

https://lib.uliege.be



https://matheo.uliege.be

Mesure des flux de N2O d'un sol agricole : Dynamique des émissions et impact du travail du sol sur le bilan saisonnier

Auteur : Delespesse, Matthieu
Promoteur(s) : Heinesch, Bernard; Longdoz, Bernard
Faculté : Gembloux Agro-Bio Tech (GxABT)
Diplôme : Master en bioingénieur : sciences et technologies de l'environnement, à finalité spécialisée
Année académique : 2020-2021
URI/URL : http://hdl.handle.net/2268.2/13141

Avertissement à l'attention des usagers :

Tous les documents placés en accès ouvert sur le site le site MatheO sont protégés par le droit d'auteur. Conformément aux principes énoncés par la "Budapest Open Access Initiative" (BOAI, 2002), l'utilisateur du site peut lire, télécharger, copier, transmettre, imprimer, chercher ou faire un lien vers le texte intégral de ces documents, les disséquer pour les indexer, s'en servir de données pour un logiciel, ou s'en servir à toute autre fin légale (ou prévue par la réglementation relative au droit d'auteur). Toute utilisation du document à des fins commerciales est strictement interdite.

Par ailleurs, l'utilisateur s'engage à respecter les droits moraux de l'auteur, principalement le droit à l'intégrité de l'oeuvre et le droit de paternité et ce dans toute utilisation que l'utilisateur entreprend. Ainsi, à titre d'exemple, lorsqu'il reproduira un document par extrait ou dans son intégralité, l'utilisateur citera de manière complète les sources telles que mentionnées ci-dessus. Toute utilisation non explicitement autorisée ci-avant (telle que par exemple, la modification du document ou son résumé) nécessite l'autorisation préalable et expresse des auteurs ou de leurs ayants droit.



MESURE DES FLUX DE N₂O D'UN SOL AGRICOLE : DYNAMIQUE DES ÉMISSIONS ET IMPACT DU TRAVAIL DU SOL SUR LE BILAN SAISONNIER

MATTHIEU DELESPESSE

TRAVAIL DE FIN D'ÉTUDES PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE MASTER BIOINGÉNIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT

ANNÉE ACADEMIQUE 2020 - 2021

CO-PROMOTEURS : BERNARD HEINESCH ET BERNARD LONGDOZ

© Toute reproduction du présent document, par quelque procédé que ce soit, ne peut être réalisée qu'avec l'autorisation de l'auteur et de l'autorité académique¹ de Gembloux Agro-Bio Tech. Le présent document n'engage que son auteur.

© Any reproduction of this document, by any means whatsoever, may only be made with the authorization of the author and the academic authority of ² Gembloux Agro-Bio Tech. This document is the soleresponsibility of its author

^{1.} L'autorité académique est représentée par le promoteur, membre du personnel enseignant de GxABT (Bernard Heinesch)

^{2.} The academic authority is represented by the thesis supervisor, a member of the GxABT teaching staff (Bernard Heinesch)



MESURE DES FLUX DE N₂O D'UN SOL AGRICOLE : DYNAMIQUE DES ÉMISSIONS ET IMPACT DU TRAVAIL DU SOL SUR LE BILAN SAISONNIER

MATTHIEU DELESPESSE

TRAVAIL DE FIN D'ÉTUDES PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE MASTER BIOINGÉNIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT

ANNÉE ACADEMIQUE 2020 - 2021

CO-PROMOTEURS : BERNARD HEINESCH ET BERNARD LONGDOZ

Remerciements

Ce Travail de Fin d'Études n'aurait jamais pu aboutir sans l'aide indéfectible de plusieurs personnes à qui je souhaite témoigner toute ma gratitude :

Bernard Heinesch et Bernard Longdoz, mes promoteurs : votre disponibilité et vos conseils judicieux ont grandement contribué à guider mon travail et alimenter mes réflexions.

François Boland, dont le doctorat porte sur le même sujet : ton aide et ton soutien ont été indispensables tout au long de ma démarche. Tes encouragements et ta philosophie de vie m'ont accompagné et m'accompagneront bien au-delà de l'issue de ce travail.

Alain Deback et Henri Chopin, techniciens : Alain, je suis heureux d'avoir encore pu bénéficier de tes connaissances à la toute fin de ta carrière. Henri, merci à toi aussi d'avoir partagé tes compétences techniques et humoristiques.

Alice Ippersiel, Charlotte Debray, Félicie Chaumont et Nicolas Cavaillé : un immense merci pour le temps accordé à la relecture de mon document et la correction de ses imperfections.

Diego Garcia, Hugo Vanvarembergh, Valentin Derbaix, Yannis Govaerts, mes compagnons de route : vous avez supporté, dans tous les sens du terme, cette aventure vorace en temps et en énergie.

Victor Herman, Audrey Djamko, Laurent Bataille, amis et camarades de travail : votre soutien moral et intellectuel m'a beaucoup aidé lors de la finalisation de ce travail.

Mes parents, mes frères et ma sœur : merci d'être là pour moi, votre présence constitue une de mes plus grandes forces.

Résumé

Le passage du labour conventionnel (*conventional tillage*, CT) au travail du sol réduit (*reduced tillage*, RT) en grandes cultures impacte le bilan en gaz à effet de serre de manière variable, entre autres en raison des variations spatio-temporelles des conditions édaphiques qui conduisent à la production et à la consommation microbienne de N₂O. Dans ce contexte, ce travail avait pour objectif l'analyse de la dynamique des flux de N₂O et l'évaluation de l'impact du type de travail du sol sur les échanges de N₂O par un sol agricole sous culture de betteraves sucrières.

Une expérience a été mise en place sur deux parcelles d'un essai à long-terme (13 ans) de travail du sol différencié sur un sol limoneux à Gembloux, l'une étant labourée (0-25 cm) et l'autre ne subissant qu'un travail superficiel du sol (0-10 cm). Les résidus de la culture précédente (pailles de blé) ainsi que l'interculture (moutarde, pois, féverole) ont été incorporés sur les deux traitements. Dans chaque parcelle, les flux de N₂O et CO₂ ont été mesurés en continu (période de mesure = 4 h) pendant deux mois à partir du semis, à l'aide d'un système automatisé constitué de 8 chambres fermées dynamiques. La dynamique des propriétés physiques (teneur en eau, température, concentration en O₂, densité apparente) et chimiques (NO₃⁻ et NH₄⁺) du sol à trois profondeurs (0-10, 10-20 et 20-30 cm) a également été suivie.

Sur les deux mois de mesure, les flux moyens de N₂O n'étaient pas significativement différents entre les deux modalités, bien qu'une tendance à des flux supérieurs sur RT par rapport à CT ait été observée (41,36 ± 18,66 vs 14,61 ± 5,24 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹). La différence de flux de CO₂ entre RT et CT n'était pas non plus significative (77,27 \pm 22,37 vs $66,21 \pm 18,21 \ \mu g \ CO_2$ -C.m⁻².s⁻¹). Sur chacun des traitements, plus de 70 % des émissions de N₂O ont été mesurées lors de deux épisodes survenus après des précipitations intenses. Le premier épisode a été associé à de la nitrification en raison de l'accroissement de la concentration en NO_3^- et la réduction des teneurs en NH_4^+ dans les premiers 10 cm du sol. Le second épisode a surtout été observé sur RT, où la baisse des concentrations en NO₃⁻ et O₂ dans l'horizon de surface suggère que la dénitrification était le principal processus à l'œuvre. Une corrélation importante a été observée entre le logarithme en base 10 des flux de N₂O ($\log_{10}(f_{N_2O})$) et CO₂ ($\log_{10}(f_{CO_2})$), et montre un lien probable entre la production de N₂O et la minéralisation de la matière organique. La diffusivité relative des gaz (D_p/D_o) dans le premier horizon du sol (0-10 cm) était le meilleur prédicteur des flux de N₂O parmi les paramètres physiques mesurés en continu. $log_{10}(f_{CO_2})$ et D_p/D_0 en surface ont par ailleurs expliqué 77 et 84 % des flux de N₂O respectivement sur CT et RT.

Les flux de N₂O ont été caractérisés par une variabilité spatiale importante sur les deux modalités, pouvant avoir pour origine la présence de *hotspots* à micro-échelle probablement dus à des résidus de culture. Cette variabilité, qui a limité la capacité de comparaison des pratiques étudiées, montre la nécessité d'améliorer la description de la variabilité spatiale des flux de N₂O, ainsi que l'utilité d'une approche de modélisation pour accroître la compréhension des processus à l'œuvre.

Abstract

The transition from conventional tillage (CT) to reduced tillage (RT) on cultivated lands has a variable impact on the greenhouse gas balance, among other things due to spatio-temporal variations in edaphic conditions that lead to microbial production and consumption of N₂O. In this context, the objective of this work was to analyze the dynamics of N₂O fluxes and to evaluate the impact of tillage practices on N₂O exchange by an agricultural soil under sugar beet cultivation.

An experiment was set up on two plots from a long-term (13 years) differentiated tillage trial on a loamy soil in Gembloux, one being ploughed (0-25 cm) and the other one undergoing only shallow tillage (0-10 cm). Residues from the previous crop (wheat straw) as well as intercropping (mustard, pea, faba bean) were incorporated in both treatments. On each plot, the fluxes of N₂O and CO₂ were measured continuously (measurement period = 4 hr) for two months from sowing, using an automated system consisting of 8 dynamic closed chambers. The dynamics of soil physical (water content, temperature, O₂ concentration, bulk density) and chemical (NO₃⁻ and NH₄⁺) properties at three depths (0-10, 10-20 and 20-30 cm) were also monitored.

Over the two months of measurement, mean N₂O fluxes were not significantly different between the two modalities, although a trend toward higher fluxes on RT compared to CT was observed (41.36 ± 18.66 vs. 14.61 ± 5.24 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹). The difference in CO₂ flux between RT and CT was also not significant (77.27 ± 22.37 vs. 66.21 ± 18.21 μ g CO₂-C.m⁻².s⁻¹). On each treatment, more than 70 % of the N₂O emissions were measured during two episodes that occurred after intense rainfall. The first episode was probably associated with nitrification due to increased NO₃⁻ concentration and reduced NH₄⁺ contents in the first 10 cm of the soil. The second episode was mainly observed on RT, where the decrease in NO₃⁻ and O₂ concentrations in the surface horizon suggests that denitrification was the main process at work. A significant correlation was observed between the base-10 logarithm of N₂O (log₁₀(f_{N₂O)) and CO₂ (log₁₀(f_{CO₂})) fluxes, and shows a likely link between N₂O production and mineralization of organic matter. Soil relative gas diffusivity (D_p/D_o) in the first horizon (0-10 cm) was the best predictor of N₂O fluxes among continuously measured physical parameters. log₁₀(f_{CO₂}) and D_p/D_o at the surface explained 77 and 84 % of N₂O fluxes on CT and RT, respectively.}

The N_2O fluxes were characterized by a significant spatial variability on both modalities, which may have originated from the presence of microscale hotspots probably due to crop residues. This variability, which limited the comparability of the studied practices, shows the need to improve the description of the spatial variability of N_2O fluxes, as well as the usefulness of a modeling approach to increase the understanding of the processes at work.

Table des matières

		Page			
Re	emerciements	i			
Ré	ésumé	iii			
Ał	bstract	iv			
Та	Table des matières v				
Та	able des figures	vii			
Li	iste des tableaux	viii			
1	Introduction	1			
2	Cadre, objectifs et questions de recherche	3			
3	 État de l'art 3.1 Processus d'échange de N₂O au sein du cycle de l'a 3.2 Facteurs d'influence des échanges de N₂O 3.2.1 Facteurs pédo-climatiques	5 zote 5			
4	 Matériel et méthodes 4.1 Site expérimental et traitements	15 15 16 19 11 11 12 13 14 15 15 16 17 18 19 11 12 13 14 15 16 17 18 19 11 11 12 13 14 15 15 16 17 18 19 11 11 12 13 14 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15 15 16 17			

	4.5	Analyse statistique	24	
5 Résultats			27	
	5.1	Évolution temporelle des variables pédo-climatiques	27	
	5.2	Flux de N_2O et CO_2	31	
	5.3	Relation entre les flux de N_2O et les facteurs d'influence	38	
6	Discussion			
	6.1	Dynamique des flux de N_2O	43	
	6.2	Variabilité spatiale des flux de N_2O	46	
	6.3	Impact du travail du sol sur les émissions de N_2O	47	
	6.4	Perspectives	48	
7	Con	onclusion 5		
Co	ntrib	outions	52	
Bił	oliog	raphie	55	
An	nexe	S	79	
	А	Calibration des sondes de concentration en O_2	80	
	В	Impact des caractéristiques des analyseurs N_2O sur le flux calculé $\ldots \ldots$	81	
	С	Limites de détection des flux de N_2O et CO_2	88	
	D Comparaison des procédures de calcul des flux de N_2O		91	
	Е	Filtre sur les "faux" flux de N_2O négatifs $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	97	
	F	F Mesures spatialisées de la teneur en eau et de la température du sol sur RT		
	G	Suivi de culture	100	
	Η	$Filtrage \ des \ flux \ de \ N_2O \ et \ CO_2 \ \ \ldots $	101	
	Ι	Flux de N_2O et CO_2 par chambre $\ldots \ldots \ldots$	103	
	J	Test non paramétrique d'égalité des moyennes	106	

Table des figures

3.1	Processus microbiens principaux de production de N_2O dans un sol	6
4.1 4 2	Chambre fermée dynamique.	17
1.4	tillonnage et d'analyse de gaz	18
4.3	Représentation schématique d'une parcelle expérimentale.	19
5.1	Évolution temporelle de la température moyenne journalière de l'air, des précipi- tations, de la teneur en eau volumétrique du sol, du WFPS, de la diffusivité relative des gaz dans le sol, de la concentration en O_2 dans le sol et de la température du sol sur CT et RT	28
52	Évolution dos tongues on NO^- at NH^+ à trais profondaurs sur CT at RT	20
5.2	Évolution de la dongité apparente du sol à trois profondeurs sur CT et PT	21
5.5 E 4	Évolution de la densite apparente du soi à trois protondeurs sur CT et RT.	21
5.4	Évolution de l'indice de surface ionaire sur C1 et K1.	51
5.5	Evolution temporelle des flux de N_2O et CO_2 dans chaque chambre sur CT et KT	~~
	(echelle verticale variable).	33
5.5	Evolution temporelle des flux de N_2O et CO_2 dans chaque chambre sur CT et RT	~ .
	(échelle verticale variable)	34
5.6	Evolution temporelle des flux moyens sur 4 h de N_2O et CO_2 sur CT et RT	35
5.7	Relation entre le coefficient de variation et le flux moyen de N_2O et CO_2 sur CT et	
	RT	37
5.8	Comparaison des flux moyens de N ₂ O et CO ₂ sur CT et RT sur l'ensemble de la	
	campagne de mesure	38
5.9	(a) Diagramme en "boîtes à moustaches" du flux de N_2O en fonction du WFPS à	
	0-10 cm sur CT, groupé par classe de 10 % et (b) flux de N_2O en fonction de la	
	diffusivité relative des gaz dans le sol à 0-10 cm sur CT.	40
5.10	Relation entre les flux moyens de N_2O et CO_2 par chambre de mesure sur CT et RT.	41
5.10	Relation entre les flux moyens de N ₂ O et CO ₂ par chambre de mesure sur CT et RT	

Liste des tableaux

4.1	Succession des opérations culturales sur l'essai SOLRÉSIDUS à partir de la récolte de la culture précédente (blé d'hiver).	16
5.1	Moyenne et erreur standard de propriétés physico-chimiques des échantillons de sol sur chaque parcelle et à trois profondeurs sur CT et RT, au début de la	
	campagne de mesure	29
5.2	Proportion de flux de N_2O et CO_2 manquants sur CT et RT	32
5.3	Résumé des caractéristiques de chaque épisode de flux de N_2O élevés durant la	
	campagne de mesure sur CT et RT	36
5.4	Coefficient de régression partielle de Pearson et modèle de régression linéaire	
	multiple du logarithme en base 10 des flux de N2O en fonction des facteurs	
	d'influence supposés par profondeur sur CT et RT	39

1 | Introduction

Le protoxyde d'azote (N₂O) est un gaz dont la durée de vie dans l'atmosphère est estimée à 116 ± 9 ans (Prather *et al.*, 2015). Sa concentration atmosphérique a augmenté de 23 % depuis le début de l'ère industrielle, atteignant 333,7 ± 0,8 ppb en février 2021 (Dutton *et al.*, 2021). Avec un pouvoir de réchauffement global 298 fois plus élevé que le dioxyde de carbone (CO₂) sur une période de 100 ans (Ciais *et al.*, 2013), le N₂O est le troisième gaz à effet de serre (GES) le plus important, après le CO₂ et le méthane (CH₄) (Myhre *et al.*, 2013). Sa contribution au forçage radiatif global s'élevait à 6,4 % en 2019 (Butler et Montzak, 2020). Outre son rôle sur le climat, le N₂O impacte la chimie atmosphérique : sa dégradation photochimique dans la stratosphère conduit à la production d'espèces chimiques réactives qui appauvrissent la couche d'ozone (Portmann *et al.*, 2012).

Entre 2007 et 2016, 17 Tg N₂O-N en moyenne ont été émis dans l'atmosphère annuellement (Tian *et al.*, 2020), par des sources à la fois naturelles et anthropiques. Les sources naturelles représentent 57 % des émissions mondiales de N₂O (Tian *et al.*, 2020), et sont principalement les sols sous végétation naturelle, les océans et les réactions chimiques atmosphériques (Ussiri et Lal, 2013). L'agriculture est la première source anthropique de N₂O (Tian *et al.*, 2020). Entre 1961 et 2014, les émissions issues des sols agricoles ont augmenté de 180 %, principalement en raison des applications d'engrais azotés synthétiques (Xu *et al.*, 2020b). Les autres sources anthropiques comprennent les procédés chimiques industriels, le traitement des eaux usées et la combustion de biomasse et de carburants fossiles (Ciais *et al.*, 2013). Le puits de N₂O le plus important est sa dégradation photolytique dans la stratosphère (Ussiri et Lal, 2013).

Plusieurs mécanismes abiotiques et biotiques sont impliqués dans les émissions de N₂O par les sols cultivés (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013). Les facteurs déterminant les échanges de N₂O sont essentiellement les conditions d'oxygénation, la température, ainsi que les teneurs en carbone (C) et azote (N) du sol (Hénault *et al.*, 2012). Ces facteurs sont, entre autres, influencés par les pratiques agricoles (fertilisation, travail du sol, gestion des résidus de culture, *etc.*). En particulier, le travail du sol, par son action sur la structure du sol et la répartition des matières organiques, peut influencer les émissions de N₂O des sols (Huang *et al.*, 2018).

Le travail du sol est une pratique fondamentale en agriculture. Il est défini comme la

manipulation mécanique du sol pour lutter contre les adventices, préparer le lit de semences et créer une porosité adéquate pour favoriser le développement des racines (Arriaga *et al.*, 2017). Le travail du sol dit « primaire » consiste généralement en un travail relativement profond (15-30 cm), effectué à l'aide d'une charrue à socs ou chisel (Carter et McKyes, 2005). En revanche, le travail « secondaire » est relativement peu profond (5-15 cm). Il sert à pulvériser les agrégats et à modeler le sol pour former un lit de semences adéquat. Le « travail du sol conventionnel » (*conventional tillage*, CT) consiste en un travail primaire suivi d'un travail secondaire, et implique généralement un travail du sol par inversion (labour) qui perturbe le sol sur une profondeur de 20 à 30 cm, redistribue les couches du sol et expose les horizons de subsurface à l'oxydation (Busari *et al.*, 2015). Le travail réduit du sol (*reduced tillage*, RT) consiste uniquement en un travail secondaire, et vise la réduction de la profondeur, de l'intensité et de la fréquence du travail du sol.

La réduction du travail du sol constitue un des principes de base de l'agriculture de conservation (Farooq et Siddique, 2015). Elle permet de réduire les coûts de production, l'érosion des sols et la dégradation de la fertilité des sols dans les zones agricoles tempérées (Scopel *et al.*, 2013). Si la pratique du RT peut mener à une réduction des émissions de CO₂ (Bai *et al.*, 2019, Mangalassery *et al.*, 2015), son effet sur le bilan en GES demeure incertain (Guenet *et al.*, 2021). En effet, la séquestration de carbone pourrait être compensée par une augmentation des émissions de N₂O (Lugato *et al.*, 2018), bien que cette tendance ne soit pas systématiquement observée (Mei *et al.*, 2018, Palm *et al.*, 2014). L'intégration de la gestion des sols agricoles dans les plans nationaux d'atténuation du changement climatique (Kanter *et al.*, 2020) nécessite donc de lever les incertitudes concernant, entre autres, l'impact de la réduction du travail du sol sur les émissions de N₂O et la compréhension des processus sous-jacents.

2 Cadre, objectifs et questions de recherche

Dans le contexte présenté en Introduction, une expérience *in situ* a été mise en place sur un essai à long-terme (lancement en 2008) de travail du sol différencié de la ferme expérimentale de Gembloux Agro-BioTech, au cours de laquelle les flux de N₂O et CO₂ ont été mesurés en continu avec des chambres de mesure de flux de sol. L'expérience, établie dans le cadre de la thèse de doctorat de François Boland, a notamment pour but l'amélioration de la compréhension des processus de production de N₂O vis-à-vis des pratiques culturales. Deux dispositifs de mesures des flux de sol ont été installés pour étudier l'impact du travail du sol sur la production de N₂O en comparant les émissions d'une parcelle labourée de manière conventionnelle et une parcelle travaillée de manière superficielle.

Dans le cadre de ce projet de recherche, le présent travail a eu pour principaux objectifs et questions les points suivants :

- 1. Améliorer la compréhension de la dynamique des émissions de N₂O :
 - Comment se caractérise la dynamique des flux de N2O au sein des parcelles d'essai?
 - Quel lien existe-t-il entre la dynamique des flux de N₂O et les facteurs pédo-climatiques?
- 2. Etudier l'effet du travail du sol sur les émissions de N₂O :
 - Quel est l'impact du travail du sol sur les émissions de N₂O d'un sol agricole après
 13 ans de pratiques différenciées?

Pour répondre à ces questions, l'évolution des principaux facteurs d'influence supposés des émissions de N₂O dans les premières couches du sol a été suivie. Des capteurs de concentration en oxygène dans le sol ont notamment été installés, et la densité apparente du sol a été mesurée de manière dynamique afin d'identifier précisément des différences éventuelles d'aération ou de diffusivité des gaz entre les deux modalités de travail du sol. Des mesures des propriétés chimiques du sol et un suivi de culture ont également été mis en place en vue d'un travail futur de modélisation des émissions de flux de la parcelle cultivée (qui dépasse le cadre de ce travail). Enfin, la méthode de traitement des flux a été revue pour minimiser l'incertitude aléatoire et le biais sur les flux estimés.

3 | État de l'art

3.1 Processus d'échange de N₂O au sein du cycle de l'azote

Dans les sols cultivés, les émissions de N₂O constituent une perte d'azote (N), avec l'assimilation par les plantes, les émissions de diazote (N₂) et d'ammoniac (NH₃) et la lixiviation (Fowler *et al.*, 2013). Les apports azotés proviennent majoritairement de la fertilisation minérale ou organique, de la décomposition des résidus de culture et de la matière organique (MO) du sol, de la fixation biologique et des dépôts atmosphériques.

Le sol agit à la fois comme une source et un puits de N₂O (Hénault *et al.*, 2012). La production de N₂O par les sols peut être due à des mécanismes abiotiques : la décomposition chimique des hydroxylamines (NH₂OH), la décomposition du nitrate d'ammonium (NH₄NO₃), et la dénitrification chimique (ou chimio dénitrification) des nitrites (NO₂⁻) (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013). Cependant, la majorité du N₂O est produite par des processus biotiques, dont les plus importants sont : la dénitrification, la nitrification, la nitrification dénitrifiante et l'ammonification des nitrates (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013). Ces processus biotiques, qui sont représentés sur la Figure 3.1, peuvent avoir lieu simultanément dans un même sol, au sein de différents microsites (Robertson et tiedje, 1987, Stevens *et al.*, 1997). Bien que ces processus puissent potentiellement avoir lieu sur l'ensemble du profil du sol, une grande partie du N2O émis est produit près de la surface du sol (Vilain *et al.*, 2012, Petersen *et al.*, 2011).

