

Etude du potentiel de minéralisation de l'azote organique. Application sur les sols de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin en culture estivale intensive de melon, Vaucluse, France

J.N. Ogier

▶ **To cite this version:**

J.N. Ogier. Etude du potentiel de minéralisation de l'azote organique. Application sur les sols de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin en culture estivale intensive de melon, Vaucluse, France. [Stage] Institut Supérieur d'Agriculture et d'Agroalimentaire Rhône-Alpes (ISARA Lyon), Lyon, FRA. 1999, 63 p. hal-02842672

HAL Id: hal-02842672
https://hal.inrae.fr/hal-02842672

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.

Unité de Science du Sol
Domaine Saint Paul - Site Agroparc
84914 Avignon Cedex 9
04.90.31.61.37

31, Place Bellecour
69002 Lyon
04.72.32.51.00.

Etude du potentiel de minéralisation de l'azote organique

Application sur les sols de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin en culture estivale intensive de melon - Vaucluse - France.

Jean-Noël OGIER

XXVIII° Promotion.

Juin à septembre 1999.

Stage de fin de 4°année.

SOMMAIRE GENERAL

CHAPITRE 1 : PRESENTATION DE L'ETUDE

I. Contexte ____ 4

1. Présentation de la zone d'étude ____ 4

2. Deux nappes phréatiques superposées ____ 4

3. Vers un diagnostic de la qualité des eaux des nappes phréatiques ____ 5

4. La nappe phréatique superficielle présente localement de fortes teneurs en nitrates ____ 5

II. Objectifs ____ 6

CHAPITRE 2 : ETAT DE L'ART

I. Le cycle de l'azote ____ 7

1. Les entrées d'azote ____ 7

1.1. La fixation biologique ____ 7

1.2. Les précipitations ____ 8

1.3. Les apports artificiels ____ 8

2. Les transformations de l'azote ____ 8

2.1. La minéralisation de l'azote organique et l'organisation de l'azote minéral ____ 8

2.2. La nitrification ____ 9

2.3. La réduction dissimilative du nitrate ____ 9

3. Les sorties d'azote ____ 9

3.1. La dénitrification ____ 9

3.2. Le lessivage ____ 10

3.3. La volatilisation ____ 10

II. Cinétique de minéralisation de l'azote ____ 10

1. Influence de la température sur la minéralisation de l'azote ____ 11

2. Influence de la teneur en eau ____ 11

III. Variabilité des stocks d'azote minéral et de la minéralisation de l'azote ____ 12

1. Variabilité des stocks d'azote minéral ____ 12

1.1. La variabilité spatiale

1.2. La variabilité temporelle ____ 12

2. Variabilité spatiale de la minéralisation de l'azote ____ 13

IV. Ecriture du bilan azoté ____ 13

CHAPITRE 3 : MATERIEL ET METHODES

I.Présentation des parcelles étudiées ____ 15

II.Présentation des sols étudiés ____ 15

III.Collecte des données de terrain ____ 16

1. Suivi de l'eau d'irrigation (Xe) ____ 16

2. Les fumures de fonds (Xa) ____ 16

TH-FB25

INRA
STATION DE SCIENCE DU SOL
22 OCT. 1999
Domaine Saint Paul - Site Agroparc
84914 AVIGNON CEDEX 9

REMERCIEMENTS

Les travaux présentés dans ce rapport ont été réalisés au sein de l'unité de science du sol de l'Institut National de Recherche Agronomique de Montfavet dans le cadre du stage de fin de 4° année à l'Institut Supérieur Agronomique Rhône Alpes de Lyon.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance à Monsieurs Bruckler et Chanzy, Directeurs de la station science du sol de Avignon, pour m'avoir accueilli au sein de leur unité.

Je remercie vivement Monsieur Bertuzzi, Ingénieur de Recherche, pour avoir manifesté un intérêt permanent pour mon travail, pour m'avoir aidé à collecter et à traiter les données nécessaire à la rédaction de ce rapport.

Je remercie Madame de Cockborne, Ingénieur d'Etude, pour son appui et ses conseils lors du traitements des données expérimentales.

Je suis reconnaissant aussi à Monsieur Fiès, Directeur de Recherche, pour ses conseils scientifiques.

Un grand merci à tous les agriculteurs qui nous aimablement laisser travailler sur leurs serres.

Un grand merci aussi à Monsieur Sevenier pour sa grande disponibilité lors de l'acquisition des données expérimentales de laboratoire.

Enfin merci à toutes les personnes de l'Unité de Science du sol pour leur accueil et leur bonne humeur.

3. La fertilisation par ferti-irrigation (Xfi) 16
IV.Mesure des stocks d'azote de départ et de fin de bilan 17
1. Organisation des prélèvements 17
2. Détermination de la teneur en azote minéral des sols à l'ouverture (Re) et à la fermeture (Rf) du bilan. 17
3. Mesure de la masse volumique apparente des sols 17
V.Mise en place et suivi des incubations 18
1. Préparation du sol 18
2. Réalisation des incubations 19
3. Dosage du CO2 piégé 19
4. Extraction, séparation et dosage de NH4+, NO3- et du carbone organique soluble. 19
CHAPITRE 4 : RESULTATS ET DISCUSSIONS
I.Les fumures de fond (Xa) : Un apport systématique 20
II.Le stock d'azote minéral au début de la culture est important 20
III.La ferti-irrigation 21
1. L'irrigation : une eau pas toujours très claire 21
1.1. Des volumes conséquents 21
1.2.Les apports de nitrate par l'eau d'irrigation (Xe) 21
2. La fertilisation : un apport d'azote peut en cacher un autre 22
2.1. La ferti-irrigation connue (Xfi) 22
2.2. La ferti-irrigation induite (Xfi + Xe) 22
IV.Résultats des incubations 23
1. Le suivi du CO2 : Des résultats similaires d'un sol à l'autre 23
2. Suivi de l'azote minéral : une minéralisation active 23
2.1. Sélection des résultats utilisables 23
2.2. Différentes cinétiques de minéralisation 26
2.3. Des résultats à ne pas négliger dans le bilan azoté 27
2.4. Vers une intégration de la minéralisation dans les bilan azotés 28
V.La place de la minéralisation dans le bilan azoté 28
1. Analyse quantitative de la fertilisation totale du melon 28
2. Les apports azotés importants entraînent un fort risque de lessivage 29
CONCLUSION GENERALE 31
BIBLIOGRAPHIE 32
LISTE DES TABLEAUX 33
LISTE DES FIGURES 34
ANNEXES 36

INTRODUCTION

Depuis le rapport Henin (1980), les médias ont sensibilisé l'opinion publique aux problèmes liés à la pollution nitrique. Une directive communautaire de la C.E.E. du 15 juillet 1980 fixe la teneur maximale en nitrate des eaux destinées à la consommation humaine à 50 mg / l. En 1987, 1.7 million de personnes en France étaient desservies en eaux dont la teneur en nitrate avait dépassé, une fois au moins dans l'année, la norme européenne (Source : Ministère de la Santé).

L'azote est un élément essentiel à la croissance et au développement de la plante et le principal facteur limitant de la production végétale agricole. Depuis 1970, le prix de vente des céréales a baissé de plus de 50 % (Source INSEE). Pour obtenir des revenus compatibles avec des critères de rentabilité de plus en plus exigeants, les agriculteurs ont dû appliquer des doses croissantes d'engrais azotés : + 25 % de 1976 à 1986 (source F.N.I.E.). Bien qu'elle ne soit pas la seule responsable l'activité agricole contribue grandement à la pollution des eaux des nappes phréatiques. L'amélioration des techniques culturales et des variétés a entraîné une augmentation des rendements potentiels en grande culture. Il est plus que jamais nécessaire de minimiser la sur-fertilisation azotée pendant la culture tout en évitant une prise de risque de baisse des rendements.

Pour les céréales, les mesures d'évolution de l'azote minéral pendant les périodes automnales et hivernales mettent en évidence des productions importantes de nitrate liées à la minéralisation de la matière organique du sol. Ce nitrate peut être entraîné en profondeur par les pluies hivernales lorsque celles-ci sont importantes. Ce processus aboutit à la production en surface et à leur entraînement de plusieurs dizaines de Kg d'azote minéral par hectare. Cette quantité suffit à elle seule à engendrer la pollution nitrique des nappes phréatiques.

En ce qui concerne les cultures légumières et maraîchères les risques de pollution des nappes phréatiques sont encore plus importants. Les rotations de plantes à cycle court autorisent plusieurs cultures dans l'année. Pour chaque culture, suivant le principe d'assurance voulant que ce ne soit pas le niveau de fertilisation qui pénalise la culture, le niveau de fertilisation est souvent trop élevé par rapport aux besoins des plantes.
De plus, en complément de la fertilisation minérale classique, l'utilisation de produits organiques (fumures de fond et engrais organiques) dont la contribution à la fourniture d'azote n'est pas connue avec grande précision, contribue à une sur-fertilisation.
Aussi, le mode de conduite propre aux cultures intensives maraîchères et légumières se caractérise par un couplage de la fertilisation à l'irrigation en condition de température élevée du sol. Ainsi le phénomène de minéralisation des matières organiques enfouies est important.

Il en résulte que la maîtrise de la fertilisation azotée au cours de la culture est nécessaire mais non suffisante et il est également nécessaire de **prévoir la minéralisation qu'il se produit pendant la culture et pendant l'interculture.**

Pour ce faire nous caractériserons dans un premier temps la collecte de données auxquelle nous avons procédé sur une culture estivale intensive de melon. Dans un second temps nous nous attarderons sur le mode d'estimation de la minéralisation afin d'analyser sa contribution au sein du bilan azoté.

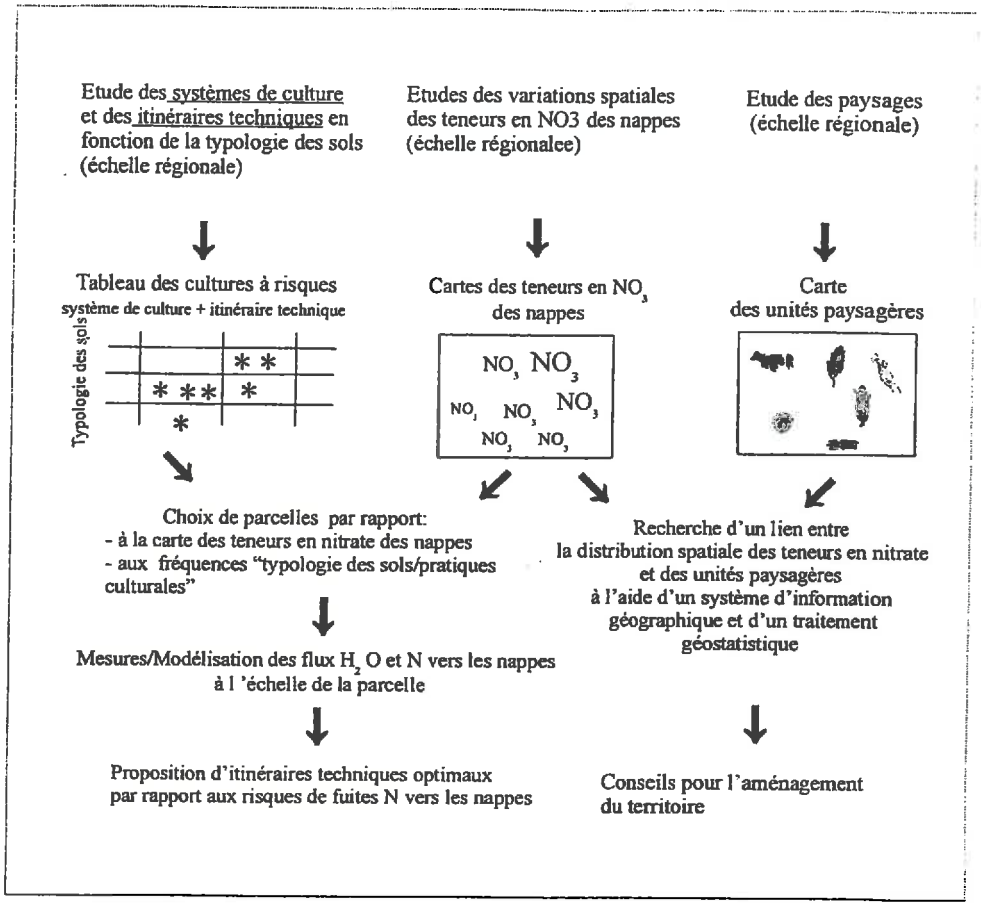


Figure 1: Démarche du Procope

Tableau 1: Principales productions des 10 communes de la zone d'étude (d'après le RGA, 1988). Un exemple de la répartition des principales productions est fourni pour les communes de Carpentras et d'Entraigues.

Production	10 communes		Carpentras (Terrasses)	Entraigues (Plaine)
	Superficie (ha)	% de la SAU	% SAU	% SAU
Légumes et maraîchage	3591	27	28	19
Céréales et cultures industrielles	3857	29	7	49
Vignes	2498	19	47	4
Prairies	975	7	2	13
Vergers	778	6	15	15
Autres productions	1626	12	1	-
SAU	13325	100	100	100

Chapitre 1 : Présentation de l'étude

I. Contexte

Le diagnostic de la qualité des eaux de nappe de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin constitue un des axes de recherche du « PROgramme Comtat-Venaissin Pour l'Environnement (PROCOPE) »(Cf. Figure 1). Ce projet est pluridisciplinaire, il regroupe des unités du centre d'Avignon de l'INRA et de deux partenaires extérieurs, la Chambre d'Agriculture du Vaucluse et l'Université d'Avignon. Il a bénéficié de deux années de financement du conseil général Provence-Alpes Côte d'Azur. Le programme scientifique a pour but, l'identification des liaisons existantes entre les pratiques agricoles et la qualité des eaux, à l'échelle de la zone d'étude.

1. Présentation de la zone d'étude

La zone d'étude (Cf. Figure 2) concerne les 10 communes du Comtat-Venaissin classées « zone vulnérable » au titre de la direction européenne Nitrate du 19 décembre 1991 (Commune d'Althen, Aubignan, Bédarrides, Carpentras, Entraigues, Loriol, Monteux, Pernes, Sarrians, et Telleran). La superficie de la zone est de 256 Km2 dont 130 Km2 de surface agricole utile. En 1970, il y avait 2574 exploitations agricoles sur la zone d'étude. Les données de l'enquête réalisée en 1996 par la Chambre d'Agriculture du Vaucluse recensent 759 exploitations à plein temps pour un effectif total d'environ un millier d'exploitations agricoles. Cette enquête révèle aussi la très grande diversité des situations des exploitations agricoles selon les communes de la zone avec :
A l'est, sur les communes comme Carpentras, Monteux , Loriol ou Pernes, on remarque une nette dominance de petites exploitations, réduite en superficie (environ 10 Ha) qui pratiquent le maraîchage comme production principale voire exclusive ;
A l'ouest, sur les communes d'Entraigues, Bédarrides ou Sarrians présentent un nombre plus réduit d'exploitations agricoles ayant une superficie plus grande (supérieure à 19 Ha) dont l'orientation principale est tournée vers de grandes cultures.
Au total, environ 54 % des exploitations ont une orientation maraîchère dominante (Cf. Tableau 1).

2. Deux nappes phréatiques superposées

Le contexte hydrologique de la zone se compose de deux nappes aquifères superposées, une alluviale et l'autre miocène.
En surface la nappe alluviale est située entre 1 et 10 mètres de profondeur environ. Elle est fortement exploitée et est très sensible aux apports d'eau (pluie et irrigation) et aux modifications introduites en particulier par l'activité agricole.
En profondeur la nappe miocène est une nappe très importante en volume dont l'épaisseur dépasse plusieurs centaines de mètres. Les eaux sont âgées de plusieurs milliers d'années. Cette nappe est quasiment captive, avec un temps très long de renouvellement des eaux. Le toit de la nappe est situé entre 80 et 100 mètres de profondeur au centre du bassin et affleure en périphérie. Les eaux sont de bonne qualité. La nappe constitue une ressource en eau à protéger qui est déjà largement exploitée. Une étude réalisée en 1980 estimait la baisse du niveau de la nappe de 10 m en une cinquantaine d'années.

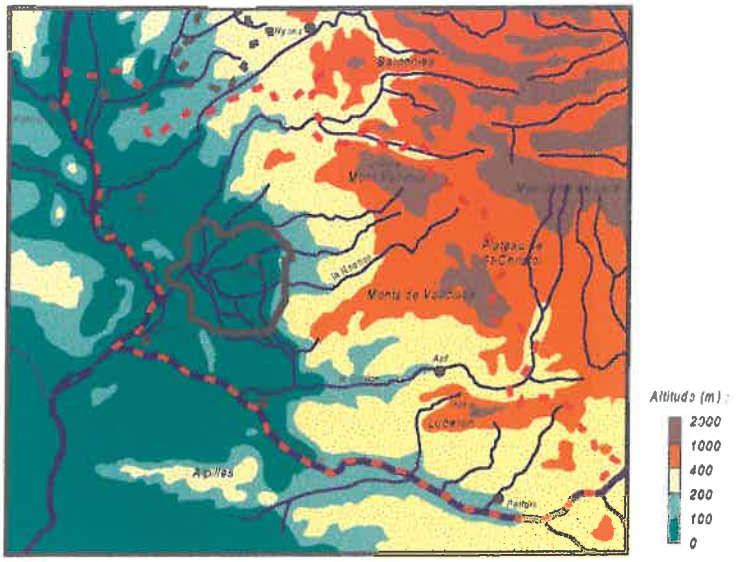


Figure 2a: Contexte géographique de la zone d'étude (d'après Garric, 1998)

Limites de la zone d'étude
Limite départementale du Vaucluse

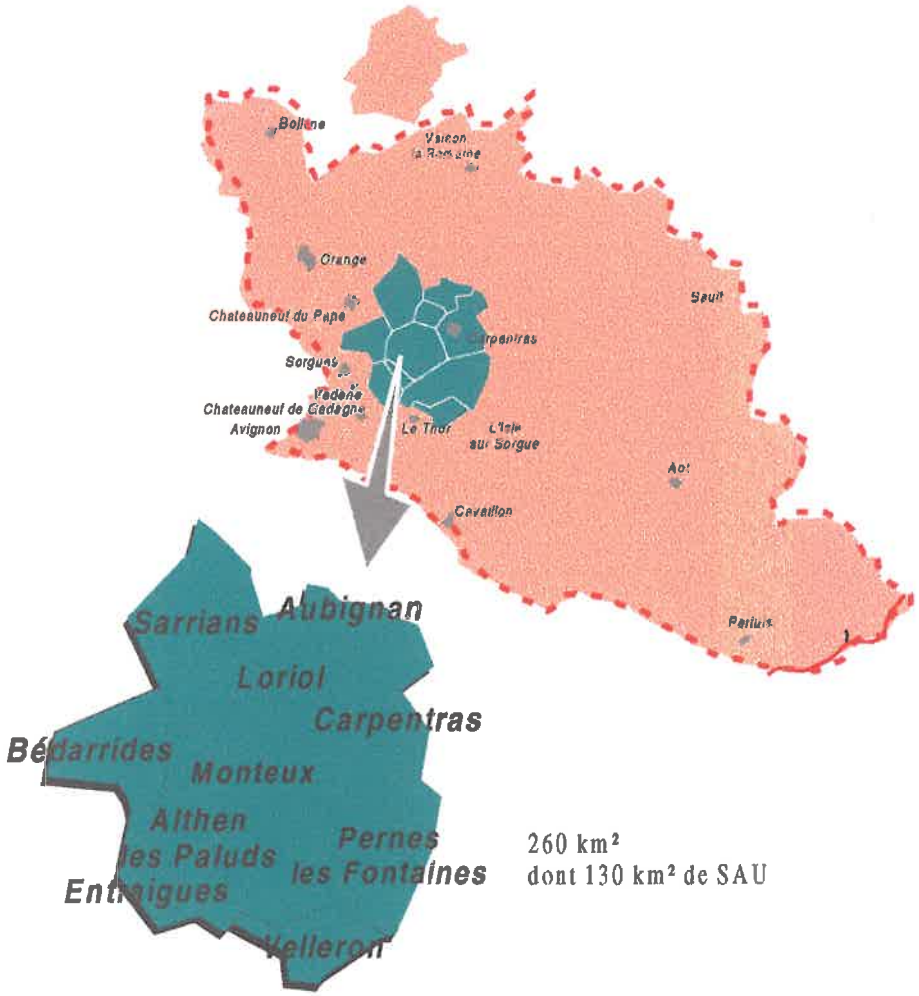


Figure 2b: Localisation des 10 communes de la zone vulnérable du Comtat Venaissin des communes limitrophes dans le département de Vaucluse (d'après Garric, 1998)

3. Vers un diagnostic de la qualité des eaux des nappes phréatiques

Le diagnostic porte sur 685 prélèvements d'eau réalisés sur les deux nappes de mai à juillet 1996. Environ un tiers des prélèvements ont été réalisés chez des agriculteurs.
Pour pouvoir établir le diagnostic, il a fallu d'abords définir un critère de séparation des eaux. En effet, ces deux nappes présentent localement :

- Des zones de mélange, en particulier en périphérie de la zone d'étude où la nappe miocène peut être affleurante,
- Des mélanges accidentels liés aux communications possibles au niveau des forages.

Le rapport magnésium / calcium des eaux a été retenu comme critère de séparation des eaux. Les teneurs en calcium de la nappe alluviale sont plus élevées que celle de la nappe miocène ; c'est l'inverse pour les teneurs en magnésium.

4. La nappe phréatique superficielle présente localement de fortes teneurs en nitrates

Pour la nappe alluviale (superficielle) il apparaît (Cf. figure 3):

- Des teneurs élevées en nitrate (couleurs chaudes) à l'Est de la zone, pouvant dépasser la norme de potabilité (50 mg/L) sur les communes de Loriol, Aubignan, Carpentras, Monteux et Pernes.
- Des teneurs faibles (Couleurs froides) sur un axe Sud - Est / Nord – Ouest (Velleron – Althen Entraigues) dans la plaine des Sorgues principalement ;
- Une situation intermédiaire (Couleur verte) sur les autres secteurs de la zone.

Pour la nappe miocène (profonde) (Cf. Figure 4), on retrouve une zone atteinte par le nitrate à l'aplomb de la zone fortement contaminée au niveau de la nappe alluviale sans que la norme de potabilité ne soit dépassée.

Pour la nappe alluviale, la répartition des teneurs en nitrates peut être reliée, en première approximation, à la nature des sols.
Les fortes teneurs en nitrates sont observées sur des sols «bruns » ou «rouges ». Ces sols se caractérisent par une composition granulomérique moyenne à grossière, une faible épaisseur et une capacité de rétention en eau moyenne à faible. Dans ces sols aérés et drainants, l'eau circule rapidement.
De plus, l'analyse des caractéristiques chimiques de l'eau montre que le domaine de stabilité de l'azote minéral dans les eaux est le nitrate. Il n'est donc pas étonnant de trouver des teneurs élevées en nitrate au niveau de la nappe alluviale. Les faibles teneurs en nitrate sont observées sur des sols à composition granulométrique fine à très fine. Ces sols sont épais, hydromorhes et présentent en profondeur un risque d'engorgement plus ou moins long, consécutif à un défaut de drainage interne ou à la remontée de la nappe. Ces sols peuvent présenter des excès d'eau, et donc un déficit plus ou moins prolongé en oxygène. Ces conditions d'asphyxie peuvent jouer un rôle sur la mise en place d'un processus d'épuration naturel du nitrate par dénitrification qui conduit à la baisse des teneurs en nitrate.

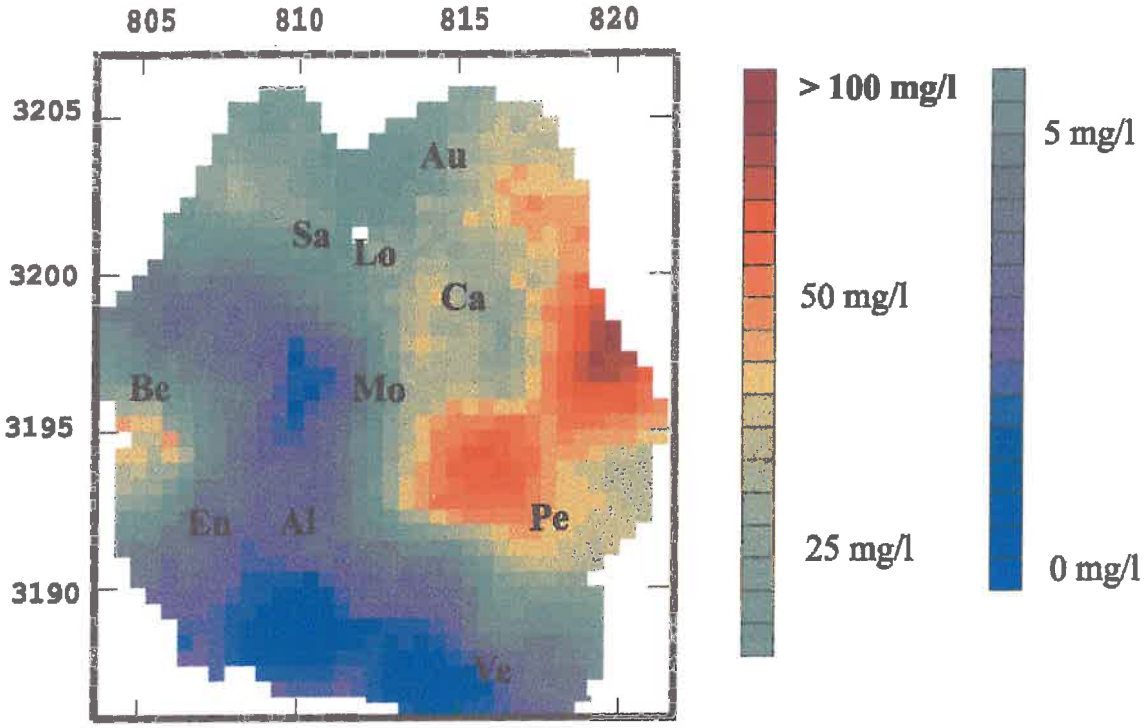


Figure 3 : teneurs en nitrate de la nappe phréatique alluviale

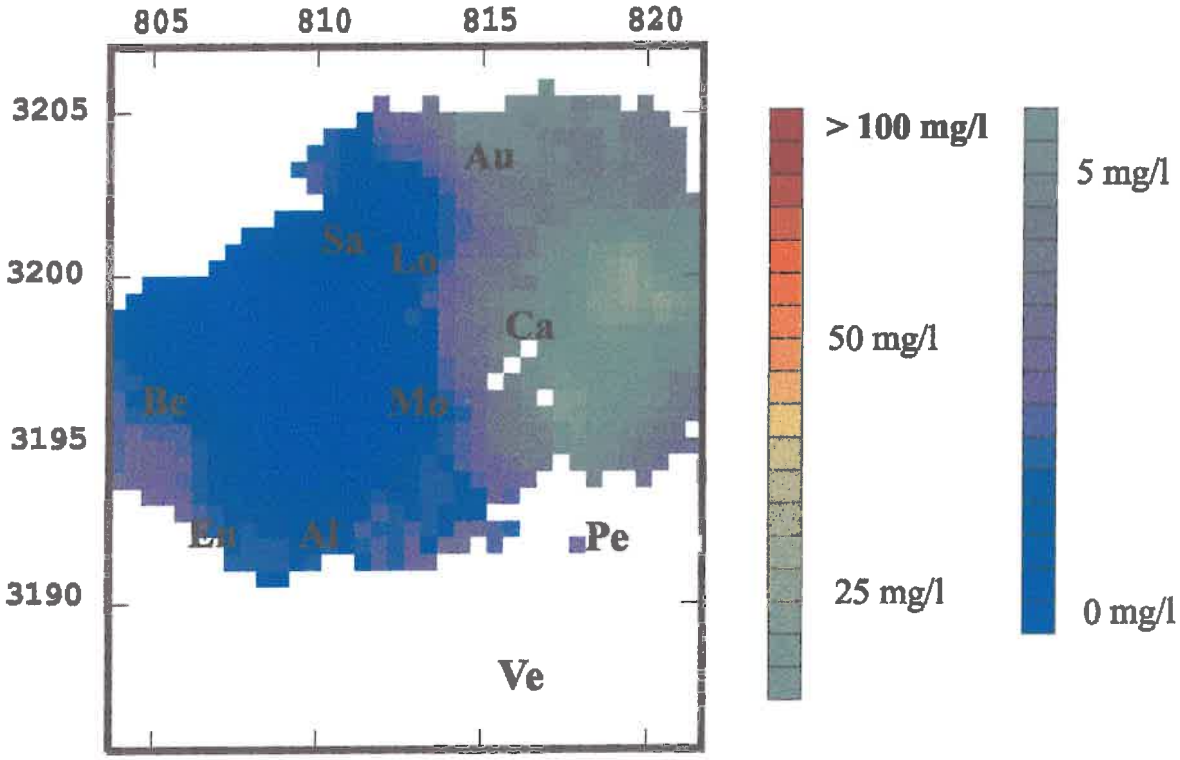


Figure 4 : teneurs en nitrate de la nappe Miocène

La dénitrification au niveau du sol, comme au niveau de la nappe correspond à la transformation du nitrate par les micro-organismes. Ne trouvant pas les conditions suffisamment riches en oxygène, ils utilisent le nitrate comme source d'oxygène pour leur activité métabolique.
Pour la nappe miocène, l'atteinte par le nitrate à l'Est de la zone est certainement consécutive aux échanges naturels ou accidentels (forages) entre les nappes.

