



**HAL**  
open science

# Etude de la cinétique de la minéralisation de l'azote et du carbone dans le sol

C. Ferrand

► **To cite this version:**

C. Ferrand. Etude de la cinétique de la minéralisation de l'azote et du carbone dans le sol. [Stage] IUT Chimie. Université Claude Bernard Lyon 1 (UCBL), Villeurbanne, FRA. 1997, 32 p. hal-02840917

**HAL Id: hal-02840917**

**<https://hal.inrae.fr/hal-02840917v1>**

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.

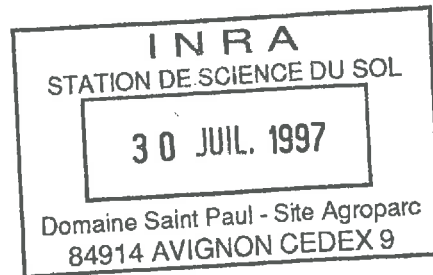
L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**I.N.R.A.**

Unité de Science du sol  
Avignon - Montfavet

**I.U.T LYON**

Département de chimie  
Promotion 1996-1997



**ETUDE DE LA CINETIQUE  
DE LA MINERALISATION  
DE L'AZOTE ET DU CARBONE DANS LE SOL**

**FERRAND Claire**

**Responsable de stage :**

Anne-Marie de Cockborne

21 avril-27 juin

## RESUME

Cette étude a eu deux parties :

- La première a été l'étude de la cinétique de la minéralisation de l'azote présent dans le sol pour deux parcelles en culture. Il a été mesuré la production de CO<sub>2</sub> lors d'une incubation d'une durée de 42 jours pour le sol de la parcelle B et de 50 jours pour le sol de la parcelle A.

Le suivi de la production de CO<sub>2</sub> au cours du temps montre, que l'on considère le sol seul ou le sol avec engrais, que cette production augmente au cours du temps et qu'elle est plus importante pour le sol avec engrais. On peut également estimer le flux journalier de la production de CO<sub>2</sub> pour l'engrais : Il est initialement de 19.13 mg de C/kg/j pour la parcelle A et de 14.61 mg de C/kg/j pour la parcelle B. Au bout de 23 jours d'incubation pour la parcelle A, et de 35 jours pour la parcelle B, la production est quasiment nulle.

-La seconde étude a porté sur l'exportation de l'azote par la culture de la parcelle A. Cette exportation suit une loi exponentielle. L'apparition d'azote dans les tubercules nouveaux se fait au bout de 55 jours de culture. J'ai étudié, au cours de ces manipulations deux variétés de pommes de terre. A cette même date, la variété Marina exporte 164 kg de N/ha alors que la variété Bruna n'en exporte que 82, sachant que l'on est à 29 jours de la récolte. La majorité de cet azote est concentré dans le feuillage.

## REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier tout le personnel de l'unité Science du Sol de l'INRA pour l'accueil qu'il réserve aux stagiaires venant de tous les horizons.

Je tiens à remercier tout particulièrement Laurent BRUCKLER, directeur de l'unité Science du Sol, de m'avoir accueillie dans son service.

Mes remerciements les plus chaleureux iront à Anne-Marie de COCKBORNE, ma responsable de stage au laboratoire, qui par ses conseils, son aide, sa disponibilité et sa gentillesse, m'a guidée tout le long de ce stage.

Egalement un grand merci à Ghislain, David, Véronique et Magali pour leurs précieux conseils

Enfin un grand merci à Guillaume, avec qui j'ai eu grand plaisir à collaborer, toujours dans la bonne humeur et à qui sont destinés ces résultats.

# SOMMAIRE

	<i>pages</i>
<b>INTRODUCTION</b>	<b>5</b>
<b>CHAPITRE I</b>	
<b>L'INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE (I.N.R.A.)</b>	
I Présentation de l' <i>INRA</i>	6
Le domaine S <sup>t</sup> Maurice	6
Le domaine S <sup>t</sup> Paul	7
II L'Unité Science du sol	7
<b>CHAPITRE II</b>	
<b>RAPPELS THEORIQUES</b>	
I Le sol	8
II Définitions	8
II-1-) Humidité pondérale : $H_p$	8
II-2-) Densité solide : $\rho_s$	8
II-3-) Densité apparente totale : $\rho_t$	9
II-4-) Le pH	9
II-5-) Catalyseur	9
III Cycle de l'azote dans le sol	10
L'azote dans le sol	10
Réactions subies par l'azote dans le sol	10
IV L'azote dans les plantes	11
V Cycle du carbone	11
<b>CHAPITRE III</b>	
<b>DISPOSITIF EXPERIMENTAL - MATERIELS ET METHODES</b>	
I Préparation du sol	12
II Incubation du sol	13

III Méthodes de dosage	14
III-1-) Dosage du CO <sub>2</sub> dégagé	14
III-2-) Dosage de NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> et NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	15
III-2-1-) Extraction de l'ammonium échangeable	15
III-2-2-) Extraction du nitrate et du carbone organique total de la solution de sol	15
III-2-3-) Dosage de l'azote minéral (NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> et NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ) par distillation	15
III-2-4-) Modification de la méthode de dosage de l'ammonium	16

IV Le végétal	17
IV-1) Minéralisation Kjeldhal-Olsen	17
IV-2) Distillation de l'azote total	18
Dosage titrimétrique	19

## CHAPITRE IV

### RESULTATS

I Production de CO <sub>2</sub>	20
I-1-) Précision de la mesure	20
I-2-) Présentation et analyse des résultats	21
II Le végétal	23
II-1-) Croissance du végétal	23
II-2-) Azote dans la plante	24
II-2-1-) Etude méthodologique	24
II-2-2-) Exportation d'azote par la culture	26
III Conclusion générale	27

### CONCLUSION SUR LE STAGE

Liste des tableaux	29
Liste des figures	30
Bibliographie	31
Annexes	32

# INTRODUCTION

L'azote est un des principaux éléments nécessaires à la croissance du végétal. Compte tenu des pratiques culturales, on observe depuis plusieurs années, un accroissement progressif de la teneur en nitrate des nappes phréatiques. En effet, l'agriculteur, pour des questions de sécurité, a tendance à apporter un excès d'engrais azoté à ses cultures. L'apport d'eau étant souvent supérieur aux quantités nécessaires, il y a drainage vers la nappe et entraînement des nitrates présents dans la solution de sol.

En France, les plaines agricoles (céréalières) du Nord sont les plus touchées, mais ce phénomène s'étend depuis quelques années déjà aux régions Méditerranéennes. En effet, le drainage vers les nappes des nitrates est notamment favorisé par une irrigation trop abondante de la part des agriculteurs.

Ce phénomène d'entraînement des nitrates vers la nappe est l'objet de nombreuses recherches et s'est dans ce cadre que s'insère mon travail.

Dans ce travail, j'ai étudié d'une part la cinétique de la minéralisation de l'azote dans le sol ainsi que la production de  $\text{CO}_2$  et d'autre part, l'exportation de l'azote pour une culture de pommes de terre.

Mon travail s'insère dans le cadre d'un travail pour un étudiant en DESS de chimie dont le sujet est le suivant : " Minéralisation de l'azote du sol avec étude agronomique, en cultures maraîchères ".

## Chapitre I

# L'INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE (I.N.R.A.)

### I-) Présentation de l'Institut National de la Recherche Agronomique.

L'INRA a été créé en 1946, alors dirigé par le ministère chargé de l'Agriculture. En 1984 l'institut devient un établissement à caractère scientifique et technique (E.P.S.T.), et se trouve placé sous la double tutelle du :

- ⇒ Ministère chargé de la Recherche et de la Technologie ;
- ⇒ Ministère chargé de l'Agriculture et des Forêts.

Sa mission (décret du 14-12-84) consiste à :

- ⇒ organiser et exécuter toutes les recherches intéressant l'agriculture et les industries qui lui sont liées
- ⇒ contribuer à l'élaboration de la politique nationale de la recherche ;
- ⇒ publier et diffuser les résultats de ses travaux ;
- ⇒ apporter son concours à la formation ;
- ⇒ effectuer des expériences scientifiques.

L'institut dispose d'un budget d'environ 2.5 millions de francs, dont 80% proviennent de l'état et 20% de ses propres ressources. L'effectif du personnel permanent est de 8500 agents, ce qui le place en troisième position des organismes de recherche français, après le Centre National De Recherche Scientifique (C.N.R.S.) et le Commissariat à l'Energie Atomique (C.E.A.).

L'INRA a des relations avec près de 70 pays, avec lesquels il collabore et effectue des échanges.

Il comprend 300 sites d'activités, soit 1100 hectares exploités dans le cadre d'un travail expérimental.