La nitrification désigne l'oxydation biologique du NH₃ ou de l'ammonium (NH₄⁺) en nitrate (NO₃⁻), avec comme produits intermédiaires le NH₂OH et le NO₂⁻ (Heil *et al.*, 2016). Ce processus est optimal en conditions aérobies puisque les réactions d'oxydation nécessitent du dioxygène (O₂) comme accepteur terminal d'électrons. La nitrification est principalement assurée par des bactéries autotrophes (Kuypers *et al.*, 2018). La capacité de certaines archées à oxyder le NH₄⁺ a également été démontrée (Banning *et al.*, 2015). Bien que la nitrification conduise majoritairement à la production de NO₃⁻, elle entraine également la production de N₂O et d'oxydes d'azote (NO_x) (Del Grosso *et al.*, 2020). Le NO₃⁻ du sol issu de la nitrification peut être prélevé par les plantes, perdu par lixiviation ou peut servir de substrat pour la dénitrification. La contribution de la nitrification autotrophe aux émissions de N₂O des sols n'est pas uniquement limitée à des conditions strictement aérobies (Bateman et Baggs, 2005). En cas de baisse transitoire de la disponibilité en O_2 , les bactéries oxydant le NH_4^+ sont capables de réduire le NO_2^- en N_2 ou N_2O au cours de la nitrification dénitrifiante (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013). Ce processus peut représenter jusqu'à 100 % des émissions de N_2O issues de la réduction du NH_4^+ dans les sols (Wrage-Mönnig *et al.*, 2018). En outre, la capacité de certains micro-organismes hétérotrophes à nitrifier les composés azotés organiques et inorganiques de l'azote et de produire du N_2O est également reconnue Zhang *et al.* (2015). Cette nitrification hétérotrophe peut dans certains cas être la première source de production de N_2O par nitrification (Cai *et al.*, 2010).

La dénitrification consiste en la réduction des NO_2^- et NO_3^- en gaz (monoxyde d'azote (NO), N₂O et N₂) (Kuypers *et al.*, 2018). Elle est assurée essentiellement par des bactéries aérobies hétérotrophes placées en conditions anaérobies (Wang *et al.*, 2018b), qui utilisent le NO_3^- comme accepteur terminal d'électron en l'absence d'O₂. La dénitrification est considérée comme la principale source de N₂O dans les sols, car le potentiel de production de N₂O de la dénitrification est beaucoup plus élevé (1 - 100 %) que celui de la nitrification (0,1 - 1 %) (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013). Le rapport entre les produits gazeux de la dénitrification dépend de la disponibilité en NO_3^- , de la disponibilité en O₂ dans le sol, de la quantité du carbone (C) facilement décomposable comme source d'énergie, du pH du sol et de la structure des communautés microbiennes (Hansen *et al.*, 2019). En outre, seule la dénitrification est reconnue en tant que processus biologique de consommation de N₂O dans les sols (Vieten *et al.*, 2008).



FIGURE 3.1 – Processus microbiens principaux de production de N₂O dans un sol. Adapté de (Wrage *et al.,* 2001).

3.2 Facteurs d'influence des échanges de N₂O

3.2.1 Facteurs pédo-climatiques

Potentiel d'oxydo-réduction, concentration en oxygène et teneur en eau

Le potentiel redox (Eh) est un déterminant majeur des réactions d'oxydo-réduction régulant la production et la consommation de N₂O dans la plupart des sols (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013, Li, 2007), et influence par ailleurs fortement la composition et l'activité des communautés microbiennes (Husson *et al.*, 2018). Le Eh du sol est principalement conditionné par la concentration en O₂ de l'air du sol et la quantité de MO facilement décomposable, qui constitue le réservoir d'électrons (Husson, 2013). Ce paramètre est généralement mesuré en insérant une électrode de platine dans le sol (Fiedler *et al.*, 2007). Cependant, de nombreuses difficultés, de reproductibilité notamment, sont liées à la mesure du Eh *in situ* (Fiedler *et al.*, 2007, Husson, 2013). Par ailleurs, les possibilités de mesures continues à une échelle temporelle fine sont encore assez restreintes (période de mesure \geq 8 h, Dorau et Mansfeldt (2016)). Pour ces raisons, certains chercheurs ont utilisé la concentration en O₂ dans le sol comme proxy du Eh (Morley et Baggs, 2010, Owens *et al.*, 2017, Song *et al.*, 2019, Zhu *et al.*, 2013).

En conditions contrôlées, Zhu *et al.* (2013) ont montré que la concentration en O_2 régulait les processus de production du N_2O dans le sol, et Morley et Baggs (2010) ont mesuré une production de N_2O plus importante à des faibles teneurs en O_2 . *In situ*, Song *et al.* (2019) ont confirmé une anti-corrélation importante (r = -0,71) entre les concentrations en N_2O et O_2 du sol. La relation entre concentrations en N_2O et O_2 n'est cependant pas suffisante pour prédire la dynamique des émissions de N_2O , qui dépend également du coefficient de diffusion et de la distance séparant le site de production de la surface libre du sol (Xu *et al.*, 2020a).

La disponibilité de l'O₂ dépend premièrement de l'activité microbienne hétérotrophe, qui entraine la consommation de l'O₂ du sol, reflétée indirectement dans l'augmentation des émissions de CO₂ issues de la décomposition microbienne des substrats organiques (Li *et al.*, 2016). Deuxièmement, elle dépend de la teneur en eau du sol, qui conditionne d'une part la fraction volumique du sol remplie d'air, et d'autre part la diffusivité des gaz. La diffusivité d'un gaz dans l'eau étant 10^4 fois plus lente que dans l'air (Chen et Othmer, 1962), le coefficient de diffusivité effectif de l'O₂ dans le sol est inversement proportionnel à la fraction volumique remplie d'eau du sol (*water-filled pore space*, WFPS) (Farquharson et Baldock, 2008). Le WFPS, déterminé à partir de la teneur en eau et de la densité apparente du sol, est par conséquent souvent considéré comme un des principaux facteurs d'influence des émissions de N₂O (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013, Huang *et al.*, 2018).

En-dessous de 20 % de WFPS, l'activité microbienne est très faible étant donné la faible disponibilité de l'eau. Entre 20-60 % de WFPS, nitrification et dénitrification ont lieu simultanément dans différents microsites (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013). Dans ces conditions, la nitrification augmente linéairement avec le WFPS, et atteint un maximum à 60 % (Linn et Doran, 1984, Schaufler *et al.*, 2010). A partir de 60 % de WFPS, la disponibilité en O₂ décroit, ce qui favorise les émissions de N₂O par dénitrification. Les pics d'émissions de N₂O par dénitrification sont généralement atteints entre 70 et 80 % de WFPS (Bateman et Baggs, 2005, Davidson *et al.*, 2000). En conditions proches de la saturation (85-90 % de WFPS), la diffusion du N₂O est limitée, ce qui favorise sa réduction complète en N₂ par dénitrification (Chapuis-Lardy *et al.*, 2007).

Plusieurs études sur des sols de prairie ont montré que la diffusivité relative des gaz dans le sol (D_p/D_o) était un prédicteur prometteur des flux de N₂O (Balaine *et al.*, 2013, 2016, Friedl *et al.*, 2018, Owens *et al.*, 2017, Rousset *et al.*, 2020). En conditions contrôlée, Li *et al.* (2021) ont observé que les flux de N₂O cumulés augmentent de manière exponentielle avec la diminution de D_p/D_o . La valeur de 0,006 a été par ailleurs identifiée comme le seuil de D_p/D_o en-dessous duquel les pics d'émissions de N₂O sont mesurés (Balaine *et al.*, 2013, 2016, Friedl *et al.*, 2018), indépendamment du type de sol Rousset *et al.* (2020). *In situ*, Owens *et al.* (2017) ont mesuré des flux importants de N₂O sous le seuil de D_p/D_o de 0,006. Dans un sol agricole, Keller *et al.* (2019) ont observé que les émissions cumulées de N₂O étaient proportionnelles au nombre de jour où $D_p/D_o < 0,02$, seuil considéré comme critique pour une aération adéquate du sol (Schjønning *et al.*, 2003).

Le statut hydrique d'un sol dépend également de sa structure et de sa texture. Les sols présentant une forte proportion de pores de grande taille retiennent moins d'eau et favorisent donc les processus de production de gaz en conditions aérobies (van der Weerden *et al.*, 2012). A l'opposé, dans les sols à faible porosité se développent plus rapidement les conditions anaérobies favorables à la production de N₂O par dénitrification (Gu *et al.*, 2013). D'autre part, Kravchenko *et al.* (2017) ont montré que l'amplitude des émissions de N₂O à micro-échelle était en partie conditionnée par la présence de larges pores qui favorisent la diffusion vers l'atmosphère.

Température

La température du sol est un paramètre important pour expliquer les variations d'émissions de N₂O dans les sols (Oertel *et al.*, 2016). Son augmentation entraine un accroissement de la production de N₂O par nitrification et dénitrification (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013, Schaufler *et al.*, 2010), car la température du sol conditionne la croissance et l'activité des micro-organismes responsables de la production de N₂O (Erguder *et al.*, 2009, Taylor *et al.*, 2017). Une augmentation de température favorise par ailleurs la décomposition de la MO (Ghimire *et al.*, 2019, Kätterer *et al.*, 1998), augmentant la disponibilité du C et du N. Miller et Geisseler (2018) ont par exemple estimé la sensibilité du taux de minéralisation du N à la température (Q10) entre 2,67 et 3,15 dans un sol californien.

CHAPITRE 3. ÉTAT DE L'ART

En conditions contrôlées, Benoit *et al.* (2015) ont montré que les émissions de N₂O par dénitrification augmentent linéairement entre 0 et 20 °C, puis de manière non linéaire, sans jamais atteindre de maximum, tandis que les émissions de N₂O par nitrification commençaient à 20 °C et étaient maximales à 40 °C. Chen *et al.* (2019) ont par ailleurs observé une dépendance du rapport des produits de dénitrification N₂/N₂O à la température du sol. Enfin, Lognoul *et al.* (2019) ont observé que durant les pics d'émissions sur un sol agricole, les flux de N₂O étaient en phase avec la température de surface du sol, mais étaient moins corrélés à la température des horizons plus profonds.

pН

Les émissions de N₂O augmentent généralement avec l'acidification du sol (Van Den Heuvel *et al.*, 2011, Wang *et al.*, 2018b). Le pH impacte principalement la dénitrification bactérienne (Del Grosso *et al.*, 2020), dont la dernière étape (réduction du N₂O) est progressivement inhibée à mesure que le sol s'acidifie (Hénault *et al.*, 2012, Liu *et al.*, 2014). Par ailleurs, le pH a des effets indirects sur les émissions de N₂O, incluant une réduction de la disponibilité du N minéral et du C à pH faible (Baggs *et al.*, 2010), ainsi qu'une modification à la fois de la structure des communautés microbiennes et de la contribution des différents groupes à la production de N₂O dans les sols (Herold *et al.*, 2012). Si pendant longtemps aucun impact du pH sur la nitrification n'a pu être identifié (Booth *et al.*, 2005), Nadeem *et al.* (2020) ont récemment montré un effet positif du pH du sol sur la nitrification.

Disponibilité en nutriments

Dans les sols, une teneur élevée en C favorise généralement les émissions de N₂O (Bouwman *et al.*, 2002, Li *et al.*, 2005, Mehnaz *et al.*, 2019, Mei *et al.*, 2018). En effet, l'augmentation de la disponibilité en molécules carbonées stimule la dénitrification hétérotrophe (Bremner, 1997, Chen *et al.*, 2013) et la respiration hétérotrophe consommatrice d'O₂ (Morley et Baggs, 2010). En outre, la capacité de rétention en eau du sol augmente avec la teneur en C (Booth *et al.*, 2005). Cependant, en favorisant la dénitrification, des teneurs en C élevées pourraient également mener à la production de N₂ en conditions humides. Le contenu en N d'un sol influence la disponibilité en substrat des réactions d'oxydo-réduction régulant la production et la consommation de N₂O. Il existe en effet une forte corrélation entre le taux de minéralisation du N (production de NH₄⁺) et l'azote total (N_{tot}) (Booth *et al.*, 2005). Or les flux de N₂O sont fortement corrélés au contenu au NH₄⁺ et NO₃⁻ du sol (Chen *et al.*, 2019).

Les cycles du C et du N sont étroitement liés dans le sol (Guenet *et al.*, 2021), et cette interdépendance affecte les émissions de N₂O. En effet, le taux de minéralisation de la MO dépend de la disponibilité en N minéral pour les microorganismes. Une faible disponibilité

du N peut limiter le taux de minéralisation de la MO (Fang *et al.*, 2018), et donc la libération de substrats (NH_4^+ , NO_3^-) pour les processus microbiens de production de N_2O .

3.2.2 Pratiques culturales

Cette section présente les principales pratiques culturales susceptibles d'influencer la production et la consommation de N₂O dans le cas d'un essai de travail du sol différencié. D'autres aspects de la gestion agricole peuvent également affecter les émissions de N₂O, comme la diversité de la rotation (Linton *et al.*, 2020, Machado *et al.*, 2021, Nunes *et al.*, 2018), le type de culture (Hénault *et al.*, 2012, Shcherbak *et al.*, 2014), l'inhibition biologique de la nitrification (Coskun *et al.*, 2017, Nardi *et al.*, 2020, Subbarao *et al.*, 2006, 2007, O'Sullivan *et al.*, 2016), *etc.* Cependant, ces derniers n'ont pas été abordés par soucis de concision.

Fertilisation

L'application de fertilisants azotés minéraux ou organiques constitue la principale source des émissions de N₂O en agriculture (Paustian *et al.*, 2016). Une augmentation significative des émissions de N₂O est généralement observée avec l'application d'engrais azotés (Bouwman et al., 2002). Le Groupe d'experts Intergouvernemental sur l'Évolution du Climat (GIEC) suppose une relation linéaire entre les taux d'application d'engrais azotés synthétiques et les émissions de N₂O (Hergoualc'h et al., 2019), et suggère l'application d'un facteur d'émission¹ (FE) de 1 % aux taux d'engrais azotés synthétiques pour estimer les émissions directes. Cependant, des études récentes ont mis en évidence des relations non linéaires, ce qui implique que les émissions de N2O sont inférieures aux FE du GIEC pour les faibles taux d'application de N, et supérieures pour les taux d'application élevés, probablement en raison de l'excès de N non absorbé par les cultures, qui peut ensuite être émis sous forme de N₂O (Shcherbak et al., 2014, Song et al., 2018). Par ailleurs, le type de fertilisants peut influencer les émissions de N₂O, étant donné les quantités variables de molécules azotées (NH⁺₄, NO⁻₃ et N organique) et carbonées apportées au sol (Butterbach-Bahl et al., 2013, Hénault et al., 2012). Selon une vision simplifiée, le NH₄⁺ est la principale source d'émissions de N₂O par nitrification dans des conditions aérobies, tandis que dans des conditions anaérobies, le N2O est produit suite à la réduction du NO₃ par dénitrification (Krauss *et al.*, 2017a). La méthode d'application des fertilisants peut finalement impacter les émissions de N2O. En climat humide, l'enfouissement en profondeur (> 5 cm) des fertilisants azotés permettrait de limiter les émissions de N₂O en RT (van Kessel *et al.*, 2013).

^{1.} Émissions de N₂O par unité de surface, par animal, par unité d'engrais appliqué ou par unité de biomasse brûlée (Hergoualc'h *et al.*, 2019).

Gestion des résidus de culture

En tant que réservoir de N minéralisable et d'électrons pour les micro-organismes édaphiques, les résidus de culture constituent une source de N₂O majeure dans les sols (Parkin, 1987). Dans une méta-analyse, Essich *et al.* (2020) ont montré que l'exportation des résidus permettait une réduction des émissions de N₂O. Le retour des résidus augmente également la teneur en C du sol (Ranaivoson *et al.*, 2017), et par conséquent sa capacité de rétention en eau (Booth *et al.*, 2005). De plus, les apports de MO fraiche au sol peuvent temporairement diminuer ou augmenter le pH du sol, ce qui affecte l'ampleur des émissions de N₂O (*cf.* Section 3.2.1). Les résidus de culture se caractérisent par ailleurs par une micro-porosité élevée et donc une forte capillarité. Même en conditions relativement sèches, ils absorbent l'eau des particules de sols alentours et favorisent localement la dénitrification (Kravchenko *et al.*, 2017). Enfin, l'incorporation de résidus peut entrainer une augmentation de la demande en O₂ pour la respiration hétérotrophe, créant des conditions anoxiques favorables à la dénitrification (Li *et al.*, 2016).

La qualité des résidus impacte leur vitesse de minéralisation, et par conséquent les émissions de N₂O (Hu *et al.*, 2019). Leur dégradation par les champignons et bactéries du sol nécessite en effet la consommation d'une partie du N (Fang *et al.*, 2018). L'effet des résidus sur les émissions de N₂O est généralement inversement proportionnel au rapport C :N (Chen *et al.*, 2013). L'incorporation de résidus caractérisés par un rapport C :N faible (< 12) provoque des émissions de N₂O importantes, par libération de plus grande quantités de N disponible pour la nitrification et la dénitrification (Baggs *et al.*, 2003). Par ailleurs, Pimentel *et al.* (2015) ont montré que le rapport C :N des résidus d'interculture incorporés était un bon prédicteur des émissions de N₂O, tandis que Pugesgaard *et al.* (2017) ont observé une corrélation significative entre la teneur en N des résidus de la culture précédente et les émissions de N₂O. En outre, l'exportation des résidus de cultures dont le rapport C :N est inférieur à 25 peut mener à une réduction de 76 % des émissions de N₂O (Essich *et al.*, 2020).

Travail du sol

Le travail du sol peut impacter significativement les émissions de N₂O, d'une part en affectant les communautés microbiennes productrices de N₂O (Krauss *et al.*, 2017b, Wang *et al.*, 2021), et d'autre part en modifiant la structure et la continuité porale du sol, qui conditionnent l'aération et la rétention en eau (Horn et Peth, 2009). Le Eh et le pH du sol peuvent également être affectés par le travail du sol (Husson *et al.*, 2018).

L'étude de l'effet du travail du sol sur les émissions de N₂O a souvent montré des résultats contradictoires (van Kessel *et al.*, 2013). Dans les systèmes sans travail du sol une hausse des émissions de N₂O est généralement observée (Abdalla *et al.*, 2013, Hénault *et al.*, 2012, Huang *et al.*, 2018, Mangalassery *et al.*, 2015). En RT certaines études ont mesuré des émissions

supérieures par rapport au CT (Lognoul *et al.*, 2017, Sheehy *et al.*, 2013), tandis que d'autres n'ont pas constaté de différences (Abdalla *et al.*, 2010, Boeckx *et al.*, 2011, Grandy *et al.*, 2006, Krauss *et al.*, 2017b).

La réduction de l'intensité du travail du sol induit généralement une augmentation de la densité apparente, un changement dans le distribution de la taille des pores et une amélioration de la capacité de rétention en eau du sol (Strudley *et al.*, 2008), qui favorisent la mise en place de conditions anoxiques et donc la production de N₂O par dénitrification. Si l'effet positif du RT sur les stocks de C dans la couche supérieure du sol (couche de 0 à 30 cm) est relativement faible par rapport au CT (Angers et Eriksen-Hamel, 2008, Ogle *et al.*, 2019), le RT provoque une redistribution nette du C vers la surface du sol (Angers et Eriksen-Hamel, 2008, Hiel *et al.*, 2018, Meurer *et al.*, 2018). A l'inverse, l'amélioration de la stabilité des agrégats, la réduction de la température du sol et un taux de minéralisation de la matière organique plus faible peuvent conduire à une réduction des émissions de N₂O dans les systèmes de non-labour. Par ailleurs, en CT l'inversion du sol augmente le Eh dans l'horizon de surface, et peut par conséquent augmenter le taux de minéralisation de la matière organique (Husson *et al.*, 2018).

Les effets à court-terme du travail du sol sur les émissions de N₂O semblent devoir être différenciés des effets à long-terme. Lognoul *et al.* (2019) ont observé une interruption du pic d'émissions de N₂O causée par le travail du sol superficiel précédant le semis, alors que Peterson *et al.* (2019) ont constaté une augmentation des émissions de N₂O suite à la perturbation mécanique du sol. A court-terme (1-2 ans), Alskaf *et al.* (2021) ont montré que la réduction du travail du sol provoquait une augmentation de la densité apparente, de l'humidité du sol et de la teneur en matière organique dans l'horizon de surface. Six *et al.* (2004) ont constaté que l'effet net du non-labour sur les émissions de N₂O dépendait des conditions climatiques (humide ou sec) et du temps écoulé depuis la conversion. En climat humide, la conclusion générale de Six *et al.* (2004) est que, avec la cessation du travail du sol, les émissions de N₂O augmentent, mais que cet effet diminue avec le temps après la conversion et peut même devenir négatif après 20 ans. Cette hypothèse est renforcée par les mesures de Machado *et al.* (2021), qui ont montré que les émissions annuelles de N₂O sur un essai de travail du sol de longue durée (> 30 ans) étaient 1,2 à 2 fois plus élevées en CT qu'en non-labour.

L'effet de la réduction du travail du sol sur les émissions de N₂O peut par ailleurs dépendre des autres pratiques agricoles (Feng *et al.*, 2018). En particulier, les émissions de N₂O associées aux résidus de cultures sont affectées par la profondeur du travail du sol (Hansen *et al.*, 2019), avec une augmentation des émissions de N₂O observées lorsque les résidus de culture étaient incorporés près de la surface du sol (Alskaf *et al.*, 2021, Krauss *et al.*, 2017a).

3.3 Variabilité spatio-temporelle des flux de N₂O : problématique et enjeux

Les émissions de N₂O présentent généralement une grande variabilité spatio-temporelle en raison de leur dépendance vis-à-vis des propriétés du sol, des pratiques agricoles et des facteurs environnementaux (Freibauer et Kaltschmitt, 2003, Groffman et al., 2009, Niles et al., 2019, Smith, 2017, Wagner-Riddle et al., 2020). La variabilité spatiale des flux de N₂O est multi-échelle (van den Heuvel et al., 2009). Elle est dominée par des sources de variabilité à micro-échelle (Kravchenko et Robertson, 2015) et a souvent pour origine des variations des propriétés physiques du sol (texture, diffusivité des gaz ou teneur en eau), de la couverture du sol, de la disponibilité en nutriments ou de la composition des communautés microbiennes (Butterbach-Bahl et al., 2013). Les émissions de N₂O ont principalement lieu au sein de « points chauds » (hotspots), définis comme de petits volumes de sol caractérisés par une activité microbienne très intense par rapport aux conditions moyennes du sol (Kuzyakov et Blagodatskaya, 2015). Ces hotspots peuvent être par exemple des résidus végétaux à teneur en eau élevée (Kravchenko et al., 2017), des particule de MO (Parkin, 1987) ou le centre protégé d'agrégats en condition d'anaérobie en raison de contraintes de diffusion physique (Rabot et al., 2015, Sexstone et al., 1985). Typiquement, des quantités importantes de N₂O peuvent être produites par dénitrification dans ces hotspots, même lorsque la teneur en eau "apparente" est faible (Del Grosso et al., 2020). Sey et al. (2008) ont également montré que la nitrification pouvait contribuer de façon significative aux émissions de N2O en présence de conditions aérobies à micro-échelles. A l'échelle d'une parcelle agricole, la variabilité spatiale peut être attribuée à des variations de disponibilité du N minéral ou à des effets topographiques ou micro-topographiques (Ashiq et al., 2021, van den Heuvel et al., 2009).

L'évolution temporelle des échanges de N₂O sur une parcelle agricole comprend des émissions continues faibles (émissions de fonds) et des pics courts, sporadiques et intenses (Groffman *et al.*, 2009). Les pics d'émissions de N₂O peuvent se produire à la suite de l'application de fertilisants azotés (Hernandez-Ramirez *et al.*, 2009), ou avec des changements des conditions du sol associés aux cycles de séchage-humidification et de gel-dégel (Congreves *et al.*, 2018, Wagner-Riddle *et al.*, 2017). Ils peuvent durer plusieurs jours (Molodovskaya *et al.*, 2012), et peuvent constituer plus de 50 % des flux mesurés (Lognoul *et al.*, 2019, Scheer *et al.*, 2016). A l'inverse, les émissions de fond sont des flux faibles qui se produisent de manière continue. Elles peuvent être positives ou négatives et diffèrent d'un site à l'autre en fonction des caractéristiques pédo-climatiques et de la gestion des cultures (Neftel *et al.*, 2007). Durant certaines périodes, les émissions de N₂O peuvent présenter des cycles intra-journaliers, souvent associés à des variations de température (Livesley *et al.*, 2008, Lognoul *et al.*, 2019, Savage *et al.*, 2014). Pendant ces cycles, les flux de N₂O sont souvent plus élevés durant la

journée et augmentent de manière exponentielle avec la température du sol (Flessa *et al.*, 2002). Cette sensibilité à la température dépend de la disponibilité en nutriments, avec des variations plus importantes mesurées les jours suivant une application de fertilisants azotés en conditions d'humidité non limitante (Scheer *et al.*, 2014). L'existence de ces variations intra-journalières souligne par ailleurs l'importance de la mesure des flux de N₂O à une fréquence relativement élevée (Shurpali *et al.*, 2016).

