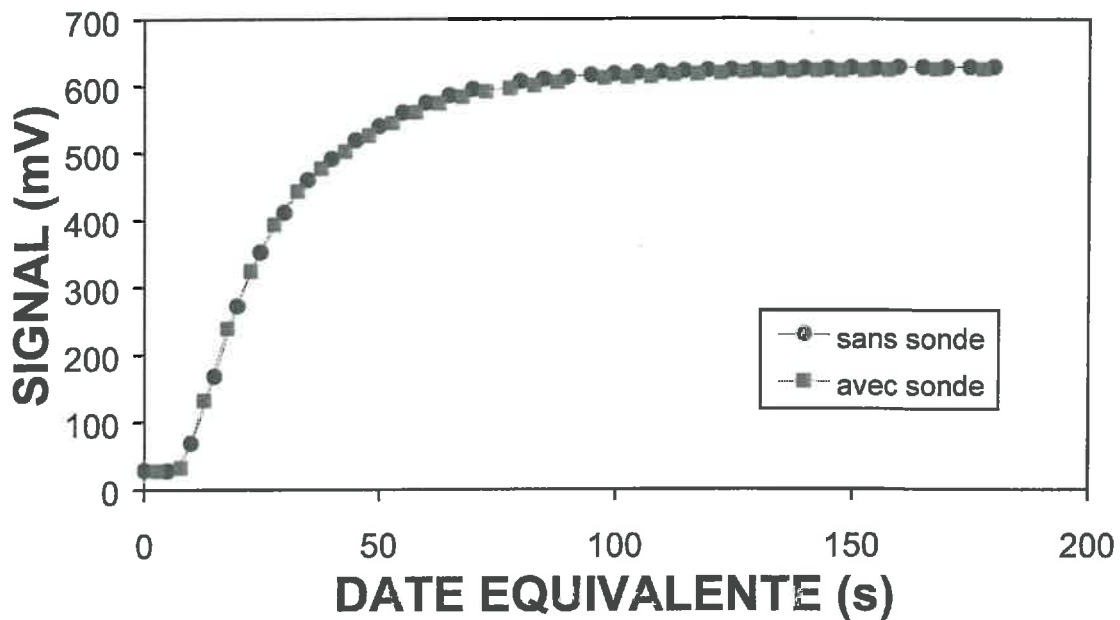
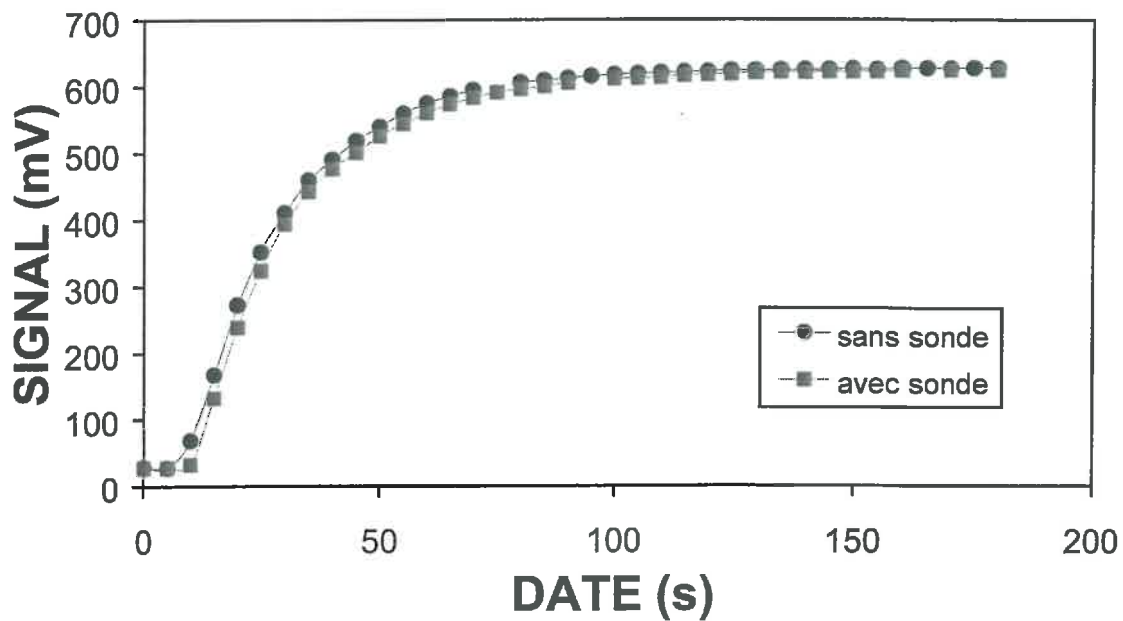
III.2.a. Étude des pertes de charges

Afin d'obtenir un ordre de grandeur de la perte de charge liée au déplacement des gaz dans la sonde aiguille et dans le tube $1/16^{\text{ème}}$ qui la connecte à l'analyseur IR, la loi de Poiseuille a été appliquée au dispositif, bien que les conditions d'application de celle-ci ne sont pas réunies (fluide incompressible, flux laminaire à travers un cylindre) (Dalila Mohrath, communication personnelle). Avec le débit de $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$, D. Mohrath a ainsi évalué une perte de charge allant de 18 à 37 mbar selon la longueur du tube $1/16^{\text{ème}}$ (1 à 2 m). D'après les données constructeur (Fig. 7), une perte de charge de 100 mbar permettrait encore à la pompe d'assurer un débit de $900 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ (au lieu de $1300 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$), ce qui reste largement suffisant. Toutefois, en aval de la pompe existe une surpression de 50 mbar par rapport à la pression atmosphérique ; cette surpression réduit encore le débit de la pompe (Fig. 7).

III.2.b. Retard à l'arrivée du gaz au détecteur IR

Afin d'évaluer le retard à l'arrivée des gaz au détecteur IR *sensu stricto* du à l'ajout de la sonde aiguille, un sac hermétique a été rempli d'un mélange $\text{CO}_2 - \text{N}_2$ ayant une teneur en CO_2 de 1.66%. Le sac a été connecté (i) directement à l'analyseur IR, puis (ii) par l'intermédiaire de la sonde aiguille. Pour chacune de ces 2 configurations, nous avons suivi le signal du détecteur (mV) toutes les 5 s pendant approximativement 3 min. Dans un deuxième temps, nous avons évalué visuellement, le retard à l'arrivée des gaz en tentant de superposer les 2 courbes cinétiques obtenues précédemment. Les résultats sont présentés à l'état brut, puis après une transformation des abscisses pour la tendance en présence de la sonde aiguille.

Les 2 tendances sont quasiment identiques (Fig. 8a), à l'exception d'un léger retard du au prélèvement de gaz par la sonde. L'absence de différences d'autres natures est confirmée par la possibilité de superposer en supposant un retard d'environ 2.2 s. Ce retard est très faible au



Figures 8a-b : Effet de la sonde aiguille sur le retard à l'arrivée des gaz au détecteur IR : évolution du signal avec le temps après le début du pompage d'un mélange de 1.66% CO₂ dans du N₂ avec ou sans prélèvement par l'intermédiaire de la sonde aiguille. a/ données brutes ; b/ données normalisées : dates des données avec sonde diminuées de 2.2 s.

vu du temps nécessaire pour que le signal de l'analyseur IR se stabilise. Ces données nous amènent à penser que nous devrions pouvoir améliorer fortement l'analyseur IR en réduisant les volumes morts pour minimiser le temps de prélèvement et la quantité de gaz prélevée.