Le centre de recherche en Avignon fait parti des plus importants, 500 personnes y sont réparties sur trois domaines :

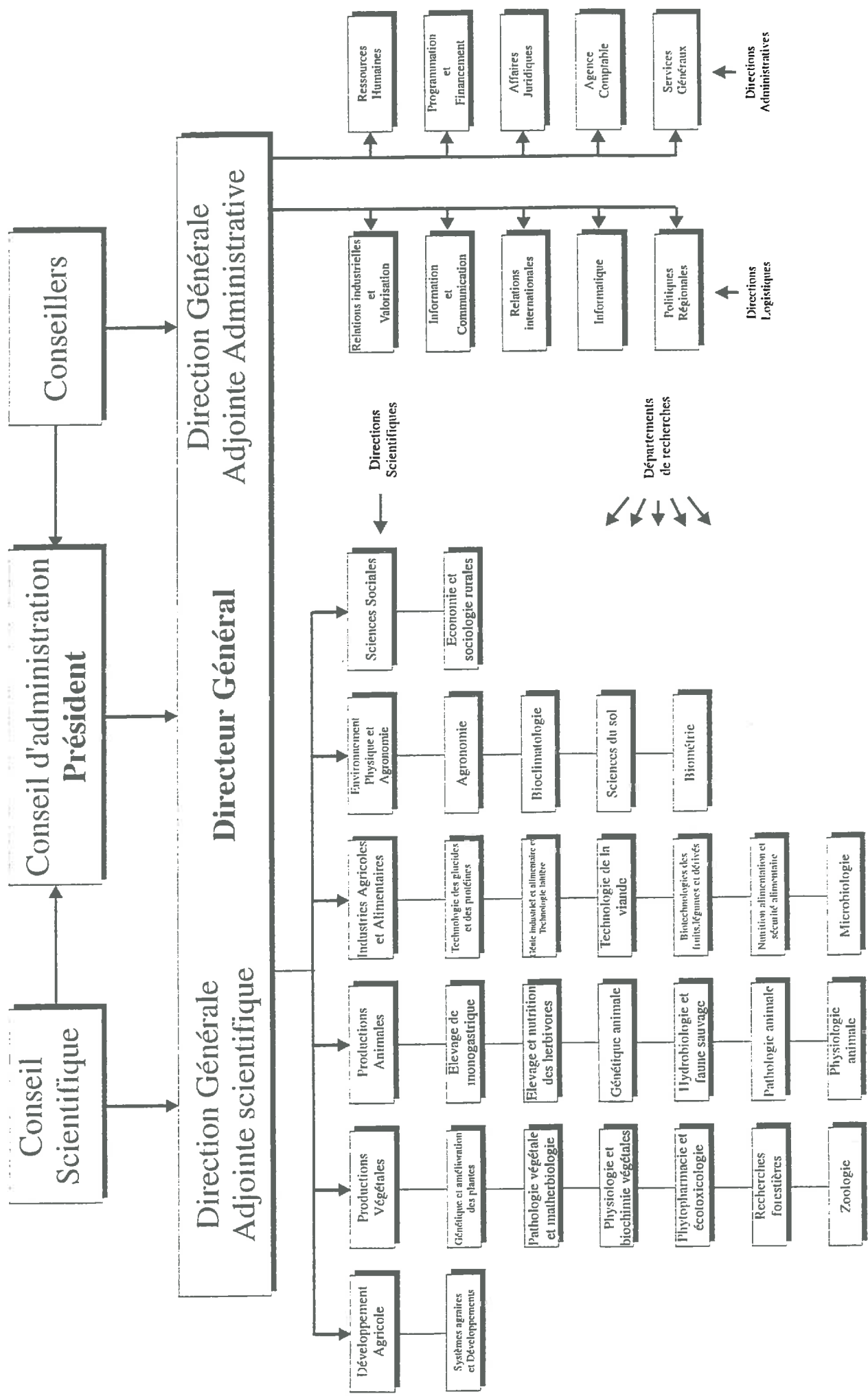
- ⇒ le domaine St Paul à Montfavet ;
- ⇒ le domaine St Maurice à Montfavet (Avignon) ;
- ⇒ un site en Avignon sur l'avenue Vivaldi ;
- ⇒ un domaine expérimental à St Marcel les Valence ;
- ⇒ un autre à Alénios ;
- ⇒ Bornes les Mimosas s'occupe de la forêt ;
- ⇒ Grenoble de l'économie rurale ;
- ⇒ Marseille à Luminy de la biotechnologie des champignons filamenteux.

#### ↳ *Le domaine St Maurice*

Ses principaux axes de recherches sont :



# ORGANIGRAMME GÉNÉRAL DE L'INRA



- ⇒ l'Amélioration des Plantes maraîchères par la création de nouvelles variétés de légumes adaptés aux conditions de production ;
- ⇒ la Pathologie Végétale (la lutte biologique et/ou chimique comprend généralement la lutte contre les champignons, bactéries et virus de la culture ) ;
- ⇒ le GRISP : Groupement régional et Intérêts Scientifique Phytosanitaire.

### ↘ **Le domaine St Paul**

Les secteurs de recherche développés sont la production végétale et le milieu physique.

Ils sont répartis en plusieurs unités :

- ⇒ Bioclimatologie et la STEFCE
- ⇒ Echophysologie et Horticulture
- ⇒ Phytopharmacie et GRAPPA
- ⇒ Technologie des Produits Végétaux et Fruits
- ⇒ Arboriculture Fruitière
- ⇒ Laboratoire de Micro-informatique et d'Automatique
- ⇒ Biométrie
- ⇒ Zoologie et Apidologie
- ⇒ Apiculture
- ⇒ Science du sol
- ⇒ Ecodéveloppement
- ⇒ Documentation
- ⇒ Services Généraux : gestion du personnel

L'INRA est situé au coeur d'une région agricole. Ses chercheurs visent à améliorer les facteurs de production maraîchère et fruitière, la gestion des forêts méditerranéennes, l'aménagement de l'espace rural, la télédétection et les biomathématiques. Les chercheurs collaborent avec d'autres centres INRA et divers organismes de recherches scientifiques et techniques.

## **II-) L'unité Science du Sol**

Elle appartient au secteur Milieu Physique. Son objectif général est la compréhension des processus et des phénomènes physiques qui ont lieu dans le sol ou en rapport avec le sol.

Les principaux axes de recherches sont :

- ⇒ l'influence de l'état et de la constitution des sols sur la circulation de l'eau, des solutés, des gaz et de la chaleur ;
- ⇒ les mécanismes de contrôle de la qualité des eaux de surface et de profondeur, à l'échelle de la parcelle cultivée et du bassin versant ;
- ⇒ le rôle des propriétés mécaniques du sol sur la croissance racinaire.

Du point de vue finalisé, les applications de ces travaux concernent les problèmes d'environnement, mais aussi l'optimisation des facteurs du milieu pour la croissance et le développement des couverts végétaux.

Les travaux sont effectués en équipe et se partagent entre les analyses au laboratoire, les missions sur le terrain, et l'exploitation des résultats.



## CHAPITRE II

# RAPPELS THEORIQUES

### I-) LE SOL

Dans le sol on distingue 3 phases (Figure 3) :

- une phase solide, constituant la matrice du sol,
- une phase gazeuse comprenant l'air et la vapeur d'eau,
- une phase liquide, l'eau, mobile et immobile, contenant les sels dissous.

La partie solide est constituée de particules de diamètres différents ; classés dans l'ordre décroissant, on a : les graviers, les sables, les limons et l'argile. Contrairement aux autres particules du sol, l'argile n'est pas inerte vis-à-vis des ions. Elle fixe les cations ( $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{Ca}_2^+$ , ...) sur ses feuillets chargés négativement, avec une capacité de fixation appelée capacité d'échange de l'argile.

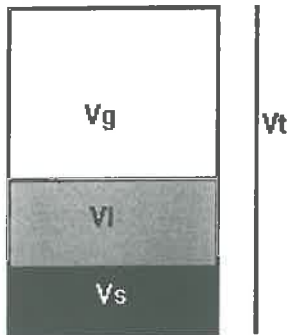


Figure 3 : Les différentes phases du sol

### II-) DEFINITIONS

#### II-1-) Humidité pondérale : $H_p$

C'est le rapport de la masse d'eau contenue dans un sol  $M_w$  à la masse de ce sol sec  $M_{sd}$ .

$$H_p = \frac{M_w}{M_{sd}} * 100$$

#### II-2-) Densité solide : $\rho_s$

C'est le rapport entre la masse de solide  $M_s$  et le volume de solide  $V_s$ .

$$\rho_s = \frac{M_s}{V_s}$$

Pour un sol, elle est de l'ordre de 2.7 t.

### II-3-) Densité apparente totale : $\rho_b$

C'est le rapport entre la masse de solide  $M_s$  et le volume total  $V_t$  occupé par le sol.

$$\rho_b = \frac{M_s}{V_t} = \frac{M_s}{(V_s + V_a + V_w)}$$

$V_s$  : volume de solide

$V_a$  : volume d'air

$V_w$  : volume d'eau

Pour un sol en place, en fonction du travail du sol et de l'horizon considéré, elle varie de 1.0 à 1.7.

### II-4-) Le pH

Le pH est une grandeur de mesure liée à l'activité des protons.

Il est donné par la relation :

$$\text{pH} = -\log a(\text{H}^+)$$

$a(\text{H}^+)$  : activité des protons

L'activité et la concentration des protons sont liées entre elles par la relation :

$$a(\text{H}^+) = \gamma_{\text{H}^+} [\text{H}^+]$$

$\gamma_{\text{H}^+}$  : coefficient d'activité des protons.

On peut donc écrire grâce aux deux relations précédentes l'équation :

$$\text{pH} = -\log (\gamma_{\text{H}^+} [\text{H}^+])$$

Cependant, dans le cas des solutions diluées, le coefficient d'activité des protons peut être considéré comme égal à 1, on peut donc écrire :

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+]$$

Pour des solutions diluées, le pH est directement proportionnel à la concentration des protons  $[\text{H}^+]$ .

### II-5-) Catalyseur

Substance qui, sans subir d'altération permanente, modifie la vitesse d'une réaction chimique thermodynamiquement possible dans les conditions fixées.