3.4 Méthodes de mesure des flux de N₂O

La mesure en chambre de sol est la principale méthode utilisée pour quantifier les émissions de N₂O *in situ* (Ussiri et Lal, 2013). Cette méthode, qui consiste à mesurer l'évolution de la concentration d'un gaz émis par le sol et qui s'accumule dans la chambre, est relativement peu onéreuse, simple d'utilisation et flexible. Par ailleurs, les chambres de sol ne nécessitent pas une grande zone expérimentale, et permettent par conséquent une étude fine des processus et facilitent la comparaison de traitements. Leur couverture spatiale est cependant limitée, et génère un risque de biais ou d'incertitude élevée sur les mesures effectuées. Le développement de systèmes automatisés permettant d'effectuer des mesures *in situ* de manière continue a permis de grandement limiter l'incertitude sur les émissions (Bigaignon *et al.*, 2020, Grace *et al.*, 2020, Scheer *et al.*, 2016), par rapport aux mesures manuelles.

Ce n'est que depuis quelques années que les méthodes micro-météorologiques, et en particulier la covariance des turbulences (*eddy covariance*), sont utilisées pour mesurer les flux de N₂O de sols cultivés (Brown *et al.*, 2018, Flesch *et al.*, 2018, Lognoul *et al.*, 2019, Molodovskaya *et al.*, 2012). Cette approche, qui nécessite la mesure rapide et précise des composantes de la vitesse du vent et de la concentration de l'air en N₂O (Ussiri et Lal, 2013), est conceptuellement idéale pour mesurer en continu les émissions de N₂O sur de grandes surfaces telles que des parcelles agricoles de manière non intrusive (Li *et al.*, 2008). Plus d'informations sur la mesure de flux de N₂O par *eddy covariance* peuvent être trouvées dans un article de synthèse récent de Nemitz *et al.* (2018), qui établit un état de l'art des différentes étapes des mesures et aborde de nombreux aspects méthodologiques.

4 Matériel et méthodes

4.1 Site expérimental et traitements

L'expérience a été réalisée au sein de l'essai pluridisciplinaire SOLRÉSIDUS mis en place en 2008 par Gembloux Agro-Bio Tech, Université de Liège (Belgique) sur la parcelle « Grand-Bordia » (1,7 ha) de la Ferme expérimentale de Gembloux Agro-Bio Tech (Gembloux, Belgique). Cet essai a pour objectif l'analyse des effets du travail du sol et de la gestion des résidus de cultures sur le développement des cultures et l'évolution du sol.

Selon la classification de Köppen-Geiger (Peel *et al.*, 2007), le climat à Gembloux est tempéré avec en moyenne 819 mm de pluies annuelles et une température moyenne de 9,8 °C. Le sol est un luvisol cutanique (IUSS Working Group WR, 2014), caractérisé par une texture limoneuse (limon : 70-80 %, argile : 18-22 %, sable : 5-10 %) et un drainage naturel favorable (WalOnMap, 2021). La MO est caractérisée par un rapport C :N compris entre 10 et 12 (Degrune *et al.*, 2016).

Le dispositif expérimental consiste en un carré latin de 16 parcelles (4 modalités répétées 4 fois). Chaque parcelle mesure 40 m de long et 15 m de large. Les différentes modalités sont : travail conventionnel du sol (CT) avec enlèvement des résidus de culture (CT-OUT), CT avec restitution de résidus (CT-IN), travail du sol réduit (RT) avec restitution des résidus (RT-IN), et RT avec enlèvement des résidus (RT-OUT). CT se différencie de RT par la pratique du labour sur une profondeur de 25 cm. La restitution des résidus concerne principalement les pailles récoltables des cultures de céréales. Des descriptions détaillées de l'essai ont été réalisées par Degrune *et al.* (2016) et Hiel *et al.* (2018).

L'historique des cultures est le suivant : colza d'hiver (2009), blé d'hiver (2010, 2011 et 2012), féverole (2013), blé d'hiver (2014), maïs (2015), blé d'hiver (2016), betterave sucrière (2017), blé d'hiver (2018), colza d'hiver (2019), maïs (2019), blé d'hiver (2020), betterave sucrière (2021).

Les mesures ont a été effectuées sur 2 traitements parmi les 4 mis en place sur l'essai : CT-IN (parcelle 7) et RT-IN (parcelle 12). Les opérations effectuées entre la récolte du blé en juillet 2020 et la fin de la collecte de données sont résumées dans la Table 4.1. 79 kg N.ha⁻¹ ont été appliqués sous forme de nitrate d'ammonium (NH₄NO₃) liquide 22 jours avant le

semis des betteraves.

TABLE 4.1 – Succession des opérations culturales sur l'essai SOLRÉSIDUS à partir de la récolte de la culture précédente (blé d'hiver).

Date	Modalité	Opération	Détails
04/08/2020	CT-RT	Déchaumage	
12/08/2020	CT-RT	Déchaumage	
01/09/2020	CT-RT	Semis interculture	Pois : 58,82 kg.ha ^{-1}
			Féverole : 58,82 kg.ha ⁻¹
			Moutarde : 10 kg.ha ⁻¹
04/01/2021	CT-RT	Broyage	
05/01/2021	CT	Labour d'hiver	Charrue à versoir (prof. : 25 cm)
02/03/2021	RT	Désherbage	Glyphosate (1,8 kg.ha ⁻¹)
01/04/2021	CT-RT	Fertilisation minérale	Engrais liquide (79 kg NH4NO3-N.ha ⁻¹)
20/04/2021	CT-RT	Préparation lit de semences	Extirpateur (prof. : 10 cm)
21/04/2021	CT-RT	Préparation lit de semences	Poussiculteur, herse rotative, croskillette (prof. : 7 cm)
22/04/2021	CT-RT	Semis betteraves	Semoir de précision (Beta vulgaris L. var. Lisanna KWS)
20/05/2021	CT-RT	Désherbage	Phenmediphame, éthofumésate, métamitrone, triflusulfuron-méthyl
30/05/2021	CT-RT	Désherbage	Phenmediphame, éthofumésate, métamitrone, triflusulfuron-méthyl, quinmérac
08/06/2021	CT-RT	Désherbage	Phenmediphame, éthofumésate, métamitrone, triflusulfuron-méthyl, quinmérac
15/06/2021	CT-RT	Désherbage	Clopyralide
19/06/2021	CT-RT	Désherbage	Clomazone

Prof. : profondeur

4.2 Dispositif de mesure des flux de N₂O et CO₂

Sur chaque traitement, les flux de N₂O et CO₂ ont été mesurés avec un système automatique de 8 chambres fermées dynamiques similaire à Lognoul *et al.* (2017). Chaque chambre (pseudo-répliqua) est constituée d'un collier en PVC (hauteur : 145 mm, diamètre : 192 mm) et équipée d'un couvercle motorisé ainsi que d'un tube d'aération inséré latéralement (Figure 4.1) qui garantit l'équilibrage de la pression dans la chambre avec la pression atmosphérique.

CHAPITRE 4. MATÉRIEL ET MÉTHODES



FIGURE 4.1 – Chambre fermée dynamique. Photo : François Boland.

Les systèmes automatiques de mesure sont représentés sur la Figure 4.2. L'échantillonnage de l'air des chambres est effectué à l'aide d'une pompe à membrane (KNF Neuberger Laboport N 86 KT.18) de 6 l/min, 8 électrovannes d'entrée et sortie, et un piège à eau. Des filtres à particules sont installés sur chaque ligne pour protéger l'analyseur et éviter l'encrassement des lignes (parois intérieures des tubes). Les concentrations en N₂O et CO₂ sont respectivement mesurées avec un analyseur infrarouge de N₂O à filtre de corrélation (Thermo Scientific 46i, Waltham, USA) et un analyseur de CO₂ infrarouge (Gascard NG, Edimburgh Instruments, Edimburgh, UK), disposés en séries. Chaque chambre est reliée à l'unité d'échantillonnage par deux lignes (aller et retour) de tuyaux en polyéthylène non réactifs (diamètre intérieur : 4 mm, longueur : 15 m). L'air est prélevé à l'aide de la pompe, dont le débit permet le brassage de l'air à l'intérieur des chambres. L'échantillon passe dans le piège à eau, dans lequel l'air est sous-échantillonné par la pompe de l'analyseur N₂O (1 l/min). L'air en excès est directement retourné à la chambre, tandis que le sous-échantillon passe par l'analyseur N₂O, puis par l'analyseur CO₂, puis est renvoyé dans le circuit principal. L'air circule donc dans le système d'échantillonnage et d'analyse en circuit fermé.

CHAPITRE 4. MATÉRIEL ET MÉTHODES



FIGURE 4.2 – **Représentation schématique des chambres et du système automatique d'échantillonnage et d'analyse de gaz (diagramme non à l'échelle).** Les flèches vertes en trait plein montrent l'air aspirée de la chambre 1 et circulant dans l'analyseur N₂O puis dans l'analyseur N₂O, via la pompe et le piège à eau. Les flèches vertes en pointillé montrent l'air retournant vers la chambre 1. Les lignes rouges sont les connexions filaires entre le *datalogger*, les périphériques et les instruments de mesure. Seules 2 chambres sont représentées parmi les 8 que comportent chaque système. L'air de la chambre 1 est échantillonné (couvercle fermé). Seule une chambre est fermée à la fois. Tous les équipements se trouvant à l'intérieur du trait pointillé sont installés dans une armoire étanche climatisée.

Chaque système composé de 8 chambres fonctionne selon un cycle de fermeture de 4 heures. Les commandes et l'acquisition des données sont assurées par un *datalogger* (Campbell Scientific CR3000, Logan, Utah, USA). Toutes les demi-heures, une nouvelle chambre commence sa séquence de mesure, tandis que toutes les autres sont laissées ouvertes avec leur circuit pneumatique isolé. Le couvercle de la chambre se ferme pendant 29,5 minutes durant lesquelles les concentrations de CO₂ et de N₂O sont mesurées toutes les 30 secondes (soit 59 mesures par période de fermeture). Puis la chambre s'ouvre à nouveau pendant 22 secondes pour purger le système. Une fois par jour, une calibration de zéro automatique de l'analyseur N₂O est effectuée pendant 10 minutes avec de l'air liquide (0 ppb N₂O). Une calibration de gain est effectuée manuellement une fois par semaine avec du gaz de référence (810 \pm 81 ppb N₂O).

Sur chaque parcelle, les 8 chambres ont été disposées entre les rangs de betteraves, selon un rectangle de 3,6 x 2,4 m (Figure 4.3), et insérées de 3 cm dans le sol pour assurer

CHAPITRE 4. MATÉRIEL ET MÉTHODES

l'herméticité. Le choix de la disposition des chambres et des inter-rangs visait à couvrir l'hétérogénéité des conditions à l'intérieur de chaque parcelle tout en restant à proximité du centre de la placette où sont effectuées les mesures continues des paramètres du sol (*cf.* Mesures ancillaires). Étant donné le passage de roues sur 1/3 des inter-rangs lors du semis (roues arrière du tracteur jumelées lors du semis), 3 chambres parmi les 8 ont été placées sur un inter-rang roulé. L'axe fixation du couvercle-chambre-tube d'aération a été orienté selon la direction SE-NO perpendiculaire aux vents dominants, couvercle levé vers le SE. Cette orientation limite l'effet de la présence du couvercle (ombrage et obstacle à la pluie), et permet de réduire d'éventuels effets de Venturi par le tube d'équilibrage de la chambre à la pression atmosphérique (Suleau *et al.*, 2009). Durant toute la période de mesure, les chambres ont été inspectées régulièrement et la surface du sol à l'intérieur a été désherbée manuellement.



FIGURE 4.3 – **Représentation schématique d'une parcelle expérimentale.** La zone bleue est la zone de mesure des flux. Les huit cercles gris et le carré rouge représentent respectivement les chambres et le profil de mesures édaphiques. Les zones orange sont destinées aux prélèvements de sol. Les zones vertes sont réservées au suivi de la végétation.

4.3 Mesures ancillaires

Dans chaque parcelle, trois sondes d'humidité du sol (Delta-T ML2x, UK), de température (PT1000) et de teneur en O_2 (Apogee Instruments SO-110, Logan, Utah, USA) ont été insérées horizontalement au milieu de trois horizons différents (0-10 cm, 10-20 cm, 20-30 cm), au centre du rectangle formé par les 8 chambres (Figure 4.3). Sur chaque parcelle, les neuf sondes ont été connectées au datalogger via un multiplexeur (Figure 4.2). Les mesures ont été effectuées

toutes les 30 secondes et ont ensuite été moyennées sur la période de mesure des flux de sol (29,5 minutes). La teneur en eau volumétrique (θ_V , m³.m⁻³) a été obtenue en utilisant les équations de calibration fournies par le fabricant. Le WFPS (m³.m⁻³) a été calculé à partir de la teneur en eau et de la porosité totale en utilisant l'Équation 4.1 (Rowell, 1984).

WFPS =
$$\frac{\theta_{\rm V}}{\phi}$$
 (4.1)

Où θ_V est la teneur en eau volumétrique en m³.m⁻³ et ϕ est la porosité totale du sol en m³.m⁻³. ϕ a été calculé selon l'Équation 4.2.

$$\phi = 1 - \frac{\rho_{\rm a}}{\rho_{\rm p}} \tag{4.2}$$

Où ρ_a est la densité apparente en kg.m⁻³ et ρ_p est la densité particulaire du sol en kg.m⁻³ (fixée à 2,65 kg.m⁻³). La diffusivité relative des gaz dans le sol (D_p/D_o, -) a été estimée en utilisant le modèle SWLR (*Structure-Dependent Water-Induced Linear Reduction*) de Moldrup *et al.* (2013) (Équation 4.3).

$$D_{\rm P}/D_0 = \varepsilon^{(1+C_{\rm m}\phi)} \left(\frac{\varepsilon}{\phi}\right) \tag{4.3}$$

Où ε est le volume de sol saturé en air en m³.m⁻³ et C_m est un facteur de complexité du milieu poreux, supposé lié à ρ_a . La valeur utilisée est 2,1, qui correspond au C_m d' un sol sous végétation (Moldrup *et al.*, 2013). ε a été calculé sur base de l'Équation 4.4.

$$\varepsilon = \phi - \theta_{\rm V} \tag{4.4}$$

Chaque sonde d'O₂ a subi une calibration spécifique en laboratoire (*cf.* Annexe A). Une correction de température a été appliquée aux mesures et la concentration relative en O₂ (%) a été calculée à partir de la concentration absolue (kPa) en utilisant les mesures de pression barométrique (Campbell Scientific PTB110/CS106, Logan, Utah, USA) de la station de mesure ICOS de Lonzée située à 2,7 km du site expérimental. Les précipitations et la température de l'air ont été mesurées à l'aide d'un pluviomètre à auget et d'un thermomètre présents sur la station météo de l'essai.

Sur RT, 6 sondes d'humidité (Campbell Scientific CS-616, USA) de 30 cm de long et 6 sondes de température (PT1000) de 10 cm ont été insérées verticalement dans le sol entre le profil de mesure et les chambres afin d'évaluer la variabilité spatiale de l'humidité du sol et de la température. Sur CT, un capteur infrarouge (Campbell IR120, USA, demi-angle de vue de 20°C) a été placé à 1 m du sol pour mesurer la température de surface.

Des échantillons de sol ont été prélevés dans les inter-rangs, à trois profondeurs (0-10 cm, 10-20 cm, 20-30 cm) et à cinq reprises (28 avril, 20 mai, 28 mai, 8 juin et 29 juin 2021). Chaque

échantillon (environ 500 g) se composait d'une dizaine de sous-échantillons prélevés sur un mètre linéaire à l'aide d'une tarière (2 cm de diamètre). Quatre répétitions ont été effectuées par date et par profondeur, au sein de deux placettes dédiées aux prélèvements de sol de part et d'autre de la placette de mesure des flux (Figure 4.3). Les prélèvements ont été concentrés autour des périodes de pic d'émission de N₂O, et à la condition que le sol soit ressuyé. Les teneurs en NO₃⁻ et NO₄⁺ du sol ont été mesurées dans tous les échantillons. Le même jour que le prélèvement, l'azote minéral (NO_3^- et NO_4^+ échangeables) a été extrait par agitation de 10 g de sol humide dans 20 ml d'une solution de KCl 1 M pendant 60 minutes. Après centrifugation pendant 1 minute à 5000 tours par minute, le surnageant de la solution a été filtré (filtre Whatman 42) et conservé à - 20 °C jusqu'à l'analyse. Les teneurs en NO_3^- et NO_4^+ ont respectivement été déterminées par la méthode du VCl3-Griess (Miranda et al., 2001) et la méthode de Berthelot (Patton et Crouch, 1977). Lors du premier échantillonnage (28 avril), le pH (KCl 0,1 N) du premier horizon (0-10 cm) et les teneurs en carbone organique total (COT) (méthode Walkley-Black, Nelson et Sommers (1983)) et azote total (N_{tot}) (méthode Kjeldhal, Mulvaney et al. (1982)) aux trois profondeurs (0-10, 10-20, 20-30 cm) ont été déterminées par le laboratoire d'analyse du Centre provincial de l'agriculture et de ruralité (La Hulpe, Brabant Wallon, Belgique).

La densité apparente a été mesurée à trois reprises (28 avril, 2 juin, 7 juillet). Quatre échantillons (répétitions) de sol en structure conservée ont été prélevés à trois profondeurs (0-10, 10-20, 20-30 cm) par la méthode des cylindres (Blake et Hartge, 1986) à l'aide d'anneaux métalliques de 8 cm de diamètre et 5 cm de hauteur, puis séchés à 105 °C pendant 24 heures.

La croissance des betteraves a été suivie à plusieurs reprises pendant la campagne de mesure, sur deux placettes réservées au suivi de végétation situées aux extrémités de chaque parcelle (Figure 4.3). Les échantillons étaient constitués de 4 plants prélevés sur 0,8 m linéaire, à raison de 4 échantillons (répétitions) par date d'échantillonnage. La hauteur des plants a été mesurée, puis l'indice de surface foliaire a été évalué par traitement d'image (MatLab[©]). Les plants ont enfin été séchés à 60 °C afin d'en déterminer le poids sec.

4.4 Calcul et traitement des flux de N₂O et CO₂

4.4.1 Calcul des flux

Dans une chambre de sol, le flux d'un gaz est calculé sur base du taux de variation de sa concentration (Équation 4.5).

$$f = \mu \cdot \rho \cdot \frac{V}{S} \cdot \left(\frac{dC}{dt}\right)_{t_0}$$
(4.5)
Où f est le flux de gaz kg.m⁻².s⁻¹, $\left(\frac{dC}{dt}\right)_{t_0}$ est le taux de variation initial de la concentration en gaz dans la chambre en mol.mol⁻¹.s⁻¹, μ est la masse molaire du gaz en kg.mol⁻¹, ρ est la densité de l'air en mol.m⁻³, V est le volume du circuit pneumatique en m³, S est la surface de sol couverte par la chambre en m². ρ est calculé en utilisant la loi des gaz parfaits (Equation 4.6).

$$\rho = \frac{p}{RT} \tag{4.6}$$

Où p est la pression de l'air en Pa, R est la constante des gaz parfaits (8,314 J.mol⁻¹.K⁻¹) et T est la température de l'air en K.

Le terme $\left(\frac{dC}{dt}\right)_{t_0}$ de l'Équation 4.5 est estimé en ajustant un modèle de régression aux séries concentration-temps mesurées. La régression linéaire (*linear regression*, LR) et la régression étendue de Hutchinson et Mosier (*Hutchinson-Mosier regression*, HMR) font partie des modèles les plus utilisés (Venterea *et al.*, 2020). Avec la LR, le terme $\left(\frac{dC}{dt}\right)_{t_0}$ de l'Équation 4.5 est égal à la pente L₂ du modèle linéaire (Équation 4.7).

$$C(t) = L_1 + L_2 \cdot t \tag{4.7}$$

La HMR utilise la paramétrisation de Pedersen *et al.* (2010) du modèle de Hutchinson-Mosier (Hutchinson et Mosier, 1981) pour l'estimation des flux non-linéaires (Équation 4.8).

$$C(t) = \phi + f_0 \cdot \frac{\exp(-\kappa \cdot t)}{\kappa}$$
(4.8)

Où t est le temps écoulé après fermeture de la chambre en s, C(t) est la concentration du gaz au temps t en mol.mol⁻¹, ϕ est la concentration constante du gaz à l'endroit de la source de production à une certaine profondeur sous la chambre en mol.mol⁻¹, f₀ est le flux initial au temps t = 0 s en mol.mol⁻¹.s⁻¹, lorsque la chambre est fermée et donc sans effet de la chambre sur le flux, κ est le paramètre de non linéarité en s⁻¹. Le terme $\left(\frac{dC}{dt}\right)_{t_0}$ de l'Équation 4.5 est égalé à f₀.

En présence d'un flux, l'augmentation de la concentration dans une chambre fermée est en théorie non linéaire, du fait de la présence même de la chambre (Anthony *et al.*, 1995). En effet, l'accumulation de gaz dans la chambre provoque une réduction du gradient de diffusion entre l'air du sol et l'air de la chambre (Hutchinson et Mosier, 1981). En outre, l'existence de flux latéraux ou de fuites peut entrainer une diminution du flux observé par rapport au flux qui se serait produit en l'absence de chambre. Par conséquent, un flux calculé à l'aide de la LR peut être sous-estimé. Cependant, les méthodes non linéaires produisent des estimations de flux avec une plus grande variance que les estimations basées sur la LR, pour un même degré d'erreur de mesure (Venterea, 2013).

CHAPITRE 4. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Étant donné l'impact de la procédure de calcul des flux sur le biais et l'incertitude aléatoire des flux de N₂O et CO₂ (Levy *et al.*, 2011), leur calcul a été optimisé en comparant plusieurs procédures opérant une sélection automatique entre les modèles LR ou HMR, sur base de flux simulés et des données collectées. Cette démarche a nécessité au préalable la détermination des caractéristiques métrologiques de l'analyseur N₂O et leur impact sur la justesse et la fidélité du flux estimé (*cf.* Annexe B). La procédure dite du "kappa.max" développée par (Hüppi *et al.*, 2018) a été considérée comme la plus performante (*cf.* Annexe D). Elle consiste en l'établissement d'un seuil κ_{max} pour le paramètre κ du modèle HMR au-dessus duquel le modèle est rejeté (Équation 4.9). La restriction sur κ dépend du rapport entre le flux minimal détectable avec le modèle HMR et le flux linéaire. L'impact de la non-linéarité est donc moindre pour les petits flux et pour les grandes incertitudes du système de mesure.

$$\kappa_{\max} = \frac{f_{LR}}{f_{det,HMR} \cdot t_{mes}}$$
(4.9)

Où f_{LR} est le flux calculé avec le modèle en kg.m⁻².s⁻¹, $f_{det,HMR}$ est la limite de détection du modèle HMR en kg.m⁻².s⁻¹ et t_{mes} est le temps de mesure en s. Les $f_{det,HMR}$ des flux de N₂O et CO₂ ont été déterminées avec la méthode de (Parkin *et al.*, 2012) (cf. Annexe B). Elles valent 28,80 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹ et 18,19 μ g CO₂-C.m⁻².s⁻¹, pour des fidélités analytiques des analyseurs N₂O et CO₂ de respectivement 7,5 ppb et 10 ppm.

4.4.2 Traitement des flux

Avant le calcul des flux, les demi-heures affectées par des problèmes techniques (fuite, non-fermeture du couvercle...) ont été éliminées. De plus, les séries concentration-temps présentant un comportement erratique ou des lacunes de plusieurs minutes ont été supprimées manuellement. Lorsque le temps de purge était insuffisant, les premières mesures antérieures au point de concentration minimum de chaque série concentration-temps ont été éliminées. Pour éviter la suppression systématique des flux de N₂O négatifs, ce filtre a uniquement été appliqué dans le cas où le minimum intervenait durant les 5 premières minutes après le début des mesures. Dans le cas du CO_2 , tous les points ont été considérés.