III.2.c. Risques de pompage dans les horizons adjacents et de transfert à l'interface sol – sonde

Afin d'évaluer les risques de pompage d'air dans les horizons adjacents à l'horizon à caractériser d'une part, de transfert très rapide de gaz à l'interface entre le sol et la sonde d'autre part, nous avons répété en 3 sites de la même parcelle l'expérimentation suivante :

- la sonde aiguille a été initialement implantée à 25 cm de profondeur ;
- sans aucune manipulation de la sonde, on a alors répété 3 fois la succession "pompage et suivi cinétique du signal (5 min) – repos (5 min)", soit 30 min au total ;
- environ 125 mL de CO₂ pur ont ensuite été injectés à la surface du sol au niveau du contact "sonde – sol", grâce à un flacon à plasma de 250 cm³ rempli de CO₂ pur à 1.5 atm et connecté au d'injection *via* un tube 1/16^{ème} et une aiguille. Le signal a été suivi sur 10 min en débutant 3 min avant l'injection du CO₂ ;
- la sonde aiguille a été remontée à la surface et une nouvelle injection de CO₂ a été réalisée pour appréhender très indirectement (et imparfaitement) l'évolution temporelle de la condition de surface (résultats non présentés).

Les résultats sont reportés dans la Figure 9. On constate tout d'abord que les signaux des 3 premières séries de pompages successifs se ressemblent pour chaque site, notamment pour les 2^{ème} et 3^{ème} séries de pompages. Pour ces dernières séries, ce constat peut résulter pour partie du fait que (i) de l'air de composition proche de celle de l'atmosphère du sol a stagné dans les circuits de l'analyseur IR pendant chaque période de repos, et (ii) que ces périodes de repos ont permis une "remise en place" partielle de l'atmosphère du sol. On constate ensuite que la valeur stabilisée du signal (si elle existe) semble décroître légèrement d'un pompage au suivant pour les trous 2 et 3 et que, essentiellement pour ces mêmes trous, le signal passe par un maximum transitoire avant de décroître de 10 à 30 mV environ. Ces constats suggèrent que les pompages répétés amènent progressivement à un renouvellement de l'atmosphère du sol avec un flux provenant des horizons plus superficiels (teneur en CO₂ plus faible *a priori*) supérieur au flux provenant des horizons plus profonds (teneur en CO₂ plus élevée *a priori*). Dans le même ordre d'idée, le pic transitoire du signal pourrait être plus proche de la teneur réelle de CO₂ que la valeur stabilisée, la valeur stabilisée correspondant au signal pour un mélange de gaz provenant essentiellement de la couche visée, mais aussi pour partie des couches adjacentes. Ainsi, il apparaît important de réduire le temps de stabilisation du signal (ou le volume de gaz à pomper) pour limiter ces perturbations dues à des flux venant d'horizons divers. Ceci passe par la réduction des volumes morts de l'analyseur IR. Toutefois et pour pondérer la conclusion précédente, les écarts entre signal de pic et signal stabilisé sont toujours inférieur à 30 mV et correspondent environ à 0.075% de CO₂.

Le dernier suivi du signal pour chacun des sites correspond à l'injection de CO₂ à la surface du sol. On constate que cette injection n'a engendré aucune réponse marquée du signal pour les 3 sites de mesure (Fig. 9). Toutefois pour le trou 1, on observe une remontée lente de ce signal qui pourrait correspondre au transfert de CO₂ par diffusion et convection à partir de l'ensemble de la surface du sol sans que des cheminements préférentiels de gaz à l'interface "sol – sonde" doivent être invoqués.

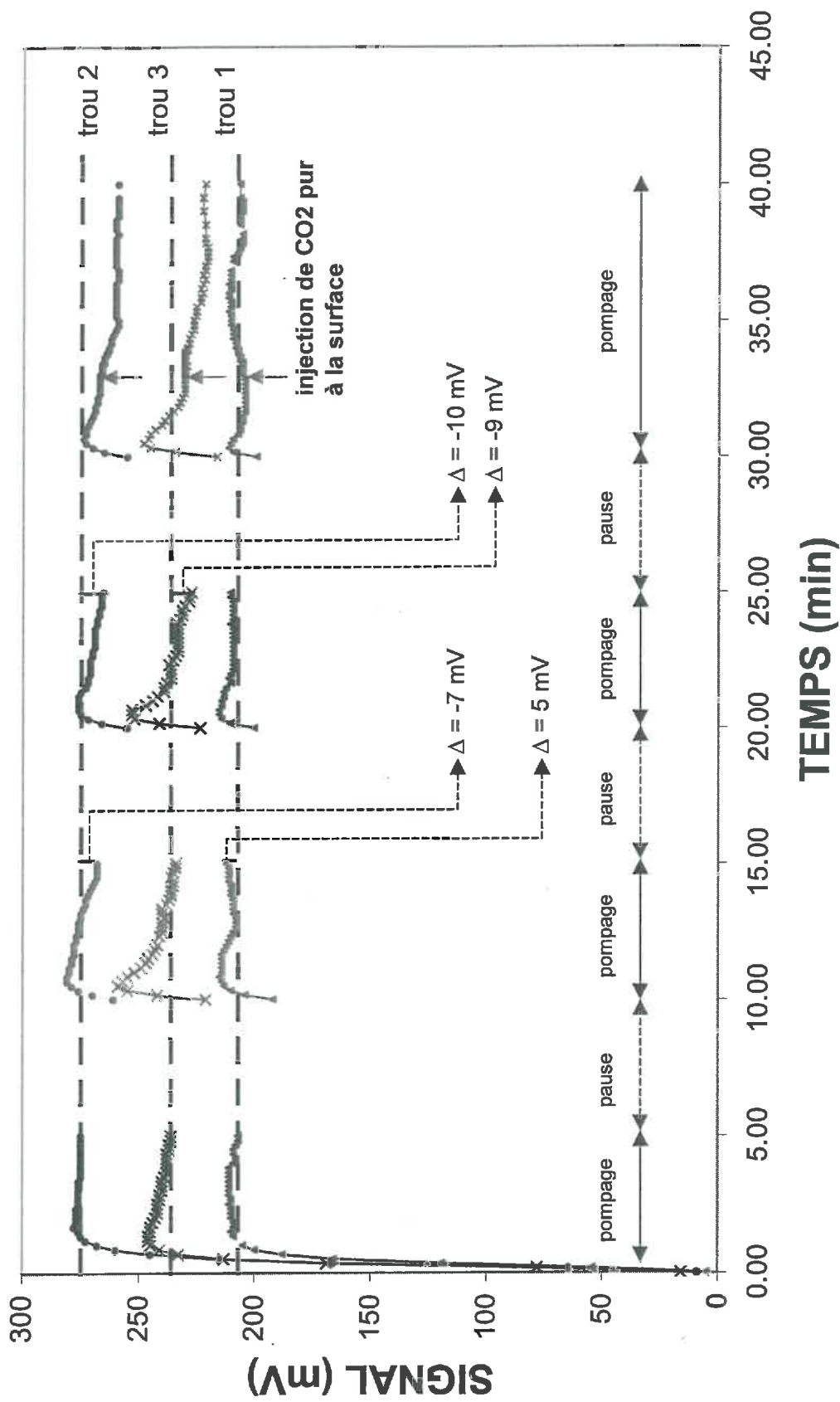
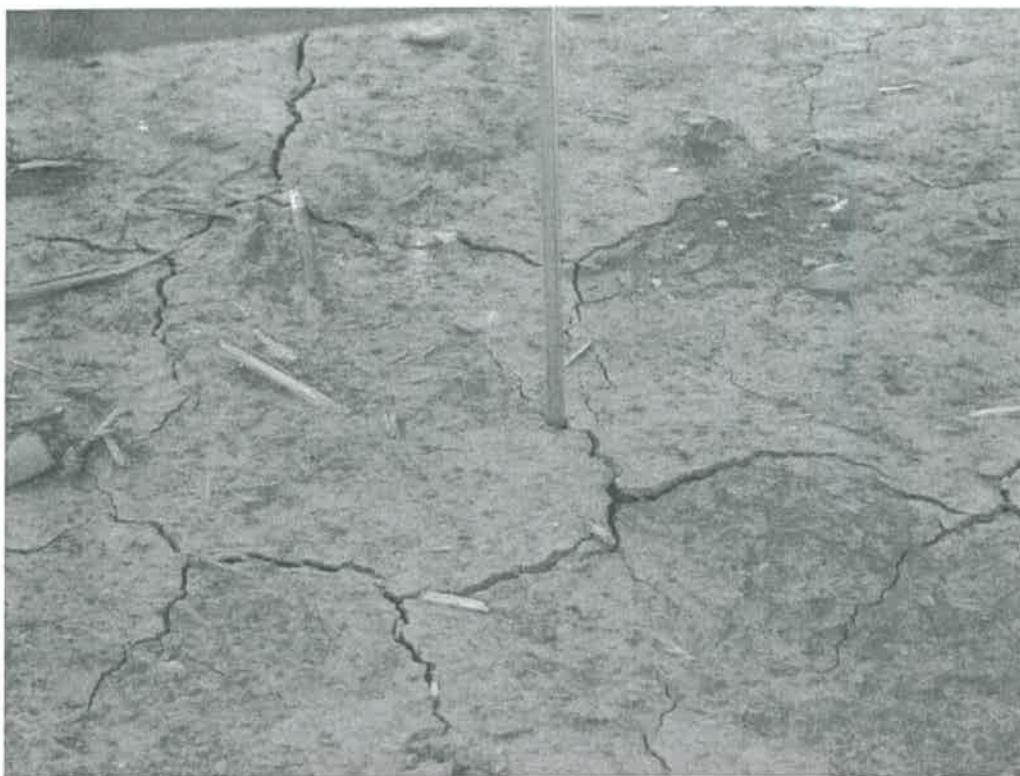