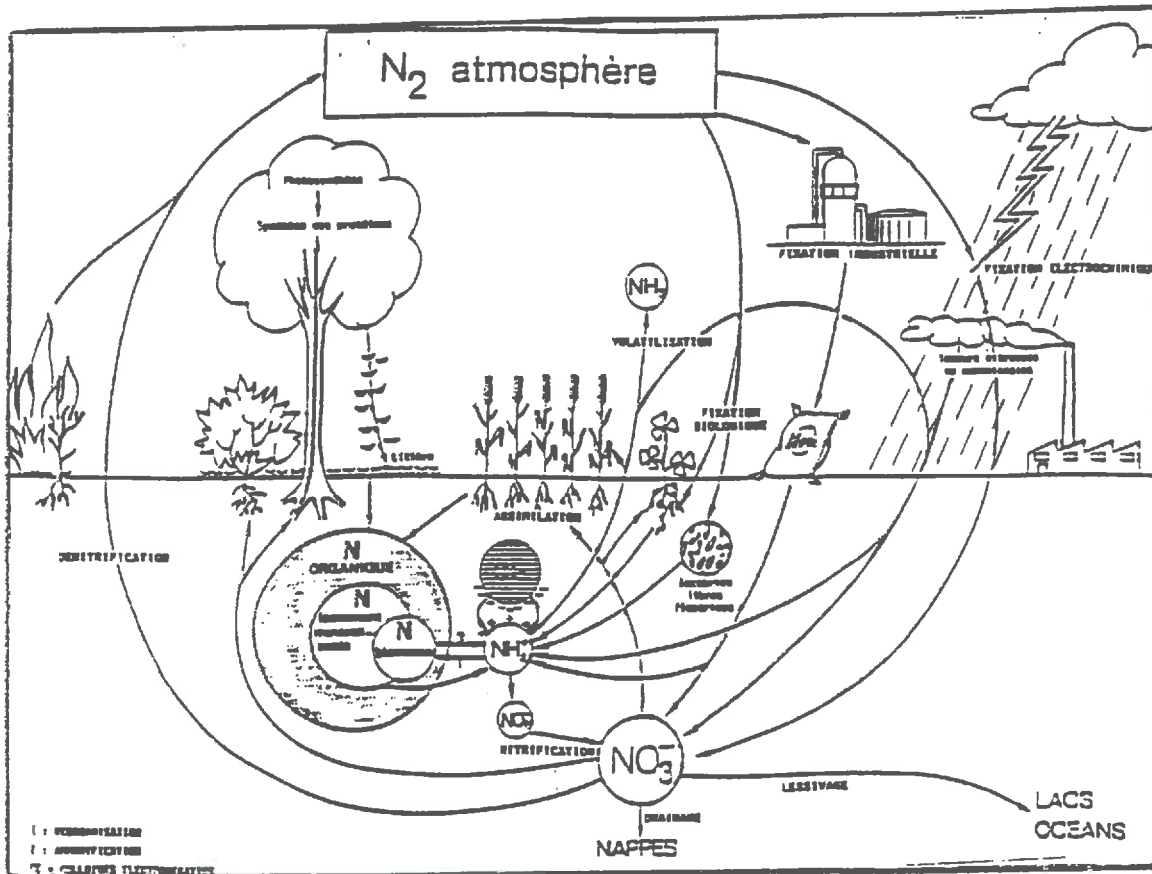


Figure n°4 : Le cycle de l'azote (MARIOTTI, 1982).

### III-) LE CYCLE DE L'AZOTE DANS LE SOL (SALSAC, 1988).

L'azote est l'un des éléments indispensables à la vie animale et végétale ; on le trouve réparti sous diverses formes (gazeuse, organique, minérale) en des lieux différents (atmosphère, végétaux, sol...) où il subit un ensemble de transformations qui constituent le cycle de l'azote (figure 4).

#### *L'azote dans le sol.*

Il se présente pour 5% sous forme minérale et pour 95% sous forme organique, le passage d'une forme à l'autre provient principalement de transformations de nature microbienne. Dans le sol, l'azote total se compose des formes azotées :

$$\begin{aligned} N_{\text{total}} &= N_{\text{minéral}} + N_{\text{organique}} \\ N_{\text{minéral}} &= N_{\text{NO}_3} + N_{\text{NH}_4} + N_{\text{NO}_2} \end{aligned}$$

L'azote nitrique ( $N_{\text{NO}_3}$ ) et l'azote nitreux ( $N_{\text{NO}_2}$ ) se trouvent dans la solution du sol alors que l'azote ammoniacal ( $N_{\text{NH}_4}$ ) est fixé sur les argiles ; on peut trouver dans des conditions particulières de l'ammonium libre dans le sol.

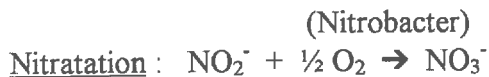
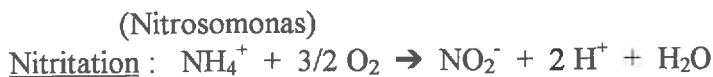
#### *Réactions subies par l'azote dans le sol :*

L'**organisation** peut être définie comme l'assimilation biologique, par les plantes et les micro-organismes, de l'azote minéral, nitrate ou ammonium, pour former des composés organiques (protéines, acides nucléiques...).

La **minéralisation** est le processus inverse qui consiste en la décomposition microbienne de l'azote organique pour donner de l'ammonium utilisable par les plantes ou nitrifiable.

L'**ammonification** consiste en une minéralisation des matières organiques par action microbienne. Le carbone est ainsi minéralisé en  $\text{CO}_2$  et l'azote en  $\text{NH}_4^+$ . Il en résulte donc une source de carbone et d'azote assimilable par la plante.

La **nitrification** est une réaction d'oxydation microbiologique qui transforme l'ion  $\text{NH}_4^+$  peu mobile en ion  $\text{NO}_3^-$  très mobile (lessivage).



La **dénitrification** est un processus biologique de retour de l'azote gazeux vers l'atmosphère dont les mécanismes sont très étudiés actuellement (effet de serre). Cette réaction se produit dans des conditions particulières de pH, température, aération du sol et teneur en matière organique. La dénitrification correspond à la séquence de transformations suivantes :



Un milieu réducteur et l'absence d'oxygène sont indispensables à sa réalisation.

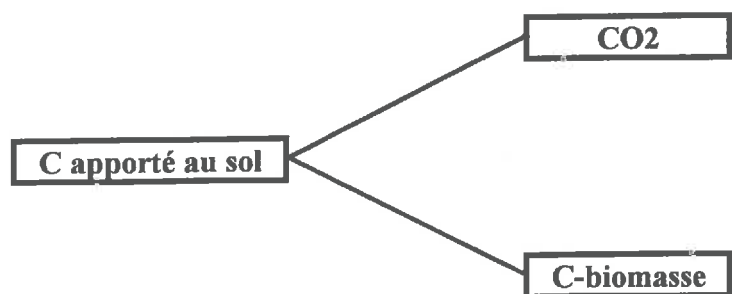
#### IV-) L'AZOTE DANS LES PLANTES

L'azote constitue l'élément nutritif principal des végétaux qui l'absorbent sous forme de nitrate et parfois sous forme d'ammonium (riz). La transformation de l'azote nitrique en azote protéique est due à l'énergie libérée lors de la photosynthèse. Le transport des ions nitrates vers les feuilles, principal lieu de leur assimilation, se fait après absorption de ceux-ci par les racines, zone de transfert des éléments nutritifs. Le transport des nitrates de la sève du xylème vers l'intérieur d'une cellule foliaire sera le résultat du transport actif (SALSAC, 1988).

La disponibilité de l'azote nitrique dépend de plusieurs paramètres : climatiques, physico-chimiques et nature du sol. Ces facteurs sont limitants et nécessitent alors l'ajout d'engrais azotés au sol pour une meilleure croissance des plantes. D'autre part, l'assimilation des nitrates est favorisée par une faible intensité lumineuse et des carences en oligo-éléments.

Si l'azote est le facteur principal de la croissance du végétal (augmente l'efficacité de la photosynthèse et conditionne la production de matière sèche), en contre partie, une surconsommation ou une absorption tardive rend le végétal fragile, sensible aux maladies et retarde la mise en fruits (ODET, 1989).

#### V-) CYCLE DU CARBONE



Le carbone incorporé au sol, soit par les résidus végétaux (cellulose, hémicellulose, lignine...) soit par les composts, est dépolymérisé en molécules simples par différents exoenzymes produites par les micro-organismes du sol. Les molécules simples sont ensuite absorbées par les bactéries et champignons. Dans le sol, le carbone peut alors être :

- Oxydé en  $\text{CO}_2$  dans les différentes chaînes métaboliques (glycolyse, cycle de Krebs, etc...) en vue de la formation de composés hautement énergétiques. Ce processus constitue la minéralisation du carbone.
- Utilisé pour la biosynthèse des différents éléments cellulaires. Ce processus alors est nommé assimilation du carbone.



### Chapitre III

## DISPOSITIF EXPERIMENTAL MATERIELS ET METHODES

Les sols utilisés dans cette étude proviennent de deux parcelles différentes. L'une fait l'objet d'une culture de pommes de terre, et l'autre de salades.

La parcelle de culture de pommes de terre d'une superficie de 2.6 ha, est située sur la commune de Monteux (84). Elle a été mise en culture début mars à raison d'une moyenne de 42241 plants par hectare. Par la suite, cette parcelle aura la dénomination "parcelle A".

La parcelle de culture de salades d'une superficie de 2 ha, est située sur la commune d'Aubagne (13). Les salades ont été plantées début avril et récoltées début juin. Il y avait en moyenne 100000 plants à l'hectare. Par la suite, cette parcelle aura comme dénomination "parcelle B".

Ces parcelles sont instrumentées pour le suivi hydrique du sol et de l'apport d'eau à la culture, et le suivi azoté tant au niveau de la plante que du sol.

### I-) PREPARATION DU SOL

Pour chaque parcelle, on s'est intéressé à l'horizon 0-30 cm, car c'est la couche de sol où est incorporé l'engrais. Suivant le protocole de ROBIN (1994), après élimination des cailloux et des résidus grossiers, le sol est séché à l'air jusqu'à une humidité pondérale d'environ 3 % pour limiter au maximum la perturbation du sol. La taille des agrégats de sol pour cette étude est comprise entre 2 et 3.15 mm, et l'humidité pondérale retenue sera en moyenne de 20 % mesurée exactement

Eléments	
argile.(en %)	19.4
limon fin.(%)	21.6
limon grossier.(%)	26.3
sable fin.(%)	26.3
sable grossier(%)	6.4
C organ. mg/kg	14.70
N organ.mg/kg	1.01
C/N	14.6
calcaire total	37.2
pH eau	8.1

Tableau I: Etude granulométrique (sans décarbonatation) du sol d'Aubagne : culture de salades

### Chapitre III

## DISPOSITIF EXPERIMENTAL MATERIELS ET METHODES

Les sols utilisés dans cette étude proviennent de deux parcelles différentes. L'une fait l'objet d'une culture de pommes de terre, et l'autre de salades.