Après le calcul des flux, un critère de qualité des flux de N₂O a été mis en place pour détecter les demi-heures concernées par des problèmes techniques non notifiés. Les flux ont été supprimés lorsque le RMSE de l'ajustement était supérieur à 3 fois la fidélité de l'analyseur (7,5 ppb, *cf.* Annexe E), à moins que l'ajustement ne soit caractérisé par un R^2_{ajuste} supérieur à 0,75, évitant ainsi la suppression systématique des flux élevés. Lorsque le temps de purge était trop court, le filtre sur les premières concentrations (*cf.* paragraphe précédent) n'était parfois pas suffisant, menant à l'apparition de « faux » flux négatifs sur une faible proportion des demi-heures (*cf.* Table 5.2 dans le Chapitre Résultats). Un filtre spécifique a

donc été appliqué à ces flux. Pour plus de détails sur la procédure employée, se référer à l'Annexe E.

Les flux de N₂O et CO₂ manquants pour une chambre individuelle ont été comblés pour éviter le biais du calcul de la moyenne d'un cycle de 4h, en combinant deux méthodes de comblement (*gapfilling*) simple. Pour les trous isolés, une interpolation entre le cycle précédent et le cycle suivant a été effectuée. Lorsque les flux d'une chambre étaient manquants sur plusieurs cycles consécutifs, une moyenne mobile pondérée sur les 3 jours précédents et les 3 jours suivants a été utilisée. Les coefficients de pondération ont été calculés selon l'Équation 4.10.

$$\omega(n) = 1 - \frac{|n|}{\frac{N}{2}}$$
(4.10)

Où ω (n) est le coefficient de pondération du flux situé à n jours du flux manquant ($n = -\frac{N}{2}$, \cdots , -1, 0, 1, \cdots , $\frac{N}{2}$, $o\hat{u}$ N = 7).

4.5 Analyse statistique

Les données ont été analysées avec Python (version 3.8).

Les effets du travail du sol, de la profondeur et de leur interaction sur les propriétés physico-chimiques initiales (COT, N_{tot}, pH, NO₃⁻, NH₄⁺, ρ_a) ont été testés au moyen d'une analyse de la variance (ANOVA) à deux critères de classification (librairie statsmodels). Les moyennes de chaque traitement ont été comparées avec le test de Tukey ($\alpha = 0,05$).

Pour chaque cycle de mesure de 4 h, le test de normalité de Kolmogorov-Smirnov (librairie scipy.stats) a été effectué et a montré que dans une majorité des cas, la distribution des flux de N₂O sur 8 chambres était non normale (p < 0,001), conformément à l'observation généralement effectuée d'une distribution log-normale des flux dans l'espace (Klein *et al.*, 2020). C'est pourquoi les flux moyens de N₂O et CO₂ sur 4 h et l'intervalle de confiance associé ont été calculés en utilisant une procédure non-paramétrique de ré-échantillonnage (i.e. échantillonnage aléatoire avec remise de taille égale au nombre de chambres, répété 10 000 fois). La moyenne et l'erreur standard ont été estimées comme la moyenne et l'écart-type de la distribution de flux moyens obtenue. Cette méthode a été préférée à la transformation logarithmique de variables qui exclut les flux négatifs, et aux méthodes paramétriques non biaisées (méthode de Finney, estimation par maximum de vraisemblance et estimation sans biais à variance minimale uniforme) qui ne sont efficaces que dans le cas d'un échantillon de taille importante faiblement dispersé (Levy *et al.*, 2017).

Pour évaluer le lien entre les flux de N₂O et les autres variables mesurées à la même fréquence (flux de CO₂, θ_V , WFPS, D_p/D_o, O₂), le coefficient de corrélation partielle de

CHAPITRE 4. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Pearson (r) a été calculé (librairie pingouin). Les flux de N₂O et de CO₂, distribués de façon log-normale sur l'ensemble de la campagne de mesure, ont subi une transformation logarithmique. L'importance relative des facteurs contrôlant les émissions de N₂O a ensuite été évaluée au moyen d'une régression linéaire multiple pas-à-pas (statsmodels). À chaque étape, une variable a été ajoutée sur la base de la p-valeur ($\alpha = 0,05$) du coefficient de régression, et le critère d'information d'Akaike (Akaike, 1973) a été utilisé pour fixer une limite au nombre total de variables incluses dans le modèle final. Pour éviter la multi-collinéarité entre variables explicatives, seule la variable possédant la valeur la plus élevée de r (en valeur absolue) parmi θ_V , WFPS et D_p/D₀ a été injectée dans le modèle.

Les épisodes de pic d'émissions de N_2O ont été analysés spécifiquement. Étant donné leur caractère hautement sporadique, ils ont été identifiés sur base d'une évaluation visuelle. Le début du pic était déterminé par une augmentation soudaine des émissions de N_2O et sa fin par un retour au niveau des émissions de fond.

L'influence du travail du sol sur les émissions de N₂O et CO₂ a été évalué en comparant les flux moyens sur CT et RT sur l'ensemble de la campagne. Les hypothèses de normalité et d'homogénéité des variances des populations de flux moyens sur 4 h ont été testées à l'aide du test de normalité de Shapiro-Wilk et du test d'homogénéité des variances de Levene (scipy.stats). La normalité des distributions n'étant pas respectée, la procédure non paramétrique de ré-échantillonnage (*boostrapping*) suivante a été utilisée (Boos et Brownie, 1988) :

- 1. Détermination de l'hypothèse nulle H₀.
- 2. Calcul de la valeur originale de la statistique du test T_{obs}.
- 3. Constitution de n_b échantillons par échantillonnage avec remise dans chaque groupe.
- Calcul de la statistique du test T_i pour chaque échantillon lorsque l'hypothèse nulle est vraie. Les valeurs T₁, ..., T_{nb} forment la distribution d'échantillonnage (*boostrap*) utilisée dans les étapes suivantes.
- 5. Calcul de la proportion p de valeurs dans T_1 , ..., T_{n_b} supérieures ou égales à T_{obs} . Dans le cas d'un test bilatéral, la valeur p vaut $2 \cdot \min(p, 1 p)$.

L'hypothèse nulle était H_0 : $f_{CT} = f_{RT}$, où f_{CT} et f_{RT} sont respectivement les flux de gaz moyens mesurés sur CT et RT. $n_b = 10\,000$ répétitions ont été effectuées. Quand une procédure de ré-échantillonnage est utilisée, Boos et Brownie (1988) recommandent l'utilisation de la statistique du test t de Welch (Welch, 1947) (Équation 4.11).

$$T = \frac{\overline{f_{CT}} - \overline{f_{RT}}}{\sqrt{\frac{s_{CT}^2}{N} + \frac{s_{RT}^2}{N}}}$$
(4.11)

Où s² et N correspondent respectivement à la variance et à la taille de chaque échantillon.

5 Résultats

5.1 Évolution temporelle des variables pédo-climatiques

La Figure 5.1 montre l'évolution temporelle des variables pédo-climatiques mesurées en continu entre le 30 avril et le 2 juillet 2021. Durant les 63 jours de mesure, le cumul pluviométrique s'est élevé à 110 mm et la température de l'air moyenne était de 18 °C. Deux épisodes de précipitations importantes ont été observés, le premier du 2 au 4 juin et le second du 18 au 22 juin, au cours desquels les cumuls s'élèvaient respectivement à 21,1 et 41 mm. La température du sol (T_{sol}) a évolué de manière semblable à chaque profondeur sur CT et RT, avec un minimum de 4,5 °C atteint en début de campagne dans l'horizon 0-10 cm, puis une augmentation progressive jusqu'à dépasser 30 °C le 16 juin. Le WFPS à 0-10 cm a varié entre 0,36 et 0,67 m³.m⁻³ sur CT. Sur RT, un test effectué durant la campagne a montré que les mesures de la sonde d'humidité à 0-10 cm présentaient un décalage important (environ 0,1 m³.m⁻³), résultant en la surestimation des valeurs de θ_V . La valeur absolue des variables liées à cette sonde (θ_V , WFPS, D_p/D_o) ne sont donc pas interprétables. Bien que les cycles de variation de WFPS soient relativement semblables entre les deux parcelles, le WFPS sur RT aux profondeurs 10-20 et 20-30 cm était en moyenne supérieur respectivement de 20 et 4 % par rapport à CT. Cette différence s'est par ailleurs accentuée au cours du temps. De manière similaire, le D_p/D_o était en moyenne 2,5 fois plus élevé en CT qu'en RT dans l'horizon 10-20 cm. Entre le 30 avril et le 20 juin la concentration en O_2 était proche sur les deux parcelles, et était caractérisée par des oscillations journalières variables en fonction de la modalité et de la profondeur, ainsi que par une baisse progressive de 0,16% par jour en moyenne. Le 21 juin, une chute de la concentration en O_2 a été observée sur RT, passant de 20,5 à 15,5 % en deux jours dans l'horizon 0-10 cm. Cette chute de la concentration en O₂ en surface n'a pas été observée sur CT, où des variations ont seulement été mesurées dans l'horizon 20-30 cm à cette période.

Sur RT, 6 sondes de θ_V et 6 sondes de T_{sol} supplémentaires ont été installées sur la placette de mesure des flux, afin d'explorer la variabilité spatiale de ces paramètres. Sur l'ensemble de la campagne de mesure, θ_V sur 0-30 cm a présenté un coefficient de variation moyen de 3,2 ± 0,4 %, contre 3,4 ± 1,8 % pour T_{sol} à 0-10 cm (*cf.* Annexe F).



FIGURE 5.1 – Évolution temporelle de (a) la température moyenne journalière de l'air et les précipitations, (b) la teneur en eau volumétrique du sol (θ_V), (c) le WFPS, (d) la diffusivité relative des gaz dans le sol (D_p/D_o), (e) la concentration en O_2 dans le sol et (f) la température du sol (T_{sol}) sur CT et RT. θ_V , WFPS, D_p/D_o , concentration en O_2 et T_{sol} sont des valeurs moyennes par cycle de 4 h (n=8), mesurées à trois profondeurs (0-10, 10-20, 20-30 cm) dans chaque parcelle (CT et RT).

Dans l'horizon 0-10 cm, un effet significatif (p < 0,05) du travail du sol sur les teneurs en COT, N_{tot}, NO₃⁻ et NH₄⁺ en début de campagne a été observé (Table 5.1). Entre 0 et 10 cm, les teneurs en COT et N_{tot} sur RT étaient en moyenne supérieures de respectivement 18 et 27 % par rapport à CT. En RT, l'horizon de surface présentait par ailleurs des teneurs en COT et N_{tot} significativement plus élevées que les horizons sous-jacents. La différence de pH dans l'horizon de surface entre les deux parcelles n'était pas significative. En début de campagne, la densité apparente en surface était supérieure de 5 % sur RT par rapport à CT, alors que la tendance inverse a été observée dans les horizons 10-20 et 20-30 cm. Par ailleurs, un effet très hautement significatif (p < 0,001) de la profondeur sur la densité apparente a été observé, avec une augmentation moyenne entre l'horizon 0-10 et l'horizon 10-20 de 9 et 19 % respectivement sur CT et RT.

TABLE 5.1 – Moyenne et erreur standard (n = 4) de propriétés physico-chimiques des échantillons de sol sur chaque parcelle (CT et RT) à trois profondeurs (0-10, 10-20, 20-30 cm) sur CT et RT, au début de la campagne de mesure (28/04/2021). COT, carbone organique total; N_{tot}, azote total; NO₃⁻, nitrates; NH₄⁺, ammonium; ρ_a , densité apparente.

	COT [g.kg ⁻¹]		N _{tot} [g.kg ⁻¹]		pH (KCl)		NO ₃ ⁻ [kg N.ha ⁻¹]		NH_4^+ [kg N.ha ⁻¹]		$\rho_{a} \left[g.cm^{-3} \right]$	
Traitement	T ns, P ns		T ns, P ns		T ns		T***, P ns		T***, P ns		T ns, P***	
CT 0-10 cm	12,25 ± 0,87	а	$1,13 \pm 0,03$	а	$6,63 \pm 0,03$	а	15,93 ± 3,31	а	0,76 ± 0,13	a	$1,29 \pm 0,04$	ac
CT 10-20 cm	$12,\!67 \pm 0,\!82$	ab	$1,2 \pm 0$	а			$13,14 \pm 5,15$	а	$1,\!18\pm0,\!46$	ab	$1,\!41 \pm 0,\!02$	bc
CT 20-30 cm	$12,75 \pm 0,55$	ab	$1,\!18 \pm 0,\!03$	а			$13,05 \pm 2,2$	а	$1,\!48 \pm 0,\!31$	ab	$1,\!44 \pm 0,\!03$	bc
RT 0-10 cm	$14,5\pm0,58$	b	$1,38 \pm 0,03$	b	$7{,}1\pm0{,}24$	а	$35,\!68 \pm 1,\!87$	b	$2,31 \pm 0,3$	b	$1,\!23\pm0,\!06$	а
RT 10-20 cm	$12 \pm 0,82$	а	$1,13 \pm 0,03$	а			$17,\!87 \pm 4,\!15$	а	$1,\!8\pm0,\!21$	ab	$1,46 \pm 0,03$	b
RT 20-30 cm	$11,5 \pm 0,33$	а	$1,08 \pm 0,03$	а			$19,01 \pm 3,37$	а	$2,08 \pm 0,33$	b	$1,\!48 \pm 0,\!03$	b

Les différences significatives (ANOVA) au sein des facteurs travail du sol (T) et profondeur (P) sont indiquées sur la deuxième ligne du tableau. Différentes lettres indiquent une différence significative entre les valeurs pour un seuil de signification de 0,05 (test de Tukey). Les seuils de signification pour les facteurs travail du sol et profondeur sont : *p < 0,05, **p < 0,01, **p < 0,001, ns non significatif.

La Figure 5.2 montre l'évolution temporelle des teneurs en N minéral échangeable (NO₃⁻ et NH₄⁺) sur CT et RT. A la fin du mois d'avril, l'horizon de surface de RT présentait des teneurs en NO₃⁻ et NH₄⁺ de respectivement 35,68 et 2,31 kg N.ha⁻¹, contre 15,93 et 0,76 kg N.ha⁻¹ en CT. Ensuite, sur CT la teneur moyenne en NO₃⁻ a fortement augmenté en surface entre le premier et le second échantillonnage (+ 20 kg N.ha⁻¹). Après une diminution à la fin du mois de mai, la teneur en NO₃⁻ dans le premier horizon est remontée à 40 kg N.ha⁻¹ à la mi-juin sur CT et RT, pour finalement descendre à des valeurs situées entre 0 et 5 kg N.ha⁻¹. En ce qui concerne la teneur en NH₄⁺, elle a progressivement baissé jusqu'au 7 juin, puis est remontée pour atteindre des valeurs se situant entre 1 et 2 kg N.ha⁻¹. Quant à la variabilité spatiale des teneurs en NO₃⁻ et NH₄⁺, elle était maximale dans l'horizon de surface sur les deux parcelles, et supérieure en RT par rapport à CT entre mi-mai et mi-juin.



FIGURE 5.2 – Évolution des teneurs en NO₃⁻ et NH₄⁺ (moyenne \pm erreur standard, n=4) à trois profondeurs (10-20, 10-20, 20-30 cm) sur CT (bleu) et RT (rouge).

L'évolution temporelle de la densité apparente sur CT et RT est représentée sur la Figure 5.3. Lors de chaque échantillonnage, les valeurs les plus élevées ont été mesurées dans les horizons 10-20 et 20-30 cm sur RT, tandis qu'une augmentation de la densité moyenne en surface a été observée sur les deux parcelles (+ 8 %) entre le début et la fin de l'expérience. La variabilité spatiale était également maximale dans l'horizon de surface en CT et RT.



FIGURE 5.3 – Évolution de la densité apparente du sol (ρ_a) (moyenne ± erreur standard, n=4) à trois profondeurs (10-20, 10-20, 20-30 cm) sur CT (bleu) et RT (rouge).

L'évolution temporelle de l'indice de surface foliaire de la betterave sucrière est représentée sur la Figure 5.4. A la fin du mois de juin la surface foliaire sur RT était en moyenne supérieur de 43 % à CT, avec cependant une variabilité spatiale prononcée. Une suivi plus complet de la végétation (biomasse aérienne, biomasse racinaire, hauteur des plants) est présenté dans l'Annexe G.



FIGURE 5.4 – Évolution de l'indice de surface foliaire (moyenne \pm erreur standard, n=4) sur CT (bleu) et RT (rouge).

5.2 Flux de N_2O et CO_2

Entre le 30 avril et le 1^{ier} juillet, 2934 demi-heures de mesures ont été collectées. La Table 5.2 reprend les proportions de flux de N_2O et CO_2 filtrés sur CT et RT sur l'ensemble de la campagne. Le filtrage par jour est détaillé dans l'Annexe H. Avant le calcul des flux,

respectivement 1,97 et 1,67 % des demi-heures ont été supprimées dû à des opérations de maintenance (test, calibration...) ou à des incidents techniques (non fermeture d'un couvercle, déconnection d'une ligne de prélèvement...). Le filtre sur les flux de N₂O négatifs a entraîné la suppression de 2,34 % des flux sur RT, contre 0,07 %. Respectivement 2,14 et 5,72 % des séries concentration-temps de CO₂ étaient strictement décroissantes sur CT et RT, et ont donc été supprimées.

	N	2 0	CO ₂		
Filtre	СТ	RT	СТ	RT	
Maintenance et problèmes techniques	1,97 %	1,67 %	1,97 %	1,67 %	
$RMSE - R_{aiuste}^2$	2,77 %	0,70 %	/	/	
Flux négatifs	0,07 %	2,34 %	2,14 %	5,72 %	
Total	4,81 %	4,71 %	4,11 %	7,39 %	

TABLE 5.2 – Proportion de flux de N_2O et CO_2 manquants sur CT et RT. Les flux de CO_2 supprimés correspondent à des séries concentration-temps strictement décroissantes.

Les flux de N₂O et CO₂ par chambre de mesure ont été caractérisés par une forte variabilité spatio-temporelle (Figures 5.5a et 5.5b), à la fois intra-modalité et d'une modalité à l'autre. Dans toutes les chambres des pics d'émissions ont été mesurés, mais ceux-ci différaient à la fois au niveau de leur nombre, de leur amplitude, de leur durée et du moment où ils se déclenchaient.

Pour le N₂O, sur CT, alors que le pic d'émissions dans la chambre 7 s'est élevé à 764 $\eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$ (Figure 5.5a), les émissions maximales dans la chambre 6 n'ont pas excédé 55 $\eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$. Cette différence s'est encore davantage marquée sur RT (Figure 5.5b), avec un pic supérieur à 3403 $\eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$ dans la chambre 3, contre des émissions inférieures à 100 $\eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$ dans la chambre 4.

Pour le CO_2 , sur RT, bien que des oscillations journalières aient été observées sur la plupart des chambres, des émissions de CO_2 faibles ou nulles ont été mesurées pendant plusieurs jours dans les chambres 3, 5 et 8 (Figure 5.5b). Cependant aucun motif technique n'a pu expliquer cette absence de flux.



FIGURE 5.5 – Évolution temporelle des flux de N₂O (f_{N_2O} , violet) et CO₂ (f_{CO_2} , vert) dans chaque chambre sur (a) CT et (b) RT. À noter que les échelles des axes verticaux sont différentes. Les mêmes graphiques avec des échelles verticales communes se trouvent dans l'Annexe I.



FIGURE 5.5 – Évolution temporelle des flux de N₂O (f_{N_2O} , violet) et CO₂ (f_{CO_2} , vert) dans chaque chambre sur (a) CT et (b) RT. À noter que les échelles des axes verticaux sont différentes. Les mêmes graphiques avec des échelles verticales communes se trouvent dans l'Annexe I.

Les flux moyen de N_2O et CO_2 sur 4 h sont représentés sur la Figure 5.6. Sur les deux modalités, deux épisodes de pics des émissions de N_2O ont été identifiés, au début et dans le courant du mois de juin.



FIGURE 5.6 – Évolution temporelle des flux moyens sur 4 h de (a) N_2O (f_{N_2O}) et (b) CO_2 (f_{CO_2}) sur **CT (bleu) et RT (rouge).** Les lignes et les aires colorées représentent respectivement le flux moyen et l'erreur standard du flux moyen.

Le premier épisode de flux de N₂O importants a débuté 41 jours après l'implantation de la culture et 61 jours après la fertilisation (Table 5.3). Durant cet épisode deux pics d'émissions se sont immédiatement succédés, au cours desquels l'augmentation des flux a à chaque fois coïncidé avec une forte augmentation de θ_V (Figure 5.1). Sur CT, le premier pic d'émissions a atteint 244 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹ 12 h après le pic de θ_V , tandis que le second pic s'est élevé à 154 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹. 54 % des émissions de N₂O sur CT ont eu lieu durant cet épisode. Sur RT, les deux pics observés durant le premier épisode avaient des allures similaires (Figure 5.6), avec des flux moyens sur 4 h maximums de 379 et 365 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹, respectivement 16 et 12 h après le maximum de θ_V .

Le deuxième épisode correspond à un pic élevé sur RT (510 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹), mais de moindre importance sur CT (49 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹). Durant cet épisode 28,1 mm de pluie

sont tombés sur la parcelle en 5 jours (Table 5.3), provoquant une augmentation importante de θ_V (Figure 5.1).

En dehors de ces périodes, des pics de moindre amplitude ou de plus courte durée ont été observés sur RT et CT, entre lesquels seules des émissions de fond étaient mesurées (Figure 5.6). Ces pics "secondaires" étaient généralement supérieurs sur RT que sur CT. Peu de différences ont été observées entre les émissions de fond.

TABLE 5.3 – Résumé des caractéristiques de chaque épisode de flux de N₂O élevés durant la campagne de mesure sur CT et RT. $\frac{\Delta NO_3^-}{\Delta t}$ et $\frac{\Delta NH_4^+}{\Delta t}$ ont été calculés comme le rapport entre les variations de teneurs en NO₃⁻ et NH₄⁺ mesurées (différences entre les valeurs mesurées lors des échantillonnages de sol suivant et précédant les épisodes de pic d'émissions) et l'intervalle de temps entre les échantillonnages de sol suivant et précédant les épisodes de pic d'émissions.

			ode 1	Episode 2		
Caractéristiques	Unités	СТ	RT	СТ	RT	
Date de début	/	02/06	/2021	20/06	/2021	
Durée	Jours	5	7	8		
Nombre de jours après le semis	Jours	41		59		
Nombre de jours après la fertilisation	Jours	6	1	79		
Pluie le jour précédent	mm	()	2,6		
Pluie totale	mm	21,2		28,1		
Flux de N ₂ O moyen	$\eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$	70	103	17	128	
Contribution au flux de N2O cumulé	/	55 %	30 %	16 %	44 %	
Flux de CO ₂ moyen	$\mu g CO_2$ -C.m ⁻² .s ⁻¹	148	116	93	150	
WFPS à 0-10 cm	/	54 %	/	55 %	/	
D _p /D _o à 0-10 cm	-	0,024	/	0,021	/	
O ₂ à 0-10 cm	/	20,61 %	20,03 %	20,25 %	18,16 %	
T _{sol} à 0-10 cm	°C	18,9	19,1	16,8	17,0	
$\frac{\Delta \text{NO}_3^-}{\Delta \text{t}}$ à 0-10 cm	kg N.ha ⁻¹ .jour ⁻¹	+ 1,92 ± 1,03	$+1,70 \pm 1,99$	- 1,97 ± 0,37	- 1,94 ± 0,79	
$rac{\Delta \mathrm{NH}_4^+}{\Delta \mathrm{t}}$ à 0-10 cm	kg N.ha ⁻¹ .jour ⁻¹	$-0,036 \pm 0,009$	$-0,042 \pm 0,085$	$+0,035 \pm 0,005$	$+0,055 \pm 0,057$	

La Figure 5.7 montre la relation entre le coefficient de variation des flux de N_2O et CO_2 sur 4 h et le flux moyen correspondant. Sur les deux modalités, les flux de N_2O ont été caractérisés par une forte variabilité spatiale, avec des coefficients de variation (CV) allant de 23 à 390 % sur RT, et de 6 à 275 % sur CT. Le CV des flux de CO2 a par ailleurs dépassé 200 % sur les deux modalités. Pour les deux gaz, le CV était systématiquement important pour les flux de grande amplitude.



FIGURE 5.7 – Relation entre le coefficient de variation et le flux moyen (n=8) de (a) N_2O et (b) CO_2 sur CT (bleu) et RT (rouge). Les axes des abscisses sont en échelle logarithmique.