Cette étude donne une photographie, à un instant donné, de la qualité des eaux. Cet état évolue nécessairement au cours des saisons selon les conditions climatiques et les pratiques agricoles. Néanmoins, elle confirme la grande vulnérabilité de la nappe alluviale à l'Est de la zone et le risque à venir de détérioration de la qualité de la nappe miocène, ressource en eau abondante à protéger.

II. Objectifs

En prolongement des résultats alarmants sur les teneurs en nitrates de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin il est nécessaire de connaître l'origine précise de la pollution nitratée.

Afin de définir les conséquences de l'agriculture implantée sur la zone, plusieurs études sont menées sur les systèmes de cultures et les itinéraires techniques conseillés actuellement. Le maraîchage étant l'activité agricole dominante, notamment sur la zone à forte teneur en nitrate de la nappe phréatique superficielle, il est incontournable d'en étudier les stratégies de fertilisation azotée adoptées par les agriculteurs.

Nous avons suivi la fertilisation azotée de 10 producteurs de melon. En effet la culture du melon est une culture phare de la zone d'étude. Sa situation dans l'année permet de disposer de températures élevées, favorables à la minéralisation de l'azote organique du sol. De ce fait la minéralisation est optimisée alors que la durée du suivi agronomique est minimisée.

Aucune étude n'a été menée auparavant sur le potentiel de minéralisation des sols de cette zone vulnérable. La tâche est en effet relativement complexe étant donné la diversité des amendements organiques employés, chaque fournisseur proposant des formulations différentes.

Les objectifs de cette étude sont :

- D'estimer le potentiel de minéralisation des sols de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin
- De situer la part de la minéralisation dans la fertilisation azotée du melon sous abris froid.

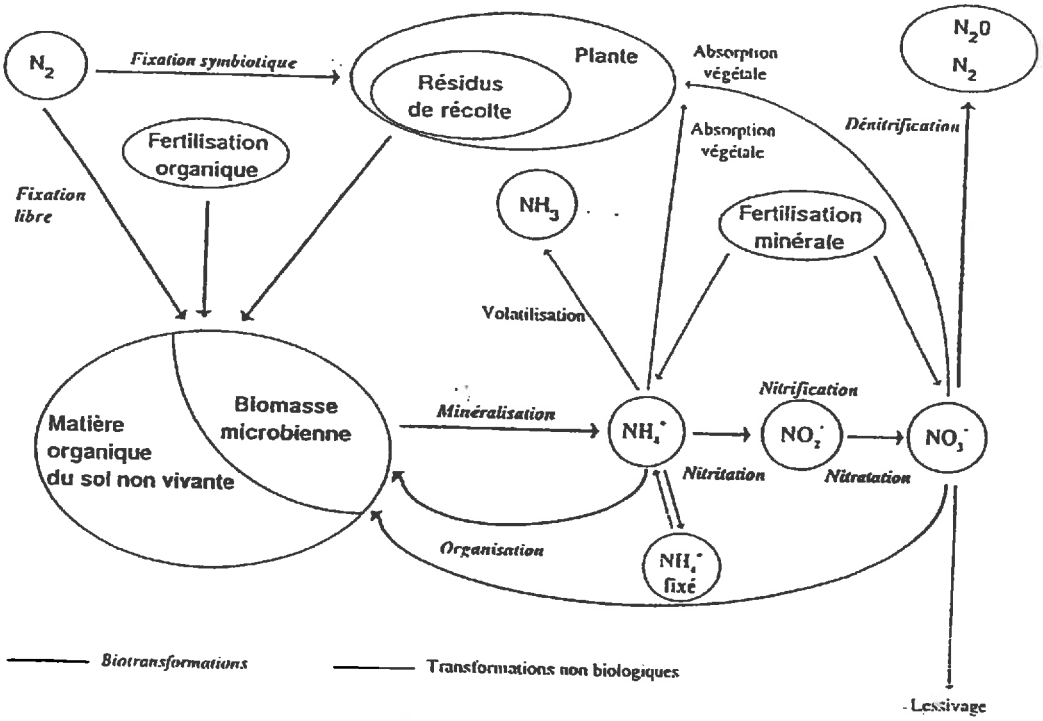


Figure 5. Transformations biologiques et non biologiques affectant le devenir de l'azote dans les sols.

Chapitre 2 : Etat de l'art

I. Le cycle de l'azote (Cf. Figure 5)

Le cycle de l'azote s'inscrit dans un système sol-plante-atmosphère. L'azote du sol se présente à 95 % sous forme organique (azote d'origine végétale et animale et azote d'origine microbienne et fongique pour 2 à 6 % de l'azote total du sol – CHAUSSOD, 1986), soit 3 à 5 tonnes par hectare sur l'horizon labouré. Seulement 5 % est sous forme minérale (ammonium, nitrite, nitrate), soit une dizaine de kilos par hectare pour l'horizon labouré en dehors des périodes d'apport d'engrais ou d'amendements organo-minéraux. Enfin on trouve aussi quelques traces d'azote gazeux (azote moléculaire, ammoniac, oxydes d'azote) (GUIRAUD, 1984).

Le cycle de l'azote est constitué par les transformations, qu'il s'agisse d'une perte ou d'un gain dont le moteur est la biomasse microbienne. Ce terme générique regroupe la microfaune et la microflore (bactéries, champignons). Ces micro-organismes interviennent à la fois comme agents de transformation (synthèse, dégradation) et comme compartiment (sources et puits d'élément).

1. Les entrées d'azote

1.1. La fixation biologique

C'est le passage de l'azote moléculaire gazeux (N_2) en azote ammoniacal qui est ensuite incorporé dans des composés organiques. Elle est due à l'activité de micro-organismes très spécifiques et différents processus sont alors rencontrés :

- La fixation libre qui est effectuée par des bactéries aérobies (*Azobacter* sp., *Beijrinkia* sp, *Derxia* sp, *Azospirillum* sp.)
- La fixation symbiotique résultant de l'association entre les espèces de la famille des Fabacées et les bactéries du genre *Rhisobium* et les différentes plantes et arbres avec un actinomycète du genre *Frankia*.
- La fixation anaérobie (*Clostridium* sp)
- La fixation photosynthétique (*Rhodospirillum* sp)
- La fixation des algues bleues (*Anabaena, Nostoc*...)

Rares sont les estimations des quantités d'azote annuellement fixées par voie libre en sol cultivé sous climat tempéré. Ces quantités peuvent être extrêmement variables : 0 à 40 Kg / Ha / an pour les sols cultivés (GIBSON et al, 1988). D'autres auteurs comme WATANABE (1988), VAN BERKUM (1984) estiment ces quantités fixées à plusieurs dizaines de kilos par hectare et par an dans les sols inondés et les sols de rizière. Dans le cas d'une symbiose entre légumineuses et des souches de rhizobium la fixation pourrait atteindre plusieurs centaines de kilos à l'hectare et par an, BOUNIOLS (1987, 1990).

1.2. Les précipitations

Elles sont porteuses d'azote inorganique (ammonium ou nitrate). Les apports représenteraient de 0 à 20 kg de nitrate par hectare et par an (KUGLER, 1988).

1.3. Les apports artificiels

Ils sont réalisés par des engrais minéraux (nitrates et ammonium) ou organiques (matières organiques et urée). Lorsque l'eau d'irrigation est riche en azote nitrique (eau de la nappe phréatique par exemple), elle peut être à l'origine d'apports non négligeables.

2. Les transformations de l'azote

2.1. La minéralisation de l'azote organique et l'organisation de l'azote minéral

La minéralisation correspond à la dégradation par la microflore et la microfaune de la matière organique endogène du sol ou exogène (résidus de récolte, amendements organiques...) ; l'étape ultime conduit à la transformation d'ammonium. En moyenne, le taux de minéralisation de l'azote organique du sol est compris entre 0,7 et 2 % (REMY et MARTIN – LAFLECHE, 1976), et sans doute plus puisque la fourniture d'azote par le sol peut varier de quelques dizaines à 150 - 200 Kg d'azote par hectare et par an (TAUREAU, 1987 ; HENIN, 1980).
Les conditions optimales pour la minéralisation se situent aux environs de 35°C (STANFORD et al, 1973). Elle est favorisée par un sol bien aéré puisqu'elle a lieu dans des conditions aérobies. Un rapport C/N compris entre 10 et 20, un pH entre 5 et 8 et une teneur en eau proche de la capacité au champ sont aussi des facteurs permettant une minéralisation optimum (DELPHIN, 1986 ; STANFORD et al, 1974).
De plus les changements de la teneur en eau ont aussi des effets sur la minéralisation. La réhumectation d'un sol engendre une reprise de la minéralisation expliquée par une expansion de la population microbienne (CAMPBELL et BIERDERBECK, 1982). Le substrat lors de cette reprise est constitué de cellules microbiennes mortes à faible rapport C/N (C/N = 8) et de matière organique nouvellement exposée à l'attaque microbienne.

L'organisation (ou immobilisation) est le processus inverse où l'azote ammoniacal ou nitrique est assimilé et transformé en azote organique par la microflore. A la mort des micro-organismes, l'azote microbien est soit minéralisé sous forme ammoniacale (re-minéralisation) soit incorporé dans des formes d'azote organique plus ou moins biodégradables (humification). L'organisation a souvent été observée après enfouissement de résidus végétaux à forts rapports C/N (MARY, 1987). A l'inverse, l'incorporation, par exemple de jeunes racines d'orge dont le rapport C/N est faible, provoque une minéralisation accrue car elles contiennent beaucoup d'azote.
Minéralisation et organisation sont réalisées par une microflore abondante, très diversifiée et principalement hétérotrophe au sein de laquelle les devenirs du carbone et de l'azote sont indissociables car ces deux éléments sont assimilés pour assurer les besoins de maintenance (renouvellement des structures cellulaires) et de croissance des micro-organismes.

2.2. La nitrification

La nitrification est l'oxydation biologique de l'azote ammoniacal en azote nitrique. Elle s'effectue en deux étapes successives :

La nitritation qui transforme l'ammonium en nitrite grâce aux bactéries du genre *Nitrosomas.*
La nitratation qui transforme le nitrite en nitrate grâce aux bactéries du genre *Nitrobacter.*

Les bactéries intervenant dans la nitrification sont autotrophes, elles retirent leur énergie de l'oxydation de l'ammonium et des nitrites et utilisent le CO2 comme source de carbone. L'activité de ces bactéries nitrifiantes est optimale en aérobiose stricte (DOMMERGUES et MANGENOT, 1970). Pour des climats tempérés, les températures optimales de nitrification sont généralement comprises entre 20 et 36°C. Hormis des conditions défavorables de sols acides ou hydromorphes conduisant à un dysfonctionnement de la nitritation et à une accumulation d'azote dans le sol sous forme ammoniacale, la nitrification n'est généralement pas le processus limitant la présence de nitrate dans la majorité des situations et pour des périodes de forte demande en azote nitrique.

2.3. La réduction dissimilative du nitrate

La réduction dissimilative est le processus inverse de la nitrification. En condition anoxique le nitrate peut être réduit par certains micro-organismes en ammonium. On néglige ce phénomène par rapport à la dénitrification (FAZZOLARI et al, 1990).

3. Les sorties d'azote

3.1. La dénitrification

La dénitrification est la transformation de l'azote nitrique en azote gazeux (azote moléculaire, protoxyde d'azote). La réduction du nitrate ne nécessite pas une microflore spécifique. Par contre la réduction du nitrite en azote gazeux ne peut être faite que par un nombre restreint de genres bactériens (*Pseudomonas, Agrobacterium...*) mais qui sont très répandus. La dénitrification n'est possible qu'en présence d'une source de pouvoir réducteur (matière organique par exemple) et en anaérobiose, car le nitrate est alors utilisé à la place de l'oxygène pour la respiration des bactéries. L'activité dénitrifiante est faible aux basses températures, le pH optimal de fonctionnement étant compris entre 6 et 8. En sols cultivés, bien drainés et en absence d'apport organique récent, les pertes par dénitrification sont généralement considérées comme faibles (0 à 20 Kg d'azote / an / Ha – GLEMAREC, 1988) ; mais peuvent être beaucoup plus importantes quand les conditions sont favorables (CELLIER et al, 1997).

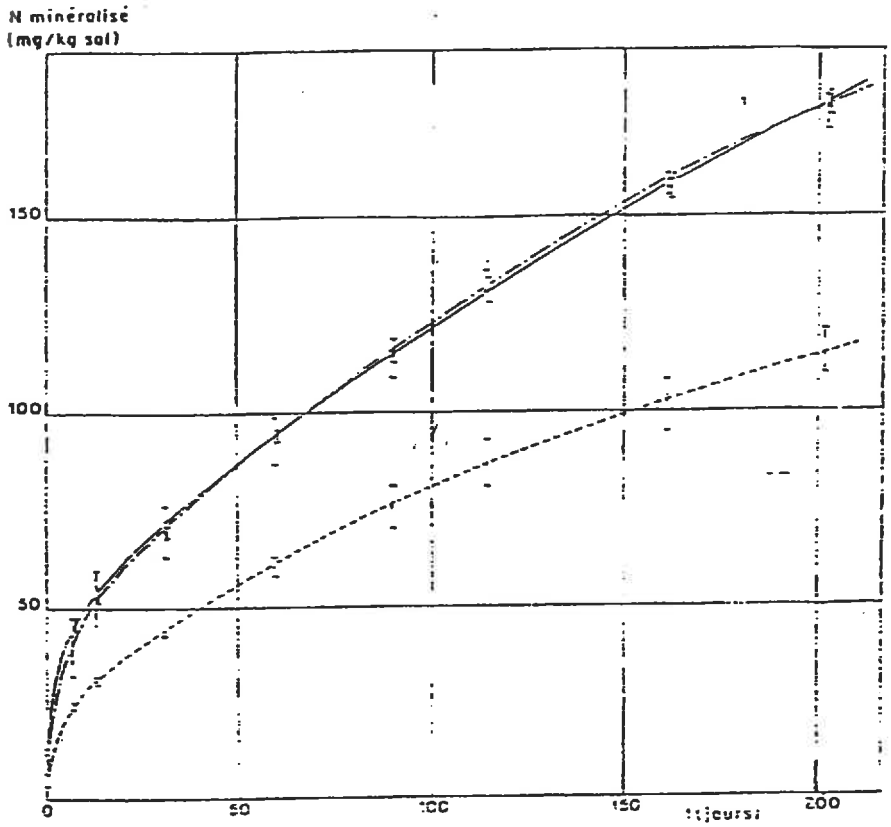


Figure 6. Minéralisation de l'azote dans trois types de sol (MARY, 1979)

soi calcaire
soi sableux
sol limoneux

3.2. Le lessivage

L'ion ammonium est aisément adsorbé sur le complexe argilo-humique. L'ion nitrate (NO3-), du fait de sa charge négative et de sa forte solubilité (GENG, 1988), ne peut être adsorbé et se trouve alors entraîné par l'eau gravitaire en direction de la nappe phréatique. Plusieurs paramètres influencent les quantités d'azote lessivé (HENIN, 1980 ; GENG, 1988) :

- La capacité de rétention du sol
- La quantité d'eau reçue par le sol
- L'alternance de cycle sécheresse / réhumectation
- La concentration en nitrate de la solution du sol
- La type de culture

Le flux lessivé est soumis à de fortes variabilités saisonnières et spatiales. Le lessivage est souvent le plus important à la plantation d'une culture maraîchère, dans le cas d'irrigations mal contrôlées, et lorsque le sol est nu (MARTIN et al, 1982). Le contrôle de cette perte reste un des objectifs majeurs pour réduire la pollution des nappes.

3.3. La volatilisation

L'ammonium échangeable contenu dans le sol peut se vaporiser en ammoniac gazeux. Cette réaction est favorisée par le vent et l'alcalinité du sol (DOMMERGUES et MANGENOT, 1970).

II. Cinétique de minéralisation de l'azote

Un modèle de cinétique de minéralisation du sol sans apport d'engrais a été établi (STANFORD et al, 1972 ; MARY et al, 1979). Cf. Figure 6.

La loi suivie est du premier ordre :

$$N = No \,.\, (1 - e^{-kt})$$

Avec :

N : Quantité cumulée d'azote minéralisé à l'instant t (mg N.Kg-1 de sol sec)
No : Quantité maximum d'azote minéralisable ou azote potentiellement minéralisable (mg N.Kg-1 de sol sec)
k : Constante de vitesse (semaine-1)
t : Temps (semaine)

En général No est compris entre 20 et 300 mg N.Kg-1 de sol sec et k est compris entre 0.03 et 0.1 semaine-1 pour une température de 35°C (STANFORD et al, 1972 ; MARY et al, 1979).
Le modèle prend en compte une séparation entre les deux fractions d'azote organique : la fraction passive ou fraction très lentement minéralisable et la fraction active (No),

facilement minéralisable et de petite taille (MARRY, 1979). Cette fraction active représente de 5 à 10 % de l'azote organique total (BARRACLOUGH, 1984 ; SULCE, 1993). La fraction passive a tendance à augmenter avec la teneur en argile du sol (DELPHIN, 1986 ; SULCE, 1993).

D'autre part la cinétique de minéralisation mise en équation ci-dessus est principalement influencée par deux facteurs : température et humidité du sol.

1. Influence de la température sur la minéralisation de l'azote

En deçà d'une certaine température Tmin, l'activité microbienne est quasiment nulle, l'optimum se situant aux alentours de 35°C. Tmin est souvent voisine de 10°C. Avec ces hypothèses, la fonction de pondération peut s'écrire :

$g_{(T)} = 0$ si $T < T_{min}$

$g_{(T)} = X^{((T-T_{min})/10)}$ si $T_{min} =< T =< T_{opt}$

$g_{(T)} = X^{((T_{opt} - (T - T_{opt}) - T_{min})/10)}$ si $T > T_{opt}$

Dans la littérature, X vaut souvent 2, ce qui signifie que la constante de cinétique double pour une augmentation de température de 10°C (STANFORD et al, 1973) ; ELLERT et al, 1992 ; NEEL, 1996). On a l'habitude d'écrire que la cinétique de minéralisation suit une loi de Q10 s'établissant comme suit :

$$Q_{10} = (k2/k1)^{(10/(T2-T1))}$$

Avec : ki : constante de vitesse à la température Ti (en semaine-1).

2. Influence de la teneur en eau

Il existe une teneur en eau optimale (téta opt) pour la minéralisation, proche de la capacité au champ. D'après STANFORD (1974), elle se situe à 20 % d'humidité pondérale pour les sols limono-argileux.

A chaque changement brutal des conditions expérimentales (séchage ou réhumectation du sol), une minéralisation, dite extra minéralisation ou « flush », s'ajoute à la minéralisation dite « normale » de la matière organique (MARY et al, 1979). Elle est principalement due à une libération de l'azote d'origine microbienne suite aux modifications de milieu.

Nombre de sondage	Incertitudes sur les moyennes
4	48%
9	23%
16	16%
25	12%
36	10%

tableau 2. Effet du nombre de sondage sur les incertitudes des moyennes (LINDEMANN, 1986)

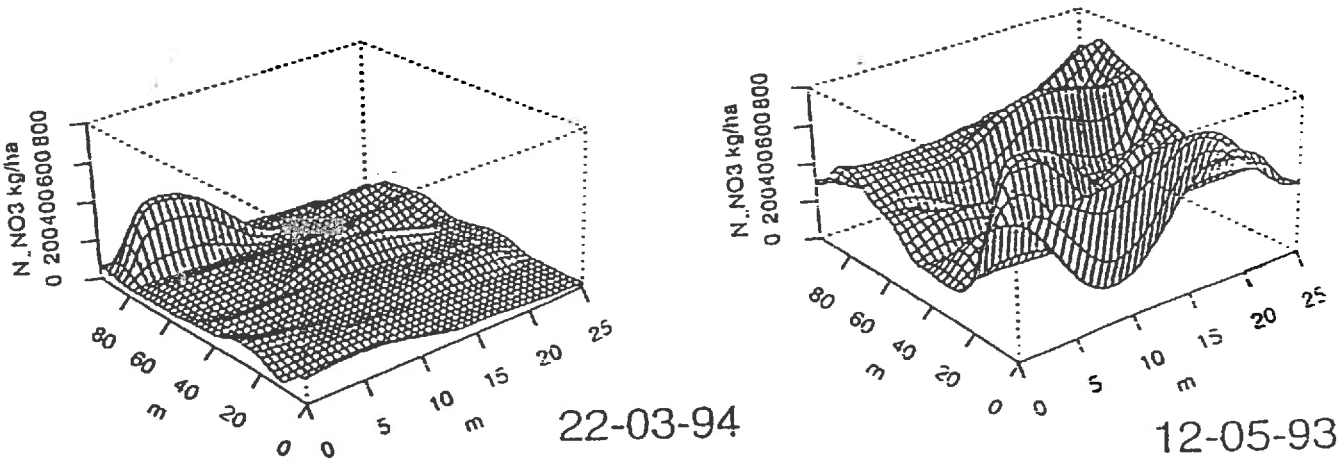


Figure 7: Stocks d'azote minique a deux dates sur une parcelle de salades du Gard (CLAUDOT, 1994).

III. Variabilité des stocks d'azote minéral et de la minéralisation de l'azote

De très fortes hétérogénéités des teneurs en nitrate ont toujours été observées lors de prélèvements de sol, tant dans l'espace, que dans le temps. Pour faire une estimation correcte du bilan azoté, il est cependant nécessaire de savoir déterminer avec une précision connue la quantité d'azote minéral présente dans le sol à un moment donné.

1. Variabilité des stocks d'azote minéral

1.1. Variabilité spatiale

La grande variabilité verticale et horizontale de la teneur en nitrate dans un sol donné, engendre des grandes difficultés de prélèvements et d'échantillonnages. Les coefficients de variation des teneurs en nitrates sont généralement supérieurs à 25% et peuvent même dépasser les 100%. L'interprétation de données quantitatives obtenues à partir d'un nombre d'échantillons trop faible est alors rendue délicate. (Cf. tableau 2)
BRUCKLER et al (1997) ont démontrés sur une culture de salade de plein champs qu'un échantillonnage des prélèvements selon un maillage bien défini est plus efficace qu'un échantillonnage aléatoire.

En 1986, LINDEMANN s'attache à caractériser l'hétérogénéité des répartitions des quantités d'azote nitrique dans l'espace du sol. A la suite de nombreux prélèvements sur champs d'essais à Grignon (78), il montre que l'étendue des teneurs en azote nitrique de la couche arable (0-20 cm de profondeur) est comprise entre 1 et 5 fois celle des points voisins, l'hétérogénéité augmentant avec la profondeur. Il met également en évidence une relation de type linéaire entre la moyenne et l'écart - type observé des teneurs en azote nitrique.

1.2. La variabilité temporelle

La teneur en nitrate atteint généralement son maximum à la fin de l'été ou au début de l'automne dans l'hémisphère Nord, l'augmentation débutant au printemps. La variabilité temporelle est liée à la pratique culturale (apport d'engrais, ferti-irrigation) (Cf. figure 7)
Les pertes ou les gains d'azote nitrique d'un horizon de sol ont lieu brutalement lors des pluies ou des irrigations, chaque horizon s'appauvrit en quasi-totalité au profit de l'horizon inférieur tandis qu'il s 'enrichit des nitrates du niveau supérieur. Ainsi une forte pluviométrie engendre une forte variation de la teneur en azote nitrique de chaque niveau du sol. Les pertes d'azote dépendent directement des quantités d'eau déplacées.

La variabilité spatiale et temporelle ont plusieurs origines :

- ➢ Une hétérogénéité du milieu explicable par :
  - Les mécanismes de transfert des solutés dans le sol sont influencés par l'état structural (fissures, cailloux, trous de racines et de vers de terre) (MARSHALL, 1985 ; DE COCKBORNE et al, 1990)

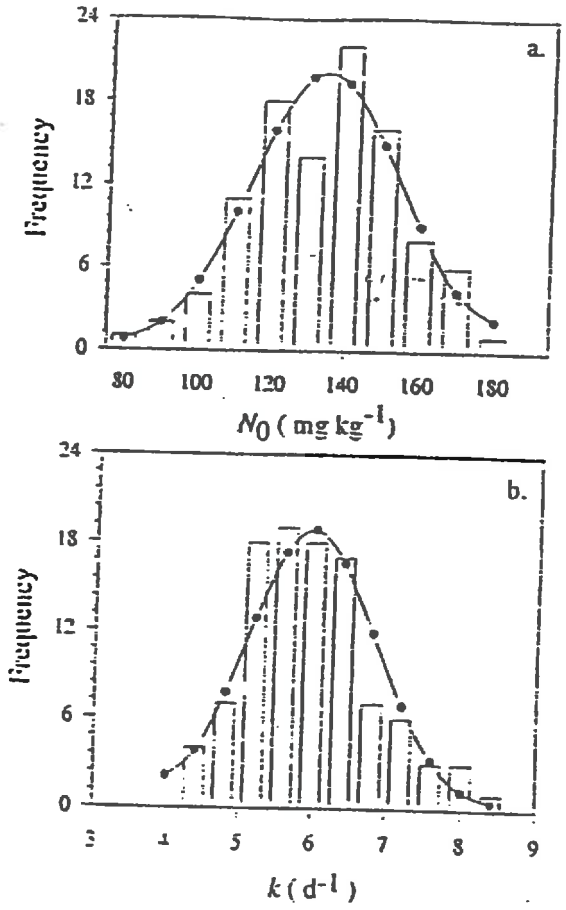


Figure 8. Fréquence de distribution du stock d'azote minéralisable N_0 (mg.kg^{-1} sol) et de la constante de minéralisation k (jour^{-1}) (MAHAIOUDJAFARI. 1997).