La parcelle de culture de pommes de terre d'une superficie de 2.6 ha, est située sur la commune de Monteux (84). Elle a été mise en culture début mars à raison d'une moyenne de 42241 plants par hectare. Par la suite, cette parcelle aura la dénomination "parcelle A".

La parcelle de culture de salades d'une superficie de 2 ha, est située sur la commune d'Aubagne (13). Les salades ont été plantées début avril et récoltées début juin. Il y avait en moyenne 100000 plants à l'hectare. Par la suite, cette parcelle aura comme dénomination "parcelle B".

Ces parcelles sont instrumentées pour le suivi hydrique du sol et de l'apport d'eau à la culture, et le suivi azoté tant au niveau de la plante que du sol.

#### I-) PREPARATION DU SOL

Pour chaque parcelle, on s'est intéressé à l'horizon 0-30 cm, car c'est la couche de sol où est incorporé l'engrais. Suivant le protocole de ROBIN (1994), après élimination des cailloux et des résidus grossiers, le sol est séché à l'air jusqu'à une humidité pondérale d'environ 3 % pour limiter au maximum la perturbation du sol. La taille des agrégats de sol pour cette étude est comprise entre 2 et 3.15 mm, et l'humidité pondérale retenue sera en moyenne de 20 % mesurée exactement

Eléments	
argile.(en %)	19.4
limon fin.(%)	21.6
limon grossier.(%)	26.3
sable fin.(%)	26.3
sable grossier(%)	6.4
C organ. mg/kg	14.70
N organ.mg/kg	1.01
C/N	14.6
calcaire total	37.2
pH eau	8.1

Tableau 1: Etude granulométrique (sans décarbonatation) du sol d'Aubagne : culture de salades

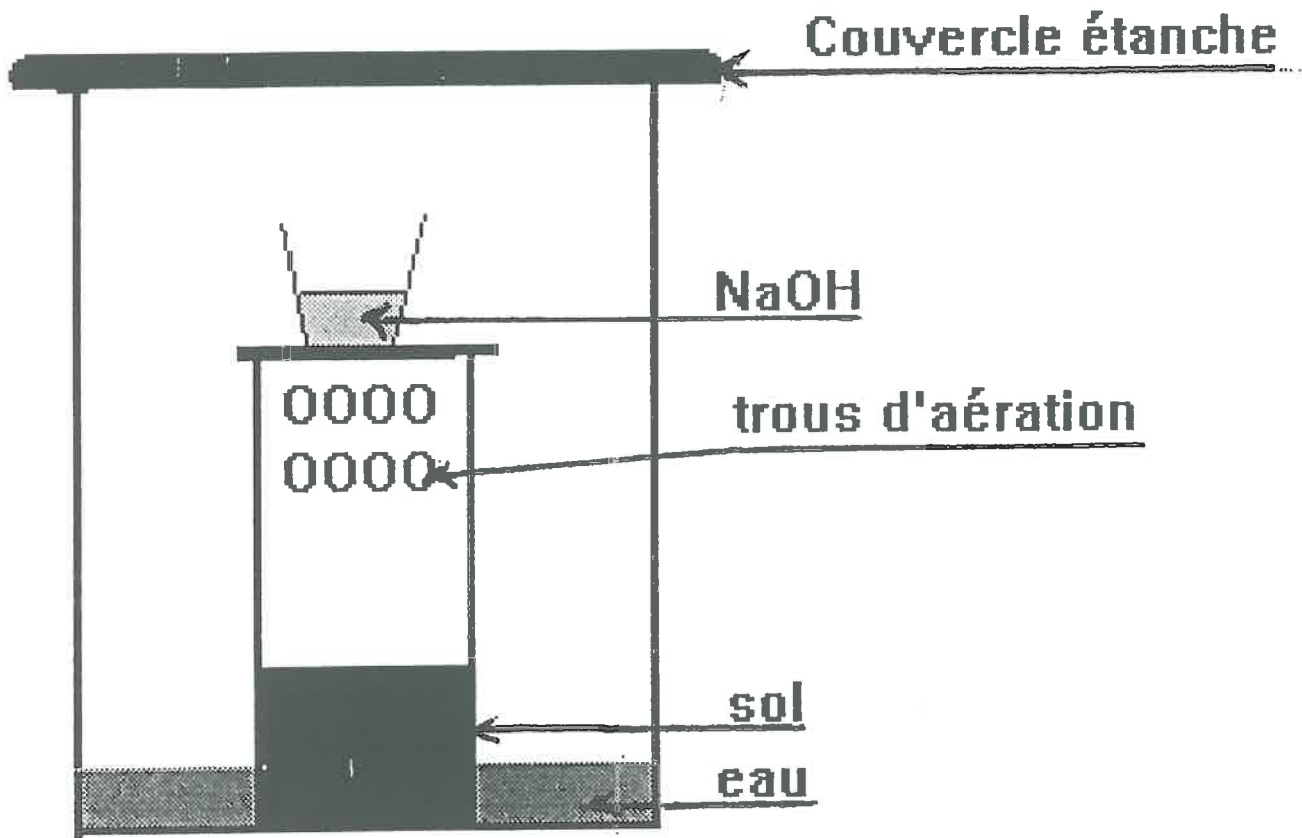


Figure 5 : Schéma d'incubation.

### ***L'humidification du sol.***

A 2 kg d'agrégats de sol d'une humidité résiduelle d'environ 3 %, sont ajoutés 400 ml d'eau permutée. L'ensemble placé dans une boîte plastique à fermeture hermétique, est stocké 15 jours à une température de  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ . On effectue une homogénéisation du système environ tous les deux jours. Au bout d'une semaine on vérifie une première fois l'humidité pondérale du sol. Elle doit être stable à l'issue des 15 jours et voisine de 20 %.

### ***L'engrais***

L'engrais utilisé pour la fertilisation de la parcelle a été broyé et tamisé entre 100 et 300  $\mu\text{m}$  et incorporé au sol dans les mêmes proportions que pour la culture, soit 2.5 t/ha.

## **II-) INCUBATION DU SOL**

Pour chaque parcelle, on a considéré l'incubation du sol seul et l'incubation du sol avec ajout d'engrais. Il a été retenu 11 dates de prélèvement (tableau : 2). Compte tenu qu'à chaque date de prélèvement, chaque échantillon de sol est mesuré en trois exemplaires, nous avons au total 60 bocaux par parcelle.

Pour une parcelle donnée, l'ensemble des préparations (60 bocaux) a été effectué le même jour.

Parcelle A : 12 mai 1997

Parcelle B : 28 avril 1997

### ***Préparation d'un échantillon : sol seul.***

Dans un bocal à fermeture hermétique, on place 30 g de sol à 20 % d'humidité, mesurés exactement, un bêcher contenant 5 ml de soude 0.25N pour piéger le  $\text{CO}_2$  produit lors de l'incubation, et de l'eau permutée pour que l'humidité du sol soit maintenue à 20 %.

### ***Préparation d'un échantillon : sol + engrais.***

On procède comme précédemment, mais on incorpore au sol 20 mg d'engrais que l'on mélange à l'aide d'une spatule.

A chaque date de prélèvement, on sacrifiera trois bocaux de sol seul et trois bocaux de sol avec engrais. Sur environ 12 g de sol humide mesurés exactement, il est effectué l'extraction à l'eau de l'ion nitrate et du carbone organique soluble. Sur environ exactement 10 g de sol humide, il est effectué une extraction par une solution de KCl de l'ammonium échangeable.

La totalité des bocaux sont ouverts à chaque date de prélèvements pour aération et renouvelés. Le dosage du  $\text{CO}_2$  est effectué au plus sur 18 bêchers de NaOH 0.25N (début de l'expérience) et au moins 3 bêchers (fin de l'expérience). Par ailleurs, il est vérifié que l'humidité des échantillons n'a pas bougée. Si tel n'est pas le cas, ils sont réhumidifiés à la valeur initiale. Lors de la préparation de l'ensemble, il est fait un point zéro. Dosage du nitrate et de l'ammonium échangeable du sol, sans incubation.

Parcelle B		Parcelle A	
Dates de prélèvement	jours	Dates de prélèvement	jours
28/04/97 (point zéro)	118	12/05/97 (point zéro)	132
29/04/97	119	13/05/97	133
30/04/97	120	14/05/97	134
02/05/97	122	16/05/97	136
05/05/97	125	21/05/97	141
07/05/97	127	30/05/97	150
12/05/97	132	04/06/97	155
20/05/97	140	10/06/97	161
26/05/97	146	18/06/97	169
02/06/97	153	25/06/97	176
09/06/97	160	01/07/97	182

Tableau 2 - Calendrier des prélèvements du sol.

### III-) METHODES DE DOSAGE

#### III-1) Dosage du CO<sub>2</sub> dégagé

Le CO<sub>2</sub> est piégé par la soude, l'excès de soude est titré par HCl 0.25 N à l'aide d'un titrateur semi-automatique couplé à un pH-mètre. Le pH du point d'équivalence est de 8.60.

##### *Principe de calcul :*

Lors de la minéralisation, le sol produit un dégagement de CO<sub>2</sub> qui va réagir avec la soude suivant l'équation :



A chaque prélèvement de sol, l'excès de soude 0.25 N est dosé par une solution d'acide chlorhydrique de même normalité. Lors du dosage en retour, il se produit la réaction suivante :



- |                                  |              |   |
|----------------------------------|--------------|---|
| 1 litre de NaOH (0.25 N)         | ➡ neutralise | ➡ 1 litre de HCl (0.25 N)                                       |
| 2 moles de NaOH                  | ➡ réagissent | ➡ 1 mole de H <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                      |
| 1cm <sup>3</sup> de NaOH(0.25 n) | ➡ réagit     | ➡ 1 cm <sup>3</sup> de H <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (0.25 N). |
| 10mg de NaOH                     | ➡ réagit     | ➡ 7.75 mg de H <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ou 1.5 mg de C      |

Volume de soude ayant réagit avec le CO<sub>2</sub>

$$V_2 = V_0 - V_1$$

Masse de Carbone dégagée ( $m_c$ ) par l'échantillon en mg.  
 $m_c = V_2 \cdot 1.5$

avec :

$V_0 = 10 \text{ cm}^3$  de NaOH

$V_1 =$  Volume ajouté de HCl à 0.25 N

### **III-2-) Dosage de $\text{NH}_4^+$ et $\text{NO}_3^-$ .**

#### **III-2-1-) Extraction de l'ammonium échangeable**

On ajoute dans un flacon de plastique à fermeture hermétique, 10 g de sol humide pesés exactement et 100 ml de KCl (0.5 N). On effectue une agitation mécanique de 1 heure, puis on filtre sur filtre moyen.