Figure 9 : Risques de perturbation de l'atmosphère du sol par les pompages répétés et flux préférentiel de gaz à l'interface sol – sonde aiguille ; effet de pompages successifs au même point sur la valeur du signal et détection de flux de gaz à l'interface sol – sonde aiguille. L'existence d'un flux de gaz à l'interface sol – sonde aiguille est testée par un apport d'environ 125 cm³ de CO₂ à la surface au point d'insertion de la sonde aiguille.

Ceci pourrait être en accord avec la teneur plus faible de CO₂ mesurée dans le trou 1 : cette valeur pourrait résulter pour partie de possibilité de transferts plus aisées des gaz en ce site.

Pour moduler ces conclusions partielles, nous avons réalisé quelques expérimentations préliminaires du même type sans prendre garde à l'état de la surface où nous implantions la sonde. Pour une de ces situations, la sonde avait été implantée au niveau d'une fissure (Photo 4) et nous avons alors obtenu une réponse différente du signal (Fig. 10).

L'utilisation du système "analyseur IR – sonde aiguille" *in situ* confirme le caractère crucial du temps de réponse de l'analyseur IR. La réduction de ce dernier temps passe par la chasse aux volumes morts de l'analyseur. Dans nos conditions expérimentales, nous ne nous sommes pas heurtés à des problèmes importants de transfert préférentiel à l'interface "sol – sonde" ; il serait toutefois utile de tester à nouveau l'absence de tels transferts pour d'autres conditions de sol (notamment de densité et compacité).



Photos 4 : Aperçu du contact entre la sonde aiguille et le sol pour une expérience préliminaire.

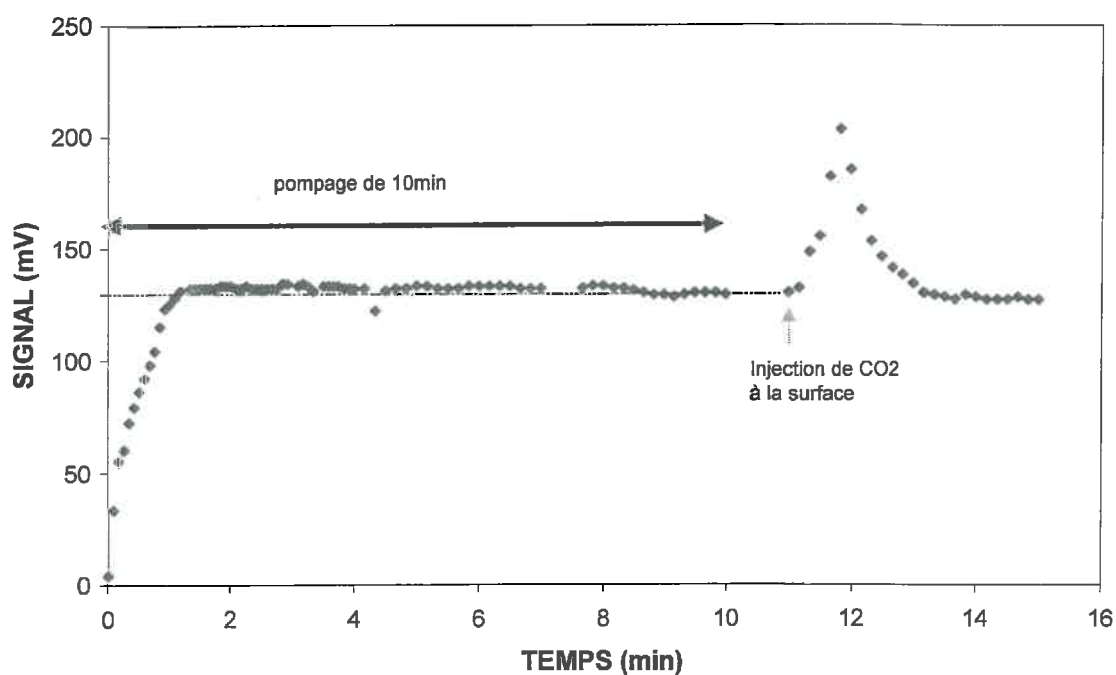


Figure 10 : Flux préférentiel de gaz à l'interface sol – sonde aiguille lors d'une expérimentation préliminaire. Le flux est mis en évidence par un apport d'environ 125 cm^3 de CO_2 en quelques secondes à la surface au point d'insertion de la sonde aiguille.