- Une grande variabilité de la population microbienne du sol induisant une hétérogénéité des transformations microbiologiques (LINDEMANN, 1986 ; BASHAN et al, 1987)

- L'absorption racinaire (GARCIA, 1986)

➢ Une hétérogénéité extérieure au milieu, expliquée par :

- L'irrigation

- La fertilisation : apport d'engrais solide ou ferti-irrigation

- Le travail mécanique du sol et le climat.

2. Variabilité spatiale de la minéralisation de l'azote

La variabilité spatiale de la minéralisation de l'azote pose aussi un problème réel pour la détermination des quantités minéralisées d'azote sur un sol en culture (MAHMOUDJAFARI et al, 1997).
Cet auteur à effectué une étude sur la variabilité spatiale de la minéralisation de l'azote sur une culture de blé. Son équipe et lui ont prélevé des échantillons de sol sur 108 localités d'une même parcelle et ils les ont mis en incubation afin de déterminer la distribution spatiale des constantes de minéralisation. Les constantes de minéralisation (stock minéralisable et constante de minéralisation) sont déterminées avec un coefficient de variation de 60% après seulement 10 jours d'incubation puis avec un coefficient de variation de 15% après 60 jours d'incubation.(Cf. Figure 8)

Ainsi le problème sera d'une part de travailler avec des valeurs de stocks d'azote minéral pouvant être que partiellement représentative de ce qui se passe à l'échelle de la parcelle puisque 100 % de variation sur ces valeurs sont possibles. D'autre part nous devrons aussi faire face à une variabilité sur les constantes de la minéralisation.

IV. Ecriture du bilan azoté

Afin de comparer le niveau de fertilisation azotée par rapport au besoin de la culture et aussi de resituer la part de la minéralisation dans la fertilisation azotée totale, il est nécessaire de procéder à la réalisation d'un bilan azoté donné par l'équation suivante :

$$(Nf - Ne) + Rf + L = Re + Mhb + Mha + Mhp + Mr + X + Xa$$

Source : COMIFER 1996

Les différents termes utilisés dans l'écriture de ce bilan sont transposés au cas de notre étude dans le tableau suivant :

Sigle de flux employé dans le bilan		Signification générale	Application au cas de l'étude grâce à quelques hypothèses simplificatrices.
(Nf – Ne)		Besoins du peuplement végétal entre l'ouverture Ne et la fermeture Nf du bilan	Besoins du melon pendant ses 90 à 120 jours (fonction des exploitations).
Rf		Reliquat d'azote minéral à la fermeture du bilan sur la profondeur d'enracinement de la culture	Stock d'azote minéral du sol lors du prélèvement de sol de fin de culture (horizon 0 – 30 cm)
Re		Reliquat d'azote minéral à l'ouverture du bilan sur la profondeur d'enracinement de la culture	Stock d'azote minéral lors du prélèvement de sol avant plantation (Horizon 0 – 30 cm).
Mn	Mhb	Minéralisation nette de l'humus	Minéralisation nette de l'azote organique global du sol (venant des précédents et des fumures de fonds) en azote minéral. Estimation étudiée en laboratoire.
	Mha	Minéralisation supplémentaire par arrière effet due à l'apport régulier d'amendements organiques	
	Mhp	Minéralisation supplémentaire due aux retournements de prairies	
	Mr	Minéralisation nette des résidus de récolte	
X		Fumure azotée de synthèse	Azote minéral de la ferti-irrigation **Xfi** + azote minéral contenu dans l'eau d'irrigation **Xe**
Xa		Fumure azotée sous forme organique : effet direct en équivalent azote minéral	Fumure azotée en partie sous forme organique. L'effet direct en équivalent azote minéral est estimé en laboratoire par simulation de la minéralisation de la partie organique. L'azote minéral initial **Xa** est compris avec **Re**
L		Lessivage sous culture	Lessivage sous culture

D'où l'écriture suivante du bilan azoté que nous évaluerons :

$$(Nf - Ne) + Rf + L = (Re - Xa) + Mn + Xfi + Xe + Xa$$

Dans l'écriture du bilan azoté, on fait l'hypothèse qu'il y a compensation entre les pertes par voie gazeuse (volatilisation et dénitrification) et les apports par voie météorique et la fixation symbiotique.

De plus, la quantité d'azote minéral observée lors du prélèvement de sol de départ inclu la part d'azote minéral fourni par les fumures de fond car le prélèvement de sol a eu lieu après ces apports. Nous écrivons "(Re – Xa) + Xa" afin de faire apparaître Xa dans l'écriture du bilan azoté.

Le bilan azoté que nous prenons en compte est donc partiel. Cependant sa pertinence reste suffisante pour estimer la place de la minéralisation dans la fertilisation azotée pratiquée et pour donner **un ordre de grandeur** sur le niveau de fertilisation azotée par rapport aux besoins de la culture.

N° Sol	Sol				Culture										
					Densité sur serre (plantes / m2)							Variété	Précédent		
	Type de sol dominant	Teneur en cailloux (%)	Densité (Kg / m3)	Profondeur de sol considérée (cm)	Ecart inter-plant (m)	Largeur du total des rangs (m)	Longueur des rangs (m)	Nombre de plantes par rang	Surface sous la serre (Ha)	Densité sous la serre (plants/m2)	Nombre de rangs		Nature	Date d'arrachage ement	Date de plantation
2	Als	0	1201	0 - 30	0,8	8	68	74	0,05	0,56	4	Lunastar Greffe	Melon	Août de l'année précédente	10-mars
1	ALs	0	1201	0 - 30	0,8	9	80	101	0,07	0,56	4	Lunastar Greffé	Salade	Peu avant plantation	16-mars
4	LAS	53	1041	0 - 30	1	8	90	91	0,07	0,51	4	Lunastar Greffé	Salade	Peu avant plantation	06-mars
8	Sa	60	1005	0 - 30	1	9,4	68	69	0,06	0,54	5	Lunastar Greffé	Salade	Peu avant plantation	25-févr
7	S	0	1393	0 - 30	1	9	108	109	0,10	0,56	5	Lunastar greffé	fraise		24-févr
5	Sa	0	1243	0 - 30	1	7	94	95	0,07	0,58	4	Lunastar Greffé	Navet	fin janvier	25-févr
6	Sal	0	1358	0 - 30	1	16	117	118	0,19	0,57	9	Lunastar Greffe	Salade	Peu avant plantation	01-mars
3	AS	65	958	0 - 30	0,4	8	65,7	168	0,05	1,26	4	Figaro non greffé	Melon	Août de l'année précédente	15-mars
9	Al	0	1313	0 - 30	0,5	8	80	161	0,06	1,01	4	Lunasol Non greffé	Salade	Peu avant plantation	25-mars
10	ALs	0	1250	0 - 30	0,75	7,5	160	214	0,12	0,54	3	Lunastar Greffé	Melon	Août de l'année précédente	25-mars
Moyennes			1197		0,84	9	93	120	0,08	0,67	4,6				9-mars

TABLEAU 3 : SYSTEME SOL - CULTURE DES EXPLOITATIONS SUIVIES

Chapitre 4 Matériel et Méthodes

I. Présentation des parcelles étudiées (Cf. Tableau 3)

Les 10 parcelles que nous avons suivies se situent dans la zone vulnérable du Comtat-Venaissin.
Pour chacune d'entre elle la profondeur de sol retenue se situe entre 0 et 30 cm de profondeur. C'est sur cette couche de sol que sera calculé le bilan azoté.

Concernant la culture de melon implantée on retiendra que la variété dominante était greffée, de type Lunastar (8 agriculteurs sur 10). Les dates de plantation sont relativement étalées : du 24/02 au 25/03, la moyenne étant au 9 mars.

Le précédent était souvent de la salade (5/10) enfouie juste avant la plantation, ou alors du melon (3/10) enfoui à la fin d'été de l'année précédente.

D'autre part les serres sont ne sont pas chauffées pendant la culture du melon. Les tunnels froids accueillent en général 4 ou 5 planches paillées (8/10) pour une surface variant de 0.05 à 0.12 hectares mais étant en moyenne de 0.08 Ha. Chaque serre comprend alors une densité de 0.67 plantes / m2 en moyenne bien que dans certain cas elle atteigne plus de 1 plante / m2 (2/10) en raison d'un écart inter-plant réduit (0.4 à 0.5 m). La tendance reste quand même à une densité comprise entre 0.51 et 0.58 plantes / m2 (8/10). Le système d'irrigation comprend dans tous les cas deux rampes perforées par planche.

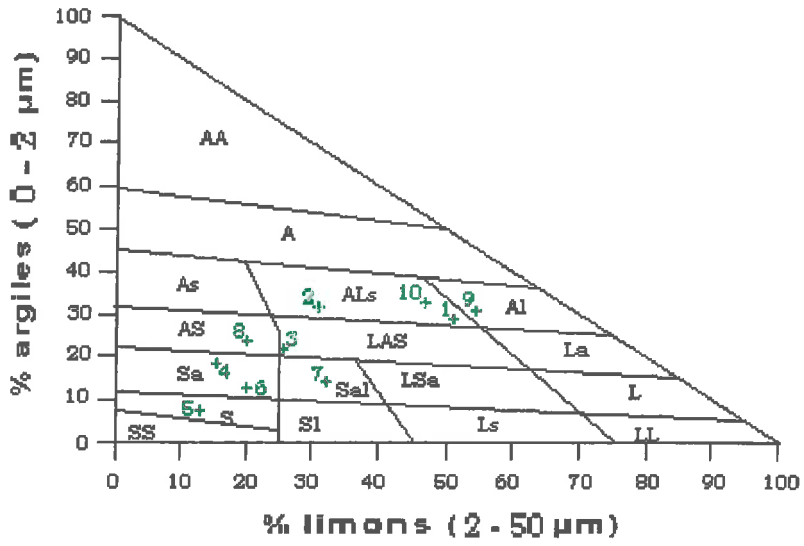
II. Présentation des sols étudiés

Les 10 sols sur lesquels nous avons travaillé présentent les principaux type de sol de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin.

Les analyses de sols nous ont permis de retrouver la texture des sols rencontrés (Cf. Figure 9 et Annexe 1). Ainsi, 3 sols sur 10 sont à dominance d'argile limoneuse à limono-sableuse (sols 1, 9 et 10), 3 autres à dominance de sable argileux à argilo-limoneux (sols 4, 6 et 7), 3 de type mixte entre argile sableuse à limono-sableuse et une texture limono-argilo-sableuse (sols 2, 3 et 8). Un sol enfin est de texture franchement sableuse (sol 5).

D'autre part les sols 3, 4 et 8 contiennent une quantité très importante de cailloux (53 à 65 %), modifiant leurs propriétés.

Figure 9 : Triangle de textures



AA : Texture d'argile
A : Texture argileuse
As : Texture d'argile sableuse
AS : Texture argilo sableuse
AL : Texture d'argile limoneuse
Als : Texture d'argile limono sableuse

LL : Texture de limon
L : Texture limoneuse
La : Texture de limon argileux
Ls : Texture de limon sableux
LSa : Texture de limon sablo-argileux
LAS : Texture limono-argilo-sableuse

SS : Texture de sable
S : Texture sableuse
Sa : Texture de sable argileux
SL : Texture de sable limoneux
Sal : Texture de sable argilo-limoneux

III. Collecte des données de terrain

1. Suivi de l'eau d'irrigation (Xe)

Le système d'arrosage utilisé chez tous les maraîchers rencontrés est localisée (tuyaux perforés, en goutte à goutte).

Afin de connaître la quantité d'azote apporté par l'eau d'irrigation (Xe) il nous fallait connaître le volume d'eau utilisé d'une part et d'autre part pouvoir estimer la concentration en nitrate de cette eau d'irrigation.

A l'aide d'un compteur d'eau installé lors de la mise en place du système de distribution d'eau sur l'un de deux tuyaux d'irrigation d'un rang de serre, nous avons relevé toutes les deux semaines, durant la période de la culture, la concentration en nitrate et le volume d'eau utilisé. La mesure des volumes d'eaux était couplée avec un prélèvement d'un échantillon d'eau pour mesurer la concentration en nitrate de l'eau d'irrigation.

3. Les fumures de fonds (Xa)

La place des fumures de fond dans la stratégie de fertilisation est fortement liée à un aspect très subjectif des effets de celles-ci. Ceci conduisant à une stratégie d'utilisation (type de produit et dose) très différente d'une exploitation à l'autre.

De plus, les produits utilisés varient largement d'une exploitation à une autre en fonction de la proximité d'un fournisseur. Chaque fournisseur ayant ses propres exclusivités à proposer. Il n'existe d'ailleurs pas, à l'heure actuelle, un recensement officiel des différents produits mis sur le marché.

Dans ces conditions il était important d'établir un inventaire des différents amendements et engrais organiques employés selon les dires des maraîchers rencontrés. Les différents fournisseurs nous ont aimablement fourni les caractéristiques de leurs produits.

4. La fertilisation par ferti-irrigation (Xfi)

Si une partie variable de l'azote est apportée en fumure de fond, l'irrigation fertilisante ou ferti-irrigation permet d'apporter la fumure d'entretien. Le calcul de la composition en éléments (notamment en azote) de la solution devrait s'effectuer à partir d'analyses d'eau, de l'estimation des besoins en éléments, des stades de la plante, du milieu et des conditions climatiques.

Afin de suivre la quantité d'azote apporté à l'hectare nous avons suivi une serre sur chaque exploitation. Toutes les semaines en moyenne nous avons demandé au producteur la quantité d'azote ou, à défaut, d'un type d'engrais, appliqué dans le système d'irrigation de ses serres depuis notre dernier passage.

µg NO3 / g sol	
Electrode spécifique	**Electrophorèse capillaire**
17,57	16,87
5,94	5,11
15,61	14,57
6,87	6,22
42,44	43,00
6,90	6,99
3,09	2,50
37,74	38,33
2,59	2,96
28,30	27,54

Tableau 4 : Comparaison des résultats obtenus lors du dosage du nitrate par deux méthodes différentes.

IV. Mesure des stocks d'azote de départ et de fin de bilan

Afin de connaître les stocks (Re et Rf) du sol en azote minéral nous devons connaître :

- La quantité de terre à l'hectare ;
- La teneur en azote du sol avant plantation (incluant les fournitures du sol dues aux précédents et à la fumure de fond) ;
- La teneur en azote du sol à la fin de la culture.

1. Organisation des prélèvements

La variabilité spatiale de la teneur en azote dans une serre conduit à effectuer plusieurs prélèvements à des endroits différents. A l'aide d'une tarière nous avons prélevé 60 échantillons par serre. (Cf. Annexe 2) Nous avons effectué ces 60 prélèvements dans le tiers central de la serre, sur tous les rangs, afin diminuer l'incertitude des mesures.

Par ailleurs, les horizons pris en compte lors des prélèvements de sol à l'ouverture et à la fermeture du bilan sont de 0 à 30 cm afin de faciliter les opérations tout en garantissant des prélèvements dans la zone où la plus grande majorité des racines actives est implantée.

2. Détermination de la teneur en azote minéral des sols à l'ouverture (Re) et à la fermeture (Rf) du bilan.

A l'ouverture du bilan, une fois les prélèvements de sols effectués. L'azote minéral présent y a été dosé par ionométrie à l'aide d'une électrode spécifique. (Annexe 3)

A la fermeture du bilan, suite aux prélèvements de sols, les échantillons sont congelés immédiatement jusqu'au moment de l'analyse par électrophorèse capillaire, permettant de déterminer la teneur en azote minéral. (Cf. Annexe 4)

Nous ayons du employer deux méthodes différentes afin de doser le nitrate contenu dans le sol lors de l'ouverture et de la fermeture du bilan azoté. Les deux méthodes donnent des résultats compatibles (Cf. Tableau 4).

3. Mesure de la masse volumique apparente des sols

Pour passer d'une mesure de teneur en azote (Kg N / Kg sol) à une estimation d'un stock (Kg N / Ha) sur une couche de sol de 30 cm, il faut mesurer la masse volumique apparente du sol.

Très souvent une estimation grossière de la masse volumique apparente conduit à utiliser une valeur de 1,3 Kg / M3. Nous ne pouvons pas accepter une telle valeur sans érroner complètement nos résultats.

Différentes méthodes existent afin de connaître la densité apparente d'un sol. Le critère d'utilisation d'une méthode ou d'une autre est basé sur la présence de cailloux ou non.

Dans un sol sans cailloux, l'utilisation d'une sonde gammamétrique permet de déterminer avec précision la valeur de la densité apparente de 7 des 10 sols rencontrés. (Cf. Annexe 6). Nous avons effectuer des mesures de 5 cm en 5 cm sur 30 cm de profondeur. Nous avons réalisé trois profils sur trois rangs différents par serre, dans la zone où avait été effectués les prélèvement de sol.

Par contre dans un sol caillouteux la sonde gammamétrique est inutilisable. Afin de mesurer la masse volumique de la terre fine seulement la méthode au sable s'avère efficace dans ce genre de situation. Elle est couplée à une méthode d'évaluation du volume de cailloux occupant un mètre cube de sol brut : « La pesée par poussée d'Archimède ». (Cf. Annexes 7, 8 et 9). Nous avons effectué trois mesures par la méthode au sable sur trois rangs différents, toujours dans la zone où ont eu lieu les prélèvements de sol.

Nous obtenons finalement les résultats suivants (voir aussi la figure 10):

Sol	Méthode utilisée	Masse volumique de la terre fine sèche (Kg / m3)	% pondéral de cailloux	Masse volumique apparente du sol sec (Kg / m3)	Précision (Kg/m3)	Précision (%)
3	Sable	**968**	**65**	**1642**	78	8
8	Sable	**1005**	**60**	**1591**	78	8
4	Sable	**1041**	**53**	**1534**	73	7
2	Gammamétrie	**1142**	0	1142	30	3
3	Gammamétrie	**1201**	0	1201	40	3
5	Gammamétrie	**1243**	0	1243	120	10
10	Gammamétrie	**1250**	0	1250	100	8
9	Gammamétrie	**1313**	0	1313	90	7
6	Gammamétrie	**1358**	0	1358	160	12
7	Gammamétrie	**1393**	0	1393	60	4
	MOYENNE :	1192		1367		

Masse volumique apparente de la terre fine et des sols.

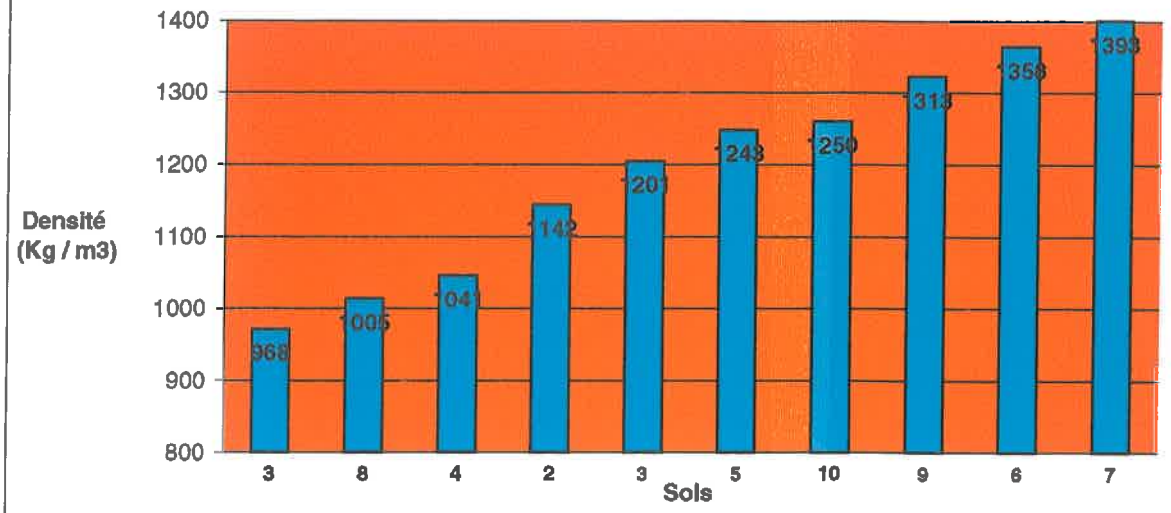
V. Mise en place et suivi des incubations

1. Préparation du sol

Les sols utilisés ont été prélevés après enfouissement des fumures et avant plantation c'est à dire de fin février à fin mars.

Le protocole de prélèvement à été décrit au chapitre IV-1. Nous travaillons sur des massifs d'agrégats de diamètre compris entre 2 et 3,15 mm analogues au dispositif proposé par FAZZOLARI CORREA (1989). Après élimination des cailloux et des résidus grossiers, le sol prélevé in situ est séché à l'air jusqu'à une humidité pondérale d'environ 3 % afin de le stabiliser. Le sol est ensuite tamisé entre 2 et 3,15 mm puis les agrégats sont humidifiés jusqu'à environ exactement 20 % d'humidité. Le sol est ensuite stocké hermétiquement deux semaines à 20°C afin de minimiser l'extra minéralisation et de pouvoir utiliser l'ensemble des résultats (SULCE, 1993).

Figure 10 : Densités de la terre fine des sols étudiés



D'après ROBIN (1994), qui a caractérisé du point de vue granulométrique et de la composition en azote et en carbone que la fraction 2 – 3,15 mm, ainsi que les fractions < 1 mm et entre 1 et 2 mm présentaient les mêmes caractéristiques sur ces critères. La fraction 2 – 3,15 mm est un bon compromis entre aération du sol (difficile quand la granulométrie est < à 2 mm) et matière réactive du sol (au-delà de 3,15 mm on ne trouve que des sables).

2. Réalisation des incubations (Cf. Annexe 10)

Les incubations sont réalisées sur 30 échantillons de 30 g de sol à 20 % d'humidité pondérale. Chaque échantillon est placé dans un bocal étanche d'un litre. Un petit récipient d'eau placé au fond du bocal assure une humidité constante du sol de 20 % environ. Dans chaque bocal un bêcher contenant 5 ml de soude à 0.25 N est installé afin de piéger le CO2 dégagé lors de la minéralisation. Les conditions doivent être aérobies donc les bocaux sont ouverts et aérés à chaque prélèvement de la soude pour dosage du CO2 piégé, c'est à dire tous les deux ou trois jours au début de l'expérience puis toutes les deux semaines à la fin de l'expérience. De plus les bocaux sont placés dans l'obscurité et dans une enceinte thermostatée à 20°C +- 1°C afin de simuler les conditions d'une portion de terre sur le terrain.

3. Dosage du CO2 piégé (Cf. Annexe 11)

Le C02 libéré lors de la minéralisation est piégé par la soude contenue dans un bécher installé dans l'enceinte hermétique du bocal, l'excès de soude est titré par pHmétrie. La détermination du CO2 libéré permet de suivre l'évolution de la minéralisation dans le sol via le rapport C/N.

4. Extraction, séparation et dosage de NH4+, NO3- et du carbone organique soluble.

Trois échantillons de chaque sol sont prélevés à chaque date. Deux extractions sont effectuées sur trois échantillons de chaque sol à chaque date de prélèvement. Une première extraction est effectuée avec 100 ml de KCL 0,5 N sur environ exactement 12 g de sol humide pour le dosage de l'ammonium échangeable. Une autre extraction est effectuée avec 50 ml d'eau déminéralisée sur environ exactement 12 g de sol humide afin de doser le nitrate (Cf. Annexe 4) et le carbone organique soluble (Cf. Annexe 12)

Les solutions sont agitées mécaniquement pendant une heure puis elles sont filtrées. Pour le dosage de l'ion ammonium, une filtration du mélange sur filtre moyen est suffisante par contre, pour l'analyse du carbone organique soluble, il est nécessaire d'effectuer une micro-filtration à 0,45 µm.

Sol	Précédent	Dose de la fumure de fond (Kg / Ha)	Apport de N minéral (Kg N / Ha)
1	Salade	250	10
8	Salade	250	0
6	Salade	950	17
4	Salade	1000	0
9	Salade	6000	80
3	Melon	2400	86
2	Melon	3800	105
10	Melon	5000	0
5	Navet	1650	20
7	Fraise	12550	63

Tableau 5 : Quantité d'azote apporté par les fumures de fond en fonction du précédent cultural

Chapitre 5 : Résultats et Discussions

I. Les fumures de fond (Xa) : un apport systématique

Après avoir recenser les différentes fumures de fond employées nous avons constaté que tous les agriculteurs utilisaient au moins une fumure avant plantation. Toutefois le type de produit tout comme les doses employées sont très diversifiés.
Les fumures sont achetées le plus souvent chez le fournisseur le plus proche.
D'autre part les doses totales apportées varient entre 250 et 12050 Kg / Ha. Même derrière un précédent identique les doses restent variables (Cf. Tableau 5).

L'usage de plusieurs fumures de fond si tel est le cas (6/10) est réalisé dans un but de complémentarité afin de mieux couvrir les besoins physiologiques des jeunes plants.
L'apport global de la fumure de fond se caractérise par un apport variable d'azote minéral dans le sol comme le montre la figure 11.
Une fois sur deux la fumure de fond apporte 50 % ou plus de l'azote sous forme minérale. Cette fraction directement utilisable par la culture à venir représente dans 4 cas sur 10 plus de 60 Kg N / Ha (soit une quantité représentant entre ¼ et $^1/_3$ des besoins du melon).

On notera aussi que la quantité d'azote organique apportée est relativement importante même si cette quantité est presque négligeable par rapport à l'azote organique déjà présent dans le sol avant apport (Figure 12).
Les valeurs enregistrées sont assez élevées avec 8 sols sur 10 détenant entre 4000 et 6500 Kg $N_{organique}$ / Ha.