#### **III-2-2-) Extraction du nitrate et du carbone organique total de la solution du sol.**

On ajoute dans un flacon à fermeture hermétique, 12 g de sol humide pesés exactement et 50 ml d'eau déminéralisée. On effectue une agitation mécanique de 1 heure, puis une filtration sur filtre moyen, suivi d'une micro filtration. De cette solution d'extraction, il est prélevé 20 ml auxquels, il est ajouté 200  $\mu\text{l}$  d'une solution d'azide de sodium pour stabiliser le milieu. Cette fraction sera utilisée pour le dosage du carbone organique total soluble. L'autre fraction servira au dosage de l'ion nitrate par électrophorèse capillaire, méthode CIA.

#### **III-2-3-) Dosage de l'azote minéral ( $\text{NH}_4^+$ et $\text{NO}_3^-$ ) par distillation.**

##### **Principe**

L'ammonium échangeable extrait est déplacé par une base faible (MgO) et entraîné par la vapeur d'eau vers une solution d'acide avec laquelle  $\text{NH}_4\text{OH}$  formé réagit.



Lorsque tout l'ammonium a été entraîné, on ajoute un catalyseur (alliage Dewarda) qui catalyse la réaction de transformation de  $\text{NO}_3^-$  en  $\text{NH}_4^+$ , ce dernier est entraîné par la vapeur d'eau vers la solution acide avec laquelle il réagit.

##### **Mode opératoire**

Dans un ballon tricol, on place 50 ml de solution échantillon, et on le connecte à la colonne vigreux. Sur le col latéral le plus long on branche l'arrivée de vapeur d'eau et à partir de l'autre on introduit la base. Le bûcher contenant déjà 10 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 N, environ 20 ml d'eau déminéralisée et 5 gouttes d'indicateur coloré, est connecté à la sortie du réfrigérant à eau. La durée de la distillation est d'environ 30 minutes, et on recueille environ 200 ml de distillat.

La deuxième distillation déplace l'azote nitrique qui est réduit en azote ammoniacal. Lorsque la distillation de N- $\text{NH}_4$  échangeable est terminée, on ajoute par l'ouverture latérale

du ballon le catalyseur Dewarda et comme précédemment, on connecte très rapidement l'arrivée de vapeur. On recueille environ 200 ml de distillat dans un bûcher contenant comme au par avant 10 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 N, environ 20 ml d'eau d'èminèralisèe et 5 gouttes d'indicateur colorè.

Les distillats récupèrès sont portès à èbullition pour èliminer le gaz carbonique apportè par la vapeur d'eau, qui rend difficile la dètèction du virage de l'indicateur colorè.

Pour chaque sèrie de distillation, un blanc sera effectuè : 50 ml de la solution de KCl 0.5 N.

### *Rèactifs*

- Solution KCl 0.5 N :
- Solution de NaOH 0.1N (Prolabo)
- Solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 N (Prolabo)
- MgO calcinèe à 700°C pendant 16 h (Prolabo)
- Alliage Dewarda (Merck)
- Indicateur colorè (Tashiro)
  - 0.2 g de rouge de mèthyle
  - 0.2 g de bleu de mèthylène
  - dissoudre dans 100 ml d'èthanol

### *Calculs*

Lors de la distillation, l'ammonium dègagè est entraînè par la vapeur d'eau, condensè dans le r'èfrigèrant à eau sous forme d'hydroxyde de NH<sub>4</sub>OH, récupèrè dans H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.1 N) en excès. L'excès de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> est dosè en retour par NaOH de mêmè normalitè.



1 mole de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> r'èagit avec 2 moles de NH<sub>4</sub>OH.

Comme on travaille avec des solutions de mêmè normalitè on peut ècrire :

- ➔ 1 cm<sup>3</sup> de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.1 N) r'èagit ➔ 1 cm<sup>3</sup> de NH<sub>4</sub>OH (0.1 N)
- ➔ 1.4 mg d'N
- ➔ 1 cm<sup>3</sup> de NaOH.

Par consèquent, lors du dosage en retour le volume de NaOH 0.1 N (V<sub>1</sub>) apportè pour neutraliser l'excès de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0.1 N sera dèduit au volume V<sub>0</sub> de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> initialement pr'sent (V<sub>0</sub> = blanc). Nous obtenons ainsi le volume V<sub>2</sub> de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> qui a r'èagit avec NH<sub>4</sub>OH.

$$V_2 = V_0 - V_1$$

Ensuite on obtient la masse d'azote ammoniacal dans le pr'lèvement du filtrat

$$V_2 * 1.4 = \text{N en mg.}$$

### III-2-4-) Modification de la mètode de dosage de l'ammonium

Pour le dèplacement de l'ammonium, lors de la distillation nous avons testè s'il y avait une diffèrence entre l'utilisation de MgO et une solution de soude à 12.5 %. Les r'sultats donnès au tableau montrent qu'il n'y a pas de diffèrence significative. En consèquence par la suite nous avons utilisè la solution de soude à 12.5 %. Cependant, un problèmè est apparu, la teneur en ammonium èchangeable de nos extractions de sol ètant trop faible, on s'est trouvè en limite de dètèction de la mètode. La distillation d'un blanc, qui correspond à la distillation

uniquement en présence des réactifs, donnait une moyenne valeur en N-NH<sub>4</sub> de 0.042 mg, les échantillons une valeur moyenne en N-NH<sub>4</sub> de 0.056 mg.

N'ayant pas de méthode de comparaison pour le dosage de NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, nous nous sommes intéressés par la suite à l'ion nitrate. La méthode de référence retenue a été l'électrophorèse capillaire (méthode CIA). Il est apparu que les teneurs en N-NO<sub>3</sub> de la solution d'extraction avaient également des valeurs situées en limite de la détection de la méthode par distillation, ceci pour tous les échantillons situés dans les 12 premiers jours de l'incubation.

En conséquence, nous n'avons pas retenu ces méthodes de dosage. Pour l'ammonium échangeable, les mesures seront faites par colorimétrie, au laboratoire de Science du Sol de l'INRA d'Arras. Quant aux mesure de l'ion nitrate, elle seront faites à l'électrophorèse capillaire, méthode CIA.

#### IV-) LE VEGETAL

Pour la culture de pommes de terre, il a été prélevé des plants à différents stades de la culture (tableau 3). Ces échantillons ont été séparés par organes (feuilles, racines, tubercules). Chacun d'entre eux a été pesé frais, puis après un séchage d'une semaine à 70°C. Après broyage, il a été analysé l'azote total.

Pour la culture de salades, le prélèvement de plants s'est fait en début et fin de culture. Les résultats ne seront pas présentés ici, l'analyse n'ayant pas été faite à ce jour.

Date	Jours juliens	nombre de plants prélevés
03/04/97	93	9
21/04/97	111	9
15/05/97	135	5
27/05/97	147	4

Tableau 3 : Date et nombre de plants prélevés par site (site 1 et site 2) de la parcelle A.

##### *IV-1) Minéralisation Kjeldhal-Olsen :*

###### Principe

L'objectif de la minéralisation est de transformer les diverses formes azotées (organiques) du végétal en azote minéral (ammonium).

###### Méthode :

La minéralisation s'effectue en deux étapes :

\*Réduction de nitrates en ammonium par le fer réduit, en milieu sulfurique :



puis combinaison de l'ammonium avec l'acide sulfurique pour donner le sulfate d'ammonium :



\*Réduction de l'azote organique en ammonium par un catalyseur en milieu sulfurique :



(la présence de ce catalyseur accroît le taux d'oxydation des matières organiques par l'acide sulfurique).



L'ammonium se combine avec l'acide comme précédemment.

#### Mode opératoire

\*Dans un tube de 250 ml, on introduit :

- 200mg de poudre végétale séchée pendant 24h à 70°C.
- 1 g de fer réduit.
- 20 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12 N

Laisser une heure à température ambiante.

\*deuxième étape, ajouter :

- 3 g de catalyseur
- 7 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 36 N

Chauffer 4 heures au minéralisateur BÜCHI (annexe n°1) ; on obtient une solution claire contenant l'azote minéral qui va être distillée puis dosée.

#### Réactifs

- Catalyseur : C'est un mélange de K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, CuSO<sub>4</sub> et Se (dans un rapport 10 5 2) homogénéisé dans un mortier.
- Fer réduit
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 12N
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 36 N

### ***IV-2-) DISTILLATION DE L'AZOTE TOTAL***

#### Principe

La distillation consiste en un entraînement à la vapeur d'eau de l'ammonium que l'on déplace par un excès de soude. Cet ammonium est recueilli dans un excès d'acide sulfurique de normalité connue (0.1 N). Un dosage en retour par la soude de même normalité (0.1 N) que l'acide sulfurique, permet de déterminer la quantité d'azote présente dans l'échantillon.

#### Mode opératoire

Le résidu de minéralisation est placé, après refroidissement, dans un ballon tricol relié à une colonne vigreux (récupérer absolument la totalité du résidu avec de l'eau déminéralisée). Sur l'un des cols latéraux se trouve une ampoule à verser contenant la soude (ne pas verser la totalité, car cela entraînerait des pertes d'azote lors de l'entrée d'air) ; la vapeur d'eau est reliée à l'autre extrémité du ballon. Un réfrigérant à eau suit la colonne vigreux il permet la condensation de l'ammoniac sous forme d'hydroxyde d'ammonium qui va neutraliser l'acide sulfurique contenu dans le bûcher de récupération du condensât.



\*placer le bûcher de 250 ml contenant :

- 10 ml d'acide sulfurique 0.1 N
- 20 ml environ d'eau permutée
- 5 gouttes d'indicateur coloré.