IV. EXEMPLES D'APPLICATIONS

IV.1. Le sol

Les expérimentations qui suivent ont été réalisées sur une placette agricole de 20 m × 20 m. Elle fait partie d'une parcelle de 0.6 ha environ, déjà utilisée pour les expérimentations présentées dans les sections III.2.c. et III.2.d.. Le sol est de texture limono-argilo-sableuse : sa composition granulométrique sans décarbonatation comprend 30.43% d'argile (diamètre < 2 µm), 56.03% de limon (2 µm < diamètre < 50 µm), et 13.53% de sable (50 µm < diamètre < 2000 µm). Sa teneur en calcaire (CaCO₃) total est de 36.5%, et son taux de matière organique de 2.7%. Le sol est nu depuis 10 mois, la dernière culture (blé d'hiver) ayant été récoltée en juillet 2001. Durant la semaine précédant les mesures, cette parcelle a été exposée à deux événements pluvieux importants (18 mm d'eau tombés le 22 mai 2002 et 22.5 mm le 23 mai 2002). Elle présente une micro-rugosité de surface liée pour partie au passage ancien d'engins agricoles. Cette rugosité peut amener à des ruissellements sur de courtes distances (de l'ordre du mètre) ; au cours des mesures, les petites zones de dépression semblaient plus humides en surface que le reste de la placette. Une végétation (mauvaise herbe) peu dense était présente sur certaines zones malgré un traitement désherbant.

IV.2. Profil de teneur en CO₂

Un seul profil de teneur en CO₂ a été réalisé afin d'évaluer si le gradient mesuré ainsi est compatible avec les données de la littérature. Pour ce faire, la sonde aiguille a été enfoncée successivement à 3 profondeurs (5 cm, 15 cm et 25 cm) en un même site. La teneur en CO₂ a été mesurée à chaque profondeur après 2 min de pompage. Après chaque mesure, la sonde était implantée à la profondeur suivante et l'on attendait environ 2 min avant de lancer la mesure (i.e. le pompage) à cette profondeur.

On observe un accroissement de la teneur en CO₂ avec la profondeur (Fig. 11). Cet accroissement est dû aux activités microbiennes qui produisent très généralement ce gaz. Les valeurs obtenues à 25 cm de profondeur restent faibles dans l'absolu, mais sont tout à fait cohérentes avec les données de la littérature (Renault, communication personnelle). Le caractère quasiment linéaire de la variation de teneur en CO₂ avec la profondeur est toutefois plus surprenant. Pour un sol ayant des propriétés de transfert et de production de CO₂ homogènes (au minimum pour l'horizon de surface), nous aurions une décroissance des concentrations plus marquée en surface qu'en profondeur (Renault, communication personnelle). D'un point de vue mathématique, un gradient de concentration linéaire pourrait être dû soit à une production de CO₂ réalisée uniquement en deçà de 25 cm de profondeur si l'horizon 0-25 cm a des propriétés invariables avec la profondeur ce qui est irréaliste (Renault, communication personnelle), soit à une compensation partielle du cumul de flux de CO₂ au fur et à mesure que l'on s'approche de la surface par un accroissement des propriétés de transfert des gaz, ce qui est probable car la teneur en eau est généralement plus importante en profondeur qu'en surface. D'autres processus plus compliqués pourraient être évoqués (physico-chimie du CO₂ ...). En tout cas, il faut considérer que le caractère linéaire de la relation entre teneur en CO₂ et profondeur n'a rien de général.

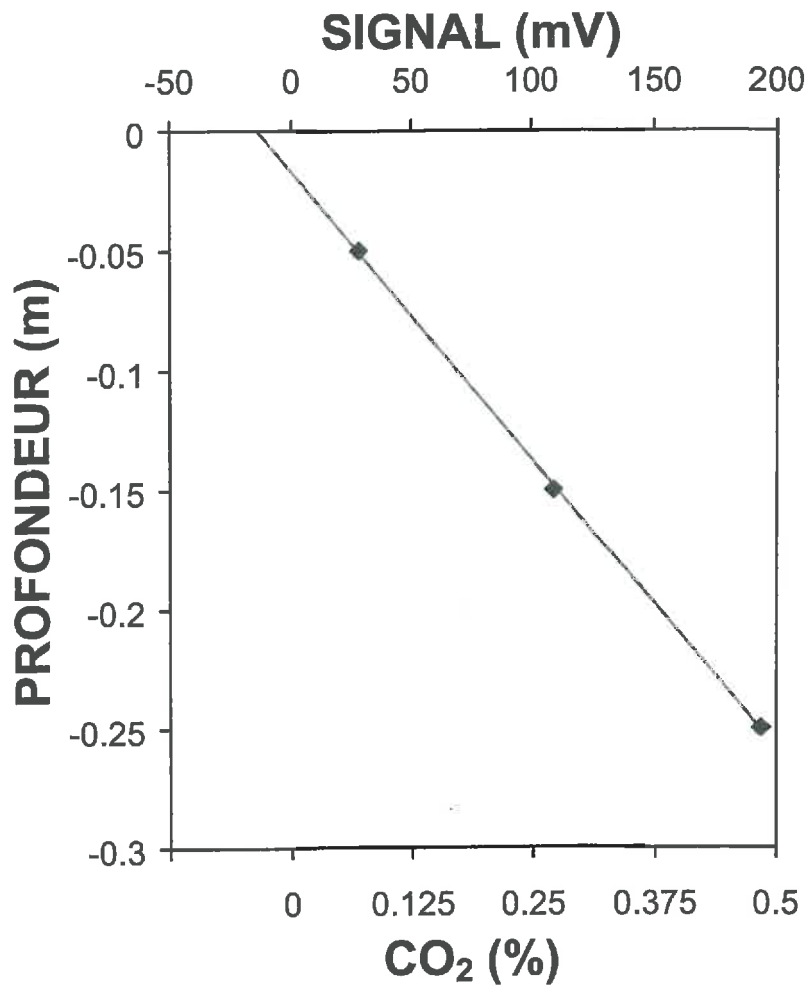


Figure 11 : exemple profil de distribution des teneurs en CO₂.
(100 mV équivalent approximativement à 0.25% de CO₂).

IV.3. Variabilité spatiale horizontale des teneurs en CO₂

IV.3.a. Objectifs

Les objectifs de ce dernier volet du stage étaient d'utiliser la méthode mise au point précédemment pour :

- i/ analyser la variabilité des teneurs en CO₂ dans le sol à une profondeur donnée et ainsi estimer le nombre minimum de mesures à réaliser pour estimer correctement une teneur moyenne et sa variabilité sur une parcelle donnée ;
- ii/ décrire leur structuration dans l'espace pour que les distances entre les points de mesure soient suffisantes pour minimiser les corrélations entre ces mesures.

IV.3.b. Méthodologie

La méthode a combiné des mesures de teneur en CO₂ en 36 points de la placette, à des mesures des variables affectant la diffusion de CO₂ (teneur en eau en chacun des 36 points, et densité apparente du sol sur 9 de ces points), et d'une variable indicatrice du niveau d'activité microbienne du sol – dont la production microbienne de CO₂ – (teneur en protéines en solution pour les 9 sites ayant fait l'objet de mesures de densité).