II. Le stock d'azote minéral au début de la culture est important

Les écarts entre la teneur en azote minéral entre le départ la fin du bilan (Re - Rf) sont très marqués :

Kg N / Ha			
Sol	**ouverture**	**fermeture**	**Ecart**
9	**33**	5	27
8	**39**	2	37
3	**64**	5	60
5	**128**	13	114
7	**173**	27	147
6	**206**	6	200
2	**249**	14	235
10	**374**	32	342
1	**434**	35	400
4	*problème*	2	/
Besoins du melon :		120 à 180 Kg N /ha	

D'après J. Odet : Le melon. CTIFL. 1991

Figure 11 : Apports d'azote par les fumures de fond

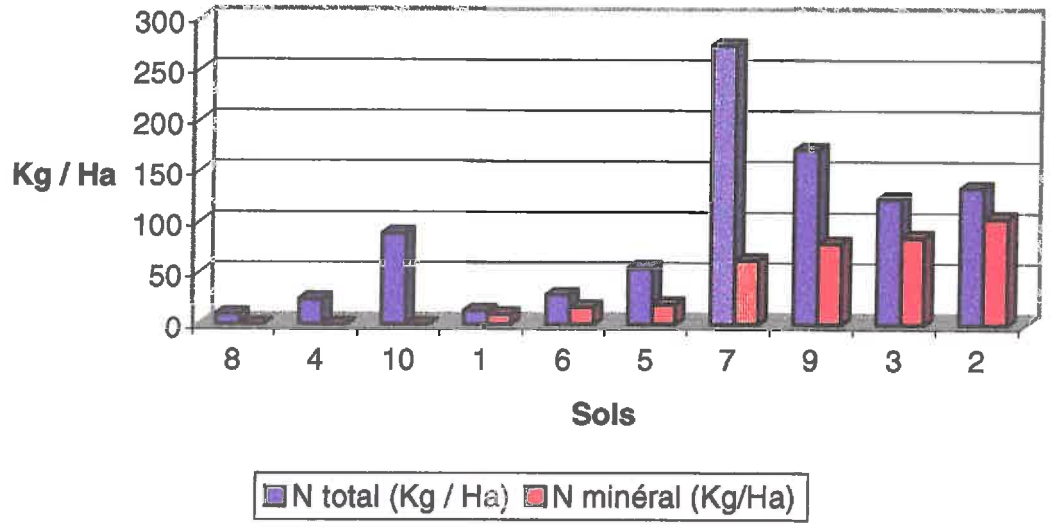
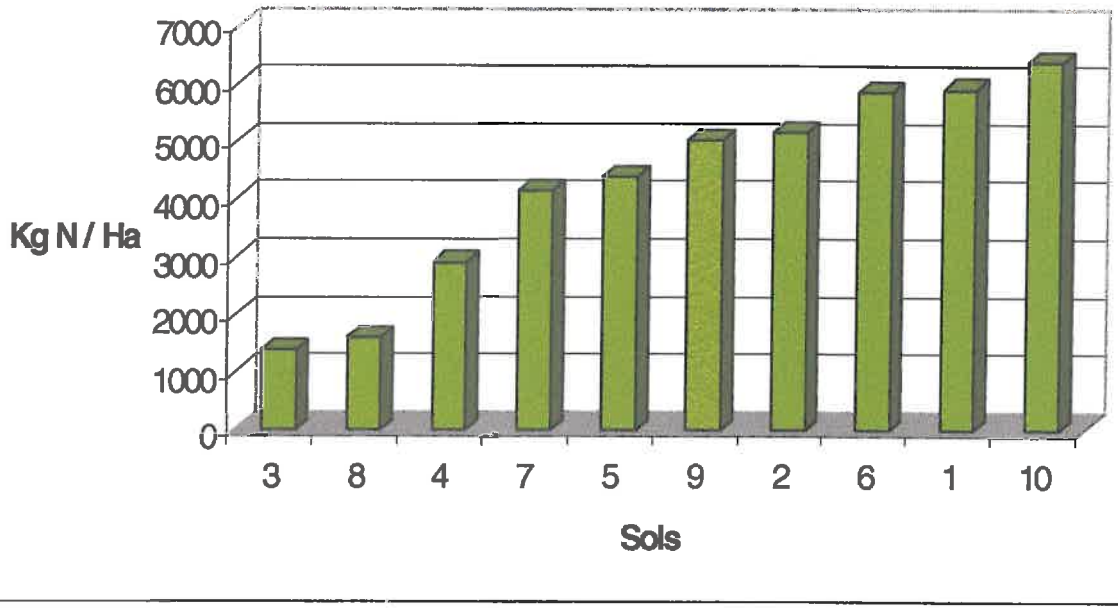


Figure 12 : Quantité d'azote organique dans le sol avant plantation



Les valeurs indiquées à l'"Ouverture" correspondent à l'azote minéral provenant seulement des reliquats d'azote minéral du sol (= Re – Xa). Les apports d'azote minéral venant de la fumure de fond seulement (Xa) ayant été traités dans le paragraphe ci-dessus.

Dans près de la moitié des cas la quantité d'azote nécessaire au melon est présente avant plantation et avant l'apport des fumures de fond.

L'importance de vérifier le stock initial (méthode genre Nitracheck® ou RQ Flex®) avant plantation est à encourager vivement.

En effet de teneurs trop fortes en azote minéral à la plantation entraînent deux risques majeurs :

- Risque d'altération physiologique des jeunes plants de melon préjudiciable sur le rendement final,
- Risque de pollution nitrique.

L'apport supplémentaire d'azote minéral par minéralisation de l'azote organique et par la ferti-irrigation accroît encore ces risques.

III. La ferti-irrigation

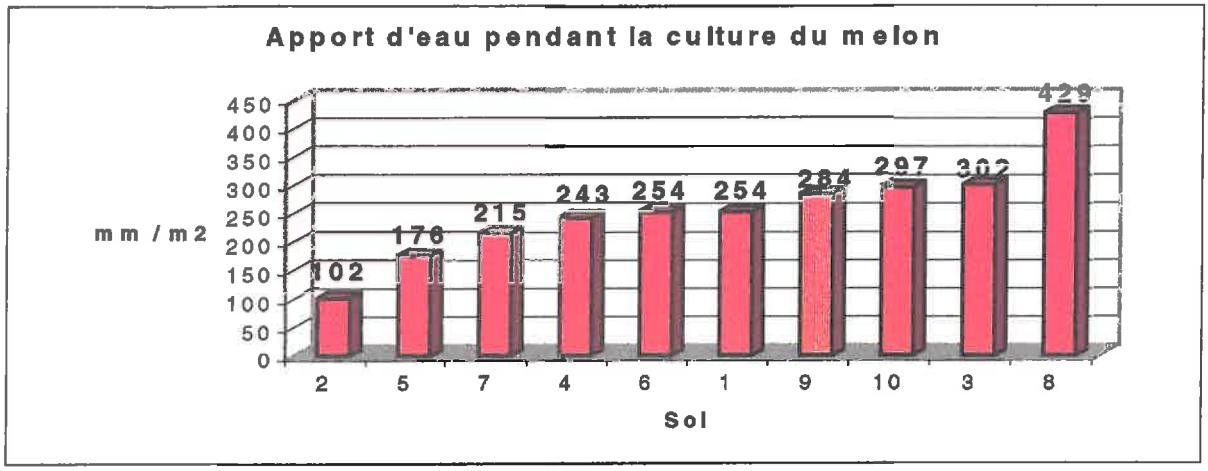
1. L'irrigation : une eau pas toujours très claire

1.1.Des volumes conséquents

Sur les 120 jours en moyenne de culture les quantités d'eau apportées varient du simple à plus du quadruple. En moyenne 255 mm sont apportés mais cette quantité oscille entre 100 et 430 mm suivant la nature du sol et la stratégie d'irrigation (Cf. Figure 13)
Néanmoins 7 exploitations sur les 10 suivies utilisent entre 200 et 300 mm d'eau tout au long de la culture.

1.2.Les apports de nitrate par l'eau d'irrigation (Xe)

D'un point de vu strict, l'eau présente des teneurs supérieures **en moyenne** à 50 mg / l dans 20 % des puits des exploitations suivies. Les plus fortes concentrations enregistrée dépassant les 70 mg / l (Cf. Figure 14).
En outre, 60 % des exploitations ont puisé de l'eau avec une teneur supérieure en moyenne à 25 mg / l.
Il est clair que même si la moyenne observée reste en dessous de la norme de potabilité de l'eau (50 mg/L) elle reste tout de même élevée avec 33 mg/L.
Ces fortes concentrations des eaux en nitrate ne sont pas sans conséquence dans le bilan azoté. Considérant les volumes utilisés lors de l'irrigation, la valeur moyenne de 20 Kg d'azote par hectare représente une quantité trop élevée pour être négligée. La figure 15 présente les apports par l'eau d'irrigation, notés Xe dans le bilan azoté.
On remarquera que ces apports peuvent représenter **jusqu'à un quart des besoins du melon**.



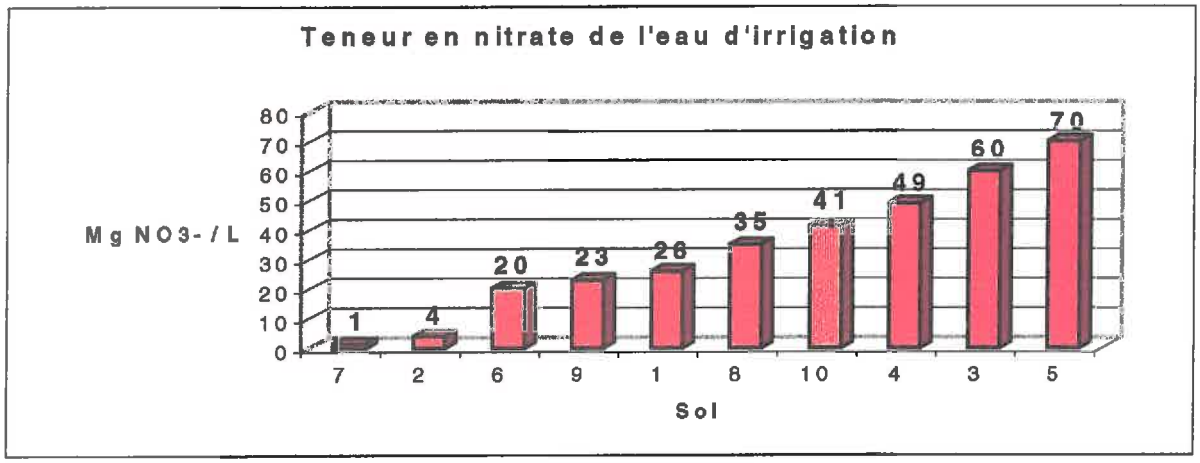
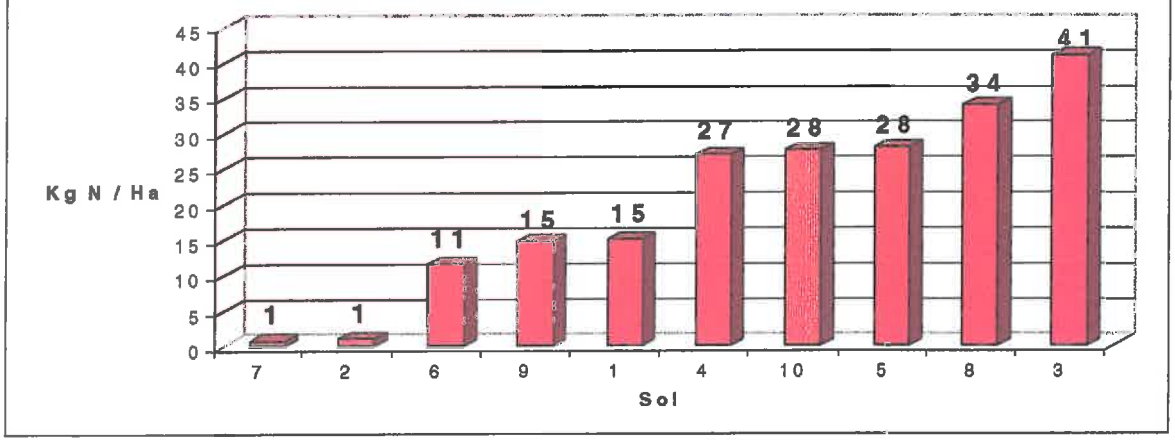


Figure 15 : Apport de nitrate par l'eau d'irrigation pendant la culture du melon



2. La fertilisation : un apport d'azote peut en cacher un autre

La fertilisation azotée du melon, au sens ou nous en parlons ici, représente l'apport d'azote minéral dans le système d'irrigation. Cette irrigation fertilisante était celle utilisée par 8 agriculteurs rencontrés sur 10.

2.1.La ferti-irrigation connue (Xfi)

La fertilisation connue correspond aux apports volontaires d'azote minéral dans l'eau d'irrigation. Ils sont notés Xfi dans le bilan azoté.

Nous avons remarqué que la stratégie de ferti-irrigation de chaque agriculteur était bien différente :

- La majorité des agriculteurs apporte une faible dose, étalée sur la période de la nouaison (8/10),
- Certains n'apportent rien du tout (2/10),
- Un agriculteur sur 10 apporte continuellement un dose soutenue.

Les résultats obtenus sont présentés en figure 16.
Les apports par ferti-irrigation directe sont très faibles. Dans 9 cas sur 10 ils représentent entre 0 et moins de 20 % des besoins du melon.

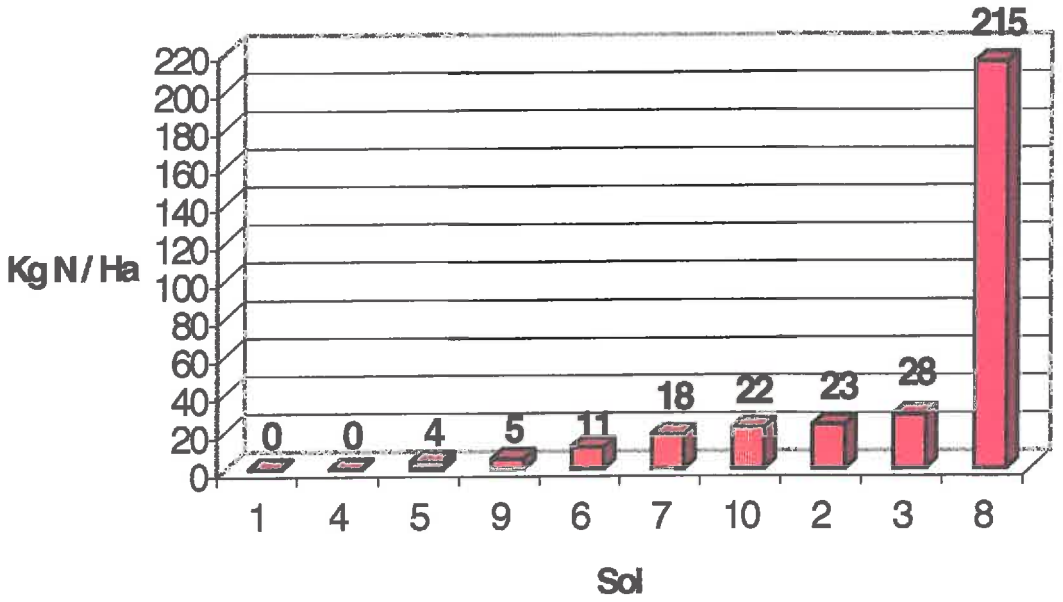
Les agriculteurs apportent peu d'azote directement pendant la culture. Ils prennent en considération l'apport de fumure de fond et les richesses du sol, même s'ils sont encore peu nombreux à effectuer un contrôle du stock d'azote minéral à la plantation.

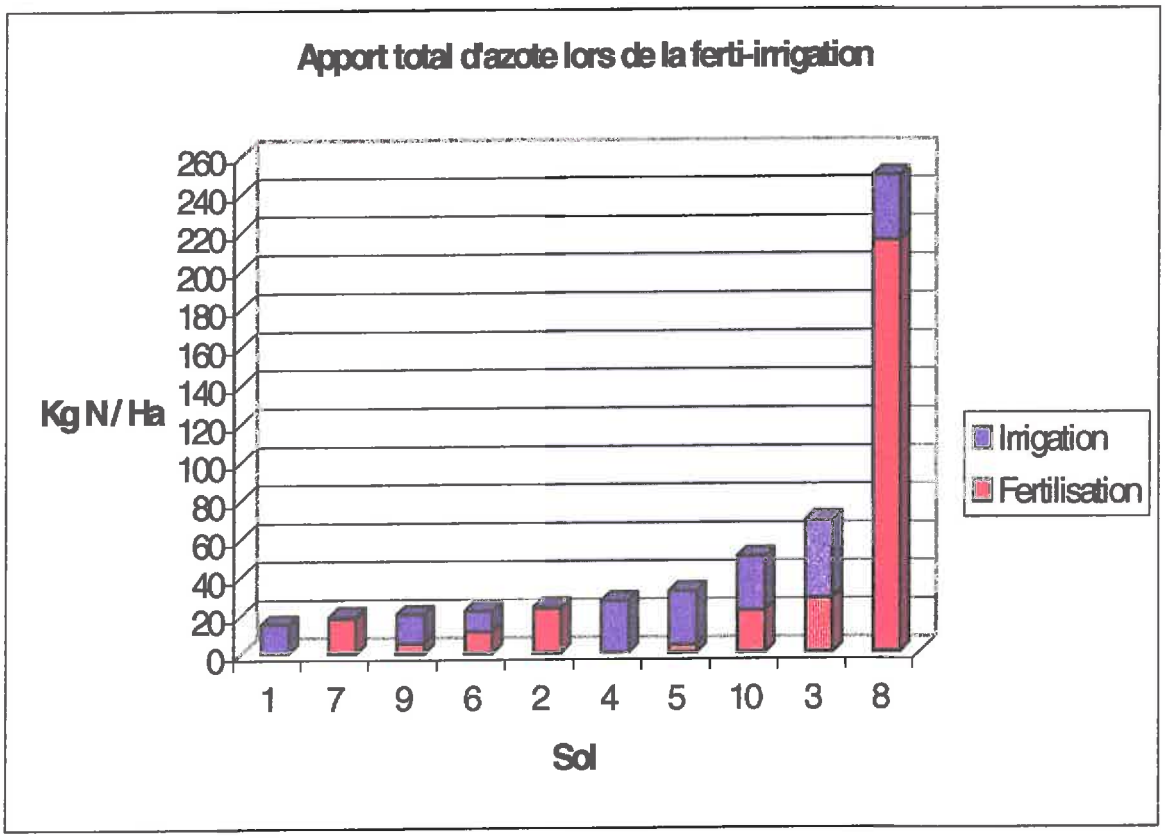
2.2.La ferti-irrigation induite (Xfi + Xe)

La ferti-irrigation par apport direct d'azote minéral dans le réseau d'irrigation est couplée à l'apport d'azote indirect, provenant du nitrate contenu dans l'eau. Nous avons vu précédemment que cet apport ne pouvait pas être négligeable. Nous pouvons visualiser sur la figure 17 que les apports initiaux en azote peuvent être d'autant plus modifiés que ceux ci sont faibles (ils sont au moins doublés dans 5 cas).

L'irrigation fertilisante, bien que majorée par la teneur en nitrate de l'eau d'irrigation, n'est pas une source d'azote minéral importante même si elle ne doit absolument pas être négligée lors des bilans azotés.

Figure 16 : Apport d'azote par fertilisation directe lors de la ferti-irrigation de la culture de melon (Xfi)





IV. Résultats des incubations

1. Le suivi du CO2 : Des résultats similaires d'un sol à l'autre (Cf. Annexe 13)

Le CO2 dégagé par le sol lors des incubations suit une cinétique de type $N = N_0.e^{-kt}$
La période de demi-vie (temps au bout duquel le dégagement de CO2 est égal à la moitié à la quantité de CO2 dégagé à t = 0) est de 1 à 2 jours quelque soit le type de sol.

Les sols partent aux environs de 50 mg de carbone par kilo de sol par jour. Trois sols sur 10 dégagent plus de 50 mg C / Kg sol / j (60 à 70 mg C / Kg sol / j) et un autre moins (35 mg / Kg sol / j).
Cette relative régularité de la production de CO2 au départ de toutes les minéralisations traduit une activité microbienne élevée.

Au bout de 84 jours (durée de l'incubation) tous les sols présentent un dégagement moyen de carbone de 3 à 6 mg / Kg sol / j. Ceci montre que les micro-organismes du sol sont moins actifs.

Quelque que soit le type de sol concerné, la production de CO2 au cours du temps est semblable d'un type de sol à l'autre.
Ceci prouve que quelque soit le type de sol :

- L'activité microbienne y est à peu près similaire,
- L'activité microbienne est décroissante avec le temps, indépendamment du stock d'en azote organique du sol.

2. Suivi de l'azote minéral : une minéralisation active

2.1. Sélection des résultats utilisables

La minéralisation de l'azote organique en azote minéral dans un sol doit se traduire par une cinétique de minéralisation manifestant une production continue d'azote minéral. Le tracé de la courbe de cinétique de minéralisation doit donc être croissant si le temps est placé en abscisse et la quantité d'azote minéral libéré en ordonnée.

Sur les 10 sols mis en incubation pendant une même période (84 jours), 6 d'entre eux présentent des résultats difficilement interprétables. Toutefois, les 4 autres nous permettent de faire une première estimation de la minéralisation en culture estivale intensive de melon.

2.1.1. Les cas problématiques

La non - exploitabilité des résultats obtenus se manifeste par la variabilité des répétitions des mesures à chaque date qui est forte, rendant impossible la caractérisation de la cinétique de minéralisation.

Tps en jours	Ecart -type du sol 1	Ecart-type du sol 2	Ecart-type du sol 6	Ecart-type du sol 7	Ecart-type du sol 9	Ecart-type du sol 10	Somme
0	7	91	3	52	15	9	170
1	13	16	9	73	15	31	144
3	6	39	23	89	10	52	212
Somme	25	145	36	213	41	92	527
Ecart-type moyen par sol sur les 3 premiers jours (Kg N / Ha) :				38			

Tableau 6 a : Ecart – type sur les 3 premières mesure effectuée. Sols posant un problème

Tps en jours	Ecart -type du sol 3	Ecart -type du sol 4	Ecart -type du sol 5	Ecart -type du sol 8	Somme
0	1	6	0	6	12
1	3	5	0	5	13
3	2	10	0	6	18
Somme	6	21	0	17	44
Ecart-type moyen par sol sur les 3 premiers jours Kg N / Ha) :				11	

Tableau 6 b : Ecart – type sur les 3 premières mesure effectuée. Sols ne posant pas de problème

	Moyenne sol 1	Moyenne sol 2	Moyenne sol 6	Moyenne sol 7	Moyenne sol 9	Moyenne sol 10	Moyenne total des sols
t = 0	216	383	533	230	206	420	331

Résultats en Kg N / Ha

Tableau 7a : Teneur en azote minéral dans les sol au départ de l'expérience :Sols problématiques

	Moyenne sol 3	Moyenne sol 4	Moyenne sol 5	Moyenne sol 8	Moyenne total des sols
t = 0	9	39	0	113	40

Résultats en Kg N / Ha

Tableau 7b : Teneur en azote minéral dans les sols au départ de l'expérience. Sols ne posant pas de problème

La figure 18 montre les cinétiques problématiques obtenues, il y est peut évident de tracer l'allure de la cinétique de minéralisation du sol avec précision et encore moins de déterminer la quantité d'azote organique minéralisé sur la durée de l'expérience.

2.1.1.1.Des imprécisions de mesure dues à une teneur élevée en azote minéral dès le début de l'expérience

Les tableaux 7a et 7b présentent les teneurs en azote minéral au début de l'expérience.

Tous les sols présentant des problèmes ont des valeurs initiales d'azote minéral comprises entre 216 et 533 Kg N / Ha contre 0 à 113 Kg N / Ha sur les autres sols.

Alors que les triples mesures de chaque point de la courbe de cinétique de minéralisation sont précises, les écart-types peuvent parfois dépasser 20 % de la valeur moyenne obtenue à chaque date et pour chaque sol. Ces 20 % ne seraient pas vraiment gênant s'ils ne représentaient que quelques Kg N / Ha. Hors les plus gros écart-types mesurés le sont sur des quantités d'azote par hectare très élevées. D'autre part ces fortes valeurs sont présentes dès le début de l'expérience.

Une explication fort probable est que la variation entre les trois mesures à chaque date est supérieure à la variation des moyennes des trois points de mesure à des dates successives. En clair, la quantité d'azote minérale présente dans le système au départ de l'expérience (le «bruit de fond ») est telle que la contribution de la minéralisation est difficilement perceptible.

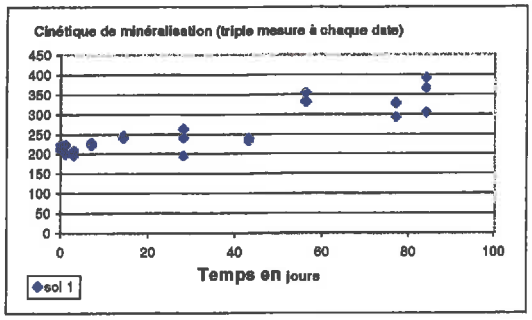
2.1.1.2.Les variations sur les mesures sont plus élevées chez les sols posant un problème.

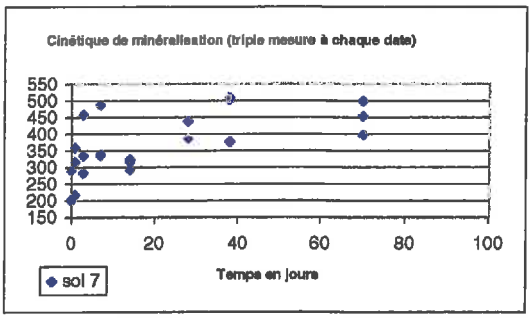
Il semblerait qu'une valeur d'azote minérale élevée dès le début de l'incubation des sols soit responsable, en partie tout du moins, des forts écart-types observés sur les mesures
L'imprécision des mesures à chaque date d'analyse donnent une vision confuse de la cinétique de minéralisation. La figure 19 le montre bien.
De plus, pour tous les sols problématiques, les trois points de mesure à chaque date d'analyse présentent un fort écart-type surtout au début de l'expérience (jours 0, 1 et 3) comme le présente les tableaux 6a et 6b
La précision au départ de l'expérience est très inférieure (8 fois moins) sur le sol dont la cinétique de minéralisation pose un problème.

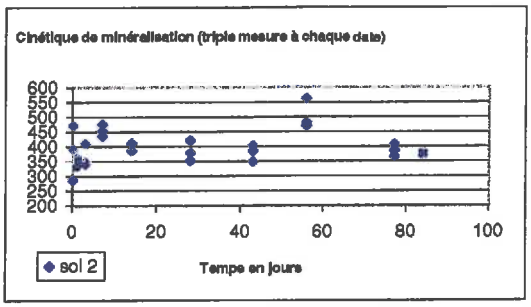
2.1.1.3.La précision des points de mesure est pourtant fiable

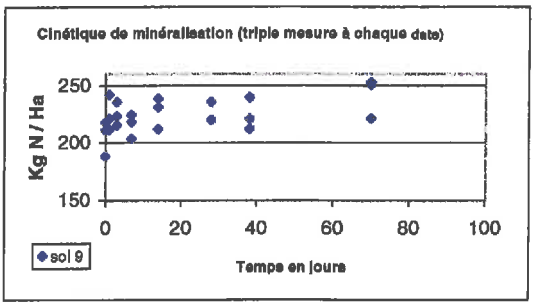
Les manipulations opérées au laboratoire ont été rigoureuses et appliquées. Les sols étant placés dans une enceinte climatisée à 20°C +- 1°C et l'humidité de chaque sol étant approximativement de 20 %, les conditions de température et d'humidité ont été conformes au protocole de référence.
Chaque point subissant une triple mesure, il a été possible de vérifier et de comparer les écart-types de chaque point. Chaque opération en laboratoire ayant été réalisée en série, une erreur de manipulation ou un matériel défectueux aurait introduit une erreur sur toute la série d'échantillon pour une date donnée ; erreur visible par un écart-type élevé pour toutes

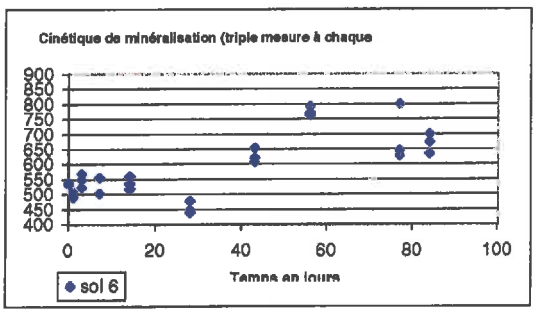
Figure 18 : Cinétiques de minéralisation des sols problématiques.