\*introduire dans le tricol d'1 litre :

- le résidu de la minéralisation
- 50 ml environ d'eau permutée
- relier la vapeur d'eau et verser 80 ml de soude à 50%.

### Remarques

A chaque série on effectue un blanc.

Il est nécessaire de porter à ébullition les solutions obtenues afin d'éliminer le gaz carbonique, provenant de la vapeur d'eau, dissous dans le distillat qui rend difficile la détection de la couleur du virage final.

### ***Dosage titrimétrique***

C'est un dosage acido-basique en retour : l'excès d'acide (sulfurique) est dosé par une base (la soude) :



On dose l'excès d'acide qui n'a pas réagi avec l'hydroxyde d'ammonium entraîné, on déduit par différence la quantité d'azote distillée. L'équivalence est repérée par le virage de l'indicateur coloré (passage du violet au vert turquoise) à un pH de 5.8. On utilise le pH-mètre pour détecter le virage avec plus de précision.

### Calculs

Le mode de calcul est le même qu'au paragraphe III-1-3-)

Volume de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ayant réagi avec  $\text{NH}_4\text{OH}$

$$V_2 = V_0 - V_1$$

Masse (en mg) d'azote ammoniacal présente dans l'échantillon de végétal

$$X = V_2 * 1.4$$

avec :

$V_0$  : Volume de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  initialement présent

$V_1$  : Volume de soude (0.1 N) nécessaire à la neutralisation de l'excès d'acide sulfurique.

### Réactifs

-NaOH 50 %

-NaOH 0.1 N (Prolabo)

- $\text{H}_2\text{SO}_4$  0.1 N (Prolabo)

-Indicateur coloré (Tashiro) : conférer paragraphe III-2-3

### Appareillage

-burette automatique contenant la soude 0.1 N (METROHM 655 dosimat).

-pH-mètre : IP67. BIOBLOCK Scientific électrode 9043.

## Chapitre IV

# RESULTATS

Cette présentation des résultats se composera de deux parties :

- 1-) Résultats de la production de CO<sub>2</sub>, lors de l'incubation de sol
- 2-) L'azote dans les végétaux.

### I-) LA PRODUCTION DU CO<sub>2</sub>.

#### I-1-) Précision de la mesure

A chaque date de prélèvements, le dosage du CO<sub>2</sub> a été fait au plus en 18 exemplaires, ceci pour le début de l'étude, et au moins en 3 exemplaires, pour la dernière date de prélèvement.. Pour chaque date de prélèvements, il a été calculé la valeur moyenne, l'écart type et le coefficient de variation, pour les sols des parcelles A et B (tableaux 4 et 5).

Lorsque le nombre d'échantillons a dosé devient supérieur à 15, l'analyse des résultats montrent que le coefficient de variation est supérieur à 10 %. En fait, compte tenu de la durée du dosage, les derniers échantillons se carbonatent d'où une variabilité plus importante. Il sera donc préférable d'effectuer la reproductibilité sur au plus 10 échantillons ou de les conserver sous atmosphère inerte.

<i>jours</i>	<b>Sol seul</b>			<b>Sol + engrais</b>		
	<i>moy ± ET</i>	<i>CV(%)</i>	<i>nombre</i>	<i>moy ± ET</i>	<i>CV(%)</i>	<i>nombre</i>
<b>118</b>	point zéro					
<b>119</b>	1.27± 0.27	21.26	17	1.73±0.23	13.30	18
<b>120</b>	0.81±0.14	17.28	16	1.12±0.14	12.50	16
<b>122</b>	1.36±0.11	8.08	9	1.68±0.06	3.59	7
<b>125</b>	1.21±0.06	4.96	9	1.55±0.09	5.81	10
<b>127</b>	0.78±0.05	6.39	10	1.22±0.08	6.57	10
<b>132</b>	0.94±0.10	10.20	10	1.32±0.05	3.78	9
<b>140</b>	1.06±0.09	8.50	11	1.42±0.05	3.82	10
<b>146</b>	0.99±0.11	11.20	8	1.26±0.08	6.50	9
<b>153</b>	1.00±0.06	6.00	5	1.19±0.03	2.50	6
<b>160</b>	0.99±0.00	0.00	2	1.05±0.03	2.48	3

Tableau 4- Précision du dosage du CO<sub>2</sub> : Parcelle B

jours	Sol seul			Sol + engrais		
	moy±ET	CV (%)	nombre	moy±ET	CV (%)	nombre
132	point zéro					
133	0.91±0.09	9.90	9	1.38±0.09	6.53	9
134	0.99±0.07	7.10	10	1.20±0.11	9.20	10
136	1.15±0.05	3.93	10	1.53±0.04	3.00	10
141	1.45±0.04	2.50	9	1.85±0.08	4.10	10
148	1.26±0.04	4.20	9	1.55±0.09	5.80	10
155	1.18±0.07	5.90	7	1.39±0.09	6.50	10
161	1.39±0.07	4.80	11	1.41±0.04	2.40	12

tableau 5- Précision du dosage du CO<sub>2</sub> : Parcelle A

### I-2-) *Présentation et analyse des résultats*

Lors de l'étude de l'évolution au cours du temps de la minéralisation de l'azote, deux éléments ont été suivis : l'azote minéral (NO<sub>3</sub> et NH<sub>4</sub> échangeable) et la production de CO<sub>2</sub>. Les facteurs d'environnement conditionnent le processus. Ils ont été maintenus constant : la température à 20±1 °C et l'humidité à 20 %.

Nous présenterons ici uniquement les résultats liés à la production de CO<sub>2</sub>, l'azote minéral ayant été traité par un autre étudiant (DUPONT, 1997).

L'analyse des figures 6 et 7 montre qu'il y a production de CO<sub>2</sub> dans le sol avec et sans compost. L'accroissement de cette production est rapide dans les premiers jours de l'incubation, puis ralenti par la suite.

La minéralisation du compost a été estimée pour une date donnée par différence au sol seul.

$$C(\text{sol+compost}) - C(\text{sol seul}) = C(\text{compost})$$

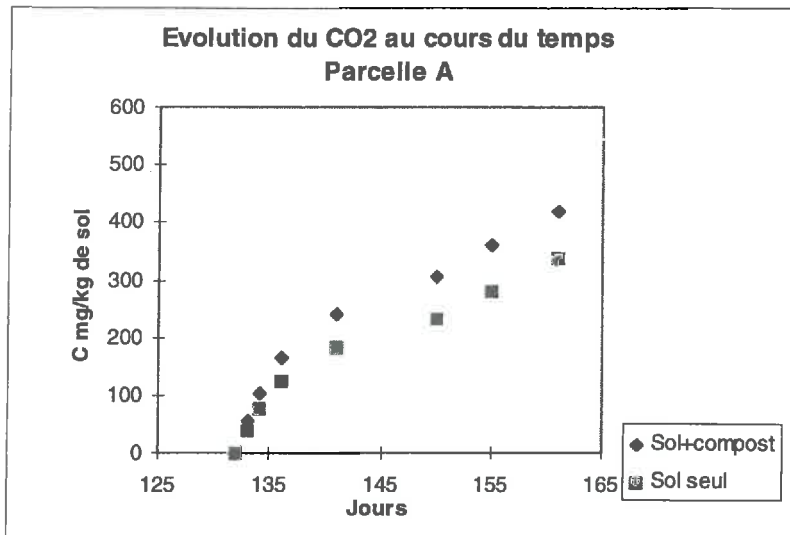


Figure 6- Evolution au cours du temps de la production en CO2.

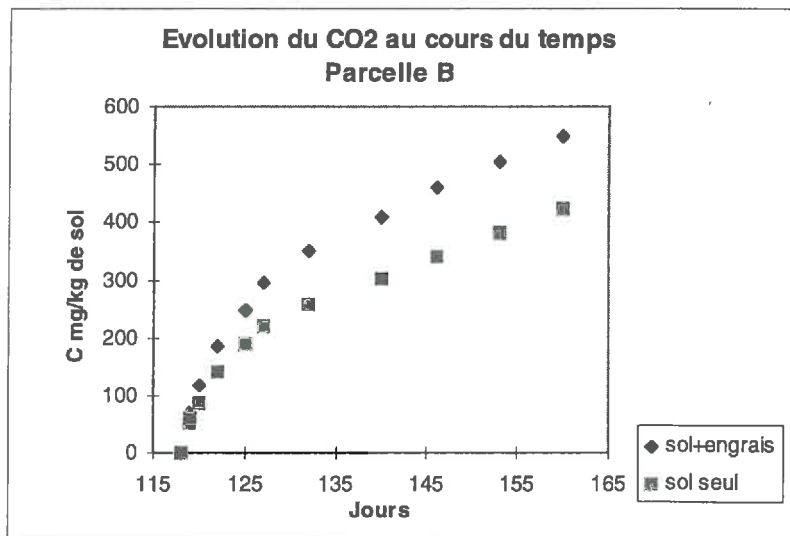


Figure 7- Evolution au cours du temps de la production en CO2.

L'analyse de la figure 8 montre que jusqu'au 9<sup>ième</sup> jour d'incubation la production de CO<sub>2</sub> pour les 2 composts se référant aux sols des parcelles A et B, est identique. Par la suite nous notons une divergence notable. Pour le compost incorporé à la parcelle A (pommes de terre), au bout du 23<sup>ième</sup> jour d'incubation la production de CO<sub>2</sub> est quasiment nulle. Le flux qui initialement était de 19.13 mg de C/kg/j a chuté à 1.05 mg de C/kg/j. La masse totale de carbone produite au bout de ces 29 jours s'élève à 80.93 mg.

Pour le compost incorporé à la parcelle B (salades), au bout du 35<sup>ième</sup> jour d'incubation la production de CO<sub>2</sub> est quasiment nulle. Le flux qui était initialement de 14.61 mg de C/kg/j a chuté à 1.07 mg de C/kg/j. La masse totale de carbone produit au bout de 42 jours est de 55.94 mg.