Sur l'ensemble de la campagne, le flux moyen de N₂O (41,36 ± 18,66 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹) sur RT était presque 3 fois plus élevé que sur CT (14,61 ± 5,24 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹) (Figure 5.8), les flux cumulés atteignant respectivement 105 et 308 g N₂O-N.ha⁻¹. Cependant, le test non-paramétrique d'égalité des moyennes a montré que la différence de flux moyens n'était pas significativement différente de 0 (p = 0,11) (*cf.* Annexe J). Les émissions moyennes de CO₂ sur CT (66,21 ± 18,21 μ g CO₂-C.m⁻².s⁻¹) et RT (77,27 ± 22,37 μ g CO₂-C.m⁻².s⁻¹) n'étaient pas significativement différentes sur l'ensemble de la campagne.



FIGURE 5.8 – Comparaison des flux moyens (n=8) de (a) N_2O et (b) CO_2 sur CT (bleu) et RT (rouge) sur l'ensemble de la campagne de mesure. Les barres d'erreurs représentent l'erreur standard des flux moyens calculées par *bootstrapping* (10 000 répétitions).

5.3 Relation entre les flux de N₂O et les facteurs d'influence

La corrélation partielle entre le logarithme en base 10 des flux de N₂O (log₁₀(f_{N_2O})) moyens sur 4 h et les autres variables mesurées à la même résolution temporelle a été calculée. Ensuite, une régression linéaire multiple pas-à-pas a été effectuée afin d'étudier plus en détail les effets de ces variables. Les résultats sont repris dans la Table 5.4. Dans le premier horizon (0-10 cm), D_p/D_o expliquait mieux la variabilité des flux de N₂O que θ_V et WFPS sur CT et RT. Sur RT le flux de N₂O étaient peu corrélés à la concentration en **O**₂. Sur CT, une corrélation négative significative (p < 0,05) entre log₁₀(f_{N_2O}) et la concentration en **O**₂ à 0-10 cm a été observée. Sur CT et RT, les corrélations les plus élevées entre log₁₀(f_{N_2O}) et **T**_{sol} ont été observées à la profondeur la plus basse (20-30 cm). Par ailleurs, sur CT, le log₁₀(f_{N_2O}) n'était pas significativement corrélé à la température de surface (r = 0,05, p > 0,05).

Pour les deux modalités, le logarithme en base 10 du flux de CO₂ (log₁₀(f_{CO_2})) était la variable expliquant le mieux log₁₀(f_{N_2O}), avec des r de respectivement 0,76 et 0,83. Par ailleurs, log₁₀(f_{CO_2}) et D_p/D_o dans le premier horizon (0-10 cm) sont les meilleures prédicteurs de log₁₀(f_{N_2O}) sur CT ($R_{ajuste}^2 = 0,77$) et RT ($R_{ajuste}^2 = 0,84$).

Modalité	Prof.	r						Modèle de régression	R ² _{ajuste}	
		$\theta_{\mathbf{V}}$	WFPS	D_p/D_o	O ₂	T _{sol}	$log_{10}(f_{CO_2})$		-,	
СТ	0-10	-0.24***	0,23***	-0,28***	-0,11*	-0,03 ns		$Y = 1,19 \log_{10}(f_{CO_2}) - 8,58 D_p/D_o - 0,99$	0,77	
	10-20	-0,26***	0,26***	-0,08 ns	-0,08 ns	-0,31***	0,76***	$Y = 1,41 \log_{10}(f_{CO_2}) - 1,64$	0,73	
	20-30	0,25***	-0,22***	0,1 ns	0,15**	0,49***		$Y = 1,41 \log_{10}(f_{CO_2}) - 1,64$	0,73	
RT	0-10	-0,13*	0,13*	-0,2***	-0,02 ns	0,15**		$Y = 1,16 \log_{10}(f_{CO_2}) - 53,01 D_p/D_o - 0,39$	0,84	
	10-20	0,04 ns	-0,04 ns	0,13*	0,01 ns	-0,24***	0,83***	$Y = 1,29 \log_{10}(f_{CO_2}) - 43,67 D_p/D_o - 0,78$	0,79	
	20-30	-0,19***	0,19***	-0,23***	-0,08 ns	0,33***		$Y = 1,25 \log_{10}(f_{CO_2}) - 253,96 \text{ D}_p/\text{D}_o - 0,59$	0,83	

TABLE 5.4 – Coefficient de régression partiel de Pearson et modèle de régression linéaire multiple du logarithme en base 10 des flux de N₂O en fonction des facteurs d'influence supposés par profondeur (0-10, 10-20 20-30 cm) sur CT et RT.

La teneur en eau volumétrique (θ_V), la porosité saturée en eau (WFPS), la diffusivité relative des gaz dans le sol (D_p/D_o), la concentration en oxygène dans le sol (O_2), la température du sol (T_{sol}), et le logarithme en base 10 des flux de CO_2 ($log_{10}(f_{CO_2})$) ont été considérées comme des variables explicatives (X), le logarithme en base 10 des flux de N_2O a été considéré comme la variable à expliquer (Y).

A chaque profondeur, seule la variable possédant la valeur la plus élevée de r (en valeur absolue) parmi θ_V , WFPS et D_p/D_o a été testée dans le modèle pour éviter la multi-collinéarité entre variables explicatives.

Les seuils de signification pour les coefficients de la régression linéaire multiple sont : *p < 0,05, **p < 0,01, ***p < 0,001 (ns : non significatif).

La distribution des flux de N₂O par classe de 10 % WFPS à la profondeur 0-10 cm sur CT est représentée sur la Figure 5.9 (a). Il apparait que la majorité des flux sur CT ont été mesurés à un WFPS se situant entre 50 et 60 %. La Figure 5.9 (b) montre la relation entre les flux de N₂O et D_p/D_o à 0-10 cm sur CT. Si quelques flux relativement élevés ont été mesurés à $D_p/D_o = 0.04$, la majorité ont été observés sous le seuil $D_p/D_o = 0.03$.



FIGURE 5.9 – (a) Diagramme en "boîtes et moustaches" du flux de N₂O (f_{N_2O}) en fonction du WFPS à 0-10 cm sur CT, groupé par classe de 10 %. Les lignes dans les boites représentent la médiane. Les extrémités des boites représentent respectivement les quartiles inférieur et supérieur. Les "moustaches" s'étendent aux points qui se situent dans un intervalle de 1,5 fois l'écart interquartile du quartile inférieur et supérieur. Les observations qui se situent en dehors de cet intervalle sont affichées indépendamment. (b) f_{N_2O} en fonction de la diffusivité relative des gaz dans le sol (D_p/D_o) à 0-10 cm sur CT. La ligne verticale pointillée à $D_p/D_o = 0,006$ représente la valeur critique identifiée par (Balaine *et al.*, 2013).

La Figure 5.10 montre la relation entre le flux de N_2O moyen et le flux de CO_2 moyen pour chaque chambre de mesure sur CT et RT. La tendance indique une proportionnalité entre le flux le flux de CO_2 moyen et le flux de N_2O .



 $\label{eq:Figure 5.10} F_{IGURE} \ 5.10 - Relation \ entre \ les \ flux \ moyens \ de \ N_2O \ (f_{N_2O}) \ et \ CO_2 \ (f_{CO_2}) \ par \ chambre \ de \ mesure \ sur \ CT \ (bleu) \ et \ RT \ (rouge).$

6 Discussion

6.1 Dynamique des flux de N₂O

Des flux de N₂O importants étaient attendus peu de temps après l'installation du système de mesure. En effet, une augmentation des émissions de N2O est souvent observée après la fertilisation (Bateman et Baggs, 2005, Machado et al., 2021, Pinheiro et al., 2019). Ici, seuls des flux relativement faibles (< 20 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹) ont été mesurés sur les deux modalités après l'implantation de la culture, probablement en raison de l'état relativement sec du sol en sortie du mois d'avril (Figure 5.1), et aux faibles précipitations (< 3 mm) jusqu'à la mi-mai. Sur CT, le WFPS en surface se trouvait par conséquent en-dessous de 0,5 m³.m⁻³, seuil sous lequel une réduction significative des émissions de N2O est généralement constatée (Bateman et Baggs, 2005, Boeckx et al., 2011). Par ailleurs, Lognoul et al. (2019) ont montré que la perturbation des premiers centimètres du sol lors de la préparation du lit de semences avait un effet inhibiteur sur les flux de N₂O, en interrompant un éventuel pic suivant la fertilisation et en retardant le début du prochain épisode d'émissions élevées. Ce n'est cependant pas toujours le cas, car Peterson *et al.* (2019) ont montré que la perturbation mécanique par le travail du sol pouvait mener à des flux de N2O importants. En début d'expérience, les teneurs en NO_3^- étaient beaucoup plus élevées que les teneurs en NH_4^+ sur les deux modalités, alors que l'engrais appliqué contenait les deux espèces. La diminution de la teneur en NH⁺₄ est probablement due à de la nitrification, ainsi qu'à la volatilisation sous forme de NH₃, qui peut être importante lorsque du nitrate d'ammonium est appliqué en surface (Fenn et Kissel, 1973).

Pendant la suite de la campagne, deux épisodes de pics d'émission de N₂O représentant moins de 24 % de la durée de la campagne ont constitué plus de 70 % des flux totaux mesurés, à la fois sur CT et RT (Table 5.3). Durant ces épisodes, des flux de N₂O élevés ont été observés (Figure 5.6), avec sur CT et RT des flux moyens sur 4 h supérieurs à 200 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹, et un maximum de 521 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹ atteint sur RT à la fin du mois de juin. Des épisodes d'émissions élevées sont fréquemment observés (Wagner-Riddle *et al.*, 2020). Par exemple, Molodovskaya *et al.* (2012) ont enregistré des pics d'émissions constituant 51 % des émissions totales de N₂O, alors qu'ils s'étaient produits sur moins de 7 % de la période de mesure,

et Scheer et al. (2016) ont mesuré jusqu'à 79 % des émissions annuelles sur seulement 7 jours. Lors d'une campagne de mesure des flux de N2O par eddy covariance sur une parcelle en CT et cultivée en betterave, Lognoul et al. (2019) ont également constaté deux épisodes d'émissions intenses entre l'implantation de la culture et la fin du mois de juin, avec un pic d'émissions de 140 $\eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$. Des pics de N₂O similaires à ceux mesurés durant la présente campagne ont déjà été observés en climat tempéré (Krauss et al., 2017b, Levy et al., 2017, Oertel et al., 2016, Wang et al., 2018a). Cependant les pics d'émissions mesurés durant la présente campagne sont nettement supérieurs à ceux observés par Lognoul et al. (2017) sur le même dispositif expérimental en 2015 sous culture de maïs. Cette différence pourrait être due à la présence de légumineuses (pois d'hiver et féverole) dans l'interculture implantée en septembre 2020 (Table 4.1), qui en 2015 était uniquement constituée de moutarde. Or l'incorporation au sol de légumineuses peut entraîner une minéralisation importante du N (Basche et al., 2014) et des émissions élevées de N₂O par rapport aux non légumineuses (Duan et al., 2018, Li et al., 2016, Pimentel et al., 2015). Les émissions de CO₂ étaient par ailleurs remarquablement élevées durant certaines périodes, avec des flux moyens sur 4 h dépassant fréquemment 100 μ g CO₂-C.m⁻².s⁻¹. Des flux similaires peuvent être observés en climat tempéré à cette époque de l'année (Kupisch et al., 2015, Rochette et al., 1991, Savage *et al.*, 2014).

Le déclenchement des deux épisodes d'émission a systématiquement coïncidé avec des événements de précipitation entraînant une augmentation rapide de la teneur en eau du sol (Figure 5.1). Les précipitations sont généralement considérées comme un facteur déclencheur des émissions de N₂O (Yan *et al.*, 2018), et de nombreux pics d'émissions de N₂O causés par un accroissement de la teneur en eau du sol ont déjà été observés (Chen *et al.*, 2019, Pimentel *et al.*, 2015, Scheer *et al.*, 2016, Snider *et al.*, 2015, Wang *et al.*, 2018a, 2011).

Durant les jours qui ont précédé le premier épisode, une augmentation graduelle de T_{sol} de 10 à 20 °C (Figure 5.1) a pu accélérer les processus de production de N₂O (Avrahami *et al.*, 2003). Bien qu'une réduction de l'aération du sol ait pu se produire suite à l'augmentation du WFPS, le maintien de la teneur en O₂ à des valeurs proches de la concentration atmosphérique, le déclin de la concentration en NH₄⁺ et l'augmentation de la teneur en NO₃⁻ en surface suggèrent une production de N₂O par nitrification (Jansson et Hofmockel, 2020).

Le deuxième épisode est survenu lors de la réhumidification du sol après 14 jours d'assèchement progressif en l'absence de précipitations (Figure 5.1). Les cycles de séchagehumidification déclenchent en effet souvent une augmentation des émissions (Beare *et al.*, 2009, Kessavalou *et al.*, 1998, Liang *et al.*, 2016). La réhumidification, en perturbant les agrégats du sol, expose la matière organique physiquement protégée (Denef *et al.*, 2001) et accélère la minéralisation (Borken et Matzner, 2009). La libération de substrat et les conditions anaérobies résultant d'une humidité élevée du sol favorisent la production de N₂O par dénitrification (Congreves *et al.*, 2018, Li *et al.*, 2016). Ici, la diminution de la concentration en NO_3^- dans les 10 premiers centimètres du sol semble soutenir l'hypothèse d'une production de N₂O par dénitrification. Ce deuxième épisode d'émissions a principalement été observé sur RT. Or Barrat *et al.* (2020) ont montré que l'amplitude du pic de N₂O suivant une réhumidification dépendait d'une part de la différence entre l'état sec et humide du sol et du WFPS après réhumidification (augmentation exponentielle une fois le sol en anaérobie) et d'autre part de la disponibilité en substrats. Les émissions plus élevées su RT lors du deuxième épisode pourraient donc avoir pour origine la plus grande concentration en résidus en surface subissant une minéralisation importante en cette période (Eylenbosch, 2020) et entraînant une consommation d'O₂ en surface.

Bien que la diminution de la teneur en NO₃ pendant le deuxième épisode soutienne l'hypothèse d'émissions de N_2O par dénitrification, d'autres processus de production de N_2O étaient peut-être à l'œuvre. En effet, l'augmentation de la concentration en NH_4^+ pourrait également avoir pour origine l'ammonification du NO₃, processus strictement anaérobie au cours duquel du N₂O peut être produit par réduction du NO₂, produit intermédiaire de la réduction de NO₃⁻ en NH₄⁺ (Giles et al., 2012). Sur RT, la réduction de la concentration en O₂ durant cet épisode a pu entraîner une chute du Eh, et favoriser un déplacement de la consommation de NO₃⁻ de la dénitrification vers l'ammonification du NO₃⁻ comme observé par Friedl et al. (2018) lors de la réhumidification du sol d'une prairie pâturée. Cependant, c'est dans des sols à pH supérieur à 7,5 et COT \geq 20 g.kg⁻¹ ou à partir d'un WFPS de 80 % qu'une contribution significative de ce processus aux émissions de N₂O a principalement été observé (Mekala et Nambi, 2017, Pan et al., 2020). La perte de NO₃ n'est par ailleurs pas forcément l'origine d'une consommation microbienne. En ce qui concerne le prélèvement par la culture, il est difficile à estimer. En effet, si dès les premiers stades de croissance les betteraves peuvent prélever des quantités significatives de N minéral (50 kg.ha⁻¹ un mois et demi après la fertilisation (Marchetti et Castelli, 2011), les prélèvement de N latéraux sont faibles durant les deux premiers mois (Zinati et al., 2001), étant donné le développement racinaire limité (Hoffmann et Kluge-Severin, 2011, Theurer, 1979). Une partie du NO₃ a également pu être transportée dans les horizons plus profonds par lixiviation lors des épisodes de précipitation (Kasper et al., 2019).

Sur les deux modalités, une forte corrélation a été observée entre les flux de N_2O et de CO_2 moyennés sur 4 h (Table 5.4). Les flux de CO_2 étant un bon prédicteur de la minéralisation du N (Curtin *et al.*, 2017), cela suggère que les flux de N_2O étaient liés à la minéralisation de la MO. La libération de molécules carbonées favorise également la dénitrification hétérotrophe (Chen *et al.*, 2013), qui entraîne elle-même une production supplémentaire de CO_2 .

Parmi les variables environnementales mesurées dans l'horizon 0-10 cm sur l'ensemble de la campagne à la même fréquence que les flux de N₂O (O₂, T_{sol}, θ_V , WFPS, D_p/D_o), la D_p/D_o était le meilleur prédicteur des flux de N₂O sur les deux modalités (Table 5.4). La même observation a été faite par Owens *et al.* (2017) sur un sol de prairie. Keller *et al.* (2019)

ont en outre mis en évidence une augmentation exponentielle des flux de N₂O cumulés avec la réduction de D_p/D_o . Ici, une relation inversement proportionnelle a été observée entre le logarithme en base 10 des flux de N₂O et D_p/D_o . Sur CT, ni le seuil de 0,006 de D_p/D_o en surface identifié par Balaine *et al.* (2013) pour le déclenchement de flux de N₂O élevé, ni le seuil de 0,02 suggéré par Schjønning *et al.* (2003) comme valeur critique de D_p/D_o pour une aération adéquate du sol n'ont été observés. Sur cette modalité, l'augmentation des émissions de N₂O a été observée dès une D_p/D_o de 0,03 en surface, et durant le principal épisode de pic de N₂O la D_p/D_o vallait en moyenne 0,024, avec un minimum de 0,02 atteint après de fortes pluies.

Sur RT, la valeur absolue de WFPS en surface n'était pas interprétable. La plus faible densité apparente à 0-10 cm sur RT, probablement à cause de la plus grande concentration des résidus en surface (Dolan *et al.*, 2006), pourrait entraîner une augmentation de la porosité et donc une réduction du WFPS par rapport aux valeurs mesurées sur CT. Cependant, l'horizon de surface en RT est généralement caractérisé par une teneur en eau supérieure à CT (Alskaf *et al.*, 2021, Strudley *et al.*, 2008), grâce à l'augmentation de la teneur en C qui accroît la capacité de rétention en eau (Booth *et al.*, 2005). Enfin, l'augmentation de la densité apparente dans les horizons de subsurface en RT pourrait entraîner une accumulation transitoire d'eau en surface, à cause de la diminution de la conductivité hydraulique à saturation et de la vitesse d'infiltration de l'eau dans le profil de sol (Schlüter *et al.*, 2019). Lors du retrait du système de mesure, une calibration spécifique de la sonde d'humidité à 0-10 cm sur RT permettra l'analyse approfondie de la dynamique des propriétés hydriques en surface (WFPS, D_p/D_o), de leur lien avec les flux de N₂O, et la mise en évidence d'éventuelles différences avec CT.

6.2 Variabilité spatiale des flux de N₂O

La variabilité spatiale des flux de N₂O était importante sur les deux modalités. Ce phénomène est courant, même à l'échelle de quelques mètres (Ambus et Christensen, 1994, Ball *et al.*, 2000, Lammirato *et al.*, 2018, Mathieu *et al.*, 2006, van den Heuvel *et al.*, 2009, Yanai *et al.*, 2003). Au niveau des parcelles d'essai, des variations importantes des teneurs en NO₃⁻ et NH₄⁺ ont été observées (Figure 5.2). Or le contenu en NO₃⁻ et NH₄⁺ conditionne en grande partie la production de N₂O (Del Grosso *et al.*, 2000, Butterbach-Bahl *et al.*, 2013). Par ailleurs, la variabilité de la densité apparente en surface (Figure 5.3) sur CT et RT suggère une hétérogénéité de la porosité et de la diffusivité des gaz au sein de chaque modalité. La teneur en eau et la température du sol, facteurs d'influence majeurs des processus d'échange de N₂O (Butterbach-Bahl *et al.*, 2013), étaient par contre relativement homogènes à l'échelle de la placette de mesure des flux sur RT.

La présence de *hotspots* à micro-échelle pourrait également expliquer les différences importantes entre chambres. Bien qu'aucune mesure des paramètres physico-chimiques n'ait

CHAPITRE 6. DISCUSSION

été effectuée sous les chambres de manière spécifique étant donné le maintien du système de mesure au-delà du présent travail, la variabilité spatiale importante des flux de CO_2 (Figure 5.7) et le lien entre les flux de N_2O et CO_2 (Figure 5.10) dans chaque chambre montrent des différences de disponibilité en substrat entre les chambres, probablement dues à des variations de concentration en résidus. Or les résidus favorisent l'apparition de *hotspots* de dénitrification (Kravchenko *et al.*, 2017). Bien que les teneurs en C et N du sol variaient peu dans les parcelles en début de campagne (Table 5.1), une micro-variabilité a pu être atténuée par la méthode d'échantillonnage (échantillon composite). Une évaluation des propriétés physico-chimiques (COT, N_{tot}, pH, densité apparente, perméabilité à l'air) à l'emplacement des chambres lors du retrait du système de mesure (octobre 2021) pourrait permettre d'expliquer une partie de la variabilité spatiale flux de N₂O et CO₂ (Van Den Heuvel *et al.*, 2011).

6.3 Impact du travail du sol sur les émissions de N₂O

Sur les deux mois de mesures que comporte le présent travail, la différence de flux de N₂O moyen entre CT et RT n'était pas significative, même si la tendance observée montre d'avantage d'émissions de N₂O sur RT. Bien que certains auteurs aient mis en évidence des émissions de N₂O supérieures en RT par rapport au CT (Lognoul *et al.*, 2017, Sheehy *et al.*, 2013), une différence entre les deux modalités de travail du sol n'est pas toujours constatée (Abdalla *et al.*, 2010, Boeckx *et al.*, 2011, Grandy *et al.*, 2006, Krauss *et al.*, 2017b).

Le flux de N₂O moyen sur RT était près de trois fois plus élevé que sur CT (Figure 5.8), mais également supérieur aux émissions généralement mesurées en cette période sur un sol agricole (Chatskikh *et al.*, 2008, Lognoul *et al.*, 2017). La tendance à l'augmentation des émissions de N₂O sur RT par rapport à CT pourrait être due à la plus forte concentration en résidus en surface sur RT. La minéralisation de ces résidus augmente la disponibilité des substrats nécessaires aux processus de nitrification et dénitrification (Booth *et al.*, 2005, Hénault *et al.*, 2012, Mehnaz *et al.*, 2019), et peut entraîner une augmentation des émissions de N₂O (Hu *et al.*, 2019). Par ailleurs, la densité apparente en surface était en moyenne plus faible sur RT que sur CT, ce qui suggère une augmentation de la porosité. Or, Kravchenko *et al.* (2017) ont montré qu'une concentration élevée en résidus et la présence de nombreux pores de grande taille constituent des conditions favorisant l'apparition de *hotspots* d'émissions.

Si la réduction du travail du sol est parfois associée à une réduction des émissions de CO_2 des sols (Abdalla *et al.*, 2013), ici aucune différence significative de flux moyen de CO_2 n'a été observée entre les modalités (Figure 5.8). Bien que des émissions similaires aient déjà été mesurées sur un sol agricole au printemps (Wang *et al.*, 2011), les flux de CO_2 étaient entre 4 et 6 fois supérieurs à ceux mesurés sur le même essai en maïs entre le 16 juin et le 15 octobre 2015 (Lognoul *et al.*, 2017), et supérieurs également, bien que dans des proportions

moindres, aux taux de respiration du sol observés par Suleau *et al.* (2011) dans des conditions semblables.

Les bilans présentés ne concernant que les deux premiers mois de la saison de culture des betteraves, les résultats pourraient ne pas être représentatifs de l'entièreté de la saison. Cependant, sur une parcelle de betterave et dans des conditions édaphiques et météorologiques proches, Lognoul *et al.* (2019) ont uniquement mesuré des émissions de fond à partir du mois de juillet. La plus grande inconnue semble concerner la période entre la fertilisation (02/04) et la mise en route du système de mesure (30/04) quelques jours après le semis des betteraves. En effet, les mêmes auteurs ont mesuré 28 % des émissions de N₂O pendant la période séparant l'application d'engrais azotés minéraux et le semis (22 jours). Par ailleurs, dans les jours suivant l'épandage de 90 kg N/ha sur un sol agricole au début du mois de mai, Boeckx *et al.* (2011) ont mesuré un pic d'émission de N₂O. Des émissions de N₂O n'ont cependant pas toujours lieu directement après la fertilisation. Machado *et al.* (2021) n'ont par exemple observé une augmentation des émissions qu'après un événement de précipitation 18 jours après la fertilisation.