La teneur en CO₂ a été mesurée après 2 min de pompage avec le dispositif et le protocole décrit précédemment. Les autres variables ont été mesurées par les protocoles suivants :

- **teneur en eau volumique** : elle a été mesurée sur la couche 0-25 cm de profondeur par une sonde T.D.R. (Time Domain Reflectometry) nous permettant d'accéder directement à la valeur moyenne de la couche explorée (TRASE Systems, ref. 6050X1, Soil Moisture, Santa Barbara, USA). La méthode est basée sur la mesure d'un temps de réflexion d'une onde électromagnétique dans un guide d'onde ; ce temps est affecté directement par la teneur en eau du sol et peu par les autres caractéristiques de ce dernier (composition granulométrique et minéralogique, densité ...) tant que l'on évite certaines situations extrêmes (sol très argileux par exemple) ;
- **masse volumique apparente** : cette mesure est effectuée par une sonde à γ -transmission (CPN 502 DR 1984, LCPC-INRA, Angers, France). La fraction d'un rayonnement γ émis par une source et arrivant à un détecteur dépend de la distance parcourue (loi de Beer), et des propriétés d'absorption du matériau affectées d'abord par sa masse volumique apparente et sa teneur en eau. La mesure de transmission γ a été effectuée à 2.5 cm, 7.5 cm, 12.5 cm, 17.5 cm et 22.5 cm. A chacune de ces profondeurs des échantillons de sol ont été prélevés pour mesurer leur teneur en eau par gravimétrie après séchage à 105 °C. Les masses volumiques ont alors été moyennées sur l'horizon 0-25 cm pour chacun des 9 sites ;
- **teneur en protéines** : pour chacun des profils de densité, des prélèvements de sol ont été réalisés en parallèle à chacune des profondeurs explorées, mixées ultérieurement, et congelées dans l'attente d'un dosage de protéines par une méthode colorimétrique qui n'a pas été mise en œuvre au cours de mon stage.

Les 36 sites de mesures ont été définis par une méthode maîtrisée par certains chercheurs de l'Unité. Elle est basée sur des tirages au hasard ; cette méthode permet généralement de bien évaluer les corrélations entre les mesures d'une même variable faites à des distances données intéressant différentes échelles d'espace (de quelques centimètres à quelques mètres).

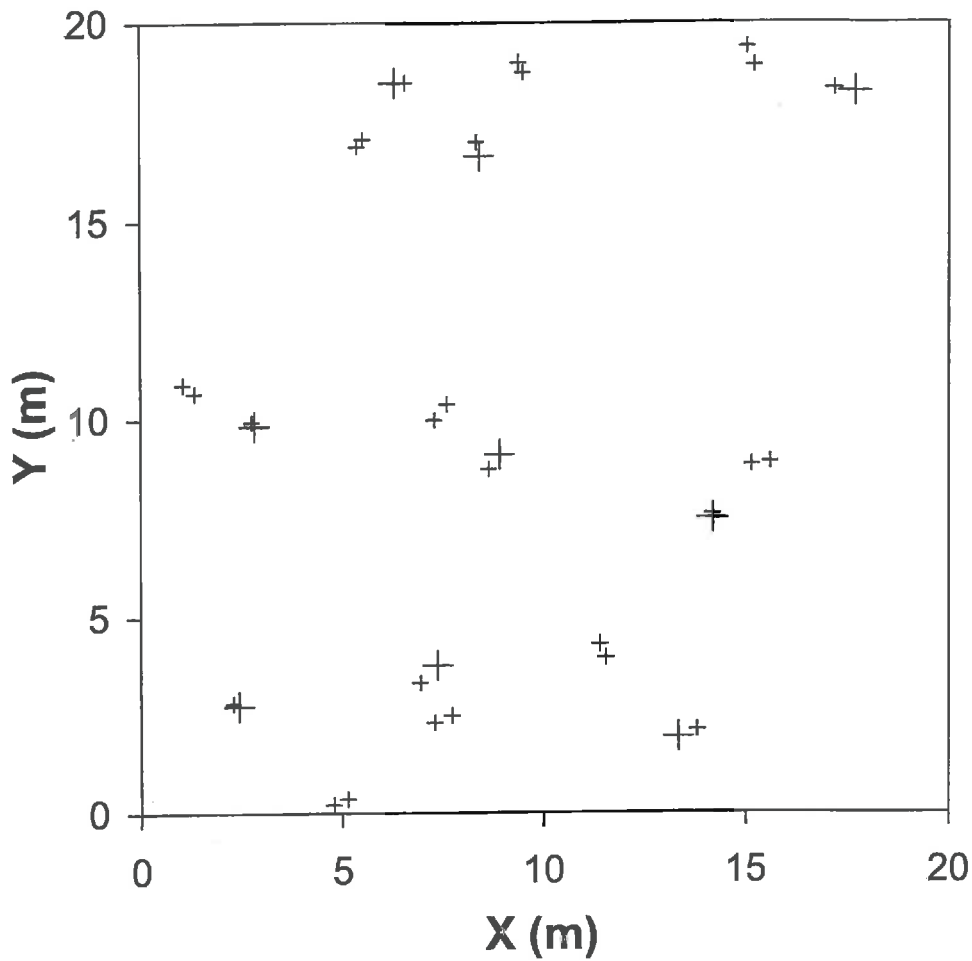


Figure 12 : position des sites de mesure du CO₂ dans la placette de 20 m × 20 m. Les mesures de masses volumiques et les prélèvements de sol pour l'analyse des teneurs en protéines ont été réalisés sur les sites marqués d'une grande croix.

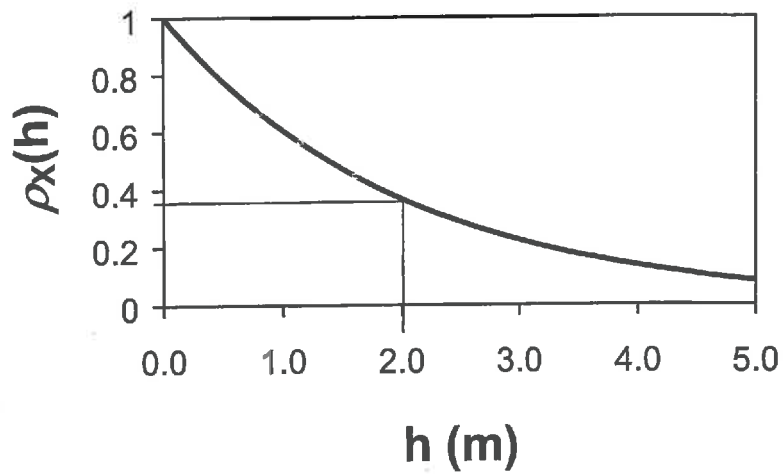


Figure 13 : correlogramme pour un schéma exponentiel ayant 2 pour longueur de corrélation.

Elle n'est pas optimale pour aboutir à des cartes de distributions ; pour ces dernières, des distributions régulières dans l'espace des points de mesure seraient beaucoup plus performantes (à nombre de mesures équivalent). Pratiquement, 9 points ont d'abord été distribués au hasard dans les 9 carrés de 6.67 m de côté constitutifs de la placette. Chacun de ces 9 points était le centre d'un carré de 5 m de côté dans lequel un deuxième point était tiré au hasard. Les 18 premiers points servaient alors de centre à des carrés de 1 m de côté dans lesquels on distribuait au hasard un deuxième point. On arrive ainsi à la répartition de 36 points (Fig. 12). Les profils de densité et les mesures de teneurs en protéines ont été réalisées sur les 9 premiers points.