On note que la minéralisation est beaucoup plus rapide que dans le cas d'incorporation de résidus végétaux où il faut attendre le 500<sup>ième</sup> jour d'incubation pour que la production de CO<sub>2</sub> devienne quasiment nulle. (ROBIN, 1994).

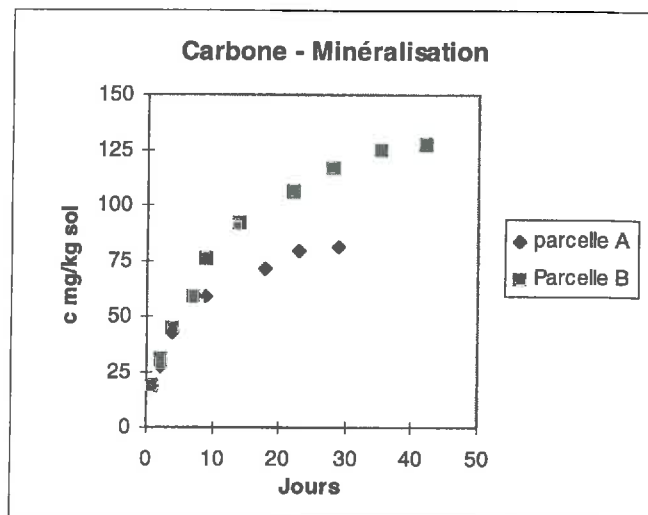


Figure 8- Evolution au cours du temps de la minéralisation de l'engrais.

## II-) LE VEGETAL

### II-1-) Croissance du végétal

Deux variétés de pommes de terre ont été plantées : variété Marina, site 1 et variété Bruna, site 2. L'analyse des résultats montre que ces deux variétés n'évoluent pas à la même vitesse (figure 9 et 10). La courbe de croissance des différents organes est de type exponentiel.

L'estimation de la teneur en eau des différents organes nous donne une valeur moyenne de 90 % (tableau6) tous sites confondus.

Feuilles	88.60±5.40 %
Racines	90.97±1.37 %
Tubercules	87.15±1.78 %

Tableau 6- Teneur en eau des différents organes

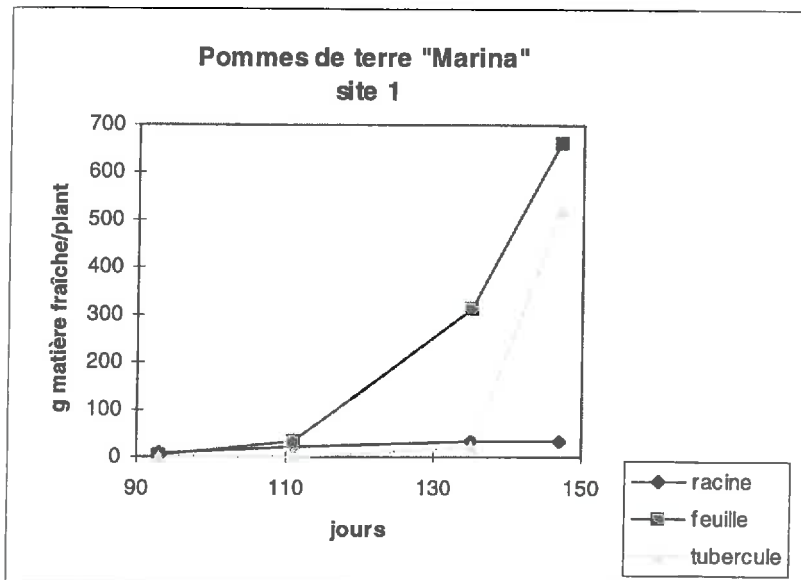


Figure 9- Croissance des différents organes de la pomme de terre.

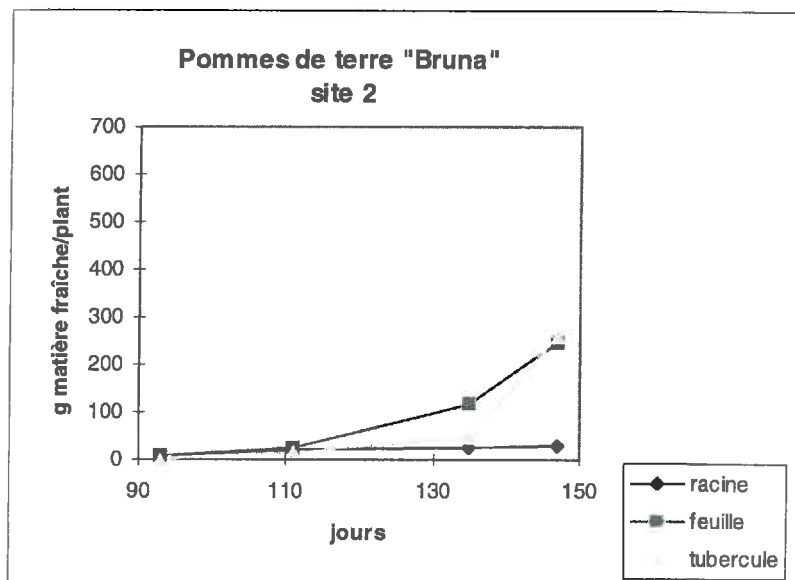


Figure 10- Croissance des différents organes de la pomme de terre.

## II-2-) L'azote dans la plante.

### II-2-1-) Etude méthodologique

Les séries de minéralisation se composaient de 6 échantillons. Lors de la mise en service du dispositif, le matériel a été testé. Pour ce faire, on a effectué la minéralisation de 3 blancs et de 3 solutions synthétiques (2 mg de  $N_{NH4}$  et 2 mg  $N_{NO3}$ ). La série suivante s'est composée d'un blanc et de la reproductibilité d'un échantillon de poudre végétale. Par la suite,

les séries se sont composées d'un blanc, d'un échantillon témoin qui a été mis dans chaque série, et de 4 échantillons inconnus de poudre végétale.

1-) Validité de la mesure

Numéro	Blanc	échantillon
1	9.88	7.20
2	9.88	6.98
3	9.85	6.89
moyenne	9.87±0.017	7.02±0.16
C.V. %	0.17 %	2.27 %

Tableau 7- Résultats de la validation de la mesure

La quantité moyenne mesurée d'azote total dans les solution synthétique est de 3.99±0.22 mg, avec un coefficient de variation de 5.51 %. La quantité théorique d'azote total de la solution était de 4 mg, avec 2 mg sous forme ammoniacal et 2 mg sous forme nitrique. Il est à noter que l'azote nitrique est difficilement minéralisable et que l'on a toujours une perte avec cette forme azotée.

2-) Constance de la méthode de mesure au cours du temps.

Les mesures se sont déroulées entre le 27 mai et le 9 juin, et il a été effectué 10 séries. Pour l'ensemble, la valeur moyenne du blanc est de 9.93±0.11, avec un coefficient de variation de 1.14 %. Parmi, ces données, celle en date du 5 juin s'éloigne de la moyenne, avec une valeur de 10.25 ml. On a testé s'il était possible d'éliminer cette donnée. Pour ce faire, on a effectué le calcul suivant :

$$T_{obs} = \frac{|x - M|}{\sqrt{\frac{SCE_X}{n(n-1)}}}$$

$T_{obs}$  : T Student calculé

$SCE_X$  : somme des carrés des écarts de x

M : valeur de référence

n : nombre de données.

x : valeur aberrante

Pour n = 11 et une probabilité 0.95 le T Student théorique est de 1.81. Le T Student calculé est de 9.32. En conséquence la valeur peut-être rejetée. La moyenne est alors de 9.90±0.043, soit un coefficient de variation de 0.44 %. Par la suite pour l'ensemble de nos données, on retiendra cette valeur de blanc.



### 3-) Reproductibilité.

#### *Reproductibilité de la mesure.*

On a considéré un échantillon de poudre végétale qui a été analysé en 6 exemplaires. La valeur moyenne obtenue est de  $8.24 \pm 0.29$  mg d'azote dans la prise d'essai, avec un coefficient de variation de 3.46 %

#### *Fidélité de la méthode*

A chaque série de minéralisation nous avons mis le même échantillon de poudre végétale ce qui a permis de tester la fidélité de la méthode au cours du temps. Pour cette analyse nous avons 7 mesures. La valeur moyenne d'azote total est de  $10.15 \pm 0.26$  mg pour la prise d'essai, avec un coefficient de variation de 2.54 %.

### II-2-2-) Exportation d'azote par la culture.

#### 1-) Exportation de l'azote par organe.

L'exportation en azote quelque soit l'organe suit une loi exponentielle. La présence d'azote est la plus importante dans les feuilles (parties aériennes). Dans les tubercules filles, il apparaît au bout de 55 jours de culture (147<sup>ème</sup> jour) (figure 11 ). A la récolte, en moyenne, les tubercules ont exporté 105 kg d'azote à l'hectare (ODET, 1982).

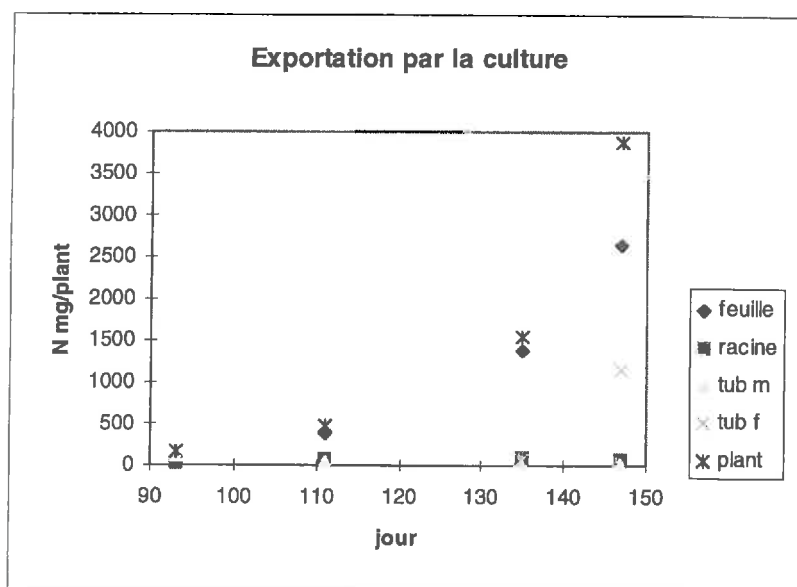


Figure 11- Exportation de l'azote par organe pour un plant.