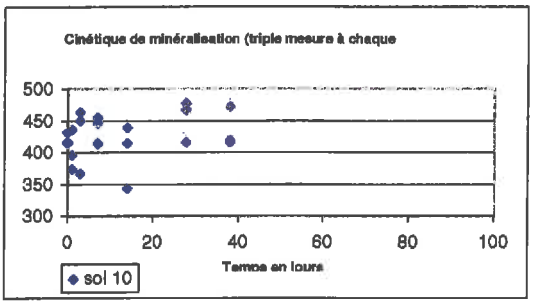
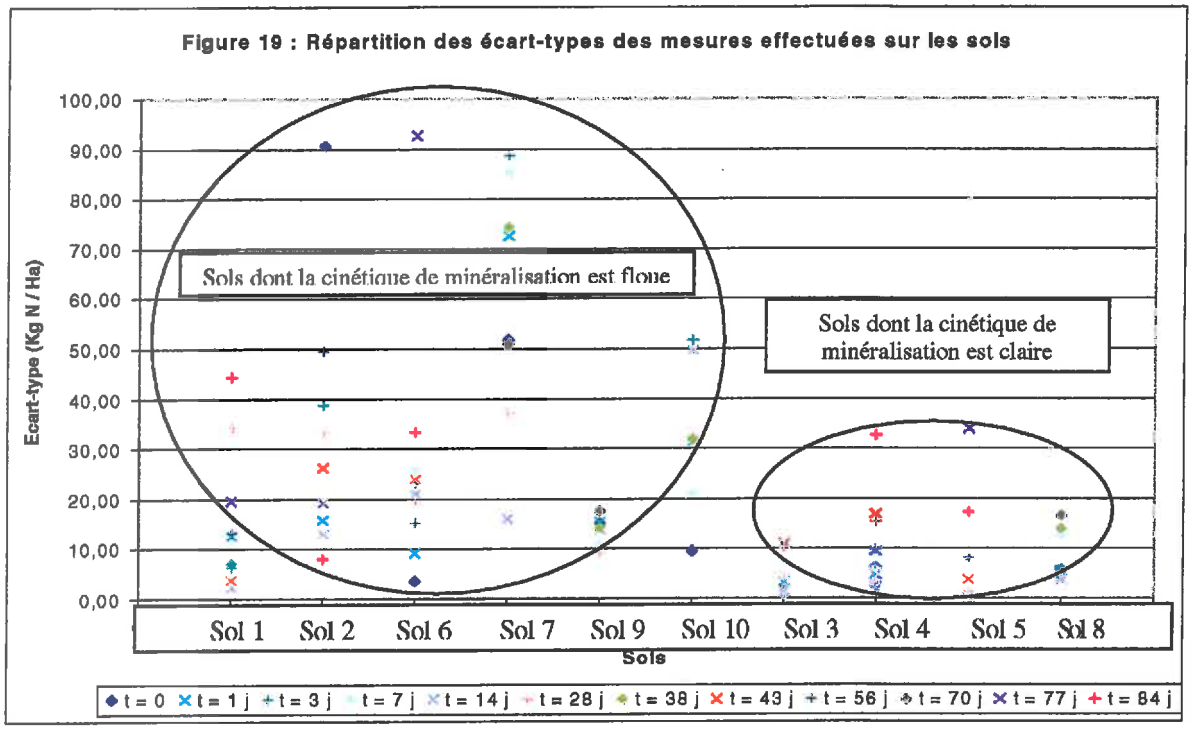


Figure 19 : Répartition des écart-types des mesures effectuées sur les sols



les valeurs des échantillons analysés à la même date. Or la comparaison des écart-types par date n'a pas manifesté de telles erreurs. (Cf. Annexe 14)

La précision des mesures est donc fiable. Les écart-types élevés de certains points ne sont pas dus à une erreur de manipulation ou à un matériel défectueux. Ce sont les propriétés intrinsèques du sol qui conduisent à ces résultats.

2.1.1.4.Pourquoi le protocole de référence n'est-il pas adapté ?

Les prélèvements de sol ont été effectués après une culture mais aussi après l'apport des fumures de fond. Ces fumures de fonds contenaient déjà de l'azote minéral dans certains cas. D'autre part les précédents commençaient déjà à minéraliser leur azote organique. Toutes ces contributions en azote minéral conduisent donc à la lecture d'une valeur élevée en azote au départ de l'expérience.

Le protocole de référence consistait à prélever le sol en sortie d'hiver, c'est à dire au moment où il n'y a pas eu d'apport de matière organique minéralisable, où l'azote organique des précédents a déjà été minéralisé en grande quantité, et où la solution du sol ne contient plus guère de nitrates, ceux-ci ayant été lessivés. A ce moment là, le suivi de la minéralisation du sol seul conduit à la visualisation d'une faible libération d'azote minéral.

Dans notre cas il n'était pas possible de se placer dans de telles situations étant donné la position de la culture dans l'année : mars à juillet.

2.1.1.5.Quelques réflexions pour faire face aux problèmes sur les sols riches en azote minéral

Les sols minéralisant fortement et rapidement vu les conditions de température et d'humidité il est indispensable de prélever le sol à un moment le plus proche possible du jour de plantation afin de disposer du sol tel qu'il est disponible pour le melon.

D'autre part le fait de disposer de la cinétique de minéralisation du sol seul (sans incorporation préalable de matière organique) permettrait certainement d'aider à mieux évaluer l'azote minéral libéré dans les sols contenant un forte teneur en nitrate avant plantation. En procédant par différence entre la minéralisation du sol seul et la minéralisation du sol où a été incorporée de la matière organique, sur la durée de la culture, il serait possible de mieux déterminer la quantité d'azote minéralisé en substituant le « bruit de fond ». Mais les cultures se succèdent à un rythme tel qu'il est très difficile de trouver une période où le sol nu à eu le temps de "digérer" la matière organique qui lui a été administrée.

De plus, il serait intéressant de comprendre les mécanismes conduisant à l'obtention de valeurs de stock d'azote minéral du sol très différentes entre les mesures du stock initial d'azote et les mesures effectuées lors du point zéro des sols placés en incubation afin d'évaluer leur potentiel de minéralisation (Cf. Tableau 8). Quels sont les phénomènes rentrant en jeu ?

Kg N / Ha		
Sol	**Stock initial mesuré par l'électrode spécifique**	**Valeur initiale lors de l'incubation afin de mesurer le potentiel de minéralisation du sol**
1	434	216
2	249	383
3	64	9
4	*problème*	39
5	128	0
6	206	533
7	173	230
8	39	113
9	33	206
10	374	420

***Tableau 8** : Résultats obtenus avec deux méthodes différentes lors de la détermination de la valeur initiale du stock de nitrate dans un sol.*

Par ailleurs, le protocole utilisé demande de sécher le sol, de le réhumidifier à 20 % d'humidité puis de le laisser reposer 15 jours (afin d'éviter les perturbation liées à une extra-minéralisation). Or pour un sol contenant beaucoup de matière organique issue du précèdent et des fumures de fond, il se peut que 15 jours représentent un délai trop élevé pour visualiser le pic de minéralisation.
Faudrait-il donc mettre le sol humide prélevé sur le terrain directement en incubation, sans passer par les phases de séchage – réhumectation – repos ?

2.1.2. Les cinétiques retenues

Les sols dont les cinétiques de minéralisation sont exploitables présentent les deux principales caractéristiques suivantes

- ➢ Une variabilité modérée de la moyenne des trois mesures par date,
- ➢ Une cinétique de minéralisation toujours croissante.

Les écart-types sont beaucoup plus réduits à chaque date d'analyse, donnant à la cinétique de minéralisation la possibilité de dessiner son allure comme la figure 20 le montre.

En effet l'écart-type est faible entre les trois mesures à chaque date de minéralisation (Cf. Figure 19). La précision des mesures est surtout plus élevée en début d'expérience (Cf. tableaux 6a et 6b).

Enfin une autre différence notable avec les sols dont les cinétiques de minéralisation posent un problème, est la présence de cinétiques continuellement croissantes sur toute la période de l'expérience.

2.2.Différentes cinétiques de minéralisation

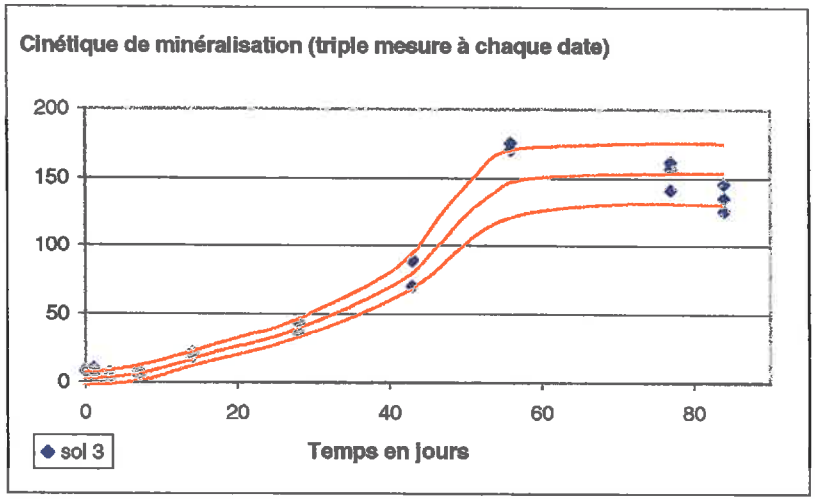
Bien que les cinétiques de minéralisation soient croissantes au cours du temps, elles présentent cependant différents styles (Cf. Figure 25). La quantité d'azote dans le sol n'est donc jamais constante. Certaines minéralisations sont très rapides puis stagnent (Sol 8) et d'autres sont au contraire plus progressives (Sol 4).

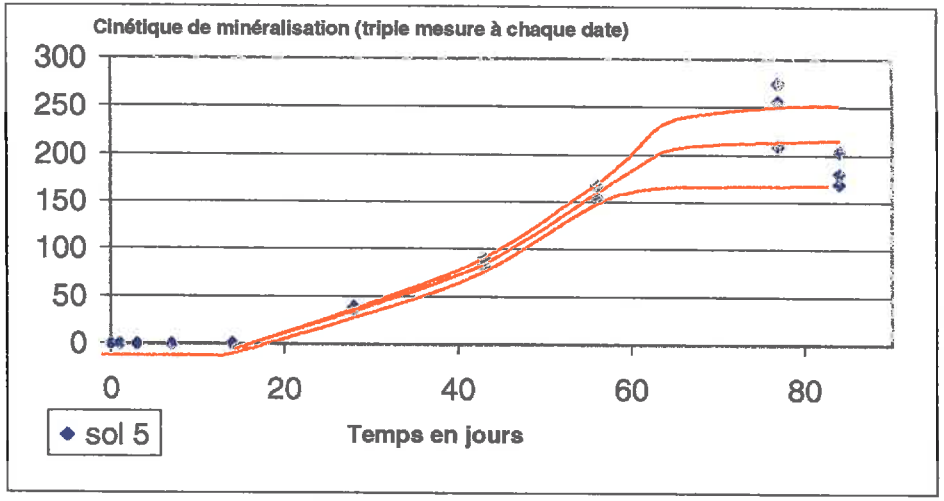
Les facteurs influant sur le mode de libération d'azote minéral au cours du temps sont nombreux. Ceux dont nous disposons sont :

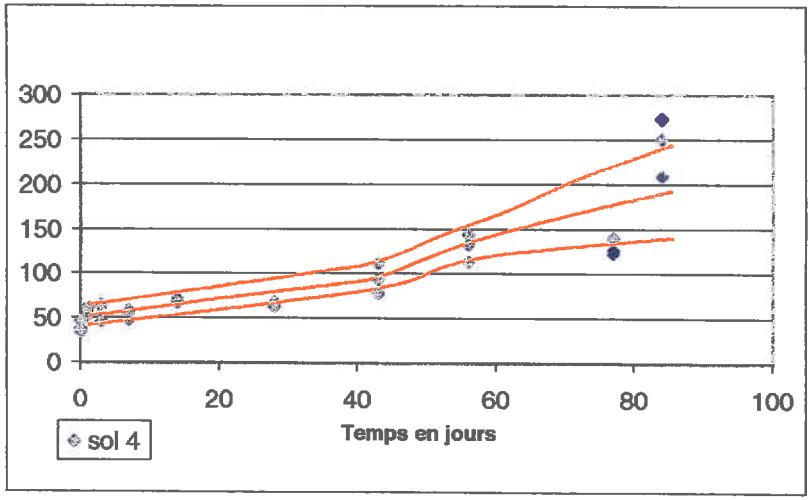
- ➢ Type de sol : texture et teneur en cailloux
- ➢ Précédent : type et date d'enfouissement
- ➢ Type de fumure, caractéristiques azotées et doses

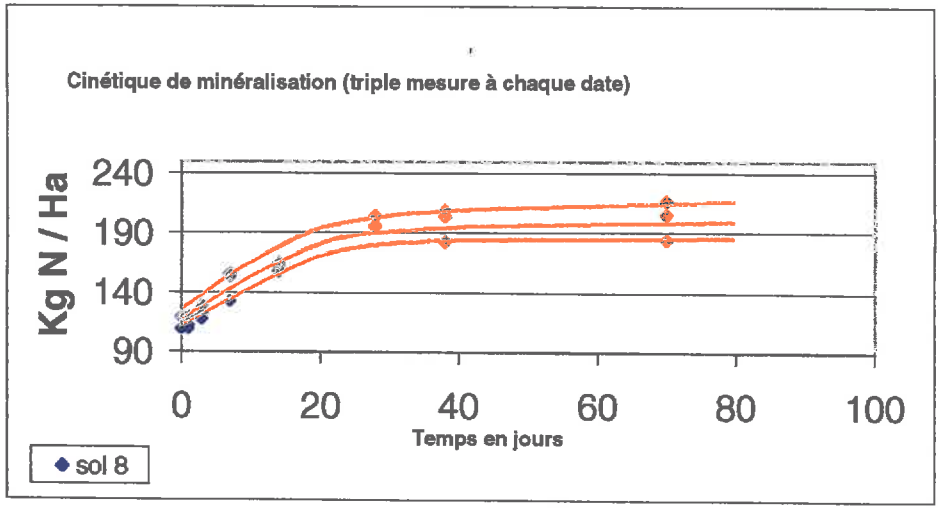
Le tableau 9 prouve qu'aucun lien clair ne permet d'attribuer un de ces facteurs à une allure de courbe de minéralisation. Il semble donc clair que le mode de minéralisation soit lié à un ensemble complexe de facteurs interagissants entre eux et non pas à des caractéristiques isolées du sol ou de la conduite de la culture. Les fluctuations de la température et de l'humidité du sol, l'histoire de la parcelle, la fumure de fond apportée, le sol, la

Figure 20 : Cinétique de minéralisation des sols ne posant pas de problème.





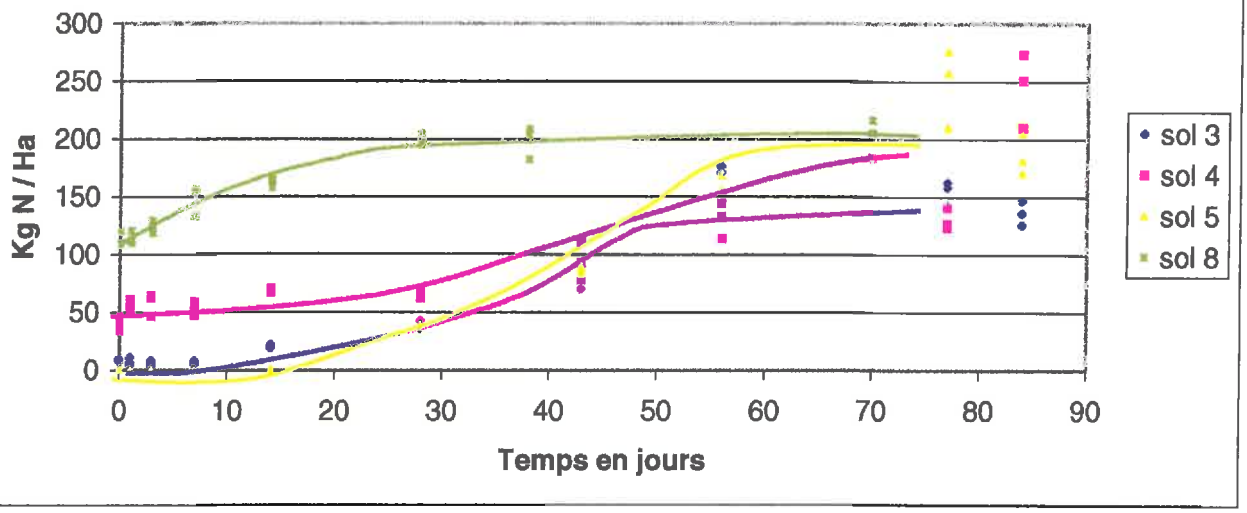




Allure de la cinétique	Sol	Fumure de fond				Précédent		Type de sol	
		Type	% N organique	% N minéral	Dose (Kg / Ha)	Type	Date d'enfouissement	Texture	présence de cailloux
Sigmoïde marquée	3	Notre Terroir	1	4	2000	Melon	fin été précédent	AS	65 % en poids
		Régé 6	4,5	1,5	400				
	5	Bacterhumus	4	0	750	Navet	fin janvier : 1 mois 1/2 avant	Sa	Absence de cailloux
		Orga 4	4	0	400				
		5/08/10	1	4	500				
Sigmoïde plate	4	Plantin 1	2,5	0	1000	Salade	Juste avant plantation	LAS	53 % en poids
Logarithmique	8	Bacterhumus	4	0	250	Salade	Juste avant plantation	Sa	60 % en poids

Tableau 9 : *Présentation des caractéristiques des fumures de fond, du précédent et du type de sol pour chacune des cinétique de minéralisation obtenue.*

Figure 25 : Différente cinétiques de minéralisation possibles



concentration en nitrates dans la solution du sol et encore d'autres paramètres sont autant de facteurs à prendre en compte simultanément.

Il en résulte que l'apport d'azote disponible pour la culture est variable dans le temps. Afin de contrôler l'apport d'azote minéral en provenance du sol il est nécessaire d'effectuer des contrôles du stock de nitrate régulièrement. Le procédé Nitracheck® en début de culture ne suffit donc pas. Il doit être répéter à intervalles de temps réguliers sur toute la durée de la culture avant chaque fertilisation envisagée.

2.3.Des résultats à ne pas négliger dans le bilan azoté

Toutefois les résultats dégagés par les expériences de minéralisation qui ont donné des cinétiques exploitables sont frappants. (Mn dans le bilan azoté).

D'après le tracé des courbes moyennes de minéralisation ainsi que des enveloppes de précision (Cf. Figure 20), nous avons obtenus les résultats suivant :

Sol	Moyenne	Ecart-type
3	135	30
4	130	50
5	210	40
8	90	15

Tableau 10 : *Production d'azote minéral par minéralisation sur la durée de la culture de melon.*

Ce tableau traduit donc bien l'importance de la minéralisation potentielle sur une culture estivale de melon sous serre. Toutefois les valeurs obtenues ci dessous n'ont pas été mesurées in situ. Les conditions dans lesquelles nous les avons obtenues sont particulières : température du sol constante de 20°C et humidité pondérale du sol de 20%. Il n'y a pas de raison objective de penser que la minéralisation ne soit pas aussi importante sur le terrain. Le sol est le plus souvent humide à cause des irrigation fréquentes et du paillage limitant l'évaporation. De plus le sol est toujours chaud sous les tunnels.
Néanmoins si nous partons de l'hypothèse que les résultats obtenus sont représentatif de ce qui se passe sur le terrain, la minéralisation pourrait représenter des quantité variant de 75 à 250 Kg N / Ha. Or les besoins du melon étant de 120 à 180 Kg N / Ha, **la participation de la minéralisation à la fertilisation azotée serait de l'ordre de 40 % à plus du double de ce qui est nécessaire.**

2.4. Vers une intégration de la minéralisation dans les bilan azotés

Les conditions de température et d'humidité dans le sol en culture de melon sous abris froids durant la période estivale favorisent la minéralisation. Afin d'éviter les sur-fertilisations celle-ci doit pouvoir être prise en compte dans la stratégie de fertilisation.
A l'heure actuelle des méthodes comme l'utilisation de la grille ZENIT® permettent de mesurer assez fidèlement le stock d'azote minéral tout au long de la culture. Ce type de méthode est donc à encourager même si sa limite principale est l'hétérogénéité spatial de l'azote dans le sol (BRUCKLER, de COCKBORNE, RENAULT, CLAUDOT – 1996) complique ce type de contrôle. Comment effectuer un bon prélèvement de sol ? Quelle zone de la parcelle est capable de témoigner fidèlement du stock d'azote dans le sol ? A quelle fréquence faut-il effectuer un Nitracheck® (ou RQ Flex®) ?

V. La place de la minéralisation dans le bilan azoté

1. Analyse quantitative de la fertilisation totale du melon

Les entrées d'azote minéral dans le bilan azoté que nous avons établi précédemment sont :

- Le stock initial d'azote minéral avant plantation (Re). Cette quantité inclu l'apport d'azote minéral par les fumures de fond (Xa)
- Le nitrate initialement contenu dans l'eau d'irrigation (Xe),
- L'azote minéral apporté volontairement lors de la ferti-irrigation (Xfi),
- L'azote minéral provenant de la minéralisation de l'azote organique(Mn).

L'apport total d'azote sur la durée de la culture est donc très important dans de nombreux cas comme le confirme la figure 21. Remarquez dans cette figure que le sol 4 ne comprends pas la part venant du stock initial d'azote minéral du sol. Ce sol n'est donc pas à prendre en compte pour la comparaison inter-sols. Néanmoins il présente quand même une fertilisation de près de 160 Kg N / Ha, ce qui satisfait déjà les besoins du melon.
Bien que les besoins maximums du melon soient de 180 Kg N / Ha, sur 7 des 9 autres sols, les entrées d'azote sont supérieures (jusqu'à plus de 2,5 fois), minéralisation non comprise.

Si nous cherchons à estimer la part de chaque fertilisation azotée nous obtenons les diagrammes présentés en figures 22 et 23.

Il est indéniable que les apports les moins facilement quantifiables par les agriculteurs sont nettement supérieurs aux apports qu'ils connaissent.
Il est clair aussi que le stock d'azote minéral en début de culture est incontournable dans la fertilisation de la culture. Est-ce le fait du hasard ou est-ce le résultat d'une sur-fertilisation de la culture précédente ?
Par ailleurs, la part de la minéralisation intervient comme un élément capital pour la fertilisation de la culture. Elle représente 1/4 à près de la moitié de la fertilisation totale.

Figure 21 : Répartition de la quantité totale d'azote minéral apporté durant la culture du melon

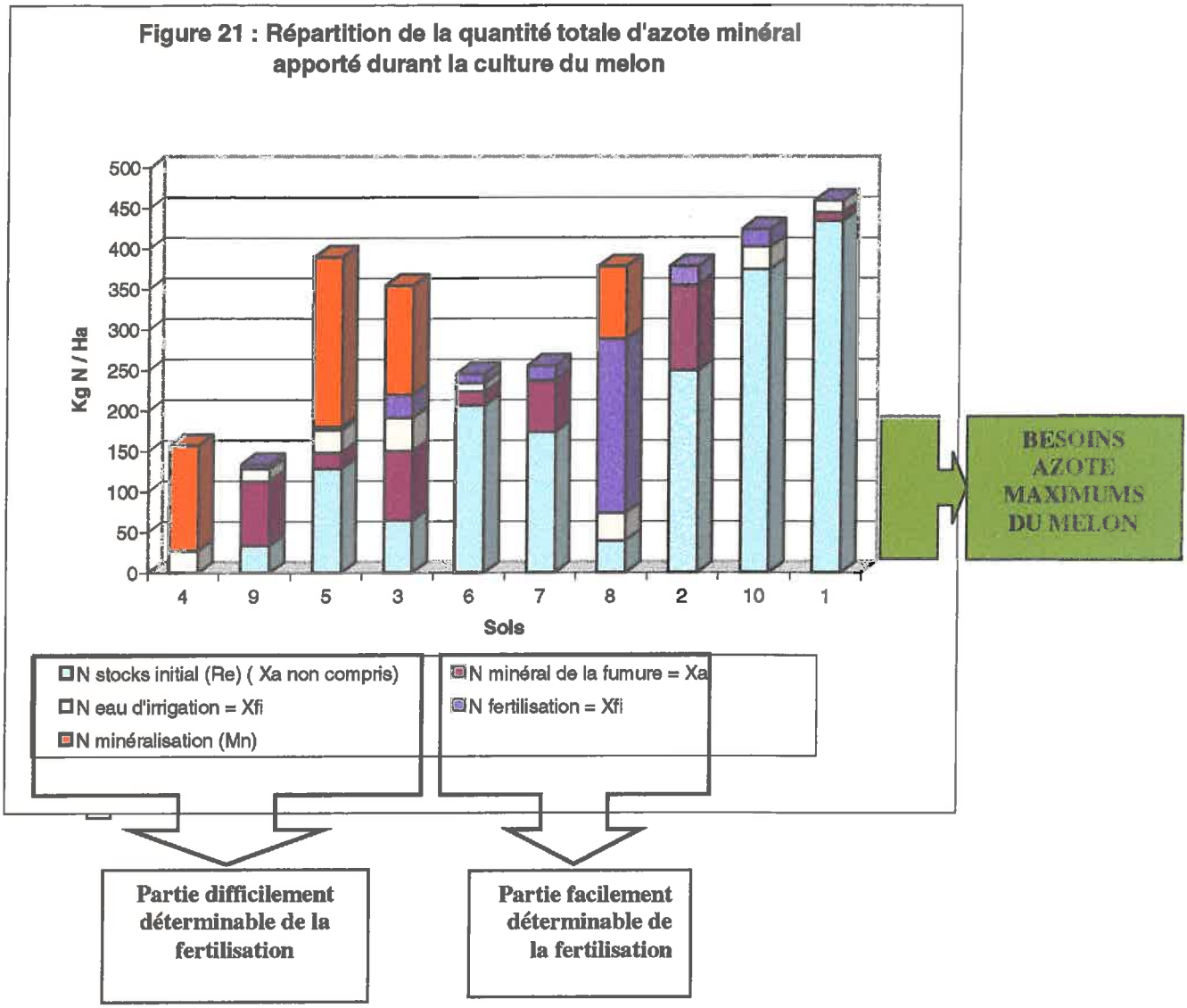


Figure 22 : Part de chaque apport azoté dans la fertilisation du melon (minéralisation non comprise)