6.4 Perspectives

Étant donné les limitations techniques du système de mesure (deux analyseurs, un profil de mesures ancillaires par modalités, temps de mesure etc.), des sous-parcelles ont été étudiées au sein de chaque modalité, et les vraies répétitions des traitements n'ont pas été exploitées. Afin d'évaluer la représentativité des mesures collectées, une campagne d'étude de la variabilité spatiale intra- et inter-parcelles pourrait être mise en œuvre, au sein des parcelles étudiées et sur les autres modalités de l'essai. Elle devrait être effectuée lors d'un pic d'émission, car les flux élevés se caractérisent par une variabilité spatiale importante (Figure 5.7) et contribuent majoritairement aux flux totaux (Table 5.3). Outre une évaluation de la représentativité des flux mesurés sur la placette des chambres vis-à-vis de la parcelle entière, cette analyse permettrait, in fine, de confirmer ou infirmer les différences d'émissions observées entre les deux modalités. Par ailleurs, la connaissance de la variabilité spatiale permettrait aussi de repenser la conception du système de mesure des flux (nombre de chambres, disposition), afin de maximiser la puissance statistique des comparaisons entre traitements (Morris et al., 2013). Finalement, une telle analyse permettrait d'évaluer la nature bio-physico-chimique, la taille et la densité des hotspots, en combinant les mesures de flux à des analyses physico-chimiques de sol à l'emplacement des mesures. La variabilité des différents processus microbiens de production du N2O durant le pic d'émission pourrait également être quantifiée en déterminant des niveaux de transcription des gènes du cycle de l'azote (nirK, nirS, nosZ, amoA) par PCR quantitative, similairement à Theodorakopoulos et al. (2017).

CHAPITRE 6. DISCUSSION

Deux méthodes de gapfilling "simple" (interpolation linéaire et moyenne mobile pondérée) des flux manquants ont été combinées afin d'éviter le biais de la moyenne d'un cycle de 4 h. Si ces méthodes sont relativement robustes lorsque le nombre de données consécutives à combler est réduit (Dorich et al., 2020), l'incertitude sur les flux estimés peut devenir très importante lorsque l'intervalle entre les mesures dépasse plusieurs jours (Barton et al., 2015). Or, le filtrage des flux a mené à la suppression de plusieurs jours consécutifs de mesure sur certaines chambres. Afin de réduire l'incertitude et le biais potentiel introduit par le gapfilling, des méthodes plus complexes, basées sur des modèles prédictifs (forêt aléatoire, réseaux neuronaux. . .), pourraient être utilisées. Elles permettent de réduire l'incertitude et le biais sur les flux estimés par l'utilisation de covariables (température, teneur en eau...) (Dorich et al., 2020). Une des méthodes les plus avancées est celle développée par (Bigaignon et al., 2020), qui combine une interpolation linéaire et un réseau neuronal pour combler des données de flux journalier. Cependant, le gapfilling de mesure de flux sub-journalières en chambre est peu documenté, mais une approche similaire à celle de Goodrich et al. (2021) pour le gapfilling de flux mesurés par eddy covariance et l'estimation de l'incertitude associée pourrait être utilisée.

Des hypothèses ont été émises quant au rôle de la restitution des résidus de culture et de l'interculture, ainsi que de leur mode d'incorporation sur la variabilité des flux observés. Plusieurs modifications du protocole expérimental permettraient de mieux distinguer les sources de substrats (NH_4^+ et NO_3^-) pour les processus de production de N_2O et de mieux séparer les effets dûs aux résidus et au travail du sol. (1) Le contenu en C et N des résidus pourrait être évalué avant leur incorporation. Ensuite, la mesure régulière du N dissout par extraction à l'eau chaude (hot water nitrogen, HWN) permettrait de suivre la dynamique de la minéralisation du N, qui est fortement corrélée au HWN (Curtin et al., 2017). De même, un suivi des teneurs en NO₃⁻ et NH₄⁺ issus de la dégradation des résidus sur une parcelle témoin (non fertilisée et non semée) rendrait possible de distinguer la part des émissions dues à la fertilisation et à la minéralisation de la MO. (2) L'extension du dispositif de mesure aux modalités de l'essais où les résidus sont exportés (CT-OUT et RT-OUT) permettrait d'isoler l'effet des résidus sur les émissions de N₂O. (3) La contribution des résidus de culture aux émissions de N₂O pourrait être quantifiée par leur enrichissement artificiel in situ avec le traceur ¹⁵N (Ferrari Machado et al., 2021, Machado et al., 2021, Rezaei Rashti et al., 2017, Taveira *et al.*, 2020).

Finalement, l'analyse des nombreuses données collectées par une approche de modélisation basée sur les processus pourrait permettre d'améliorer la compréhension des mécanismes responsables de la production de N₂O. En effet, ce type de modélisation est conçue pour simuler les impacts multiples des processus biophysiques et des pratiques de gestion, en tenant compte par exemple des rétroactions et des interactions qui peuvent être difficiles à distinguer sur le terrain (Giltrap *et al.*, 2020). L'ajustement des paramètres d'un modèle aux

CHAPITRE 6. DISCUSSION

conditions spécifiques de l'essai offrirait par ailleurs la possibilité d'effectuer des projections, notamment en ce qui concerne la gestion des résidus de culture.

7 | Conclusion

Sur les deux mois de mesure, les résultats montrent qu'après 13 ans de pratiques culturales contrastées, les émissions de N2O par le sol ne sont pas significativement différentes entre le travail réduit du sol et le travail conventionnel, bien qu'une tendance à des émissions plus élevées en travail du sol réduit ait été observée. Deux pics d'émissions de N2O principaux ont été observés à la suite d'événements de précipitations intenses. La production de N₂O durant le premier pic était probablement liée à de la nitrification, étant donné l'accroissement de la concentration en NO_3^- et la réduction des teneurs en NH_4^+ dans le sol. En revanche, pendant le second épisode d'émissions la dénitrification semble avoir été le processus dominant, car une baisse des concentrations en NO_3^- et O_2 a été mesurée dans l'horizon de surface. Sur les deux parcelles, les flux de N₂O étaient fortement corrélés aux flux de CO₂, ce qui suggère un lien entre la production de N2O et la minéralisation de la matière organique, soit directement par la libération de NO_3^- et NH_4^+ , soit de manière indirecte par la consommation en O_2 par la respiration hétérotrophe. Parmi les paramètres physiques du sol mesurés en continu, la diffusivité relative des gaz dans le sol (D_p/D_o) était le meilleur prédicteur des flux de N₂O. Le logarithme en base 10 des flux de CO₂ et D_p/D_o en surface expliquaient 77 et 84 % des flux de N₂O, également en échelle logarithmique, respectivement sur CT et RT. Contrairement aux observations réalisées dans des études précédentes, ici, sur la parcelle en travail du sol conventionnel, les flux de N₂O élevés mesurés se sont produits à des valeurs de D_p/D_o supérieures à 0,006.

Les flux de N₂O ont été caractérisés par une variabilité spatiale importante sur les deux modalités, qui pourrait en partie être due aux variations des teneurs en azote minéral (NO₃⁻ et NH₄⁺) ou de la densité apparente en surface. La teneur en eau et la température étaient par contre relativement homogènes à l'échelle de la zone de mesure des flux sur RT. La grande différence entre chambres a donc probablement pour origine la présence de *hotspots* à micro-échelle, probablement dus aux résidus de culture.

Les résultats ont mis en évidence la nécessité de caractériser la variabilité spatiale au sein des parcelles de mesure, et particulièrement durant les épisodes de pic, afin d'expliquer la présence de *hotspots*, d'évaluer la représentativité de la sous-parcelle de mesure des flux et d'optimiser le dispositif de mesure pour pouvoir différencier statistiquement les traitements.

Les hypothèses quant à la contribution des résidus aux émissions pourraient par ailleurs être testées en comparant des modalités de gestion des résidus différenciées ou en effectuant des mesures additionnelles pour caractériser l'apport des résidus et leur dynamique de dégradation. Enfin, la modélisation permettrait une étude holistique des processus à l'œuvre, et, par l'identification des facteurs expliquant la variabilité spatio-temporelle des flux de N₂O, l'extrapolation des résultats à d'autres scénarios de gestion.

Contributions

Jérôme Pierreux de la Ferme expérimental de Gembloux Agro-BioTech était responsable de la mise en place et du suivi de l'essai SOLRÉSIDUS. Alain Debacq a conçu le système de mesure automatique et a effectué les branchements électroniques sur le terrain. J'ai accompagné François Boland dans l'aménagement des parcelles expérimentales, le montage des capteurs et l'installation du système d'échantillonnage. Durant la campagne de mesure, François Boland et moi avons effectué les prélèvements et les analyses de la densité apparente et de l'azote minéral (NO_3^- , NH_4^+). Enfin, j'ai été responsable de la collecte, du contrôle et du filtrage des données, ainsi que de l'analyse des données (flux de N₂O et CO₂, mesures ancillaires...). Nous avons reçu l'appui technique de Alain Debacq et Henri Chopin concernant le suivi du système de mesure des flux, et l'accompagnement scientifique de Lucas Maggetto pour le dosage de l'azote minéral.

Bibliographie

- ABDALLA, M., JONES, M., AMBUS, P. et WILLIAMS, M. (2010). Emissions of nitrous oxide from Irish arable soils : effects of tillage and reduced N input. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, 86(1):53–65.
- ABDALLA, M., OSBORNE, B., LANIGAN, G., FORRISTAL, D., WILLIAMS, M., SMITH, P. et JONES, M. B. (2013). Conservation tillage systems : a review of its consequences for greenhouse gas emissions. *Soil Use and Management*, 29(2):199–209.
- AKAIKE, H. (1973). Information theory and an extension of the maximum likelihood principle. In 2nd International Symposium on Information Theory, pages 267–281. Akadémiai Kiadó, Budapest, Hungary.
- ALSKAF, K., MOONEY, S., SPARKES, D., WILSON, P. et SJÖGERSTEN, S. (2021). Short-term impacts of different tillage practices and plant residue retention on soil physical properties and greenhouse gas emissions. *Soil and Tillage Research*, 206:104803.
- Амвиs, P. et Christensen, S. (1994). Measurement of N₂O emission from a fertilized grassland : An analysis of spatial variability. *Journal of Geophysical Research*, 99(D8):16549.
- ANGERS, D. A. et ERIKSEN-HAMEL, N. S. (2008). Full-Inversion Tillage and Organic Carbon Distribution in Soil Profiles : A Meta-Analysis. Soil Science Society of America Journal, 72(5):1370–1374.
- ANTHONY, W. H., HUTCHINSON, G. L. et LIVINGSTON, G. P. (1995). Chamber Measurement of Soil-Atmosphere Gas Exchange : Linear vs. Diffusion-Based Flux Models. *Soil Science Society of America Journal*, 59(5):1308–1310.
- Arriaga, F. J., Guzman, J. et Lowery, B. (2017). Conventional Agricultural Production Systems and Soil Functions. *In Soil Health and Intensification of Agroecosytems*, pages 109–125. Elsevier.
- ASHIQ, W., GHIMIRE, U., VASAVA, H., DUNFIELD, K., WAGNER-RIDDLE, C., DAGGUPATI, P. et BISWAS, A. (2021). Identifying hotspots and representative monitoring locations of field scale N2O emissions from agricultural soils : A time stability analysis. *Science of The Total Environment*, 788:147955.

- AVRAHAMI, S., LIESACK, W. et CONRAD, R. (2003). Effects of temperature and fertilizer on activity and community structure of soil ammonia oxidizers : Fertilizer and temperature effects on soil ammonia oxidizers. *Environmental Microbiology*, 5(8):691–705.
- BAGGS, E., STEVENSON, M., PIHLATIE, M., REGAR, A., COOK, H. et CADISCH, G. (2003). Nitrous oxide emissions following application of residues and fertiliser under zero and conventional tillage. *Plant and Soil*, 254(2):361–370.
- BAGGS, E. M., SMALES, C. L. et BATEMAN, E. J. (2010). Changing pH shifts the microbial sourceas well as the magnitude of N2O emission from soil. *Biology and Fertility of Soils*, 46(8):793–805.
- BAI, X., HUANG, Y., REN, W., COYNE, M., JACINTHE, P.-A., TAO, B., HUI, D., YANG, J. et MATOCHA,
 C. (2019). Responses of soil carbon sequestration to climate-smart agriculture practices :
 A meta-analysis. *Global Change Biology*, 25(8):2591–2606.
- BALAINE, N., CLOUGH, T. J., BEARE, M. H., THOMAS, S. M. et MEENKEN, E. D. (2016). Soil Gas Diffusivity Controls N₂O and N₂ Emissions and their Ratio. *Soil Science Society of America Journal*, 80(3):529–540.
- BALAINE, N., CLOUGH, T. J., BEARE, M. H., THOMAS, S. M., MEENKEN, E. D. et Ross, J. G. (2013). Changes in Relative Gas Diffusivity Explain Soil Nitrous Oxide Flux Dynamics. *Soil Science Society of America Journal*, 77(5):1496–1505.
- BALL, B. C., HORGAN, G. W. et PARKER, J. P. (2000). Short-range spatial variation of nitrous oxide fluxes in relation to compaction and straw residues : Variation of nitrous oxide emissions. *European Journal of Soil Science*, 51(4):607–616.
- BANNING, N. C., MACCARONE, L. D., FISK, L. M. et MURPHY, D. V. (2015). Ammonia-oxidising bacteria not archaea dominate nitrification activity in semi-arid agricultural soil. *Scientific Reports*, 5(1):11146.
- BARRAT, H. A., EVANS, J., CHADWICK, D. R., CLARK, I. M., LE COCQ, K. et M. CARDENAS, L. (2020). The impact of drought and rewetting on N₂ O emissions from soil in temperate and Mediterranean climates. *European Journal of Soil Science*.
- BARTON, L., WOLF, B., ROWLINGS, D., SCHEER, C., KIESE, R., GRACE, P., STEFANOVA, K. et BUTTERBACH-BAHL, K. (2015). Sampling frequency affects estimates of annual nitrous oxide fluxes. *Scientific Reports*, 5(1):15912.
- BASCHE, A. D., MIGUEZ, F. E., KASPAR, T. C. et CASTELLANO, M. J. (2014). Do cover crops increase or decrease nitrous oxide emissions? A meta-analysis. *Journal of Soil and Water Conservation*, 69(6):471–482.

- Ватеман, E. J. et Baggs, E. M. (2005). Contributions of nitrification and denitrification to N2O emissions from soils at different water-filled pore space. *Biology and Fertility of Soils*, 41(6):379–388.
- BEARE, M. H., GREGORICH, E. G. et ST-GEORGES, P. (2009). Compaction effects on CO2 and N2O production during drying and rewetting of soil. *Soil Biology & Biochemistry*, 41(3):611–621.
- BENOIT, M., GARNIER, J. et BILLEN, G. (2015). Temperature dependence of nitrous oxide production of a luvisolic soil in batch experiments. *Process Biochemistry*, 50(1):79–85.
- BIGAIGNON, L., FIEUZAL, R., DELON, C. et TALLEC, T. (2020). Combination of two methodologies, artificial neural network and linear interpolation, to gap-fill daily nitrous oxide flux measurements. *Agricultural and Forest Meteorology*, 291:108037.
- BLAKE, J. R. et HARTGE, K. H. (1986). Bulk density. *In Methods of Soil Analysis : Part 1—Physical and Mineralogical Methods.*, pages 363–375. Soil science édition.
- BOECKX, P., VAN NIEULAND, K. et VAN CLEEMPUT, O. (2011). Short-term effect of tillage intensity on N2O and CO2 emissions. *Agronomy for Sustainable Development*, 31(3):453–461.
- Boos, D. D. et Brownie, C. (1988). Bootstrap p-values for tests of nonparametric hypotheses. Rapport technique, North Carolina State University. Dept. of Statistics.
- BOOTH, M. S., STARK, J. M. et RASTETTER, E. (2005). Controls on nitrogen cycling in terrestrial ecosystems : A synthetic analysis of literature data. *Ecological Monographs*, 75(2):139–157.
- BORKEN, W. et MATZNER, E. (2009). Reappraisal of drying and wetting effects on C and N mineralization and fluxes in soils. *Global Change Biology*, 15(4):808–824.
- BOUWMAN, A., BOUMANS, L. et BATJES, N. (2002). Emissions of N2O and NO from fertilized fields : Summary of available measurement data. *Global biogeochemical cycles*, 16(4):6–1.
- BREMNER, J. M. (1997). Sources of nitrous oxide in soils. *Nutrient cycling in Agroecosystems*, 49(1):7–16.
- BROWN, S. E., SARGENT, S. et WAGNER-RIDDLE, C. (2018). Evaluation of a lower-powered analyzer and sampling system for eddy-covariance measurements of nitrous oxide fluxes. *Atmospheric Measurement Techniques*, 11(3):1583–1597.
- BUSARI, M. A., KUKAL, S. S., KAUR, A., BHATT, R. et DULAZI, A. A. (2015). Conservation tillage impacts on soil, crop and the environment. *International Soil and Water Conservation Research*, 3(2):119–129.
- BUTLER, J. H. et MONTZAK, S. A. (2020). The National Oceanic and Atmospheric Administration (NOAA) annual greenhouse gas index.
- BUTTERBACH-BAHL, K., BAGGS, E. M., DANNENMANN, M., KIESE, R. et ZECHMEISTER-BOLTENSTERN, S. (2013). Nitrous oxide emissions from soils : how well do we understand the processes and their controls? *Philosophical Transactions of the Royal Society B : Biological Sciences*, 368(1621):20130122.
- CAI, Y., DING, W., ZHANG, X., YU, H. et WANG, L. (2010). Contribution of Heterotrophic Nitrification to Nitrous Oxide Production in a Long-Term N-Fertilized Arable Black Soil. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 41(19):2264–2278.
- CARTER, M. R. et McKyes, E. (2005). Cultivation and tillage. In Encyclopedia of Soils in the Environment, pages 356–361.
- CHAPUIS-LARDY, L., WRAGE, N., METAY, A., CHOTTE, J.-L. et BERNOUX, M. (2007). Soils, a sink for N ₂ O? A review. *Global Change Biology*, 13(1):1–17.
- CHATSKIKH, D., OLESEN, J. E., HANSEN, E. M., ELSGAARD, L. et PETERSEN, B. M. (2008). Effects of reduced tillage on net greenhouse gas fluxes from loamy sand soil under winter crops in Denmark. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 128(1-2):117–126.
- CHEN, H., LI, X., HU, F. et SHI, W. (2013). Soil nitrous oxide emissions following crop residue addition : a meta-analysis. *Global Change Biology*, 19(10):2956–2964.
- CHEN, N. H. et OTHMER, D. F. (1962). New Generalized Equation for Gas Diffusion Coefficient. Journal of Chemical & Engineering Data, 7(1):37–41.
- CHEN, T., OENEMA, O., LI, J., MISSELBROOK, T., DONG, W., QIN, S., YUAN, H., LI, X. et Hu, C. (2019). Seasonal variations in N2 and N2O emissions from a wheat-maize cropping system. *Biology and Fertility of Soils*, 55(6):539–551.
- CIAIS, P., SABINE, C., BALA, G., BOPP, L., BROVKIN, V., CANADELL, J., CHHABRA, A., DEFRIES, R., GALLOWAY, J., HEIMANN, M. et al. (2013). Carbon and other biogeochemical cycles. In Climate change 2013 : the physical science basis. Contribution of Working Group I to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change, pages 465–570. Cambridge University Press.
- CONGREVES, K., WAGNER-RIDDLE, C., SI, B. et CLOUGH, T. (2018). Nitrous oxide emissions and biogeochemical responses to soil freezing-thawing and drying-wetting. *Soil Biology and Biochemistry*, 117:5–15.

- COSKUN, D., BRITTO, D. T., SHI, W. et KRONZUCKER, H. J. (2017). Nitrogen transformations in modern agriculture and the role of biological nitrification inhibition. *Nature Plants*, 3(6):17074.
- CURTIN, D., BEARE, M. H., LEHTO, K., TREGURTHA, C., QIU, W., TREGURTHA, R. et PETERSON, M. (2017). Rapid Assays to Predict Nitrogen Mineralization Capacity of Agricultural Soils. *Soil Science Society of America Journal*, 81(4):979–991.
- DAVIDSON, E. A., KELLER, M., ERICKSON, H. E., VERCHOT, L. V. et VELDKAMP, E. (2000). Testing a Conceptual Model of Soil Emissions of Nitrous and Nitric Oxides. *BioScience*, 50(8):667.
- DeGroot, M. H. et Schervish, M. J. (2012). *Probability and statistics*. Addison-Wesley, Boston, 4th ed édition.
- DEGRUNE, F., THEODORAKOPOULOS, N., DUFRÊNE, M., COLINET, G., BODSON, B., HIEL, M.-P., TAMI-NIAU, B., NEZER, C., DAUBE, G. et VANDENBOL, M. (2016). No favorable effect of reduced tillage on microbial community diversity in a silty loam soil (Belgium). *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 224:12–21.
- DEL GROSSO, S., PARTON, W., MOSIER, A., OJIMA, D., KULMALA, A. et PHONGPAN, S. (2000). General model for n20 and n2 gas emissions from soils due to dentrification. *Global biogeochemical cycles*, 14(4):1045–1060.
- DEL GROSSO, S. J., SMITH, W., KRAUS, D., MASSAD, R. S., VOGELER, I. et FUCHS, K. (2020). Approaches and concepts of modelling denitrification : increased process understanding using observational data can reduce uncertainties. *Current Opinion in Environmental Sustainability*, 47:37–45.
- DENEF, K., SIX, J., PAUSTIAN, K. et MERCKX, R. (2001). Importance of macroaggregate dynamics in controlling soil carbon stabilization : short-term effects of physical disturbance induced by dry–wet cycles. *Soil Biology and Biochemistry*, 33(15):2145–2153.
- DOLAN, M., CLAPP, C., ALLMARAS, R., BAKER, J. et MOLINA, J. (2006). Soil organic carbon and nitrogen in a Minnesota soil as related to tillage, residue and nitrogen management. *Soil and Tillage Research*, 89(2):221–231.
- DORAU, K. et MANSFELDT, T. (2016). Comparison of redox potential dynamics in a diked marsh soil : 1990 to 1993 versus 2011 to 2014. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 179(5):641–651.
- Dorich, C. D., De Rosa, D., Barton, L., Grace, P., Rowlings, D., Migliorati, M. D. A., Wagner-Riddle, C., Key, C., Wang, D., Fehr, B. et Conant, R. T. (2020). Global Research Alliance

N2O chamber methodology guidelines : Guidelines for gap-filling missing measurements. *Journal of Environmental Quality*, 49(5):1186–1202. Number : 5 Publisher : ASA/CSSA/SSSA.

- DUAN, Y.-F., HALLIN, S., JONES, C. M., PRIEMÉ, A., LABOURIAU, R. et PETERSEN, S. O. (2018). Catch Crop Residues Stimulate N2O Emissions During Spring, Without Affecting the Genetic Potential for Nitrite and N2O Reduction. *Frontiers in Microbiology*, 9:2629.
- DUTTON, G. S., ELKINS, J. W. et HALL, B. D. (2021). Nitrous Oxide data from the NOAA/ESRL halocarbons in situ program. *National Oceanic and Atmospheric Administration (NOAA) Earth System Research Laboratory (ESRL)*.
- ERGUDER, T. H., BOON, N., WITTEBOLLE, L., MARZORATI, M. et VERSTRAETE, W. (2009). Environmental factors shaping the ecological niches of ammonia-oxidizing archaea. *FEMS Microbiology Reviews*, 33(5):855–869.
- ESSICH, L., NKEBIWE, P. M., SCHNEIDER, M. et RUSER, R. (2020). Is Crop Residue Removal to Reduce N2O Emissions Driven by Quality or Quantity? A Field Study and Meta-Analysis. *Agriculture*, 10(11):546.
- EYLENBOSCH, D. (2020). Évaluation des potentialités de l'imagerie hyperspectrale proche infrarouge et de la chimiométrie dans l'étude de systèmes racinaires. Thèse de doctorat, Université de Liège, Gembloux Agro-Bio Tech, Gembloux, Belgique. 8 tabl., 68 fig.
- FANG, Y., SINGH, B. P., COLLINS, D., LI, B., ZHU, J. et TAVAKKOLI, E. (2018). Nutrient supply enhanced wheat residue-carbon mineralization, microbial growth, and microbial carbonuse efficiency when residues were supplied at high rate in contrasting soils. *Soil Biology and Biochemistry*, 126:168–178.
- FAROOQ, M. et SIDDIQUE, K. H. M., éditeurs (2015). *Conservation Agriculture*. Springer International Publishing, Cham.
- FARQUHARSON, R. et BALDOCK, J. (2008). Concepts in modelling N2O emissions from land use. *Plant and Soil*, 309(1-2):147–167.
- FASSBINDER, J. J., SCHULTZ, N. M., BAKER, J. M. et GRIFFIS, T. J. (2013). Automated, Low-Power Chamber System for Measuring Nitrous Oxide Emissions. *Journal of Environmental Quality*, 42(2):606–614.
- FENG, J., LI, F., ZHOU, X., XU, C., JI, L., CHEN, Z. et FANG, F. (2018). Impact of agronomy practices on the effects of reduced tillage systems on CH4 and N2O emissions from agricultural fields : A global meta-analysis. *PLOS ONE*, 13(5):e0196703.
- FENN, L. B. et KISSEL, D. E. (1973). Ammonia Volatilization from Surface Applications of Ammonium Compounds on Calcareous Soils : I. General Theory. 37(6):855.