#### 2-) Exportation de l'azote par la culture.

Sachant qu'il y a 42241 plants de pommes de terre à l'hectare, l'exportation en azote 55 jours après plantation est de 164 kg/ha si l'on considère la variété Marina, et de 82 kg/ha si on considère la variété Bruna (figure 12). A la récolte, l'exportation moyenne en azote devrait se situer aux environs de 225 kg/ha (ODET, 1982).

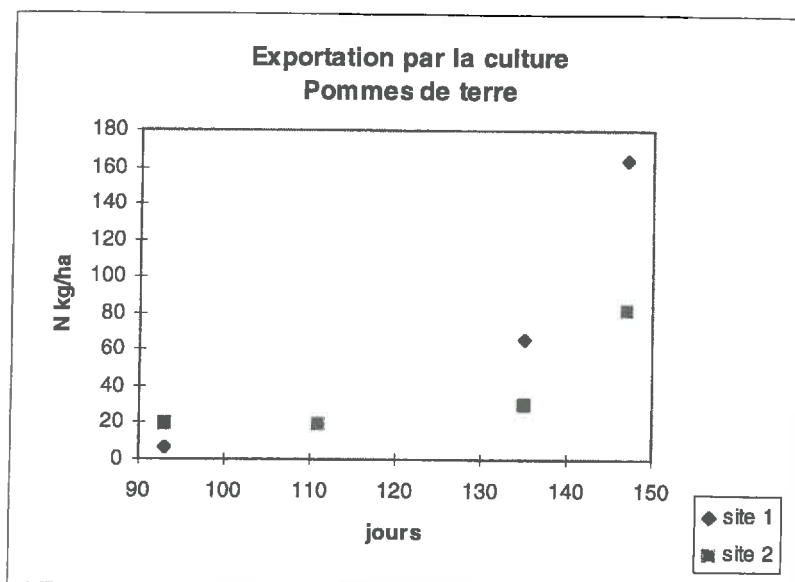


Figure 12- Exportation d'azote par la culture, par hectare.

### III-) CONCLUSION GENERALE.

Ce travail a été principalement axé, d'une part, sur la cinétique de la production de CO<sub>2</sub> lors de l'étude de la minéralisation de l'azote du sol, avec et sans engrais, d'autre part sur l'exportation de l'azote par le végétal.

L'étude de la cinétique de la production de CO<sub>2</sub> montre que, avec ou sans engrais, cette production augmente au cours du temps et qu'elle est plus importante pour le sol avec apport d'engrais.

L'estimation des flux journaliers de CO<sub>2</sub> a été faite pour deux parcelles.

- Pour la parcelle A, le flux initial est de 19.13 mg de C/kg/j et devient quasiment nul (1.05 mg de C/kg/j) au bout de 23 jours d'incubation.

- Pour la parcelle B, le flux initial est de 14.61 mg de C/kg/j et atteint la valeur de 1.07 mg de C/kg/j au bout du 35<sup>ième</sup> jour d'incubation.

En ce qui concerne l'exportation de l'azote par la culture de pommes de terre, elle suit une loi exponentielle. La majorité de l'azote est concentrée dans le feuillage, mais il apparaît dans les nouveaux tubercules au bout de 55 jours de culture.

Cette étude a été parallèlement menée sur deux variétés de pommes de terre. A 29 jours de la récolte, la variété "Marina" exportait 164 kg de N/ha, alors que la variété "Bruna" en exportait environ deux fois moins, soit 82 kg/ha.

Ce travail sera complété par le suivi de la production, au cours du temps, de l'azote nitrique et ammoniacal et du carbone organique total, pour les deux parcelles et jusqu'à la récolte. La finalité de cette étude est de faire un bilan agronomique.

## CONCLUSION SUR LE STAGE

Ce stage m'a permis de me rendre compte à quel point la chimie est utilisée dans de nombreux domaines. En effet, il m'a paru tout à fait surprenant de trouver un laboratoire de chimie dans une unité de Physique du sol. Mais je sais maintenant que pour ce secteur d'activité, la chimie est tout à fait indispensable.

J'ai également pu, à cette occasion, étendre mes connaissances à deux domaines assez nouveaux pour moi : l'agronomie et la physique du sol.

Ce stage m'a enfin appris l'expérience du travail en équipe, qui nécessite des concessions de la part de chacun pour être efficace et convivial.

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Etude granulométrique (sans décarbonatation) du sol d'Aubagne : culture de salades

Tableau 2 : Calendrier des prélèvements de sol

Tableau 3 : Date et nombre de plants prélevés par site (site 1 et 2) de la Parcelle A

Tableau 4 : Précision du dosage de CO<sub>2</sub> : Parcelle B

Tableau 5 : Précision du dosage de CO<sub>2</sub> : Parcelle A

Tableau 6 : Teneur en eau des différents organes

Tableau 7 : Résultats de la validation de la mesure

## LISTE DES FIGURES

- Figure 1 : Organigramme général de l'INRA
- Figure 2 : Les implantations de l'INRA
- Figure 3 : Les différentes phases du sol
- Figure 4 : Le cycle de l'azote (MARIOTTI, 1982)
- Figure 5 : Schéma d'incubation
- Figure 6 : Evolution au cours du temps de la production de CO<sub>2</sub>. Parcelle A
- Figure 7 : Evolution au cours du temps de la production de CO<sub>2</sub>. Parcelle B
- Figure 8 : Evolution au cours du temps de la minéralisation de l'engrais
- Figure 9 : Evolution des différents organes de la pomme de terre variété " Marina"
- Figure 10 : Evolution des différents organes de la pomme de terre variété " Bruna"
- Figure 11 : Exportation de l'azote par organe et par plant
- Figure 12 : Exportation d'azote par culture et par hectare

## BIBLIOGRAPHIE

- BIDAL D.**, 1996 : " Evolution de l'alcalinité d'une solution de sol au cours du temps ".  
Rapport de fin d'études I.U.T
- BATTIMELLI A.**, 1995 : " Etude agronomique d'une paecelle conduite en maraîchage intensif ".  
Rapport de fin d'études I.U.T
- GACHON F.**, 1994 : " Suivi d'une culture maraîchère, la salade, son exportation en azote ".  
Rapport de fin d'études I.U.T
- ROBIN D.**, 1994 : " Effet de la disponibilité de l'azote sur les flux bruts de carbone et d'azote au cours de la décomposition des résidus végétaux dans les sols ".  
Thèse.
- FALQUET C.**, 1992 : " Cycle d'une culture maraîchère : la salade. Son exportation en azote".  
Rapport de fin d'études I.U.T
- MASTORINO E.**, 1989 : " Dosage dans la solution de sol des nitrates, chlorures, iodures, électrode spécifique ".  
Rapport de fin d'études I.U.T
- SALSAC L.**, 1988 : " Biologie de la fixation de l'azote ". Conférence du 4<sup>ième</sup> cours international sur la fixation symbiotique de l'azote, Montpellier Centre INRA-ENSAM.
- ODET**, 1982 : " Monento fertilisation des cultures légumières ".

# ANNEXES

# UTILISATION DU MINERALISATEUR BUCHI

## CHARGEMENT DU BLOC DE MINERALISATION

- Disposer les tubes de minéralisation dans le bloc de minéralisation, sans laisser de poste vide. ( On a la possibilité de n'utiliser qu'une rampe de minéralisation)
- Ajuster les collecteurs de vapeur sur les tubes de minéralisation en utilisant les clips noirs de fixation
- Connecter sur les collecteurs de vapeur les tuyaux d'aspiration reliés à la pompe à vide.
- Caler un petit tampon de papier absorbant ou de coton sous l'orifice de prise d'air , à gauche et à l'arrière ds collecteurs.

## PROGRAMMATION DE L'UNITE DE COMMANDE

- Pour des minéralisations courantes la programmation est la suivante:

WAIT	30%	60%	100%	80%	COOL
0 H	20 m	30 m	80 m	60 m	30 m

- Pour modifier le programme ou pour remédier à une modification accidentelle du programme, utiliser les touches:       SELECT   UP   DOWN

## LANCEMENT D'UNE MINERALISATION

- Mettre le bloc de minéralisation sous tension: lumière verte allumée.  
Ne pas intervenir sur les 2 thermostats, ils doivent être alignés sur la valeur "0".
- Mise en marche de l'unité de commande:
  - \* Mettre l'unité sous tension en basculant l'interrupteur au dos de l'appareil, à droite
  - \* Si la minéralisation concerne les 2 rampes du bloc, les deux voyants L et R face à ROW UNIT1 doivent être éclairés; appuyer sur:  
START de UNIT1
  - \* Si la minéralisation ne concerne qu'une rampe de tubes, sélectionner L (gauche) ou R (droite) avec ROW UNIT1 et ensuite appuyer sur: START de UNIT1
- Ouvrir le robinet de la trompe à eau
- Brancher l'aspiration de la hotte (bouton à gauche sur le bandeau de pailleasse)
- Fermer la porte du local , uniquement si le speedvac n'est pas en service.

## FiIN DE MINERALISATION

- Lorsque le programme affiché est terminé; couper l'alimentation du bloc de minéralisation (bouton vert éteint), ainsi que l'alimentation de l'unité de commande.
- Fermer l'arrivée d'eau de la trompe à eau
- Arrêter l'aspirateur de la hotte

## ENTRETIEN

Après chaque minéralisation:

- laver le collecteur de vapeur en utilisant un goupillon, nettoyer soigneusement les joints assurant l'étanchéité tube-collecteur, ainsi que les clips de fixation, rincer à l'eau désionisée, laisser égoutter ou sécher avant une nouvelle utilisation
- rincer les connecteurs des tuyaux d'aspiration de vapeurs ainsi que les supports métalliques de tubes.