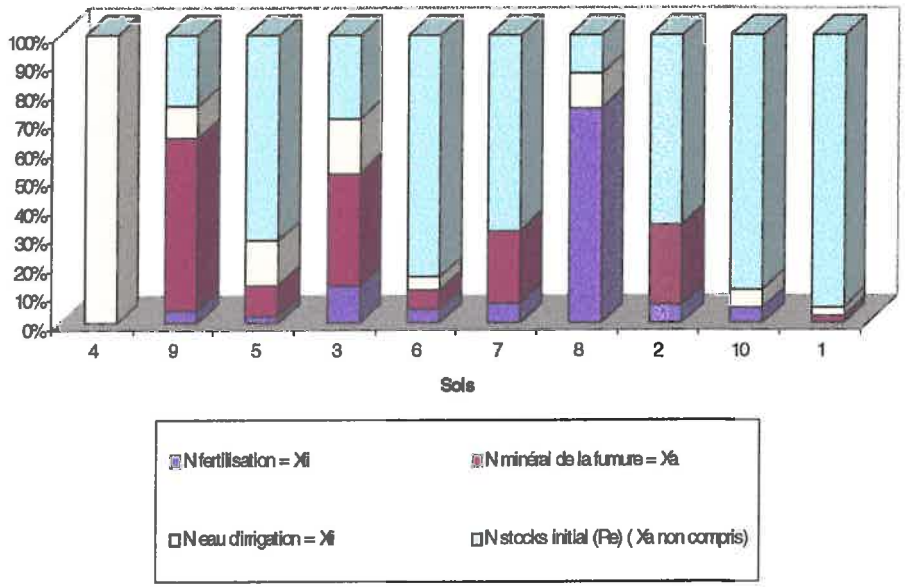
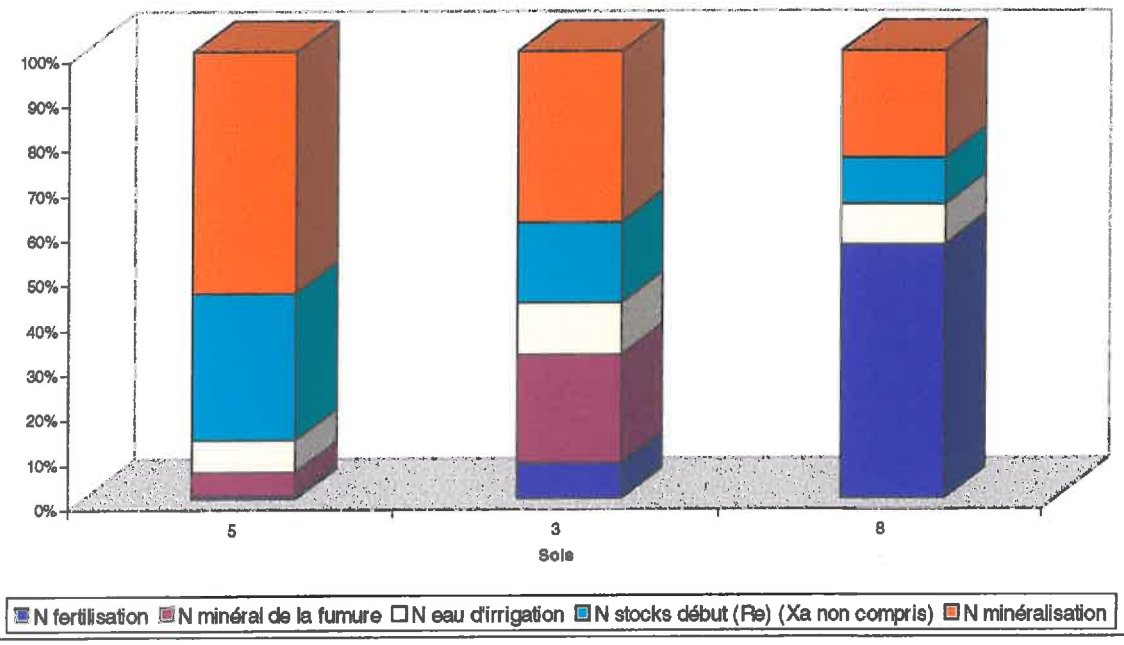


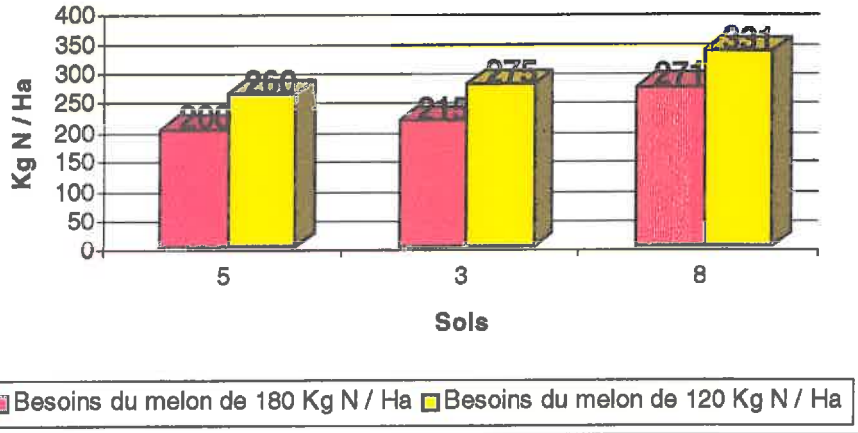
Figure 23 : Part de chaque apport azoté dans la fertilisation du melon (minéralisation comprise)



2. Les apports azotés importants entraînent un fort risque de lessivage

Considérant d'une part les fournitures en azote minéral sur la culture du melon et d'autre part ses besoins, nous pouvons estimer les risques de lessivage, noté L dans le bilan azoté. (Cf. Figure 24).
Les quantités d'azote potentiellement lessivables représentent 200 à 330 Kg N / Ha sur les sols que nous avons pu suivre.
Cette quantité d'azote lessivable représente 1,1 à 2,7 fois la quantité nécessaire à une seconde culture de melon !

Figure 24 : Lessivage potentiel de l'azote chez 3 sols en culture de melon



CONCLUSION GENERALE

La présence de maraîchage intensif dans la zone Nord à Nord - Est de la zone vulnérable du Comtat-Venaissin est certainement en lien étroit avec les fortes teneurs en nitrate des eaux des nappes phréatiques.
Si nous nous attardons à chaque fraction composant la fertilisation, il s'avère que chaque apport azoté n'est pas d'égale importance.
En effet les apports azotés que les agriculteurs ont moyen de calculer simplement, fertilisation par l'irrigation et par les fumures de fond principalement, ne représentent qu'une partie très modérée de la fertilisation pour la plus grande majorité des cas.
Néanmoins les plus grandes quantités d'azote minéral utilisable par la culture sont plus complexes à contrôler. Ces apports « masqués » se décomposent en l'utilisation des stocks d'azote minéral du sol, la minéralisation de l'azote organique et dans une moindre mesure l'eau d'irrigation initialement chargée en nitrate. Chacune de ces trois formes d'apports en azote minéral doit être mieux estimée sur le terrain.
La concentration en nitrate dans l'eau utilisée pour l'irrigation étant relativement stable sur la durée de la culture, il serait facile et peu coûteux de mettre au point une méthode fiable afin maîtriser ces apports azotés indirects.
En ce qui concerne la part de la minéralisation, la difficulté de quantifier les apports en azote minéral de ce phénomène ne doit pas faire oublier la contribution qu'elle peut représenter pour les besoins de la culture. Avec 100 à 200 Kg N / Ha provenant de la minéralisation des matières organiques et la non prise en compte de ce phénomène dans la gestion azotée, il est plus facile de comprendre pourquoi les lessivages d'azote sous la culture peuvent atteindre jusqu'à 200 à 300 Kg N / Ha.
Dans ces conditions des méthodes d'estimation rapides, fiables et peu coûteuses doivent être développer sans plus attendre.
L'intérêt de pratiquer des mesures de nitrate dans le sol par un dispositif comme le Nitratest® ou le R.Q Flex ® avant l'apport des fumures de fond mais aussi en cours de culture se fait ressentir.

BIBLIOGRAPHIE

BARRACLOUGH E., GEENS E.L., MAGGS J.M. (1884) Fate off fertilizer nitrogen applied to grassland, Journal of soil science, 35,191-199.

BASHAN Y. (1987) Soil samplers for quantifiying micro-organisms, Soil Science, 143, 132-138

BRUCKLER L., de COCKBORNE A.M., RENAULT P., CLAUDOT B. (1997) Spatial and temporal variability of nitrate in irrigated salad crop, Irrig Sci, 17, 53-61

CAMPBELL C.A., BIERDERBECK V.O. (1982) Changes in minéral N and numbers of bacteria and actinomycetes during two years under wheat-fallow in southern Saskatchewan, Candian Journal of Soil Science, 62, 125-137

DE COCKBORNE A.M., BRUCKLER L. (1995) Estimationdes bilans hydriques et azoté : le cas d'une petite région maraîchère méditéranéenne, Sécheresse, 6, 189-200

DE COCKBORNE A.M., LAFOLIE F., STENGEL P., CABIBEL B. (1990) Transfert de substances azotées dans la zone non saturée. Relation avec l'aquifère. rapport de synthèse ENGREF Montpellier, SRAE L-R, USTL, INRA Avignon, 84-150

DELPHIN J.E. (1986) Evaluation du pouvoir minéralisateur des sols agricoles en fonction de leurs carctéristiques physico-chimiques, Agronomie, 6 (5), 453-458

DOMMERGUES Y, MANGENOT F. (1970) Ecologie microbienne du sol. Editions Masson, 796 P.

ELLERT B.H., BETTANY J.R. (1992) Température Dependence of net nitrogen and sulfur mineralization, Soil Science Soc. Am. J, 56 ? 1133-1141

FAZZOLARI CORREA E. (1989) La réduction dissimilative des nitrates dans les sols, Thèse de Doctorat d'ecologie microbienne, Lyon I, 202 p.

GARCIA M. (1986) Transfert d'eau et de nitrate dans le sol en présence d'une fonction puit racinaire, Mémoire de fin d'étude ENITA, Bordeaux, 58 p.

GENG Q.Z. (1988) Modélisation conjointe du cycle de l'eau et du transfert des nitrates dans un système hydrologique, Thèse de docteur-ingénieur, ENS MINES, Paris, 226 p.

GLEMARECK Y. (1988) Différentes approches adoptées pour la réalisation d'un bilan azoté in situ, Mémoire de DEA Hydrologie, UFC-ENGREF Montpellier, 55 p.

GUIRAUD G. (1984) Contribution du marquage isotopique à l'évaluation des transferts d'azote entre les compartiments organiques et minéraux dans un système sol-plante, Thèse de l'Université de Paris 6, 335 p.

HENIN S. (1980) Rapport du groupe de travail « Activités agricoles et qualité des eaux », Ministère de l'Agriculture. Ministère de l'Environnement, Paris, 58 p.

KUGLER J (1988) Approche méthodolgique pour la modélisation du transferts des nitrates vers la nappes phréatique d'Alsace, thèse IMF-ENITRTS, ULP Strasbourg, 186 p.

LINDEMANN Y. (1986) Contribution à l'étude statistique des répartitions et à la modélisation de la dynamique de l'azote nitrique dans le sol, Thèse de l'Université de paris Sud, Centre d'Orsay, 310 p.

MAHMOUDJAFARI M., KLUITENBERG G.J., HALVIN J.L., SISSON J.B., SCHAWB A.P. (1997) Spatial variability of nitrogen mineralisation at the field scale, Soil Sci Soc Am, 61, 1214-1221

MARIOTTI A. (1982) Apports de la géochimie isotopique à la connaissance du cycle de l'azote, Thèse de doctorat, Paris 6, 476 p.

MARSHALL J.C. (1985) Transfert des ions nitrate et phosphate en milieu poreux hétérogène non –saturé, Mémoir de DEA Science de l'eau, USTL et ENGREF de Montpellier, 22 p.

MARTIN D.L., WATTS D.G., MIELKE L.N. ? FRANK K.D. ? EISENHAUER D.E. (1982) Evaluation of nitrogen and irrigation management for mize using water high nitrate, Soil Sci Soc Am, 46, 1056-1062

MARY B. (1987) Effet du précédent cultural sur la disponibilité du sol en azote minéral, C.R. Acad. Agric. Fr ;, 73, 57-69

NEEL C. (1996) Modélisation couplée du transfert et des transformations de l'azote : paramétrage et évaluation d'un modèle en sol nu, Thèse de doctorat, Paris 6, 254 p.

ODET J. (1991). Le melon – CTIFL –295 p.

STANFORD G., EPSTEIN E. (1974) Nitrogen mineralization-water relations in soils, soil Sci. Soc. Am . Proc., 38, 103-107

STANFORD G., SMITH S.J. (1972) Nitrogen mineralization potentiel of soils, Soil Sci. Soc. Am Proc., 36, 465-472

STANFORDG., FRERE M.H., SCHWANINDER D.H. (1973) Temperature coefficient of soil nitrogen mineralization, Soil Sci., 115 (4), 321-323.

SULCE S., Jacquin F., Vong P.C. (1993) Potenteil de minéralisation de l'azote organique et mesure de sa biodisponibilité dans les sols cultivés de Myzeqe – Albanie, Agrochimica, 37, 157 – 171.

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Principales productions des 10 communes de la zone d'étude

Tableau 2 : Effet du nombre de sondages sur les incertitudes des moyennes

Tableau 3 : Présentation des caractéristiques des parcelles étudiées.

Tableau 4 : Comparaison des résultats obtenus lors du dosage des nitrates par deux méthodes différentes

Tableau 5 : Quantité d'azote apporté par les fumures de fond en fonction du précédent cultural

Tableau 6 : Ecart-types mesurés les trois premières mesures effectuées au cours de la minéralisation des sols

Tableau 7 : Stocks d'azote minéral dans les sols au début des minéralisations

Tableau 8 : Résultats obtenus avec deux méthodes différentes lors de la détermination de la valeur initiale du stock de nitrate dans le sol.

Tableau 9 : Présentation des caractéristiques des fumures de fond, du précédent cultural et du type de sol pour chaque allure de cinétique de minéralisation.

Tableau 10 : Production d'azote minéral par minéralisation sur la durée de la culture du melon.

LISTE DES FIGURES

Figure 1 :Démarche du PROCOPE

Figure 2 ; Plan de la zone d'étude

Figure 3 : Carte des teneurs en nitrate de la nappe alluviale

Figure 4 : Carte des teneurs en nitrate de la nappe miocène

Figure 5 : Cycle de l'azote

Figure 6 : Courbes de cinétiques de minéralisation modélisées dans trois types de sol.

Figure 7 : Représentation du stock d'azote nitrique à deux dates sur une parcelle de salade du Gard.

Figure 8 : Fréquence de distribution du stock d'azote minéralisable et de la constante de minéralisation.

Figure 9 : Triangle de textures

Figure 10 : Densité des sols rencontrés

Figure 11 : Apport d'azote minéral par les fumures de fond

Figure 12 : Quantité d'azote organique dans le sol avant plantation

Figure 13 : Volume d'eau apporté pendant la culture du melon

Figure 14 : Teneur en nitrate de l'eau d'irrigation

Figure 15 : Apport de nitrate par l'eau d'irrigation

Figure 16 : Apport d'azote minéral par fertilisation directe sur la culture du melon

Figure 17 : Apport d'azote minéral lors de la ferti-irrigation

Figure 18 : Cinétique de minéralisation observée. Cas problématiques.

Figure 19 : Répartition des écart-types des mesures de nitrate effectuées sur les sols

Figure 20 : Cinétique de minéralisation observée. Cas normaux.

Figure 21 : Répartition de la quantité totale d'azote minéral apporté durant la culture du melon.

Figure 22 : Part de chaque apport azoté dans la fertilisation du melon (minéralisation non comprise)

Figure 23 : Part de chaque apport azoté dans la fertilisation du melon (minéralisation comprise)

Figure 24 : Lessivage potentiel de l'azote chez trois sols en culture de melon.

Figure 25 : Différente cinétiques de minéralisation observées.

ANNEXES

LISTE DES ANNEXES

Annexe 1 : Composition granulométrique des sols étudiés

Annexe 2 : Schéma de la zone de prélèvement des sols

Annexe 3 : Electrode spécifique

Annexe 4 : Electrophorèse capillaire

Annexe 5 : Dosage de l'azote organique par la méthode du Kjeldahl

Annexe 6 : La sonde gammamétrique

Annexe 7 : Schéma de détermination de la masse volumique de la terre fine en sol caillouteux

Annexe 8 : Méthode au sable

Annexe 9 : Méthode de la poussée d'Archimède

Annexe 10 : Cinétique de minéralisation du carbone et de l'azote. Mode opératoire de référence

Annexe 11 : Méthode de dosage du CO2

Annexe 12 : Méthode dosage du carbone organique soluble

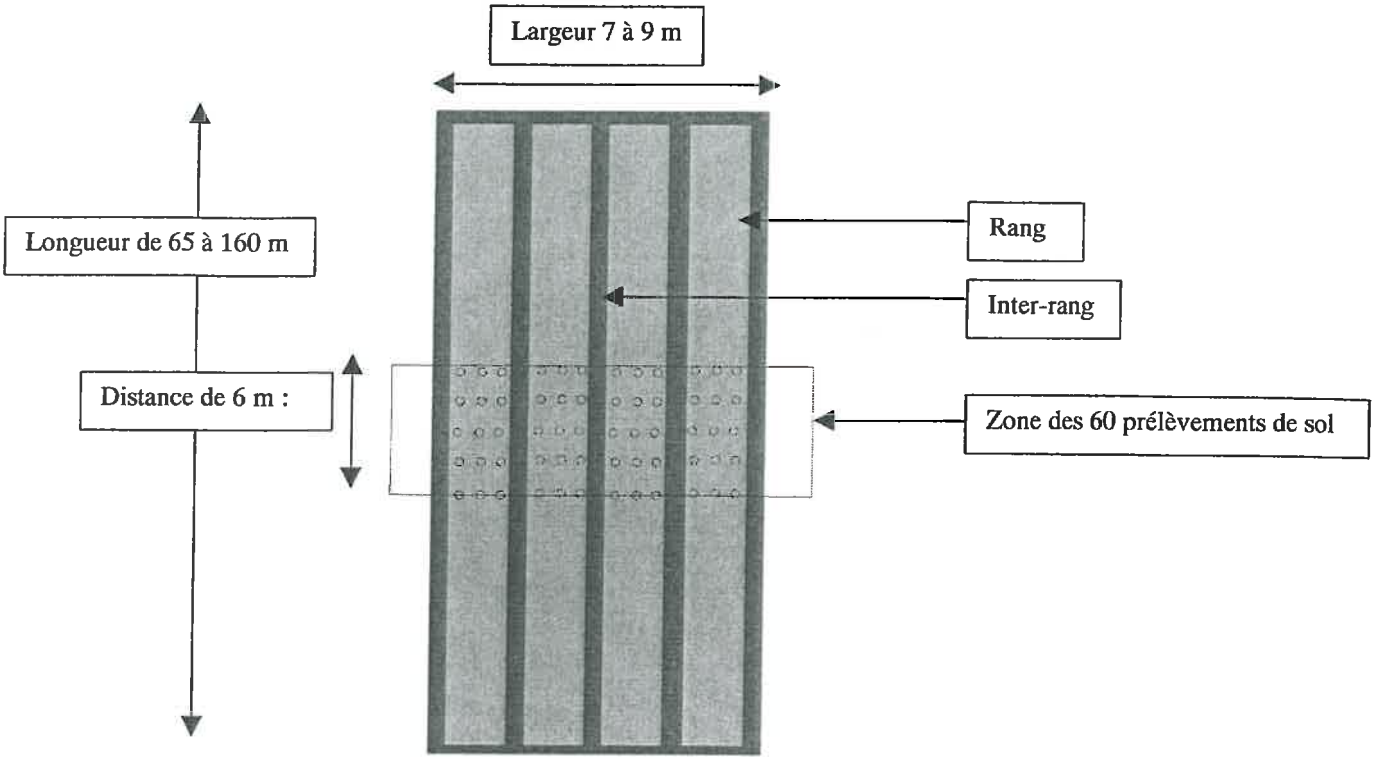
Annexe 13 : Courbes de cinétique de libération du CO2 au cours des minéralisation

Annexe 14 : Comparaison des écart-types des mesures du nitrate pour chaque sol.

Annexe 1 : Composition granulométrique des sols étudiés

Sol	% d'argiles (0 - 2 µm)	% de limons (2 - 50 µm)	% de sables (50 - 200 µm)	Type de sol
1	33	31	36	ALs
2	30	51	18	Als
3	24	20	57	AS
4	22	26	53	LAS
5	13	20	68	Sa
6	15	33	52	Sal
7	8	13	79	S
8	18	16	65	Sa
9	31	55	14	Al
10	32	48	20	ALs

ANNEXE 2



SCHEMA DE PRELEVEMENT DE SOL SUR UNE SERRE

ANNEXE 3 : IONOMETRIE - Electrode spécifique

Principe général

Cette méthode électrochimique est basée sur la loi de NERST. On mesure la différence de potentiel entre deux électrodes plongeant dans une solution, l'une est l'électrode de référence, l'autre celle spécifique de l'ion nitrate. Le potentiel à travers la membrane de l'électrode spécifique est donné par la relation :

$$E = Eo \pm 2.3\frac{RT}{nF}LogA$$

E : potentiel mesuré entre les électrodes (mV)
Eo : potentiel standard de l'électrode de référence (mV)
R : constante des gaz parfaits (8.32J/mol/°K)
T : température en degré Kelvin
n : valence de l'ion
F : nombre de Faraday
A : Activité de l'ion à doser.

$2.3\frac{RT}{nF}$: coefficient de NERST, égale à 59.2 mv pour 20°C

Dosage du Nitrate à l'électrode spécifique 93 07

Electrode de référence double jonctions (90 02 00).
Solution de remplissage :
Chambre interne : solution 90 00 02
Chambre externe : solution 90 00 10 (NH_4Cl 2 M)

REACTIFS

-Solution étalon de $NaNO_3$ 0.1 M
-Ajusteur de force ionique et correcteur d'interférences INRA.
Composition pour litre : H_2SO_4 10^{-3} N

$CuSO_4$ 4.994 g
Ag_2SO_4 3.118 g
$AlSO_4, K_2SO_4, 24\ H_2O$ 9.4878 g

ETALONNAGE DIRECT

Préparation des solutions étalons.

10^{-2} M :
10 ml de la solution 10^{-1} M compléter à 100 ml par H_2O permutée
10^{-3} M:
10 ml de la solution 10^{-2} M compléter à 100 ml par H_2O permutée
10^{-4} M :
10 ml de la solution 10^{-3} M compléter à 100 ml par H_2O permutée
10^{-5} M :

10 ml de la solution 10-4 M compléter à 100 ml par H2O permutée

5 10-6 M :

5 ml de la solution 10-4 M compléter à 100 ml par H2O permutée

10-6 M :

10 ml de la solution 10-5 M compléter à 100 ml par H2O permutée

La mesure est effectuée sur un volume de solution étalon et solution échantillon de 20 ml, auquel on ajoute 400 µl d'ajusteur de force ionique et correcteur d'interférences ORION, ou 2 ml d'ajusteur de force ionique et correcteur d'interférences INRA

REMARQUES

Reproductibilité de la mesure : C.V. = 1.0 %

Pour obtenir une reproductibilité inférieure à ±2 % il faut effectuer un étalonnage toute les heures.

Il faut travailler à température constante.

Mesure de la différence de potentiel au bout d'une minute.

Dans la mesure du possible, les mesures seront faites en partant des solutions les moins concentrées vers les plus concentrées.

ANNEXE 4 : Electrophorèse capillaire : Méthode CIA (Capillary Ion Analysis)

L'ensemble est composé du système d'électrophorèse capillaire piloté par un micro-ordinateur muni du logiciel Millennium 2010 (WATERS).

L'électrophorèse capillaire est une technique de séparation de composés basée sur la mobilité des composés injectés. Elle permet de doser entre autres les cations et les anions minéraux.

1-) Description du système d'électrophorèse capillaire (figure 4).

① *Le capillaire* en silice fondue a un diamètre pouvant varier entre 50 et 150 µm, pour une longueur allant de 35 à 100 cm ;

② *Récipients d'électrolyte* où plongent les extrémités du capillaire ;

③ *Deux électrodes* parallèles au capillaire, l'une du côté du détecteur et l'autre du côté prélèvement des échantillons ;

④ *Alimentation haute tension.* Les potentiels employés en CIA sont de 10 à 30 kV, générant des courants de quelques µA à 200 µA ;

⑤ *Injection de l'échantillon.* Le volume d'échantillon injecté est de l'ordre du nanolitre. Le capillaire, préalablement rempli d'électrolyte est placé à une de ses extrémités dans le récipient d'échantillon, l'ensemble étant surélevé d'une hauteur précise pendant une durée qui dans notre cas est fixée à 30 secondes. Il en résulte par gravité un siphonnage qui entraine en tête du capillaire un volume d'échantillon reproductible. Le paramètre d'injection est donc le temps de surélévation ;

⑥ *Détecteur UV- inverse.* La détection a lieu en un endroit du capillaire où ce dernier, dénudé, est situé entre la lampe UV spécifique (Hg ou Zn) et les photocellules de détection. Le principe de l'UV inverse consiste à employer un électrolyte qui génère constament une absorbance (Ae). L'absorbance induite par le passage d'un ion (Ai) est inférieure à Ae, les photocellules détectent donc des franges de lumière (figure 5).

⑦ *Deux carrousels :* le carrousel de réception situé du côté détection comporte 6 positions accueillant des flacons de 20 ml, nous y plaçons un flacon poubelle (eau ultra-pure) et un flacon d'électrolyte. Le carrousel d'injection comporte 20 positions d'échantillons pour des flacons de 0,5ml et au centre 4 cuves d'électrolyte.

2-) Principe de la séparation

Après injection de l'échantillon, les espèces migrent sous l'effet de deux phénomènes:

★ *Mobilité électrophorètique µ:*

Elle dépend de la charge et de la taille de l'espèce considérée. Dans un champ électrique de force **E** (V/cm), un composé de mobilité propre µ ($cm^2/V.s$) se déplacera avec une vitesse de migration **v** (m/s) telle que **v=µ.E**

V : Voltage appliqué (V)

$$E = \frac{V}{L}$$

L : longueur du capillaire (cm)

★ *Flux électroosmotique µo:*

Il s'agit du mouvement d'ensemble du tampon de l'anode vers la cathode. Il dépend :

- de la valeur du champ appliqué.
- de la viscosité.

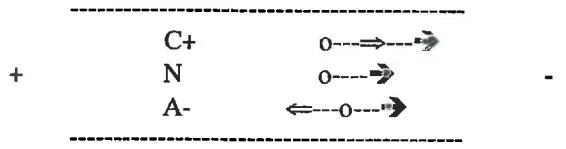
▪du pH du tampon

Phénomène important pour l'application de la CIA, il est généré par les propriétés chimiques de la silice qui compose le capillaire

Lorsque le pH de l'électrolyte est supérieur à 3, les sites silanols présents à la surface interne du capillaire s'ionisent et créent une couche négative, ce qui entraine la formation d'une couche positive (H_3O^+). Cette dernière provoque le déplacement de l'électrolyte vers la cathode quand le potentiel est appliqué.

Le flux s'apparente à un débit interne au capillaire allant de l'anode vers la cathode.

Le déplacement des ions dans le capillaire est la résultante de la mobilité propre et du flux électroosmotique :



➔ flux électroosmotique
⇒ mobilité de l'ion
(+) anode
(-) cathode
C+ cation
A- anion
N molécule neutre

3-) Traitement de l'acquisition

Les électrophérogrammes sont traités à l'aide de la méthode définie et programmée dans le logiciel par l'utilisateur. L'intégration automatique des pics pourra cependant être modifiée si nécessaire.

Tout d'abord, les étalons sont traités afin de définir la courbe de calibration de chaque élément. Chaque courbe représente l'évolution de la surface de pic intégrée en fonction de la concentration en élément.

Les solutions de contrôle sont ensuite traitées afin de vérifier la fidélité de la méthode au cours du temps.

Enfin, la détermination des concentrations des échantillons inconnus peut être effectuée.

4-) Applications

Nous nous intéresserons aux dosages suivants:

- Anions minéraux: NO_2^-, NO_3^-

Dans ce qui suit nous donnons les paramètres pour l'analyse.