Les traitements de données incluent d'abord des analyses sur la valeur des mesures avec (i) la détection de valeurs aberrantes, et (ii) la détection de tendances temporelles éventuelles sur les teneurs en CO₂ et/ou les humidités qui pourraient être liées à l'étalement des mesures sur plus de 4 heures (évaporation, évolution des températures dans le sol). Des statistiques classiques ont ensuite été obtenues sur les données avec l'estimation pour chaque variable X (teneur en CO₂, humidité volumique moyenne de la couche 0-25 cm, masse volumique moyenne de la couche 0-25 cm) d'une valeur moyenne $\hat{E}(X)$, d'une variance $\hat{V}(X)$, d'un écart type $\hat{ET}(X)$ et d'un coefficient de variation $\hat{CV}(X)$:

$$\hat{E}(X) = \hat{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (4)$$

$$\hat{V}(X) = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \hat{X})^2}{n - 1} \quad (5)$$

$$\hat{ET}(X) = \sqrt{\hat{V}(X)} \quad (6)$$

$$\hat{CV}(X) = \frac{\hat{ET}(X)}{\hat{E}(X)} \quad (7)$$

Les corrélations $\rho(X,Y)$ entre variables X et Y ont alors été étudiées sur 36 et 9 paires respectivement pour les couples CO₂/humidité, et CO₂/densité :

$$\hat{\rho}(X,Y) = \frac{\sum_{i=1}^n ((X_i - \hat{X}) \times (Y_i - \hat{Y}))}{\hat{ET}(X) \times \hat{ET}(Y)} \quad (8)$$

L'analyse de la distribution dans l'espace des variables "teneur en CO₂" et "humidité" a été limitée à l'obtention de corrélogrammes en fonction de la distance h. Il s'agit d'une représentation des corrélations entre les mesures de la même variable faites pour toutes les paires de sites A et B tels que la distance entre sites soit égale à h :

$$\hat{\rho}_X(h) = \frac{\sum_{\substack{(A,B) \\ d(A,B)=h}} ((X_A - \hat{X}) \times (X_B - \hat{X}))}{(\hat{ET}(X))^2} \quad (9)$$

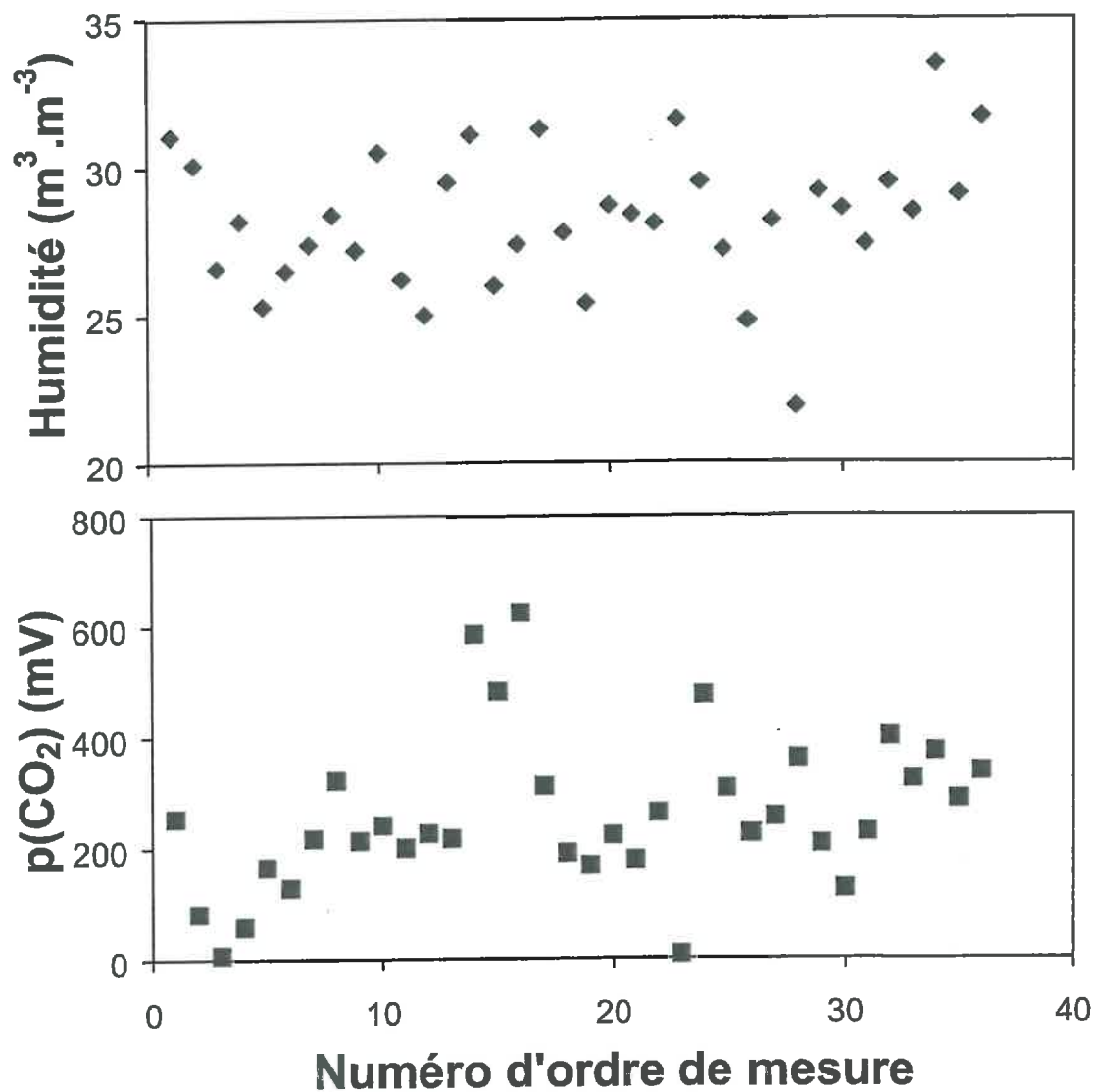


Figure 14a-b : Evolutions (a) de la teneur en eau volumique moyenne de la couche 0-25 cm, et (b) de la teneur en CO₂ avec le numéro de la mesure (*100 mV équivalent approximativement à 0.25% de CO₂*).
 Les mesures n°1 et 36 ont été effectuées respectivement vers 13h37 et 17h15 TU.

Les corrélogrammes expérimentaux ont été ajustés à l'un des schémas les plus courants de corrélogramme, i.e. le schéma exponentiel :

$$\hat{\rho}_x(h) = \exp(-h/\lambda) \quad (10)$$

où λ est la longueur de corrélation (m), c'est à dire la distance pour laquelle la corrélation entre les valeurs d'une même variable en 2 points séparés de cette distance est égale à $1/e$, soit approximativement 0.368 (Fig. 13). Pratiquement et pour des échantillonnages aléatoires dans l'espace, on affecte à une distance h toutes les paires de points telles que la distance entre ces deux points soit comprise entre $h-\Delta h$ et $h+\Delta h$, Δh étant défini arbitrairement.

IV.3.c. Résultats et discussion

Deux types de tests préliminaires ont été réalisés sur les données expérimentales pour en évaluer la qualité avant de pousser trop à fond l'analyse :

- i/ l'existence ou non de tendances temporelles (i.e. d'évolution de la mesure en fonction de leur ordre de réalisation) ; de telles tendances sur les 4 heures de mesure *in situ* pourraient être la conséquence d'une évaporation pour la teneur en eau moyenne de l'horizon 0-25 cm d'une part, des fluctuations journalières de température affectant la production microbienne de CO_2 pour la teneur en CO_2 d'autre part ;
- ii/ l'existence de données aberrantes.