- FERRARI MACHADO, P. V., FARRELL, R. E., BELL, G., TAVEIRA, C. J., CONGREVES, K. A., VORONEY, R. P., DEEN, W. et WAGNER-RIDDLE, C. (2021). Crop residues contribute minimally to springthaw nitrous oxide emissions under contrasting tillage and crop rotations. *Soil Biology and Biochemistry*, 152:108057.
- FIEDLER, S., VEPRASKAS, M. J. et RICHARDSON, J. (2007). Soil Redox Potential : Importance, Field Measurements, and Observations. *In Advances in Agronomy*, volume 94, pages 1–54. Elsevier.
- FLESCH, T., BARON, V., WILSON, J., BASARAB, J., DESJARDINS, R., WORTH, D. et LEMKE, R. (2018). Micrometeorological Measurements Reveal Large Nitrous Oxide Losses during Spring Thaw in Alberta. *Atmosphere*, 9(4):128.
- FLESSA, H., POTTHOFF, M. et LOFTFIELD, N. (2002). Greenhouse estimates of co2 and n20 emissions following surface application of grass mulch : importance of indigenous microflora of mulch. *Soil Biology and Biochemistry*, 34(6):875–879.
- FOWLER, D., COYLE, M., SKIBA, U., SUTTON, M. A., CAPE, J. N., REIS, S., SHEPPARD, L. J., JENKINS, A., GRIZZETTI, B., GALLOWAY, J. N., VITOUSEK, P., LEACH, A., BOUWMAN, A. F., BUTTERBACH-BAHL, K., DENTENER, F., STEVENSON, D., AMANN, M. et Voss, M. (2013). The global nitrogen cycle in the twenty-first century. *Philosophical Transactions of the Royal Society B : Biological Sciences*, 368(1621):20130164.
- FRADEN, J. (2010). Sensor Characteristics. *In Handbook of Modern Sensors*, pages 13–52. Springer New York, New York, NY.
- FREIBAUER, A. et KALTSCHMITT, M. (2003). Controls and models for estimating direct nitrous oxide emissions from temperate and sub-boreal agricultural mineral soils in europe. *Biogeochemistry*, 63(1):93–115.
- FRIEDL, J., DE ROSA, D., ROWLINGS, D. W., GRACE, P. R., MÜLLER, C. et SCHEER, C. (2018). Dissimilatory nitrate reduction to ammonium (DNRA), not denitrification dominates nitrate reduction in subtropical pasture soils upon rewetting. *Soil Biology and Biochemistry*, 125:340–349.
- GHIMIRE, R., BISTA, P. et MACHADO, S. (2019). Long-term Management Effects and Temperature Sensitivity of Soil Organic Carbon in Grassland and Agricultural Soils. *Scientific Reports*, 9(1):12151.
- GILES, M. E., MORLEY, N. J., BAGGS, E. M. et DANIELL, T. J. (2012). Soil nitrate reducing processes– drivers, mechanisms for spatial variation, and significance for nitrous oxide production. *Frontiers in microbiology*, 3:407.

- GILTRAP, D., YELURIPATI, J., SMITH, P., FITTON, N., SMITH, W., GRANT, B., DORICH, C. D., DENG, J., TOPP, C. F., Abdalla, M. *et al.* (2020). Global research alliance N2O chamber methodology guidelines: Summary of modeling approaches. *Journal of Environmental Quality*, 49(5):1168– 1185.
- GOODRICH, J., WALL, A., CAMPBELL, D., FLETCHER, D., WECKING, A. et SCHIPPER, L. (2021). Improved gap filling approach and uncertainty estimation for eddy covariance N2O fluxes. *Agricultural and Forest Meteorology*, 297:108280.
- GRACE, P. R., WEERDEN, T. J., ROWLINGS, D. W., SCHEER, C., BRUNK, C., KIESE, R., BUTTERBACH-BAHL, K., REES, R. M., ROBERTSON, G. P. et SKIBA, U. M. (2020). Global Research Alliance N ₂ O chamber methodology guidelines : Considerations for automated flux measurement. *Journal of Environmental Quality*, 49(5):1126–1140.
- GRANDY, A. S., LOECKE, T. D., PARR, S. et ROBERTSON, G. P. (2006). Long-Term Trends in Nitrous Oxide Emissions, Soil Nitrogen, and Crop Yields of Till and No-Till Cropping Systems. *Journal of Environmental Quality*, 35(4):1487–1495.
- GROFFMAN, P. M., BUTTERBACH-BAHL, K., FULWEILER, R. W., GOLD, A. J., MORSE, J. L., STANDER, E. K., TAGUE, C., TONITTO, C. et VIDON, P. (2009). Challenges to incorporating spatially and temporally explicit phenomena (hotspots and hot moments) in denitrification models. *Biogeochemistry*, 93(1-2):49–77.
- Gu, J., NICOULLAUD, B., ROCHETTE, P., GROSSEL, A., HÉNAULT, C., CELLIER, P. et RICHARD, G. (2013). A regional experiment suggests that soil texture is a major control of N2O emissions from tile-drained winter wheat fields during the fertilization period. *Soil Biology and Biochemistry*, 60:134–141.
- GUENET, B., GABRIELLE, B., CHENU, C., ARROUAYS, D., BALESDENT, J., BERNOUX, M., BRUNI, E., CALIMAN, J.-P., CARDINAEL, R., CHEN, S., CIAIS, P., DESBOIS, D., FOUCHE, J., FRANK, S., HENAULT, C., LUGATO, E., NAIPAL, V., NESME, T., OBERSTEINER, M., PELLERIN, S., POWLSON, D. S., RASSE, D. P., REES, F., SOUSSANA, J.-F., SU, Y., TIAN, H., VALIN, H. et ZHOU, F. (2021). Can N ₂ O emissions offset the benefits from soil organic carbon storage? *Global Change Biology*, 27(2):237–256.
- HANSEN, S., BERLAND FRØSETH, R., STENBERG, M., STALENGA, J., OLESEN, J. E., KRAUSS, M., RADZI-KOWSKI, P., DOLTRA, J., NADEEM, S., TORP, T. *et al.* (2019). Reviews and syntheses : Review of causes and sources of N2O emissions and NO3 leaching from organic arable crop rotations. *Biogeosciences*, 16(14):2795–2819.
- HARRISON, R. L. (2010). Introduction to monte carlo simulation. *In AIP conference proceedings*, volume 1204, pages 17–21. American Institute of Physics.

- HARVEY, M. J., SPERLICH, P., CLOUGH, T. J., KELLIHER, F. M., MCGEOUGH, K. L., MARTIN, R. J. et Moss, R. (2020). Global Research Alliance N ₂ O chamber methodology guidelines : Recommendations for air sample collection, storage, and analysis. *Journal of Environmental Quality*, 49(5):1110–1125.
- HEIL, J., VEREECKEN, H. et BRÜGGEMANN, N. (2016). A review of chemical reactions of nitrification intermediates and their role in nitrogen cycling and nitrogen trace gas formation in soil : Chemical reactions of nitrification intermediates in soil. *European Journal of Soil Science*, 67(1):23–39.
- HERGOUALC'H, K., AKIYAMA, H., BERNOUX, M., CHIRINDA, N., del PRADO, A., KASIMIR, A., MAX-DONALD, J. D., OGLE, S. M., REGINA, K. et van de WEERDEN, T. J. (2019). N2O emissions from managed soils, and CO2 emissions from lime and urea application. *In 2019 Refinement to the 2006 IPCC Guidelines for National Greenhouse Gas Inventories*. Switzerland, intergovernmental panel on climate change édition.
- HERNANDEZ-RAMIREZ, G., BROUDER, S. M., SMITH, D. R. et VAN SCOYOC, G. E. (2009). Greenhouse Gas Fluxes in an Eastern Corn Belt Soil : Weather, Nitrogen Source, and Rotation. *Journal of Environmental Quality*, 38(3):841–854.
- HEROLD, M. B., BAGGS, E. M. et DANIELL, T. J. (2012). Fungal and bacterial denitrification are differently affected by long-term pH amendment and cultivation of arable soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 54:25–35.
- HIEL, M.-P., BARBIEUX, S., PIERREUX, J., OLIVIER, C., LOBET, G., ROISIN, C., GARRÉ, S., COLINET, G., BODSON, B. et DUMONT, B. (2018). Impact of crop residue management on crop production and soil chemistry after seven years of crop rotation in temperate climate, loamy soils. *PeerJ*, 6:e4836.
- HOFFMANN, C. M. et Kluge-Severin, S. (2011). Growth analysis of autumn and spring sown sugar beet. *European journal of agronomy*, 34(1):1–9.
- HORN, R. et Peth, S. (2009). Soil structure formation and management effects on gas emission. *Biologia*, 64(3):449–453.
- HU, N., CHEN, Q. et ZHU, L. (2019). The Responses of Soil N2O Emissions to Residue Returning Systems : A Meta-Analysis. *Sustainability*, 11(3):748.
- HUANG, Y., REN, W., WANG, L., HUI, D., GROVE, J. H., YANG, X., TAO, B. et GOFF, B. (2018). Greenhouse gas emissions and crop yield in no-tillage systems : A meta-analysis. *Agriculture*, *Ecosystems & Environment*, 268:144–153.

- Husson, O. (2013). Redox potential (Eh) and pH as drivers of soil/plant/microorganism systems : a transdisciplinary overview pointing to integrative opportunities for agronomy. *Plant and Soil*, 362(1-2):389–417.
- HUSSON, O., BRUNET, A., BABRE, D., CHARPENTIER, H., DURAND, M. et SARTHOU, J.-P. (2018). Conservation Agriculture systems alter the electrical characteristics (Eh, pH and EC) of four soil types in France. *Soil and Tillage Research*, 176:57–68.
- HUTCHINSON, G. L. et MOSIER, A. R. (1981). Improved Soil Cover Method for Field Measurement of Nitrous Oxide Fluxes. *Soil Science Society of America Journal*, 45(2):311–316.
- HÉNAULT, C., GROSSEL, A., MARY, B., ROUSSEL, M. et LÉONARD, J. (2012). Nitrous Oxide Emission by Agricultural Soils : A Review of Spatial and Temporal Variability for Mitigation. *Pedosphere*, 22(4):426–433.
- HÜPPI, R., FELBER, R., KRAUSS, M., SIX, J., LEIFELD, J. et FUSS, R. (2018). Restricting the nonlinearity parameter in soil greenhouse gas flux calculation for more reliable flux estimates. *PLOS ONE*, 13(7):e0200876.
- IQBAL, J., CASTELLANO, M. J. et PARKIN, T. B. (2013). Evaluation of photoacoustic infrared spectroscopy for simultaneous measurement of n 2 o and co 2 gas concentrations and fluxes at the soil surface. *Global change biology*, 19(1):327–336.
- IUSS WORKING GROUP WR (2014). World reference base for soil resources 2014 : international soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps. Rapport technique, Rome : FAO.
- JANSSON, J. K. et HOFMOCKEL, K. S. (2020). Soil microbiomes and climate change. *Nature Reviews Microbiology*, 18(1):35–46.
- KANTER, D. R., OGLE, S. M. et WINIWARTER, W. (2020). Building on Paris : integrating nitrous oxide mitigation into future climate policy. *Current Opinion in Environmental Sustainability*, 47:7–12.
- KASPER, M., FOLDAL, C., KITZLER, B., HAAS, E., STRAUSS, P., EDER, A., ZECHMEISTER-BOLTENSTERN, S. et AMON, B. (2019). N2O emissions and NO3– leaching from two contrasting regions in Austria and influence of soil, crops and climate : a modelling approach. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, 113(1):95–111.
- Keller, T., Hüppi, R. et Leifeld, J. (2019). Relationship between greenhouse gas emissions and changes in soil gas diffusivity in a field experiment with biochar and lime. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 182(4):667–675.

- KESSAVALOU, A., DORAN, J. W., MOSIER, A. R. et DRIJBER, R. A. (1998). Greenhouse Gas Fluxes following Tillage and Wetting in a Wheat-Fallow Cropping System. *Journal of Environmental Quality*, 27(5):1105–1116.
- KLEIN, C. A. M., ALFARO, M. A., GILTRAP, D., TOPP, C. F. E., SIMON, P. L., NOBLE, A. D. L. et WEERDEN, T. J. (2020). Global Research Alliance N₂ O chamber methodology guidelines : Statistical considerations, emission factor calculation, and data reporting. *Journal of Environmental Quality*, 49(5):1156–1167.
- KRAUSS, M., KRAUSE, H.-M., SPANGLER, S., KANDELER, E., BEHRENS, S., KAPPLER, A., MÄDER, P. et GATTINGER, A. (2017a). Tillage system affects fertilizer-induced nitrous oxide emissions. *Biology and Fertility of Soils*, 53(1):49–59.
- KRAUSS, M., RUSER, R., MÜLLER, T., HANSEN, S., MÄDER, P. et GATTINGER, A. (2017b). Impact of reduced tillage on greenhouse gas emissions and soil carbon stocks in an organic grass-clover ley - winter wheat cropping sequence. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 239:324–333.
- KRAVCHENKO, A. N. et ROBERTSON, G. P. (2015). Statistical Challenges in Analyses of Chamber-Based Soil CO₂ and N₂ O Emissions Data. *Soil Science Society of America Journal*, 79(1):200– 211.
- KRAVCHENKO, A. N., TOOSI, E. R., GUBER, A. K., OSTROM, N. E., YU, J., AZEEM, K., RIVERS, M. L. et ROBERTSON, G. P. (2017). Hotspots of soil N2O emission enhanced through water absorption by plant residue. *Nature Geoscience*, 10(7):496–500.
- KUPISCH, M., STADLER, A., LANGENSIEPEN, M. et EWERT, F. (2015). Analysis of spatio-temporal patterns of CO2 and H2O fluxes in relation to crop growth under field conditions. *Field Crops Research*, 176:108–118.
- KUYPERS, M. M. M., MARCHANT, H. K. et KARTAL, B. (2018). The microbial nitrogen-cycling network. *Nature Reviews Microbiology*, 16(5):263–276.
- KUZYAKOV, Y. et BLAGODATSKAYA, E. (2015). Microbial hotspots and hot moments in soil : Concept & review. *Soil Biology and Biochemistry*, 83:184–199.
- Kätterer, T., Reichstein, M., Andrén, O. et Lomander, A. (1998). Temperature dependence of organic matter decomposition : a critical review using literature data analyzed with different models. *Biology and Fertility of Soils*, 27(3):258–262.
- LAMMIRATO, C., LEBENDER, U., TIERLING, J. et LAMMEL, J. (2018). Analysis of uncertainty for N₂ O fluxes measured with the closed-chamber method under field conditions : Calculation

method, detection limit, and spatial variability. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 181(1):78–89.

- LEVY, P. E., COWAN, N., VAN OIJEN, M., FAMULARI, D., DREWER, J. et SKIBA, U. (2017). Estimation of cumulative fluxes of nitrous oxide : uncertainty in temporal upscaling and emission factors : Estimation of cumulative fluxes of nitrous oxide. *European Journal of Soil Science*, 68(4):400–411.
- LEVY, P. E., GRAY, A., LEESON, S. R., GAIAWYN, J., KELLY, M. P. C., COOPER, M. D. A., DINSMORE, K. J., JONES, S. K. et Sheppard, L. J. (2011). Quantification of uncertainty in trace gas fluxes measured by the static chamber method. *European Journal of Soil Science*, 62(6):811–821.
- LI, C. (2007). Quantifying greenhouse gas emissions from soils : Scientific basis and modeling approach. *Soil Science and Plant Nutrition*, 53(4):344–352.
- LI, C., FROLKING, S. et BUTTERBACH-BAHL, K. (2005). Carbon Sequestration in Arable Soils is Likely to Increase Nitrous Oxide Emissions, Offsetting Reductions in Climate Radiative Forcing. *Climatic Change*, 72(3):321–338.
- LI, J., TONG, X., YU, Q., DONG, Y. et PENG, C. (2008). Micrometeorological measurements of nitrous oxide exchange above a cropland. *Atmospheric Environment*, 42(29):6992–7001.
- LI, X., SØRENSEN, P., OLESEN, J. E. et PETERSEN, S. O. (2016). Evidence for denitrification as main source of N2O emission from residue-amended soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 92:153–160.
- LI, Y., CLOUGH, T. J., MOINET, G. Y. K. et WHITEHEAD, D. (2021). Emissions of nitrous oxide, dinitrogen and carbon dioxide from three soils amended with carbon substrates under varying soil matric potentials. *European Journal of Soil Science*, page ejss.13124.
- LIANG, L. L., GRANTZ, D. A. et JENERETTE, G. D. (2016). Multivariate regulation of soil CO₂ and N₂O pulse emissions from agricultural soils. *Global Change Biology*, 22(3):1286–1298.
- LINN, D. M. et DORAN, J. W. (1984). Effect of Water-Filled Pore Space on Carbon Dioxide and Nitrous Oxide Production in Tilled and Nontilled Soils. *Soil Science Society of America Journal*, 48(6):1267–1272.
- LINTON, N. F., FERRARI MACHADO, P. V., DEEN, B., WAGNER-RIDDLE, C. et DUNFIELD, K. E. (2020). Long-term diverse rotation alters nitrogen cycling bacterial groups and nitrous oxide emissions after nitrogen fertilization. *Soil Biology and Biochemistry*, 149:107917.
- LIU, B., FROSTEGARD, A. et BAKKEN, L. R. (2014). Impaired Reduction of N₂ O to N₂ in Acid Soils Is Due to a Posttranscriptional Interference with the Expression of *nosZ*. *mBio*, 5(3).

- LIVESLEY, S. J., KIESE, R., GRAHAM, J., WESTON, C. J., BUTTERBACH-BAHL, K. et ARNDT, S. K. (2008). Trace gas flux and the influence of short-term soil water and temperature dynamics in Australian sheep grazed pastures of differing productivity. *Plant and Soil*, 309(1-2):89–103.
- LIVINGSTON, G. P. et HUTCHINSON, G. L. (1995). Enclosure-based measurement of trace gas exchange : applications and sources of error. *In Biogenic trace gases : measuring emissions from soil and water*, pages 14–51. Blackwell Science Ltd., Oxford, UK.
- LOGNOUL, M., DEBACQ, A., DE LIGNE, A., DUMONT, B., MANISE, T., BODSON, B., HEINESCH, B. et AUBINET, M. (2019). N2O flux short-term response to temperature and topsoil disturbance in a fertilized crop : An eddy covariance campaign. *Agricultural and Forest Meteorology*, 271:193–206.
- LOGNOUL, M., THEODORAKOPOULOS, N., HIEL, M.-P., REGAERT, D., BROUX, F., HEINESCH, B., BOD-SON, B., VANDENBOL, M. et AUBINET, M. (2017). Impact of tillage on greenhouse gas emissions by an agricultural crop and dynamics of N2O fluxes : Insights from automated closed chamber measurements. *Soil and Tillage Research*, 167:80–89.
- LUGATO, E., LEIP, A. et JONES, A. (2018). Mitigation potential of soil carbon management overestimated by neglecting N2O emissions. *Nature Climate Change*, 8(3):219–223.
- MACHADO, P. V. F., FARRELL, R. E., DEEN, W., VORONEY, R. P., CONGREVES, K. A. et WAGNER-RIDDLE, C. (2021). Contribution of crop residue, soil, and fertilizer nitrogen to nitrous oxide emissions varies with long-term crop rotation and tillage. *Science of The Total Environment*, 767:145107.
- MANGALASSERY, S., SJÖGERSTEN, S., SPARKES, D. L. et MOONEY, S. J. (2015). Examining the potential for climate change mitigation from zero tillage. *The Journal of Agricultural Science*, 153(7):1151–1173.
- MARCHETTI, R. et CASTELLI, F. (2011). Mineral nitrogen dynamics in soil during sugar beet and winter wheat crop growth. *European Journal of Agronomy*, 35(1):13–21.
- MATHIEU, O., LEVEQUE, J., HENAULT, C., MILLOUX, M., BIZOUARD, F. et ANDREUX, F. (2006). Emissions and spatial variability of N2O, N2 and nitrous oxide mole fraction at the field scale, revealed with 15N isotopic techniques. *Soil Biology and Biochemistry*, 38(5):941–951.
- MATTHIAS, A. D., YARGER, D. N. et WEINBECK, R. S. (1978). A numerical evaluation of chamber methods for determining gas fluxes. *Geophysical Research Letters*, 5(9):765–768.
- MEHNAZ, K. R., CORNEO, P. E., KEITEL, C. et DIJKSTRA, F. A. (2019). Carbon and phosphorus addition effects on microbial carbon use efficiency, soil organic matter priming, gross

nitrogen mineralization and nitrous oxide emission from soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 134:175–186.

- MEI, K., WANG, Z., HUANG, H., ZHANG, C., SHANG, X., DAHLGREN, R. A., ZHANG, M. et XIA, F. (2018). Stimulation of N2O emission by conservation tillage management in agricultural lands : A meta-analysis. *Soil and Tillage Research*, 182:86–93.
- MEKALA, C. et NAMBI, I. M. (2017). Understanding the hydrologic control of N cycle : Effect of water filled pore space on heterotrophic nitrification, denitrification and dissimilatory nitrate reduction to ammonium mechanisms in unsaturated soils. *Journal of Contaminant Hydrology*, 202:11–22.
- MEURER, K. H., HADDAWAY, N. R., BOLINDER, M. A. et KÄTTERER, T. (2018). Tillage intensity affects total SOC stocks in boreo-temperate regions only in the topsoil—A systematic review using an ESM approach. *Earth-Science Reviews*, 177:613–622.
- MILLER, K. S. et GEISSELER, D. (2018). Temperature sensitivity of nitrogen mineralization in agricultural soils. *Biology and Fertility of Soils*, 54(7):853–860.
- MIRANDA, K. M., ESPEY, M. G. et WINK, D. A. (2001). A Rapid, Simple Spectrophotometric Method for Simultaneous Detection of Nitrate and Nitrite. *Nitric Oxide*, 5(1):62–71.
- MOLDRUP, P., CHAMINDU DEEPAGODA, T., HAMAMOTO, S., KOMATSU, T., KAWAMOTO, K., ROLSTON, D. E. et JONGE, L. W. (2013). Structure-Dependent Water-Induced Linear Reduction Model for Predicting Gas Diffusivity and Tortuosity in Repacked and Intact Soil. *Vadose Zone Journal*, 12(3):1–11.
- MOLODOVSKAYA, M., SINGURINDY, O., RICHARDS, B. K., WARLAND, J., JOHNSON, M. S. et Steenhuis, T. S. (2012). Temporal Variability of Nitrous Oxide from Fertilized Croplands : Hot Moment Analysis. *Soil Science Society of America Journal*, 76(5):1728–1740.
- MORLEY, N. et BAGGS, E. (2010). Carbon and oxygen controls on N2O and N2 production during nitrate reduction. *Soil Biology and Biochemistry*, 42(10):1864–1871.
- MORRIS, A. S. et LANGARI, R. (2012). Instrument Types and Performance Characteristics. *In Measurement and Instrumentation*, pages 11–37. Elsevier.
- MORRIS, S., KIMBER, S., GRACE, P. et VAN ZWIETEN, L. (2013). Improving the statistical preparation for measuring soil N2O flux by closed chamber. *Science of The Total Environment*, 465:166–172.
- MULVANEY, B. J., PAGE, A. et al. (1982). Nitrogen-total. Methods of soil analysis : Part, 2:595-624.