Solution CHES (cyclohexylamino-éthanesulfonic acid) à 0.1 M
Composition de l'électrolyte : 15 mM de sulfate, 3 mM OFM-OH-, 2.5 mM CHES, pH 10.
Dans une fiole de 100 ml, mettre :

213 mg de Na2SO4
12.5 ml d'OFM-OH-
environ 50 ml d'eau ultrapure
2.5 ml de solution CHES à 0.1M

5-) Précision de la méthode au cours du temps

élément	NO_3^-
moyenne	
écart-type	
coefficient de variation	

Tableau 6 – Résultats statistiques sur les contrôles pour les anions

Par construction, nous devons obtenir un coefficient de variation inférieur à 2% pour une reproductibilité de 10 échantillons à 10 mg/l analysés à la suite.

Annexe 5

AZOTE TOTAL = AZOTE ORGANIQUE + AZOTE MINERAL

METHODE

A-) Minéralisation Kjeldhal-Olsen : (Guiraud, Fardeau, 1977 Ann. Agro)

❶Réduction des nitrate en ammonium.

Il s'agit de réduire au préalable le nitrate par le Fer réduit en milieu sulfurique dilué.

$$NO_3^- \xrightarrow[160°C]{\text{Fer réduit}} NH_4^+$$

L'ammonium ainsi formé se combine avec H_2SO_4 pour donner du $(NH_4)_2SO_4$

$$H_2SO_4 + 2NH_4^+ \rightarrow (NH_4)_2SO_4$$

Dans un matras de 250 ml on place

- -200 mg de poudre végétale séché à 70°C
- -1 g. de Fer réduit
- -20 ml de H_2SO_4 12 N.

Laisser à la température de la pièce environ 1 heure.

Chauffer lentement jusqu'à atteindre 160°C;

Laisser à cette température 1 heure 30 mn.

❷Réduction de l'azote organique sous forme ammoniacal

Après refroidissement (risque de réaction violente avec les matières organiques à chaud) on ajoute :

- 3 g de catalyseur (mélange de K_2SO_4, $CuSO_4$ et Sélénium dans un rapport 10/5/2)
- 7 ml de H_2SO_4 36 N

On chauffe à 360°C durant 4 heures jusqu'à clarification.

$$N_Organique \rightarrow NH_4^+ + H_2O + CO_2$$

L'ammonium obtenu se combine comme précédemment avec H_2SO_4 pour donner le sulfate d'ammonium.

B-) Distillation

Après refroidissement le résidu de la minéralisation est placé dans un ballon de distillation de 1 litre à 3 cols. Un col central pour la connection à la colonne vigreux, un col latéral pour la connection de l'arrivée de la vapeur d'eau et un col latéral pour connecter l'apport de Soude. A l'aide d'une allonge on connecte au réfrigérant à eau, un bécher de 250 ml contenant 25 ml d'eau permutée, 10 ml H_2SO_4 0,1 N et 2 gouttes d'indicateur coloré.

Lorsque tout le système est hermétiquement fermé (pas de risque de fuites en cours de distillation), on apporte 80 ml de soude à 50 % à l'aide de l'entonnoir prévu à cet effet. On déplace l'ammonium par une base forte suivant la réaction :

$$(NH_4)_2SO_4 + 2NaOH \dashrightarrow Na_2SO_4 + 2NH_3 \hookuparrow + H2O$$

Avec neutralisation de l'excès de H_2SO_4.

L'ammonium dégagé est entraîné par la vapeur d'eau et condensé dans le réfrigérant à eau sous forme de NH_4OH. On le recueille dans un excès de H_2SO_4 0,1 N.

❶*Réactifs.*

-Soude 50 % (400 g de soude en pastille dans 1 litre d'eau permutée)
-Solution H_2SO_4 0,1 N (prolabo)
-Solution NaOH 0,1 N (prolabo)
-Indicateur coloré (Tashiro), préparé comme suit :
0,2 g de rouge de méthyle
0,2 g de bleu de méthylène
dissoudre dans 100 ml d'éthanol

❷*Dosage en retour.*

Avant titration du distillat, celui-ci est porté à ébullition sur une plaque chauffante pour déplacer le CO_2. Ce gaz carbonique provient principalement de la vapeur d'eau qui est effectuée à partir de l'eau du réseau du bâtiment. La présence du CO_2 gène à la détermination du point d'équivalence lors du dosage en retour de l'excès de H_2SO_4 0,1 N par NaOH 0.1 N.

Le distillats refroidi est dosé en retour par une solution de NaOH 0, 1 N. Le point d'équivalence à lieu à pH 5,8. L' indicateur coloré, violet en milieu acide, vire au vert (milieu alcalin) au point d'équivalence

❷*Calculs*

Certain des réactifs utilisés peuvent contenir des traces de NH_4^+, de NO_3^- ou de N_organique. Pour éviter une erreur il faudra donc pour chaque série effectuer un dosage à blanc. C'est-à-dire effectuer une distillation avec un échantillon contenant uniquement les réactifs qui seront minéralisés suivant le protocole énoncé

Le Volume H_2SO_4 n'ayant pas réagi lors de la distillation à blanc correspond au volume de H_2SO_4 qui sera disponible pour l'échantillon, ce dernier sera légèrement inférieur à celui initialement mesuré (10 ml).

Volume de H_2SO_4 ayant réagi avec NH_4OH

$$V_{blanc} - V_{NaOH} = V_{réag}$$

Masse d'azote dans le volume d'échantillon distillé

$$V_{réag} \times 1,4 = M \text{ mg d'azote}$$

C-) Fiabilité de la méthode

A chaque analyse (minéralisation et distillation) des parties aériennes et souterraines des plants prélevés, nous avons utilisé un même échantillon de référence dont la teneur en azote total était connu. Sur cet échantillon de référence, nous avons étudié l'évolution des concentrations mesurées au cours de la durée des analyses. Un coefficient de variation de 3,5 % a été observé.

ANNEXE 6 : LA SONDE GAMMAMETRIQUE A TRANSMISSION

La sonde gammamétrique à transmission est utilisée pour mesurer en place, sur le terrain, la masse volumique du sol. Son intérêt majeur réside dans la possibilité de réaliser les mesures dans les couches superficielles du sol qui, du fait des actions humaines (travail du sol, roulage) et climatiques présentent des variations importantes de masse volumique de sol avec la profondeur. Elle se distingue en cela du gammadensimètre à diffusion, fréquemment couplé à l'humidimètre à neutrons, que leur géométrie rend inaptes aux mesures dans les zones à fort gradient vertical ou à proximité de l'interface sol-atmosphère.

Principe de la mesure

La mesure consiste à déplacer conjointement dans le matériau à ausculter et dans deux tubes en aluminium préalablement implantés une source radioactive (rayonnement gamma, source de Césium 137) et un détecteur séparés par une épaisseur connue de matériau (Figure 1).
Dans les faits, pour les appareils de terrain, la loi générale d'atténuation d'un faisceau gamma n'est pas vérifiée car le faisceau incident est géométriquement insuffisamment collimaté et non rigoureusement mono-énergétique). Elle est utilisée pour la choix de la forme de la relation d'étalonnage ainsi que le calcul des coefficient d'absorption massique du sol humide.

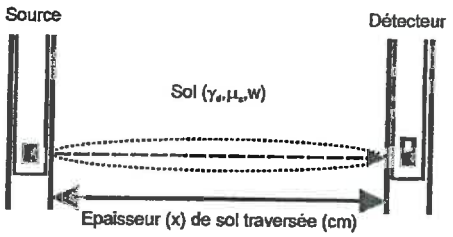


Figure 1 : Schéma de Principe de la mesure

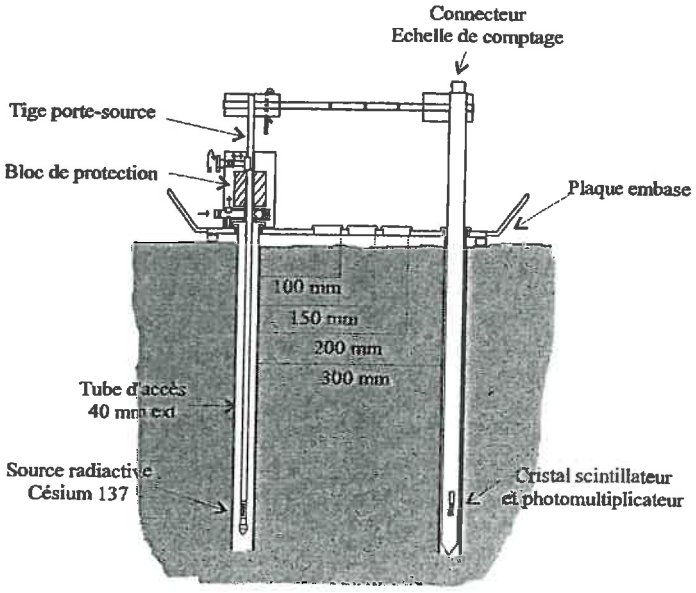


Figure 2 : Descriptif de la sonde LCPC -INRA

Etalonnage

La banc d'étalonnage de la sonde est constitué de trois blocs de matériaux dont les masses volumiques et coefficients d'absorption massiques ont été déterminés au laboratoire (Tableau 1). Les mesures sur les blocs sont complétées par des mesures dans l'eau. Le protocole détaillé de l'étalonnage est décrit dans la fiche d'étalonnage ci-jointe en annexe. Pour chaque épaisseur de mesure, on établit la relation linéaire en se ramenant au coefficient d'absorption de référence du calcaire $\mu_0 = 0{,}0776\ cm^2.g^{-1}$:

avec :

$$\gamma.\frac{\mu'}{\mu_0} = A.\ln C + B$$

γ masse volumique du matériau ($g.cm^{-3}$)
μ' coefficient d'absorption massique du matériau ($cm^2.g^{-1}$)
C comptage mesuré ($coups.sec^{-1}$)
A,B coefficients relation linéaire d'étalonnage.

Dénomination	Nature chimique	Dimensions (cm)	Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	Coefficient d'absorption μ' ($cm^2.g^{-1}$)
Eau				
Technyl	Produit de synthèse organique	50x40x10	1,144	0,0846
Tercé	Roche calcaire	50x40x10	2,121	0,0776
Larrys	Roche calcaire	50x40x15	2,484	0,0776

Tableau 1 : Caractéristiques des matériaux constituant le banc d'étalonnage.

Les résultats présentés à la figure 3 montrent que la linéarité est excellente.

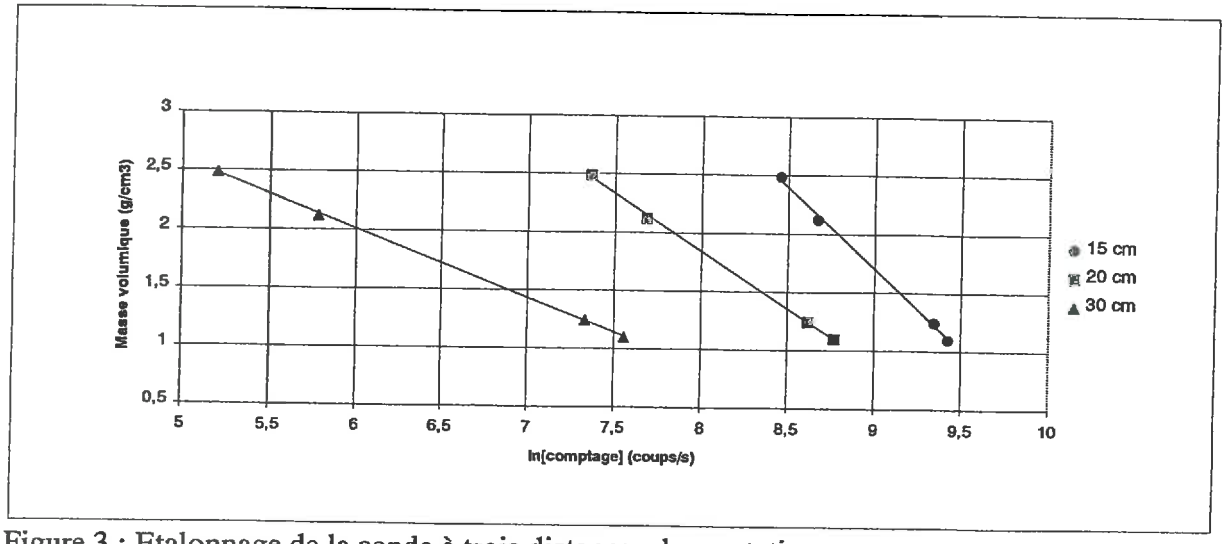


Figure 3 : Etalonnage de la sonde à trois distances de scrutation

Dans les conditions de terrain, l'utilisation de ces relations supposent un parallélisme suffisant pour négliger les variations de l'épaisseur de matériau traversé et de la distance source-détecteur (R). Cette condition peut ne pas être vérifiée. La solution la plus accessible est alors de mesurer cette distance (R) et d'appliquer la relation d'étalonnage :

avec : R=x+ d

x : épaisseur de sol traversé (cm)

$$x\gamma.\frac{\mu'}{\mu_0} = A'.\ln CR^2 + B'$$

d : diamètre du tube aluminium (cm)
A',B' : coefficients relation linéaire d'étalonnage.
Les résultats présentés à la figure 4 montrent que la linéarité est aussi excellente.

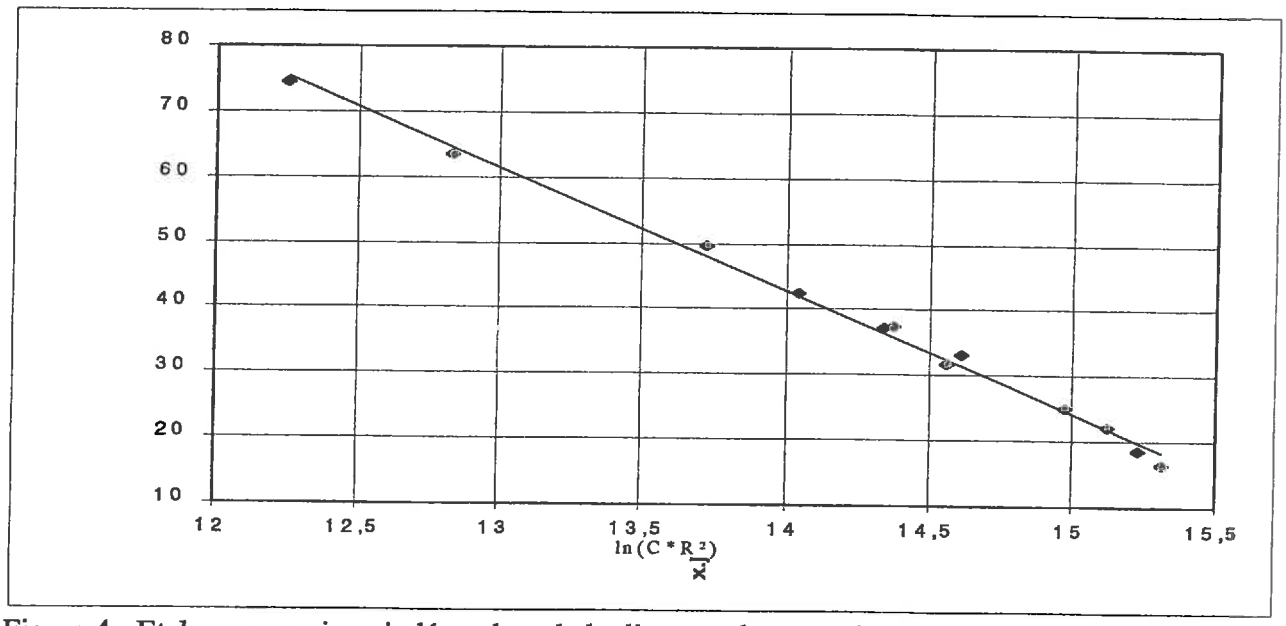


Figure 4 : Etalonnage unique indépendant de la distance de scrutation

Une étude de sensibilité (ref 2) montre que la correction de la distance source-détecteur peut induire une correction non-négligeable de la masse volumique.

Calcul de la masse volumique sèche

La correction de l'influence de la teneur en eau sur le coefficient d'absorption massique du sol humide μ' s'écrit de la façon suivante :

$$\gamma.\frac{\mu'}{\mu_0} = \gamma_d.\left(\frac{\mu_s}{\mu_0} + \frac{\mu_w}{\mu_0}.W\right)$$

Avec :

μ_s coefficient d'absorption massique du sol sec
(= 0.0776 $cm^2.g^{-1}$)

μ_w coefficient d'absorption massique de l'eau
(= 0.0857 $cm^2.g^{-1}$)

W teneur en eau pondérale (g/g de sol)

γ_d masse volumique du sol sec ($g.cm^{-3}$)

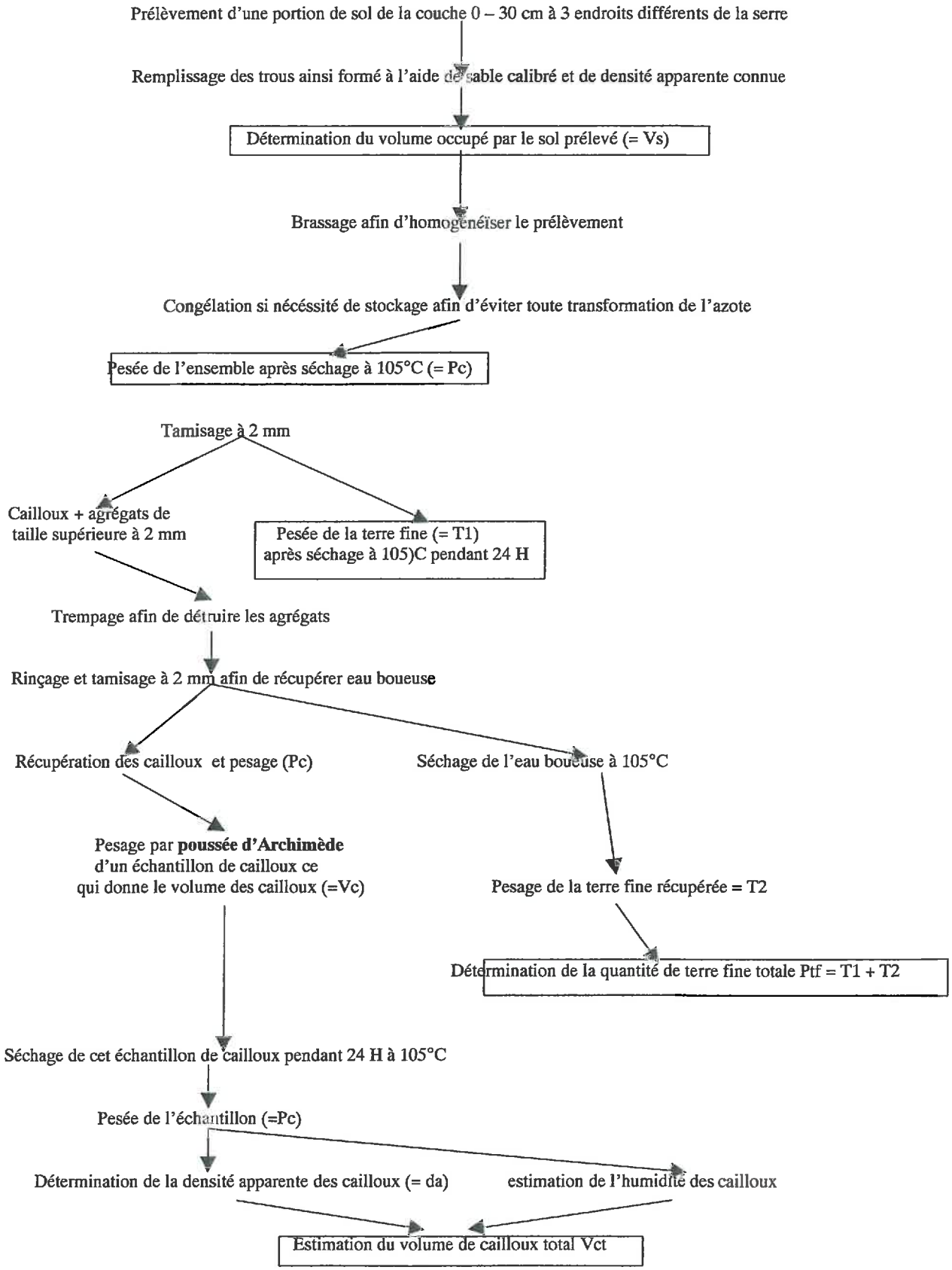
La détermination du profil de masse volumique sèche implique la caractérisation du profil de teneur en eau (W). Il est obtenu par la prise d'échantillons de sol lors du forage nécessaire à la pose des tubes aluminium ou entre les tubes après les mesures de comptage. L'humidité est déterminée par la méthode gravimétrique selon les spécifications de la fiche de mesure de référence.

Bibliographie

1- STENGEL P, GABILLY Y, BERTUZZI P, GAUDU J C et BRIFAULT A. 1986. La double sonde gamma LPC-INRA. Définition, expérimentation et utilisation en agronomie. Bull. liaison Ponts et Chaussées (FRA), 141: 109-120.

2- BERTUZZI P, BRUCKLER L, GABILLY Y and GAUDU J C. 1987. Calibration, field testing and error analysis of a gamma-ray probe for in situ measurement of dry bulk density. Soil Science (USA), 44: 425-436.

ANNEXE 7 : Schéma de principe de la détermination de la densité apparente de la terre fine sur sol caillouteux



ANNEXE 8 : METHODE AU SABLE

Objectif :

Mesurer la densité apparente d'un sol.

Principe :

Il est possible de connaître le volume occupé par un prélèvement de sol à partir d'un matériau à densité apparente connue. Ce matériau doit permettre de couvrir au mieux la surface très découpée du fond de la zone de prélèvement.
Le matériau est versé dans le trou du prélèvement de terre, remplissant alors le volume préalablement occupé.
Connaissant le poids de matériau introduit dans le trou, il est possible de déduire le volume, v, de sol prélevé.
Le poids de sol, m, est connu par pesée.
Sa densité apparente, d_a, est déduite par : $d_a = m / v$ en Kg / m3.

Avantage :

Alors que la sonde radiométrique gamma est rapide et précise en sol à faible charge en cailloux, elle devient trop imprécise et inutilisable en sols caillouteux.
La méthode au sable permet donc de mesurer une densité apparente de sol avec précision (+/- 0.23 % dans notre cas) et assez rapidement.

Protocole :

1. Etalonnage du matériau de remplissage

Le matériau utilisé est du sable de Fontainebleau calibré à quelques µm. Cette finesse de grain assure un remplissage suffisamment précis de la rugosité de la surface du trou.

Un cylindre, dont le poids à vide est mesuré au dixième de gramme et dont le diamètre D ainsi que la hauteur H sont mesurés au 1/20 de millimètre 10 fois chacun, est utilisé. Il est ensuite rempli de ce sable à l'aide d'un entonnoir permettant de contrôler la hauteur de chute. Puis il est pesé au dixième de gramme à 20 reprises.
Ce même entonnoir sera utilisé pour remplir le trou. En contrôlant la hauteur de chute du sable on peut considérer que le niveau de compaction du sable est reproductible.

Il est ainsi possible de déterminer le volume du cylindre et par ce fait la densité apparente du sable.

La précision de la méthode est de l'ordre de + / - 0.22 % dans notre cas

2. Application sur le terrain.

Un remplissage avec du sable étalonné et un pesage au dixième de gramme de seaux contenant quelques kilos est tout d'abord effectué.
Ensuite une portion de sol est prélevée et stockée dans un sac en plastique. Ce sol est conservé et pesé au dixième de gramme.

La surface moyenne du terrain à proximité du trou de prélèvement est délimitée à vue. La surface à proximité du trou est souhaitée la plus plane possible afin de ne pas avoir établir la surface moyenne d'un sol motteux. C'est sans doute la plus grosse source d'erreur de la méthode. Cette erreur est d'autant plus importante que la surface à reconstituer est grande.

Il convient ensuite de remplir le trou à l'aide du sable contenu dans les sceaux (dont le poids de sable est connu) à l'aide du même entonnoir que celui utilisé lors de l'étalonnage du sable.

L'arrêt du remplissage est décidé au moment ou le manipulateur considère que le niveau atteint par le sable est représentatif du niveau atteint précédemment par le sol prélevé. Dans notre cas (surface plane, diamètre du trou d'environ 30 cm) on admet plus ou moins un entonnoir, soit 4 % d'erreur sur la masse mesurée.

Il est ainsi possible de connaître le poids de sable introduit pour remplir le volume occupé par le sol avant prélèvement.

Connaissant la densité du sable il est facile de déterminer le volume occupé par le sol prélevé.

Connaissant le volume de sol et son poids nous pouvons en déduire sa densité apparente en Kg / m3 avec une précision de plus de 95 %.

ANNEXE 9 : MESURE DU VOLUME DES CAILLOUX PAR POUSSEE D'ARCHIMEDE[1].

Objectif :

Afin de déterminer la densité de terre fine à l'hectare, il est utile de déterminer le volume occupé par les cailloux sur le terrain.

Principe :

La porosité d'un échantillon de cailloux de poids sec connu est préalablement saturée. Ensuite son volume apparent est mesuré par pesée hydrostatique dans le même liquide. En réalité il suffit que le taux saturation de la porosité soit telle qu'il ne soit pas dépassé lors de l'immersion au cours de la pesée hydrostatique. Dans notre cas, de l'eau s'avère un liquide adéquat.

Protocole :

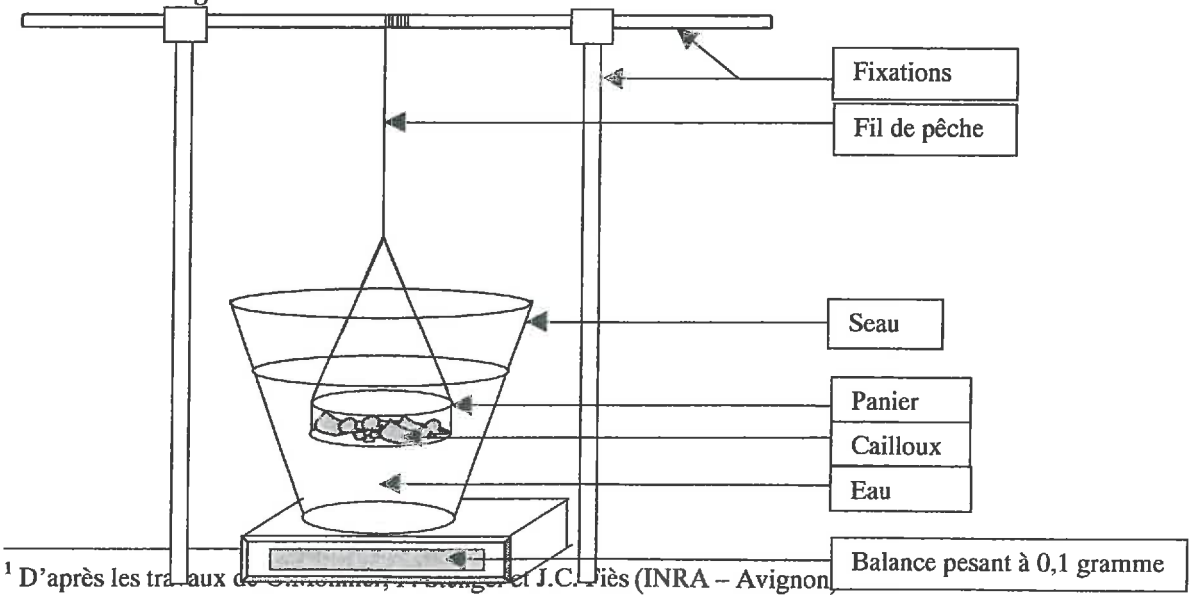
Sur un prélèvement de sol séché, dont la masse et le volume (Cf. Méthode au sable) sont connus, un tamisage à 2 mm permet de récupérer une grande partie de la terre fine. Une petite quantité de la terre restée collée aux cailloux et une fraction non négligeable dans notre cas reste sous forme d'agrégats très durs, de diamètre supérieur à 2 mm, donc non séparables des cailloux lors du tamisage.