Nous avons ainsi montré qu'il n'y avait aucune tendance visible concernant l'humidité volumique (Fig. 14a), et que les possibles (mais incertaines) variations de la teneur en CO_2 (Fig. 14b) – notamment l'existence de valeurs plus élevées pour les mesures d'ordre 14, 15 et 16 – ne peuvent *a priori* pas s'expliquer par les variations de température à 25 cm de profondeur (Renault, communication personnelle).

Les mesures de teneurs en CO_2 , d'humidité volumique moyenne de la couche 0-25 cm et de masse volumique moyenne de cette même couche de sol peuvent être synthétisées dans le Tableau 2. Ce dernier montre des teneurs en eau et des densités apparentes relativement homogènes, alors que les teneurs en CO_2 sont très étalées. Ceci suggère que (i) soit la masse volumique et la teneur en eau ne sont pas les variables principales impliquées dans la variation horizontale de la teneur en CO_2 , (ii) soit la teneur en CO_2 est très sensible à l'une ou/et l'autre de ces variables dans ce domaine de mesure. Cette dernière hypothèse est possible *a priori* pour la teneur en eau (Renault, communication personnelle).

Toutefois, les corrélations entre variables sont faibles (Tableau 3). Elles suggèrent que d'autres variables pourraient affecter plus fortement les teneurs en CO_2 . La masse volumique du sol et son humidité sont d'abord des indicateurs indirects des possibilités de transfert de gaz dans le sol. On peut imaginer que les propriétés de transfert soient moins fortement impliquées dans les variations de teneurs en CO_2 que la production microbienne de ce gaz. A ce titre, il aurait été intéressant d'obtenir avant la fin du stage un indicateur du niveau d'activité microbienne en chacun des 36 (ou 9) points de mesure. L'équipe a retenu la teneur en protéine de la solution comme un indicateur indirect intéressant et des échantillons de sol ont été prélevés et congelés à cette fin. Malheureusement, les analyses proprement dites ne pourront être réalisées qu'après la fin de ce travail.

Les corrélations spatiales entre mesures d'une même variable à une distance donnée montrent que (Fig. 15) :

	Teneur en CO ₂ (mV)	Humidité (m ³ .m ⁻³)	Masse volumique (kg.m ⁻³)
Nombre de mesures retenues	34	36	9
Moyenne	271.9	0.2835	1356
Ecart-type	128.6	0.0235	67.5
Coefficient de variation	0.4730	0.0830	0.0498

Tableau 2 : Moyennes, écart-type et coefficients de variation de la teneur en CO₂ (exprimée en mV équivalents), de l'humidité volumique moyenne de la couche 0-25 cm (m³.m⁻³), et de la masse volumique moyenne de cette même couche (kg.m⁻³).

	Teneur en CO ₂ (mV)	Humidité (m ³ .m ⁻³)	Masse volumique (kg.m ⁻³)
Teneur en CO ₂ (mV)	1		
Humidité (m ³ .m ⁻³)	0.171	1	
Masse volumique (kg.m ⁻³)	0.385	0.457	1

Tableau 3 : Corrélation entre teneur en CO₂, humidité volumique moyenne de la couche 0-25 cm, et masse volumique moyenne de cette même couche.

- les teneurs en eau sont corrélées sur des distances de l'ordre du mètre (longueur de corrélation d'environ 0.70 m), avec une corrélation très significative entre les mesures faites à 0.27 m de distance l'une de l'autre en moyenne ;
- les teneurs en CO₂ sont peut être corrélées sur des distances de l'ordre de 0.5 m (longueur de corrélation ajustée à 0.35 m), mais même pour les paires de mesures réalisées à 0.27 m de distance l'une de l'autre, la corrélation n'est pas très importante ;

Ce double constat suggère que (i) d'un point de vue méthodologique nous aurions eu intérêt à faire des mesures sur des distances plus faibles pour mieux appréhender les distances sur lesquelles les teneurs en CO₂ sont corrélées, et (ii) d'un point de vue scientifique les variations de teneur en eau ne sont probablement pas, dans le contexte expérimental étudié, le principal facteur responsable des variations de la teneur en CO₂.

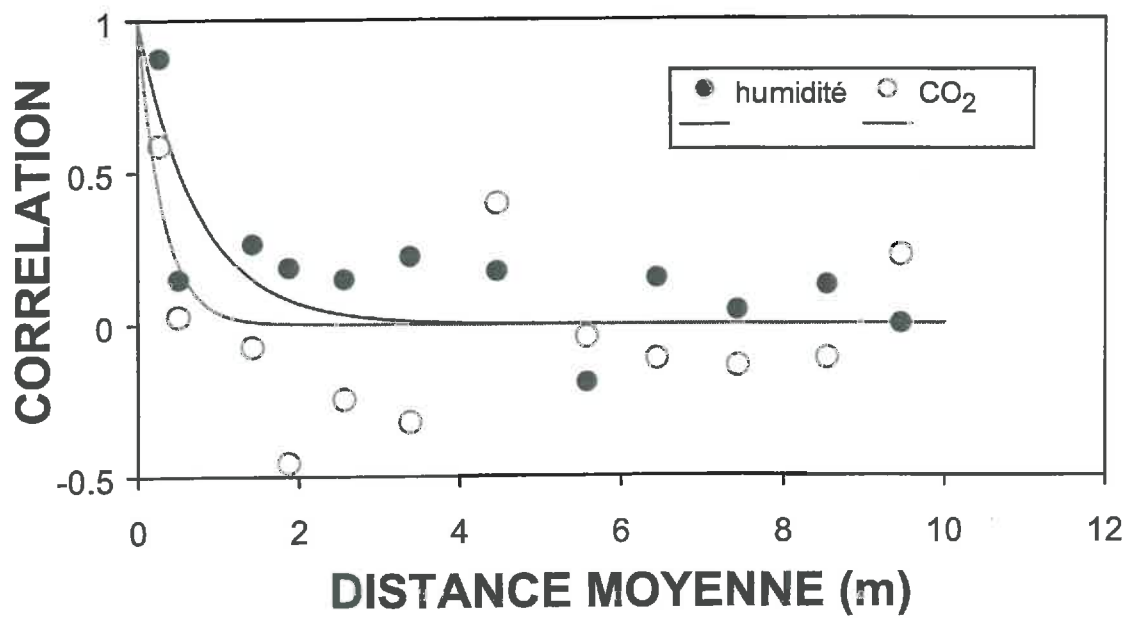


Figure 15 : Corrélogrammes sur l'humidité volumique de la couche de sol 0-25 cm et sur la teneur en CO₂ à 25 cm de profondeur. Les longueurs de corrélation des corrélogrammes exponentiels ajustés sont respectivement de 0.35 m et de 0.70 m pour la teneur en CO₂ et l'humidité.

V. CONCLUSION - PERSPECTIVES

Sur le dispositif infra-rouge, nous avons montré que le détecteur, dans des conditions normales de fonctionnement ($T = 20^{\circ}\text{C}$, débit = $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$, surpression en aval de la pompe = 0.05 bar), fournit un signal en sortie linéairement relié aux teneurs en CO_2 qui le traversent (coefficient de corrélation de 0.9995). Cependant, il présente une valeur d'offset qui ne doit pas être négligée car cela engendrerait une erreur de mesure de 0.042% de CO_2 , erreur conséquente sur des teneurs en CO_2 faibles rencontrées dans des sols bien aérés notamment. Nous observons aussi une influence de la composition des mélanges gazeux utilisés (CO_2 dans N_2 ou CO_2 dans O_2). Elle est probablement due à la nature des gaz qui traversent le débitmètre régulateur dont le principe exploite les propriétés thermiques des gaz (étalonnage réalisé en usine avec un mélange "atmosphérique" : 20% O_2 dans 80% de N_2). Dans le cadre de nos expérimentations, nous nous rapprochons de mélanges majoritairement composés de N_2 plutôt que de O_2 . De ce fait nous utiliserons à l'avenir la courbe d'étalonnage obtenue avec des mélanges $\text{CO}_2\text{-N}_2$.

Les conditions dégradées correspondent à un fonctionnement du dispositif dans des conditions (i) climatiques, (ii) pédologiques et (iii) matérielles non stables.

- Aux variations des paramètres climatiques (température) le détecteur IR présente une cinétique de stabilisation du signal (temps de montée) similaire, mais avec de légères différences dans les valeurs de stabilisation (écart de 0.025% de CO_2 entre 20°C et 35°C). Cette erreur s'avère non négligeable et les analyses complémentaires nous permettent d'attribuer cette erreur à une altération du fonctionnement électromécanique de l'ensemble du dispositif (alimentations électriques, ...). Ceci nous oblige à l'avenir à limiter les effets de la température sur le dispositif en le protégeant de l'exposition solaire ;
- Aux variations des paramètres pédologiques (humidité, densité du sol), le débit d'air du détecteur IR risque de ne pas être maintenu par absence de quantité d'air suffisante dans le sol. Les tests en laboratoire à différents débits montrent que le détecteur IR donne des valeurs de stabilisation identiques pour un même échantillon, alors que les cinétiques de stabilisation sont différentes (à débit faible la stabilisation du signal est plus lente qu'à débit plus élevé). Une renormalisation numérique des dates nous permet de montrer que le temps de stabilisation est multiplié par 2 pour un débit divisé par 2. La quantité d'air prélevée pour atteindre la stabilisation du signal est donc similaire quelque soit le débit.
- Aux variations de comportement matériel du dispositif (fluctuations de la surpression observées en aval de la pompe (non encore résolues)), le détecteur IR fournit le même signal de stabilisation pour un même échantillon gazeux quelque soit la pression existant en aval de la pompe (0.1, 0.05 ou 0 bar) à condition que le débit d'air soit assuré (tension de sortie du débitmètre égale à la tension de consigne). Ceci nous assure qu'un flux d'air passe à travers le détecteur IR même si le manomètre affiche une surpression de 0. La surpression est en fait existante. Elle est de faible intensité mais non détectable par le manomètre car en deçà de son seuil de détection.

La principale limite du dispositif IR est le temps nécessaire à la stabilisation du signal : de l'ordre de 2 minutes ; ce qui suppose de prélever environ 100 mL d'air dans le sol soit d'explorer un volume sphérique d'environ 4.9 cm de rayon pour un sol ayant environ 20% de porosité libre à l'air. Nos données ont bien montré que ce délai n'était absolument pas du au détecteur proprement dit, mais à des phénomènes de dilution en mélangeur liés aux volumes morts du dispositif et, probablement, principalement au volume mort du déverseur. Cet effet

dilution ne nous permet pas de diminuer le flux afin pour nous de prélever une quantité minimale de gaz dans le sol qui permettrait une perturbation minimale du milieu, bien que le détecteur IR semble peu sensible au flux, car de ce phénomène de dilution dans des "mélangeurs" dépend le temps de réponse du détecteur.

L'ajout de la sonde aiguille ne retarde que de quelques secondes la stabilisation du signal et montre d'une part, que le flux est suffisamment faible pour ne pas générer de perte de charges importantes à travers de longs tubes de très petits diamètres (1.5 m de long, 1 mm de diam. int.), et d'autre part que l'effort pour tenter de restreindre le temps de stabilisation du signal, doit porter sur la diminution des volumes morts dans les circuits se trouvant à l'intérieur du boîtier.

Les calculs montrent qu'en l'absence de résistance liée au sol, le dispositif peut satisfaire les flux demandés sans créer de dépression trop importante pour la pompe. L'utilisation *in situ* confirme ce fait sur 33 répétitions. Le principal problème potentiel pourrait être le risque de contamination à partir des autres horizons, notamment, à partir de la surface *via* un écoulement préférentiel à l'interface sol – sonde aiguille. Nous n'avons travaillé qu'à une profondeur (25 cm) pour une parcelle d'un sol limono-argilo-sableux nu et non travaillé depuis 10 mois. Il est nécessaire d'évaluer le dispositif prototype :

- à d'autres profondeurs : on peut notamment s'attendre à des problèmes de pompage au delà de la zone de labour généralement moins bien aérée ;
- pour d'autres conditions de travail du sol et d'autres conditions hydriques.

Concernant la variabilité *in situ*, nous avons mené à bien une campagne de mesure sur une placette carrée de 20 m de côté, en réalisant 36 sondages pour la teneur en CO₂ et l'humidité du sol, dont 9 d'entre eux ont été complétés par des mesures de la densité apparente du sol et des prélèvements destinés à des analyses de teneur en protéines. Les points de sondage ont été choisis de façon aléatoire dans des carrés d'échelle emboîtée (6.67, 5 et 1 m). Dans l'ensemble des données, il apparaît 2 valeurs aberrantes (signal proche de 0) sur les teneurs en CO₂, probablement dues à un dysfonctionnement du prototype (déconnexion électrique). Il n'apparaît pas de tendance temporelle ni sur les teneurs en CO₂ ni sur les humidités, contrairement à ce que l'on aurait pu attendre, au vu de la durée d'expérimentation *in situ* (plus de 4 h) et des effets possibles du soleil sur la température et l'évaporation du sol.

L'humidité et la densité présentent une homogénéité sur la placette traitée (coefficient de variation de 0.08, 0.05), qui n'apparaît pas pour les teneurs en CO₂ (coefficient de variation de 0.47). Par ailleurs il y a peu de corrélation entre l'humidité du sol et sa teneur en CO₂ ainsi qu'entre la densité du sol et sa teneur en CO₂. Ceci nous permet de conclure que d'autres paramètres, certainement, sont impliqués dans la variabilité des teneurs en CO₂. Nous pensons notamment à l'activité microbienne ; celle-ci pourra être appréhendée indirectement, après analyse de la teneur en protéines des échantillons de sol prélevés.

Enfin, la longueur de corrélation est de l'ordre du mètre en ce qui concerne l'humidité, elle reste à approfondir concernant les teneurs en CO₂, car malgré l'estimation par ajustement à environ 0.5 m, on observe encore peu de corrélation entre les teneurs espacées de 0.27 m l'une de l'autre. Une analyse complémentaire doit être menée, notamment en optimisant la distribution des points sur la parcelle.

Références Bibliographiques

- [1] **Mohrath D. 2001.** Distribution des gaz dans le sol et évolution temporelle : étude préalable à l'acquisition d'une nouvelle méthodologie. *Rapport interne*, 15 pages.
- [2] **Renault, P., S. Parry, J. Sierra, and L. Bidel. 1997.** Les transferts de gaz dans les sols ; implications environnementales et agronomiques. *Le courrier de l'environnement de l'INRA* 32, 33-50.