Afin de ne conserver que les cailloux issus du prélèvement de sol, un trempage de la fraction supérieure à 2 mm est effectué. Ainsi les agrégats se délitent et la terre se décolle des cailloux. Un nouveau tamisage, toujours à 2 mm, couplé à un rinçage, permet de ne récupérer que les cailloux. Cette opération a montré une diminution du poids de cailloux de l'ordre de 10 % environ.

Une fraction de cailloux est mise à tremper pendant 24 heures dans de l'eau afin de saturer leur porosité.

La mesure du volume de cet échantillon peut alors débuter.

Le dispositif de mesure (Voir ci-après) est composé d'un seau rempli d'eau, d'un panier (tamis de 0.5µm) et de 25 cm de diamètre retenu par des fils de pêche à une barre horizontale maintenue au-dessus du seau. Le tout est placé au-dessus d'une balance pesant au dixième de gramme.



[1] D'après les tra aux de [illegible] et J.C. iès (INRA – Avignon)

Avant d'immerger les cailloux dans l'eau du dispositif de mesure, il convient de les essuyés à l'aide d'un papier type essuie - tout. La raison de cette opération est que le film d'eau présent à la surface des cailloux entraîne une surestimation du volume de ceux-ci et d'autant plus que leur taille diminue et que leur nombre augmente.

Le volume des cailloux est déterminé par une mesure de la poussée hydrostatique exercée sur l'échantillon immergé avec son panier dans l'eau.
Si P (Kg) est la poussée enregistrée sur l'ensemble panier + échantillon, P_0 (Kg) la poussée qui s'exerce sur le panier seul, p *(Kg) le poids de l'échantillon sec et* d *la densité du liquide de mesure (= 1000 Kg / m^3 car nous utilisons de l'eau), alors la densité apparente* d_a *est donnée par la formule :*

$$d_a = p \cdot \frac{d}{P - P_0} \qquad \text{en } Kg / m^3$$

L'erreur de pesée est très faible avec cette méthode : $\Delta p / p$ *est négligeable et* $\Delta (P - P_0) / (P - P_0)$ *est aussi négligeable dans notre cas puisque P-P0 est de l'ordre de quelques centaines de grammes alors que* $\Delta (P - P_0)$ *est de 2 mg.*

Il est maintenant aisé de déterminer le volume utilisé par les cailloux Vc *(m^3) dans un échantillon de sol. Nous connaissons, en plus de la densité apparente des cailloux* d_a *(Kg / m^3): d'une part le volume occupé par l'échantillon de sol* Vs *(m^3) (Cf. méthode au sable) et d'autre part le poids de cailloux total* Pc *. Ainsi :*

$$Vc = \frac{100 \cdot Vs \cdot Pc}{da} \qquad \textbf{en \%}$$

Applications possibles :

La détermination du pourcentage volumique de cailloux nous permet de calculer facilement :

- *La densité apparente de la terre fine* d_a' *(Kg / m^3), en pesant la terre fine sèche* Ptf *(Kg) de l'échantillon de sol :*

$$d_a' = \frac{Ptf}{Vs - Vc}$$

➢ *La quantité à l'hectare* q *(Kg / Ha) d'un élément z contenu dans la terre fine en proportion connue par unité massique de sol* q' *(mg / Kg). Dans ce cas il faut connaître l'épaisseur* e *(m) de la couche de sol considérée :*

$$q = \frac{q' \cdot d_a' \cdot e \cdot (100 - Vc)}{10\,000}$$

Avec Vc *en % toujours.*

ANNEXE 10 : Cinétique de minéralisation de l'Azote et du Carbone

Mode Opératoire de référence

① Préparation du sol et des engrais

Les sols utilisés doivent être prélevés en sortie d'hiver avant le travail du sol. Les échantillons seront séchés à l'air jusqu'à obtention d'une humidité d'environs 15 % (Limitation de la perturbation du sol et des "flush effects". Le séchage du sol provoque rapidement une forte extra minéralisation. **CAMPBELL (1978)** a passé en revu les phénomènes pouvant l'expliquer, et parmi ceux-ci la minéralisation des cellules autolysées à la suite du séchage à l'air représente probablement la contribution majeure de l'extra minéralisation. L'azote minéralisé initialement provient du cytoplasme bactérien.
Le sol est tamisé entre 2 et 3,15 mm après élimination des cailloux et des résidus grossiers. Les agrégats sont amenés à une humidité pondérale d'environs 20%. De fait, l'humidité est à ajuster en fonction des pratiques culturales. **ROBIN** (1994) a caractérisé du point de vue granulométrique et de la composition en azote et carbone, la fraction entre 2 et 3.15 mm, ainsi que celles <1 mm et entre 1 et 2 mm. Il a montré qu'aucune différence n'existait entre les différentes fractions testées. La fraction >3.15 mm est considérée comme inexploitable car correspond au sable.
Le sol subira une pré-incubation de 1 à 2 semaines à la température de l'expérience. Suivant l'époque au champ on se placera à 15°C (automne-hiver), 20°C (printemps), 25°C (été). Cette préparation est stockée dans une boîte à fermeture hermétique durant deux semaines pour minimiser l'extraminéralisation (**SULCE**, 1993).

On travaillera sur des massifs d'agrégats de diamètre compris entre 2 et 3.15 mm (**FAZZOLARI CORREA**, 1989), le sol prélevé in situ est séché à l'air jusqu'à une humidité pondérale d'environ 2 à 3 %, afin de le stabiliser. Il est ensuite tamisé entre 2 et 3.15 mm et les agrégats sont amenés à une humidité d'environ exactement 20 %.

Le sol est prélevé pour les besoins de l'étude dans les horizons 0-30 cm, 30-60 cm et 60-90 cm (≈10 Kg par horizon).

② Réalisation des incubations

Il est réalisé une série avec (sol + engrais) et une série sol seul. Chaque échantillon élémentaire est constitué de 30 g de sol à 20 % d'humidité, soit 26 g de terre sèche. Les engrais (20 mg) broyés sont à une granulométrie comprise entre 100 et 300 µm et sont mélangés aux agrégats de sol à l'aide d'une spatule. Ils correspondent aux doses apportées par l'exploitant (3T/ha)

L'échantillon pesé est placé dans un bocal étanche de 1 litre. Un volume d'eau déminéralisée d'environ 50 ml est placé au fond du bocal afin de limiter les pertes d'eau par évaporation. Dans chaque bocal, un bêcher contenant 5 ml de NaOH 0.25 N est placé pour piéger le CO_2 dégagé au cours de l'incubation (Cf. figure). Les bocaux sont placés à l'obscurité dans une enceinte thermostatée à 20 ± 1°C.

A chaque date de prélèvement, trois échantillons sont détruits pour analyse, les bêchers contenant la NaOH sont dosés et changés, les bocaux sont aérés et l'humidité des échantillons de sol est éventuellement réajustée. Pour ce faire on pèse chacun des échantillons de sol.

③ Dosages à réaliser à chaque date de prélèvements.

-Le CO_2 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.
-L'azote nitrique de la solution du sol.

Extraction de la solution du sol par H2O déminéralisée

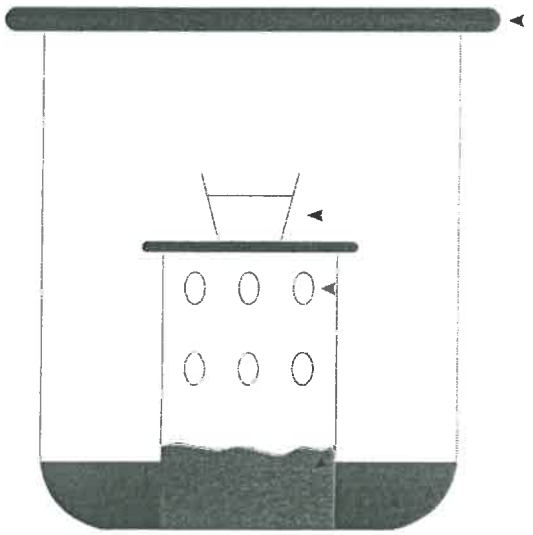
Mettre dans un flacon plastique de 500 ml à fermeture hermétique environ exactement 100 g de sol humide et 200 ml d'eau déminéralisée. La quantité de sol humide et le volume d'eau déminéralisée seront modulés en fonction de la taille de l'échantillon, mais il faudra toujours respecter le rapport sol/H2O = 1/2.
-Agitation mécanique 1/2 heure.
-Filtration sur filtre moyen ou lent suivant la texture du sol.
-Microfiltration sur filtre de 0.45µm.
la solution servira pour le dosage des anions minéraux NO2, NO3.

Dosage de NO2 et NO3 par électrophorèse capillaire : méthode CIA.

Bibliographie

CAMPBELL C.A., BIEDERBECK V.O. (1982) . Changes in mineral N and numbers of bacteria and actinomycetes during two years under wheat-fallow in Southwestern Saskatchewan, *Canadian Journal of Soil Science*, **62**, 125-137.
FAZZOLARI CORREA E. (1989) . La réduction dissimilative du nitrate dans les sols, *Thèse de Doctorat d'Ecologie Microbienne*, Lyon I, 202 p.

ROBIN D. (1994) . Effet sur la disponibilité de l'azote sur les flux bruts de carbone et d'azote au cours de la décomposition des résidus végétaux dans le sol, *Thèse de Doctorat*, INA-PG, 201 p.



ANNEXE 11 : Dosage du CO_2 dégagé lors d'une incubation

Le CO_2 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 8,62. Pour chaque date de prélèvement, il a été calculé la moyenne, l'écart type et le coefficient de variation. L'analyse des résultats de production de CO_2 montre que lorsque le nombre d'échantillons devient supérieur à 15, le coefficient de variation devient supérieur à 10 %. Les échantillons n'étant pas placés sous atmosphère inerte, piègent pendant l'analyse le CO_2 atmosphérique. Les mesures seront à l'avenir effectuées sur 10 échantillons.

Le CO2 piégé dans la soude provient du compost et de la matière organique du sol. Pour distinguer les compartiments producteurs de CO_2, il aurait été nécessaire d 'en marquer un au carbone 14.

On pourra distinguer le CO_2 en provenance du compost de la matière organique du sol, en effectuant l'incubation pour l'horizon 0-30 cm en présence et absence de compost.

Dosage en retour. L'excès de NaOH 0,25 N est dosé par HCl 0,25 N (point d'équivalence à pH 8,62).

Principe : Dans le bocal, le sol va produire un dégagement de CO_2, celui-ci va réagir avec la solution de soude :

$$NaOH + CO_2 \rightarrow NaHCO_3$$

A chaque prélèvement de sol, un dosage en retour de l'excès de soude 0.25 N est effectué par une solution de HCl 0.25 N. On a alors la réaction :

$$NaOH + HCl \rightarrow NaCl + H_2O$$

1 litre de NaOH (0.25 N) → neutralise → 1 litre de HCl (0.25 N)
10 g de NaOH ----------> neutralise → 9.125 g de HCL
2 moles de NaOH ---------> réagissent → 1 mole de H_2CO_3
1 ml de NaOH (0.25 N)---> réagit → 1 ml de H_2CO_3
10 mg de NaOH ----------> réagissent → 7.75 mg de H_2CO_3 ou 1.5 mg de C

Calculs

Vo = 10 ml de NaOH 0.25 N
V1 = Volume de HCl 0.25 N
V2 = Vo - V1 = Volume de soude ayant réagi avec le CO_2
V2 * 1.5 = masse de carbone en mg dégagée par l'échantillon

		Sol seul			*Sol+engrais*	
Jours	*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
150	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
169	0,83±0,08	9,40	8	0,68±0,03	4,21	8
176	0,99±0,03	2,96	6	1,09±0,08	7,38	5
182	0,38±0,02	3,27	3	0,38±0,01	1,86	3

Précision du dosage du CO_2 pour la parcelle de Monteux.

Annexe 12

Dosage du Carbone organique soluble dans la solution du sol.

SHIMADZU TOC-5000/5000A

Principe de la mesure

Il existe deux méthodes de détermination des concentrations en carbone organique soluble (TOC ou NPOC). La première consiste à doser le carbone total (TC) puis le carbone inorganique (IC), le carbone organique soluble est égal à la différence entre le carbone total (TC) et le carbone inorganique (IC). Cette méthode est utilisée dans le cas d'un sol riche en composés organiques volatils. La deuxième méthode, plus précise puisque directe, consiste à éliminer le carbone inorganique (IC) par acidification du milieu. Elle est utilisée dans le cas de sols pauvres en composés organiques volatils.

I-) Mesure du carbone total (TC).

Le carbone total (TC) se compose du carbone organique total (TOC) et du carbone inorganique (IC) qui sont les carbonates et les bicarbonates.

Le tube à combustion du carbone total (TC) est rempli de catalyseur d'oxydation et chauffé à 680°C. Le gaz vecteur, air ultra pur, est introduit dans ce tube après humidification par un humidificateur et régulation du débit à 150 ml/mn (contrôleur de pression et de flux massique).

Une fois l'échantillon introduit via un injecteur, dans le tube à combustion TC, tout le carbone de l'échantillon est brûlé et décomposé en CO_2. Le gaz vecteur contenant le produit de la combustion issu du tube à combustion passe à travers le récipient contenant le réactif carbone inorganique, puis est refroidi et asséché par un humidificateur (effet Pelletier). Il passe en suite à travers un piège halogène, puis dans la cavité échantillon de la cellule de détection à infrarouge non dispersif (NDIR), où a lieu la détection du CO2. La cellule NDIR génère un signal de détection (analogique) qui représente un pic dont la surface est calculée par unité de traitement de données. Cette aire est proportionnelle à la concentration de carbone total dans l'échantillon. On aura donc des courbes d'étalonnage exprimant la relation entre la surface du pic et la concentration des solutions standards de carbone total (TC), auxquelles on référera les échantillons de concentration inconnue.

II-) Mesure du carbone inorganique (IC).

L'échantillon est introduit par injection dans un récipient carbone inorganique IC, ou le gaz vecteur passe sous forme de fines bulles dans la solution acidifiée par le réactif IC. Seuls les carbones inorganiques de l'échantillon sont transformés en CO_2 qui est détecté par la cellule NDIR. La concentration en IC se détermine de la même façon que celles en TC, par référence à une droite d'étalonnage.

III-) Mesure du carbone organique total (TOC).

La concentration carbone organique total (TOC) s'obtient en soustrayant la concentration en IC calculée, suivant le mode opératoire II-) de la concentration en TC calculée suivant le mode opératoire I-).

IV-) Mesure du carbone organique non purgeable (NPOC).

La concentration en carbone organique total s'obtient de façon différente si l'échantillon a été acidifié avant d'être quantifié par l'appareil. Ce dernier fait barboter automatiquement l'échantillon acidifié avec de l'air ultra pur de façon à éliminer le carbone inorganique (IC) avant de mesurer la concentration en carbone organique total en procédant suivant I-), comme pour le TC. La mesure obtenue est généralement considérée comme le carbone organique total. Ce carbone organique est non volatil, c'est-à-dire le carbone qui ne sera pas chassé pendant le barbotage, comme le seront au contraire, à température ordinaire, les carbones organiques volatils (solvants organiques par exemple) que peut contenir l'échantillon. Ces carbones organiques chassés au barbotage sont appelés carbones organiques purgeables (POC).

Mode opératoire

I-) le catalyseur

Il existe deux types de catalyseur :

-Catalyseur normal -Catalyseur de platine avec support sphérique d'aluminium. Dans ces conditions on peut injecter un volume maximum d'échantillon de 100 µl (catalyseur utilisé au laboratoire).

-Catalyseur haute sensibilité sera utilisé pour des teneurs inférieures à 5 mg/l. Dans ses conditions on peut injecter un volume d'échantillon maximum de 2100 µL.

II-) Solutions étalons.

-La solution d'hydrogénophtalate de potassium sera utilisée pour établir les droites d'étalonnage du carbone total (TC).

La solution standard est préparée à 10 g de carbone par litre, soit 1,0625 g d'hydrogénophtalate de potassium à dissoudre dans 50 ml (utilisation d'une fiole jaugée certifiée). La solution sera stockée à l'abri de la lumière et à 4°C.

-La solution de carbonate de sodium et de bicarbonate de sodium sera utilisée pour établir les droites d'étalonnage du carbone inorganique (IC).

La solution standard est préparée à 5 g de carbone par litre, soit de 1,104 g carbonate de sodium et 0,875 g de bicarbonate de sodium à dissoudre dans 50 ml (utilisation d'une fiole jaugée certifiée). La solution sera stockée à l'abri de la lumière et à 4°C.

La durée de conservation de ces solutions ne devra pas excéder 4 mois (d'après les contrôles de Shimadzu).

III-) Droites d'étalonnage

La gamme de mesure s'étale entre 1 ppm à 1000 ppm. Dans notre cas, la bibliothèque contient les droites d'étalonnage pour le carbone total (TC) et le carbone inorganique (IC) suivantes :

C total	étalon 1	étalon 2	étalon 3	étalon 4
	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
Gamme 1	0	4	10	20
Gamme 2		20	40	100
Gamme 3		100	200	400
Gamme 4		400	800	1000

C inorganique	étalon 1	étalon 2	étalon 3	étalon 4
	mg/l	mg/l	mg/l	mg/l
Gamme 1	0	5	10	20
Gamme 2		20	50	100
Gamme 3		100	200	500
Gamme 4		500	800	1000

Lors de la constitution de la bibliothèque d'étalonnage, vérifier la continuité de 0 à 1000 mg/l.

Reproductibilité pour des concentrations inférieures à 1000 ppm : l'écart-type est inférieur à 2 % de la gamme de détection pleine échelle. Des tests de reproductibilité ont été effectués sur 5 échantillons (cf. tableau).

Concentrations	Moyenne	Ecart-type	Concentrations	Moyenne	Ecart-type
TC 10 mg/l	10,79	0,20	IC 10 mg/l	11,59	0,05
TC 40 mg/l	39,33	0,26	IC 50 mg/l	51,03	0,17
TC 200 mg/l	199,63	2,99	IC 200 mg/l	201,28	1,31
TC 800 ml/l	848,98	16,22	IC 800 ml/l	805,21	5,62

IV-) Contrôle.

Chaque jour en début et fin de journée, on vérifiera la validité de l'étalonnage avec des échantillons de contrôle. Pour ce faire, on utilisera la démarche de vérification de la continuité de l'étalonnage, à savoir :

Pour le carbone inorganique

Un étalon de concentration 20 mg/l sera mesuré avec les droites : Gamme_1 et Gamme_2 ;
Un étalon de concentration 100 mg/l sera mesuré avec les droites : Gamme_2 et Gamme_3 ;
Un étalon de concentration 500 mg/l sera mesuré avec les droites : Gamme_3 et Gamme_4 ;

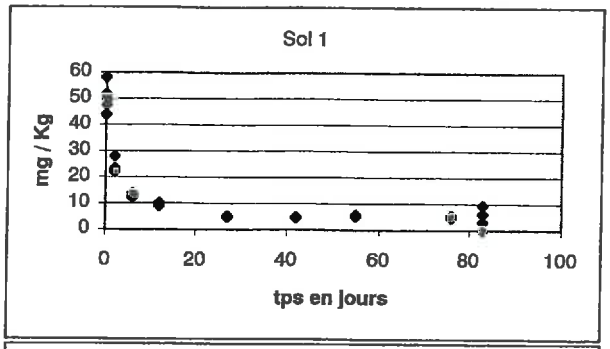
Pour le carbone total

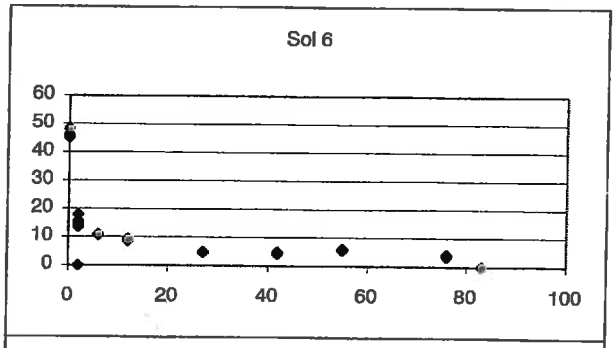
Un étalon de concentration 20 mg/l sera mesuré avec les droites : Gamme_1 et Gamme_2 ;
Un étalon de concentration 100 mg/l sera mesuré avec les droites : Gamme_2 et Gamme_3 ;
Un étalon de concentration 400 mg/l sera mesuré avec les droites : Gamme_3 et Gamme_4 ;

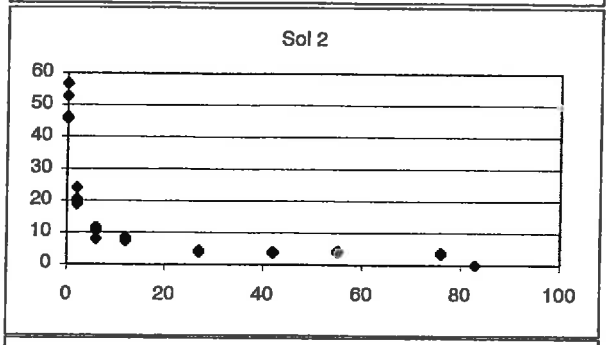
V-) Préparation de l'échantillon.

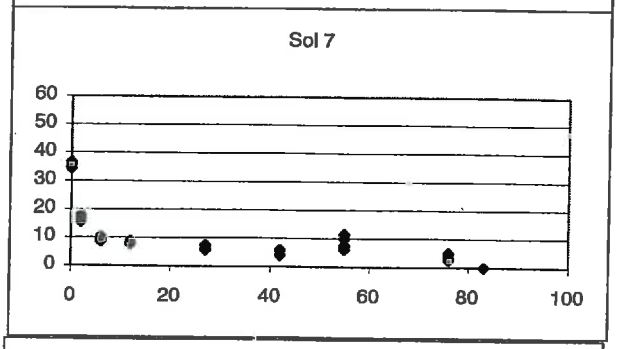
Il est possible de procéder à l'extraction de la solution du sol par dilution du sol avec H_2O déminéralisée ou une solution de K_2SO_4.
L'extraction à l'eau (rapport sol/eau déminéralisée ≈ ½) solubilisera d'avantage les grosses molécules. L'extraction à partir d'une solution de K_2SO_4, favorise plutôt la mise en solution des petites molécules qui sont plus facilement métabolisables par les micro-organismes. Lors de l'extraction de la solution du sol par dilution dans l'eau ou une solution de K_2SO_4, on effectuera une préfiltration sur filtre rapide dégraissé à l'éther, suivie d'une microfiltration sur membrane 0,45 µm.
Dans tous les cas, la solution sera conservée à 4°C en présence d'azide de sodium : à savoir, pour 30 ml de solution échantillon, 300 µl de solution d'azide à 30g/l.

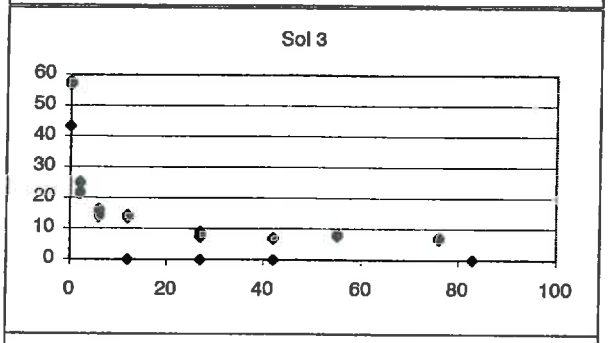
ANNEXE 13 : Cinétiques de dégagement de CO2 lors de l'incubation des sols

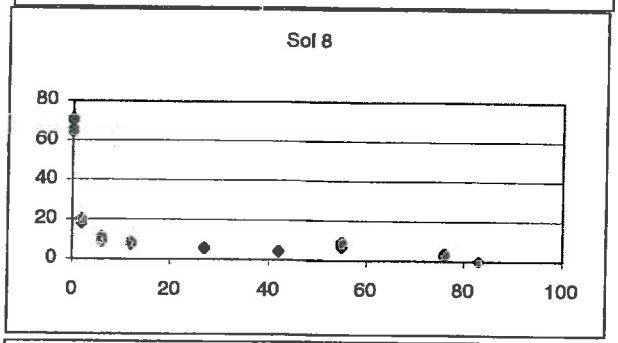


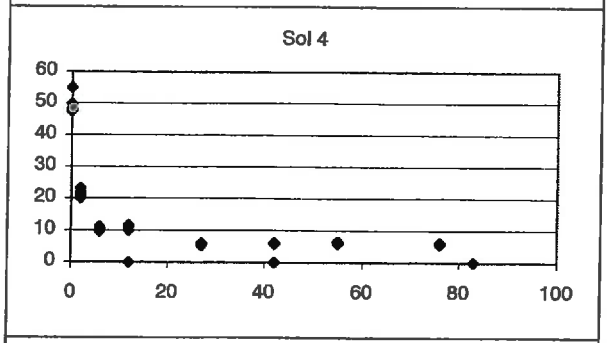


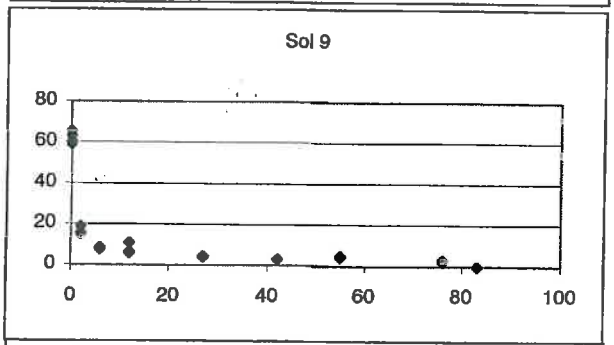


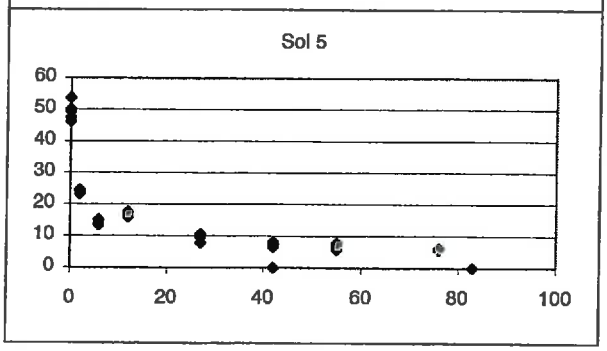


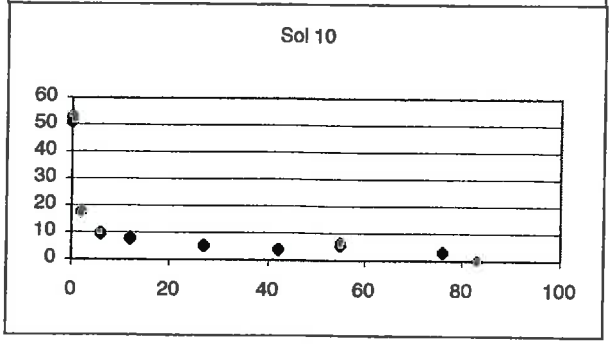












ANNEXE 14 : Comparaison des écart types sur les mesures du nitrate dégagé lors de la minéralisation de chaque sol.