BIBLIOGRAPHIE

- MYHRE, G., SHINDELL, D., BRÉON, F.-M., COLLINS, W., FUGLESTVEDT, J., HUANG, J., KOCH, D., LAMARQUE, J.-F., LEE, D., MENDOZA, B., NAKAJIMA, T., ROBOCK, A., STEPHENS, G., ZHANG, H., AAMAAS, B., BOUCHER, O., DALSØREN, S. B., DANIEL, J. S., FORSTER, P., GRANIER, C., HAIGH, J., HODNEBROG, O., KAPLAN, J. O., MARSTON, G., NIELSEN, C. J., O'NEILL, B. C., PETERS, G. P., PONGRATZ, J., RAMASWAMY, V., ROTH, R., ROTSTAYN, L., SMITH, S. J., STEVENSON, D., VERNIER, J.-P., WILD, O., YOUNG, P., JACOB, D., RAVISHANKARA, A. R. et SHINE, K. (2013). Anthropogenic and Natural Radiative Forcing. In Climate change 2013 : the physical science basis. Contribution of Working Group I to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change, page 82. Cambridge University Press.
- NADEEM, S., BAKKEN, L. R., FROSTEGARD, A., GABY, J. C. et DÖRSCH, P. (2020). Contingent Effects of Liming on N2O-Emissions Driven by Autotrophic Nitrification. *Frontiers in Environmental Science*, 8:598513.
- NARDI, P., LAANBROEK, H. J., NICOL, G. W., RENELLA, G., CARDINALE, M., PIETRAMELLARA, G., WECKWERTH, W., TRINCHERA, A., GHATAK, A. et NANNIPIERI, P. (2020). Biological nitrification inhibition in the rhizosphere : determining interactions and impact on microbially mediated processes and potential applications. *FEMS Microbiology Reviews*, 44(6):874–908.
- NEFTEL, A., FLECHARD, C., AMMANN, C., CONEN, F., EMMENEGGER, L. et ZEYER, K. (2007). Experimental assessment of N₂O background fluxes in grassland systems. *Tellus B* : *Chemical and Physical Meteorology*, 59(3):470–482.
- NELSON, D. et SOMMERS, L. (1983). Total carbon, organic carbon, and organic matter. *Methods* of soil analysis : Part 2 chemical and microbiological properties, 9:539–579.
- NELSON, D. D., MCMANUS, B., URBANSKI, S., HERNDON, S. et ZAHNISER, M. S. (2004). High precision measurements of atmospheric nitrous oxide and methane using thermoelectrically cooled mid-infrared quantum cascade lasers and detectors. *Spectrochimica Acta Part A* : *Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 60(14):3325–3335.
- NEMITZ, E., MAMMARELLA, I., IBROM, A., AURELA, M., BURBA, G. G., DENGEL, S., GIELEN, B., GRELLE, A., HEINESCH, B., HERBST, M., HÖRTNAGL, L., KLEMEDTSSON, L., LINDROTH, A., LOHILA, A., MCDERMITT, D. K., MEIER, P., MERBOLD, L., NELSON, D., NICOLINI, G., NILSSON, M. B., PELTOLA, O., RINNE, J. et ZAHNISER, M. (2018). Standardisation of eddy-covariance flux measurements of methane and nitrous oxide. *International Agrophysics*, 32(4):517–549.
- NILES, M. T., WATERHOUSE, H., PARKHURST, R., MCLELLAN, E. L. et KROOPF, S. (2019). Policy options to streamline the carbon market for agricultural nitrous oxide emissions. *Climate Policy*, 19(7):893–907.

- NUNES, M. R., van ES, H. M., SCHINDELBECK, R., RISTOW, A. J. et RYAN, M. (2018). No-till and cropping system diversification improve soil health and crop yield. *Geoderma*, 328:30–43.
- OERTEL, C., MATSCHULLAT, J., ZURBA, K., ZIMMERMANN, F. et ERASMI, S. (2016). Greenhouse gas emissions from soils—A review. *Geochemistry*, 76(3):327–352.
- Ogle, S. M., Alsaker, C., Baldock, J., Bernoux, M., Breidt, F. J., McConkey, B., Regina, K. et Vazquez-Amabile, G. G. (2019). Climate and Soil Characteristics Determine Where No-Till Management Can Store Carbon in Soils and Mitigate Greenhouse Gas Emissions. *Scientific Reports*, 9(1):11665.
- Owens, J., Clough, T. J., LAUBACH, J., HUNT, J. E. et VENTEREA, R. T. (2017). Nitrous Oxide Fluxes and Soil Oxygen Dynamics of Soil Treated with Cow Urine. *Soil Science Society of America Journal*, 81(2):289–298.
- O'SULLIVAN, C. A., FILLERY, I. R. P., ROPER, M. M. et RICHARDS, R. A. (2016). Identification of several wheat landraces with biological nitrification inhibition capacity. *Plant and Soil*, 404(1-2):61–74.
- PALM, C., BLANCO-CANQUI, H., DECLERCK, F., GATERE, L. et GRACE, P. (2014). Conservation agriculture and ecosystem services : An overview. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 187:87–105.
- PAN, H., QIN, Y., WANG, Y., LIU, S., YU, B., SONG, Y., WANG, X. et ZHU, G. (2020). Dissimilatory nitrate/nitrite reduction to ammonium (DNRA) pathway dominates nitrate reduction processes in rhizosphere and non-rhizosphere of four fertilized farmland soil. *Environmental Research*, 186:109612.
- PARKIN, T. B. (1987). Soil Microsites as a Source of Denitrification Variability. *Soil Science Society of America Journal*, 51(5):1194–1199.
- PARKIN, T. B., VENTEREA, R. T. et HARGREAVES, S. K. (2012). Calculating the Detection Limits of Chamber-based Soil Greenhouse Gas Flux Measurements. *Journal of Environmental Quality*, 41(3):705–715.
- PATTON, C. J. et CROUCH, S. R. (1977). Spectrophotometric and kinetics investigation of the Berthelot reaction for the determination of ammonia. *Analytical Chemistry*, 49(3):464–469.
- PAUSTIAN, K., LEHMANN, J., OGLE, S., REAY, D., ROBERTSON, G. P. et SMITH, P. (2016). Climatesmart soils. *Nature*, 532(7597):49–57.
- Pavelka, M., Acosta, M., Kiese, R., Altimir, N., Brümmer, C., Crill, P., Darenova, E., Fuss, R., Gielen, B., Graf, A., Klemedtsson, L., Lohila, A., Longdoz, B., Lindroth, A., Nilsson, M.,

JIMÉNEZ, S. M., MERBOLD, L., MONTAGNANI, L., PEICHL, M., PIHLATIE, M., PUMPANEN, J., ORTIZ, P. S., SILVENNOINEN, H., SKIBA, U., VESTIN, P., WESLIEN, P., JANOUS, D. et KUTSCH, W. (2018). Standardisation of chamber technique for CO2, N2O and CH4 fluxes measurements from terrestrial ecosystems. *International Agrophysics*, 32(4):569–587.

- PEDERSEN, A. R., PETERSEN, S. O. et SCHELDE, K. (2010). A comprehensive approach to soilatmosphere trace-gas flux estimation with static chambers. *European Journal of Soil Science*, 61(6):888–902.
- PEEL, M. C., FINLAYSON, B. L. et McMAHON, T. A. (2007). Updated world map of the koppengeiger climate classification. *Hydrol. Earth Syst. Sci.*, page 12.
- PETERSEN, S. O., MUTEGI, J. K., HANSEN, E. M. et MUNKHOLM, L. J. (2011). Tillage effects on N2O emissions as influenced by a winter cover crop. *Soil Biology and Biochemistry*, 43(7):1509–1517.
- PETERSON, B. L., HANNA, L. et STEINER, J. L. (2019). Reduced soil disturbance : Positive effects on greenhouse gas efflux and soil N losses in winter wheat systems of the southern plains. *Soil and Tillage Research*, 191:317–326.
- PIMENTEL, L. G., WEILER, D. A., PEDROSO, G. M. et BAYER, C. (2015). Soil N₂ O emissions following cover-crop residues application under two soil moisture conditions. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 178(4):631–640.
- PINHEIRO, P. L., RECOUS, S., DIETRICH, G., WEILER, D. A., SCHU, A. L., BAZZO, H. L. S. et GIACOMINI, S. J. (2019). N2O emission increases with mulch mass in a fertilized sugarcane cropping system. *Biology and Fertility of Soils*, 55(5):511–523.
- PORTMANN, R. W., DANIEL, J. S. et RAVISHANKARA, A. R. (2012). Stratospheric ozone depletion due to nitrous oxide : influences of other gases. *Philosophical Transactions of the Royal Society B* : *Biological Sciences*, 367(1593):1256–1264.
- PRATHER, M. J., HSU, J., DELUCA, N. M., JACKMAN, C. H., OMAN, L. D., DOUGLASS, A. R., FLEMING, E. L., STRAHAN, S. E., STEENROD, S. D., SØVDE, O. A., ISAKSEN, I. S. A., FROIDEVAUX, L. et FUNKE, B. (2015). Measuring and modeling the lifetime of nitrous oxide including its variability. *Journal of Geophysical Research : Atmospheres*, 120(11):5693–5705.
- PUGESGAARD, S., PETERSEN, S. O., CHIRINDA, N. et OLESEN, J. E. (2017). Crop residues as driver for N2O emissions from a sandy loam soil. *Agricultural and Forest Meteorology*, 233:45–54.
- RABOT, E., COUSIN, I. et HÉNAULT, C. (2015). A modeling approach of the relationship between nitrous oxide fluxes from soils and the water-filled pore space. *Biogeochemistry*, 122(2-3):395–408.

- RANAIVOSON, L., NAUDIN, K., RIPOCHE, A., AFFHOLDER, F., RABEHARISOA, L. et CORBEELS, M. (2017). Agro-ecological functions of crop residues under conservation agriculture. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 37(4):26.
- REZAEI RASHTI, M., WANG, W., CHEN, C., REEVES, S. et SCHEER, C. (2017). Assessment of N 2 O emissions from a fertilised vegetable cropping soil under different plant residue management strategies using 15 N tracing techniques. *Science of The Total Environment*, 598:479–487.
- ROBERTSON, G. et TIEDJE, J. (1987). Nitrous oxide sources in aerobic soils : Nitrification, denitrification and other biological processes. *Soil Biology and Biochemistry*, 19(2):187–193.
- ROCHETTE, P., DESJARDINS, R. L. et PATTEY, E. (1991). Spatial and temporal variability of soil respiration in agricultural fields. *Canadian Journal of Soil Science*, 71(2):189–196.
- ROUSSET, C., CLOUGH, T. J., GRACE, P. R., ROWLINGS, D. W. et SCHEER, C. (2020). Soil type, bulk density and drainage effects on relative gas diffusivity and N2O emissions. *Soil Research*, 58(8):726.
- Rowell, D. L. (1984). *Soil science : methods and applications*. Longman Scientific & Technical, London.
- SAVAGE, K., PHILLIPS, R. et DAVIDSON, E. (2014). High temporal frequency measurements of greenhouse gas emissions from soils. *Biogeosciences*, 11(10):2709–2720.
- SCHAUFLER, G., KITZLER, B., SCHINDLBACHER, A., SKIBA, U., SUTTON, M. A. et ZECHMEISTER-BOLTENSTERN, S. (2010). Greenhouse gas emissions from European soils under different land use : effects of soil moisture and temperature. *European Journal of Soil Science*, 61(5):683–696.
- SCHEER, C., ROWLINGS, D. W., DE ANTONI MIGLIORATI, M., LESTER, D. W., BELL, M. J. et GRACE, P. R. (2016). Effect of enhanced efficiency fertilisers on nitrous oxide emissions in a sub-tropical cereal cropping system. *Soil Research*, 54(5):544.
- SCHEER, C., ROWLINGS, D. W., FIRREL, M., DEUTER, P., MORRIS, S. et GRACE, P. R. (2014). Impact of nitrification inhibitor (DMPP) on soil nitrous oxide emissions from an intensive broccoli production system in sub-tropical Australia. *Soil Biology and Biochemistry*, 77:243–251.
- SCHJØNNING, P., THOMSEN, I. K., MOLDRUP, P. et CHRISTENSEN, B. T. (2003). Linking soil microbial activity to water-and air-phase contents and diffusivities. *Soil Science Society of America Journal*, 67(1):156–165.
- SCHLÜTER, S., ZAWALLICH, J., VOGEL, H.-J. et DÖRSCH, P. (2019). Physical constraints for respiration in microbial hotspots in soil and their importance for denitrification. *Biogeosciences*, 16(18):3665–3678.

- SCOPEL, E., TRIOMPHE, B., AFFHOLDER, F., DA SILVA, F. A. M., CORBEELS, M., XAVIER, J. H. V., LAHMAR, R., RECOUS, S., BERNOUX, M., BLANCHART, E., de CARVALHO MENDES, I. et DE TOUR-DONNET, S. (2013). Conservation agriculture cropping systems in temperate and tropical conditions, performances and impacts. A review. *Agronomy for Sustainable Development*, 33(1):113–130.
- SEXSTONE, A. J., REVSBECH, N. P., PARKIN, T. B. et TIEDJE, J. M. (1985). Direct Measurement of Oxygen Profiles and Denitrification Rates in Soil Aggregates. *Soil Science Society of America Journal*, 49(3):645–651.
- SEY, B. K., MANCEUR, A. M., WHALEN, J. K., GREGORICH, E. G. et ROCHETTE, P. (2008). Small-scale heterogeneity in carbon dioxide, nitrous oxide and methane production from aggregates of a cultivated sandy-loam soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 40(9):2468–2473.
- SHCHERBAK, I., MILLAR, N. et ROBERTSON, G. P. (2014). Global metaanalysis of the nonlinear response of soil nitrous oxide (N2O) emissions to fertilizer nitrogen. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 111(25):9199–9204.
- SHEEHY, J., SIX, J., ALAKUKKU, L. et REGINA, K. (2013). Fluxes of nitrous oxide in tilled and no-tilled boreal arable soils. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 164:190–199.
- SHURPALI, N. J., RANNIK, U., JOKINEN, S., LIND, S., BIASI, C., MAMMARELLA, I., PELTOLA, O., PIHLATIE, M., HYVÖNEN, N., RÄTY, M., HAAPANALA, S., ZAHNISER, M., VIRKAJÄRVI, P., VESALA, T. et MARTIKAINEN, P. J. (2016). Neglecting diurnal variations leads to uncertainties in terrestrial nitrous oxide emissions. *Scientific Reports*, 6(1):25739.
- SIX, J., OGLE, S. M., JAY BREIDT, F., CONANT, R. T., MOSIER, A. R. et PAUSTIAN, K. (2004). The potential to mitigate global warming with no-tillage management is only realized when practised in the long term. *Global change biology*, 10(2):155–160.
- Sмітн, K. A. (2017). Changing views of nitrous oxide emissions from agricultural soil : key controlling processes and assessment at different spatial scales : N₂O emissions from agricultural soil. *European Journal of Soil Science*, 68(2):137–155.
- SNEDECOR, G. W. et COCHRAN, W. G. (1983). *Statistical Methods*. Oxford and IBH, New Delhi, 6 édition.
- SNIDER, D., THOMPSON, K., WAGNER-RIDDLE, C., SPOELSTRA, J. et DUNFIELD, K. (2015). Molecular techniques and stable isotope ratios at natural abundance give complementary inferences about N2O production pathways in an agricultural soil following a rainfall event. *Soil Biology and Biochemistry*, 88:197–213.

- SONG, X., JU, X., TOPP, C. F. E. et REES, R. M. (2019). Oxygen Regulates Nitrous Oxide Production Directly in Agricultural Soils. *Environmental Science & Technology*, 53(21):12539– 12547.
- SONG, X., LIU, M., JU, X., GAO, B., SU, F., CHEN, X. et REES, R. M. (2018). Nitrous Oxide Emissions Increase Exponentially When Optimum Nitrogen Fertilizer Rates Are Exceeded in the North China Plain. *Environmental Science & Technology*, 52(21):12504–12513.
- STEVENS, R., LAUGHLIN, R., BURNS, L., ARAH, J. et HOOD, R. (1997). Measuring the contributions of nitrification and denitrification to the flux of nitrous oxide from soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 29(2):139–151.
- STOLK, P., JACOBS, C., MOORS, E., HENSEN, A., VELTHOF, G. et KABAT, P. (2009). Significant non-linearity in nitrous oxide chamber data and its effect on calculated annual emissions. *Biogeosciences Discussions*, 6(1):115–141.
- STRUDLEY, M., GREEN, T. et Ascoughii, J. (2008). Tillage effects on soil hydraulic properties in space and time : State of the science. *Soil and Tillage Research*, 99(1):4–48.
- SUBBARAO, G. V., ITO, O., SAHRAWAT, K. L., BERRY, W. L., NAKAHARA, K., ISHIKAWA, T., WATANABE, T., SUENAGA, K., RONDON, M. et RAO, I. M. (2006). Scope and Strategies for Regulation of Nitrification in Agricultural Systems—Challenges and Opportunities. *Critical Reviews in Plant Sciences*, 25(4):303–335.
- SUBBARAO, G. V., RONDON, M., ITO, O., ISHIKAWA, T., RAO, I. M., NAKAHARA, K., LASCANO, C. et BERRY, W. L. (2007). Biological nitrification inhibition (BNI)—is it a widespread phenomenon? *Plant and Soil*, 294(1-2):5–18.
- SULEAU, M., DEBACQ, A., DEHAES, V. et AUBINET, M. (2009). Wind velocity perturbation of soil respiration measurements using closed dynamic chambers. *European Journal of Soil Science*, 60(4):515–524.
- SULEAU, M., MOUREAUX, C., DUFRANNE, D., BUYSSE, P., BODSON, B., DESTAIN, J.-P., HEINESCH, B., DEBACQ, A. et AUBINET, M. (2011). Respiration of three belgian crops : partitioning of total ecosystem respiration in its heterotrophic, above-and below-ground autotrophic components. *Agricultural and Forest Meteorology*, 151(5):633–643.
- TAVEIRA, C. J., FARRELL, R. E., WAGNER-RIDDLE, C., MACHADO, P. V. F., DEEN, B. et CONGREVES, K. A. (2020). Tracing crop residue N into subsequent crops : Insight from long-term crop rotations that vary in diversity. *Field Crops Research*, 255:107904.
- TAYLOR, A. E., GIGUERE, A. T., ZOEBELEIN, C. M., MYROLD, D. D. et BOTTOMLEY, P. J. (2017). Modeling of soil nitrification responses to temperature reveals thermodynamic differences

BIBLIOGRAPHIE

between ammonia-oxidizing activity of archaea and bacteria. *The ISME Journal*, 11(4):896–908.

- THEODORAKOPOULOS, N., LOGNOUL, M., DEGRUNE, F., BROUX, F., REGAERT, D., MUYS, C., HEINESCH, B., BODSON, B., AUBINET, M. et VANDENBOL, M. (2017). Increased expression of bacterial amoA during an N 2 O emission peak in an agricultural field. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 236:212–220.
- THEURER, J. (1979). Growth patterns in sugarbeet production. *Journal of the American Society of sugar beet technologists*, 20(4):343–367.
- TIAN, H., XU, R., CANADELL, J. G., THOMPSON, R. L., WINIWARTER, W., SUNTHARALINGAM, P., DAVIDSON, E. A., CIAIS, P., JACKSON, R. B., JANSSENS-MAENHOUT, G., PRATHER, M. J., REGNIER, P., PAN, N., PAN, S., PETERS, G. P., SHI, H., TUBIELLO, F. N., ZAEHLE, S., ZHOU, F., ARNETH, A., BATTAGLIA, G., BERTHET, S., BOPP, L., BOUWMAN, A. F., BUITENHUIS, E. T., CHANG, J., CHIPPERFIELD, M. P., DANGAL, S. R. S., DLUGOKENCKY, E., ELKINS, J. W., EYRE, B. D., FU, B., HALL, B., ITO, A., JOOS, F., KRUMMEL, P. B., LANDOLFI, A., LARUELLE, G. G., LAUERWALD, R., LI, W., LIENERT, S., MAAVARA, T., MACLEOD, M., MILLET, D. B., OLIN, S., PATRA, P. K., PRINN, R. G., RAYMOND, P. A., RUIZ, D. J., van der WERF, G. R., VUICHARD, N., WANG, J., WEISS, R. F., WELLS, K. C., WILSON, C., YANG, J. et YAO, Y. (2020). A comprehensive quantification of global nitrous oxide sources and sinks. *Nature*, 586(7828):248–256.
- USSIRI, D. et LAL, R. (2013). *Soil Emission of Nitrous Oxide and its Mitigation*. Springer Netherlands, Dordrecht.
- van den Heuvel, R., Hefting, M., Tan, N., Jetten, M. et Verhoeven, J. (2009). N2O emission hotspots at different spatial scales and governing factors for small scale hotspots. *Science of The Total Environment*, 407(7):2325–2332.
- VAN DEN HEUVEL, R. N., BAKKER, S. E., JETTEN, M. S. M. et HEFTING, M. M. (2011). Decreased N2O reduction by low soil pH causes high N2O emissions in a riparian ecosystem : Low N2O reduction by low soil pH increases N2O emissions. *Geobiology*, 9(3):294–300.
- van der WEERDEN, T. J., KELLIHER, F. M. et de KLEIN, C. A. M. (2012). Influence of pore size distribution and soil water content on nitrous oxide emissions. *Soil Research*, 50(2):125.
- van Kessel, C., VENTEREA, R., SIX, J., ADVIENTO-BORBE, M. A., LINQUIST, B. et van GROENIGEN, K. J. (2013). Climate, duration, and N placement determine N₂ O emissions in reduced tillage systems : a meta-analysis. *Global Change Biology*, 19(1):33–44.
- VENTEREA, R. T. (2013). Theoretical Comparison of Advanced Methods for Calculating Nitrous Oxide Fluxes using Non-steady State Chambers. Soil Science Society of America Journal, 77(3):709–720.

- VENTEREA, R. T., PETERSEN, S. O., KLEIN, C. A. M., PEDERSEN, A. R., NOBLE, A. D. L., REES, R. M., GAMBLE, J. D. et PARKIN, T. B. (2020). Global Research Alliance N ₂ O chamber methodology guidelines : Flux calculations. *Journal of Environmental Quality*, 49(5):1141–1155.
- VIETEN, B., CONEN, F., SETH, B. et ALEWELL, C. (2008). The fate of N2 O consumed in soils. *Biogeosciences*, 5:129–132.
- VILAIN, G., GARNIER, J., ROOSE-AMSALEG, C. et LAVILLE, P. (2012). Potential of denitrification and nitrous oxide production from agricultural soil profiles (seine basin, france). *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, 92(1):35–50.
- WAGNER-RIDDLE, C., BAGGS, E. M., CLOUGH, T. J., FUCHS, K. et PETERSEN, S. O. (2020). Mitigation of nitrous oxide emissions in the context of nitrogen loss reduction from agroecosystems : managing hot spots and hot moments. *Current Opinion in Environmental Sustainability*, 47:46–53.
- WAGNER-RIDDLE, C., CONGREVES, K. A., ABALOS, D., BERG, A. A., BROWN, S. E., AMBADAN, J. T., GAO, X. et TENUTA, M. (2017). Globally important nitrous oxide emissions from croplands induced by freeze–thaw cycles. *Nature Geoscience*, 10(4):279–283.
- WALONMAP (2021). http://geoportail.wallonie.be/walonmap, dernier accès le 20/03/2021.
- WANG, J., CHADWICK, D. R., CHENG, Y. et YAN, X. (2018a). Global analysis of agricultural soil denitrification in response to fertilizer nitrogen. *Science of The Total Environment*, 616-617:908–917.
- WANG, W., DALAL, R. C., REEVES, S. H., BUTTERBACH-BAHL, K. et KIESE, R. (2011). Greenhouse gas fluxes from an australian subtropical cropland under long-term contrasting management regimes. *Global Change Biology*, 17(10):3089–3101.
- WANG, W., HOU, Y., PAN, W., VINAY, N., MO, F., LIAO, Y. et WEN, X. (2021). Continuous application of conservation tillage affects in situ N2O emissions and nitrogen cycling gene abundances following nitrogen fertilization. *Soil Biology and Biochemistry*, 157:108239.
- WANG, Y., GUO, J., VOGT, R. D., MULDER, J., WANG, J. et ZHANG, X. (2018b). Soil pH as the chief modifier for regional nitrous oxide emissions : New evidence and implications for global estimates and mitigation. *Global Change Biology*, 24(2):e617–e626.
- WELCH, B. L. (1947). The generalization of 'student's'problem when several different population varlances are involved. *Biometrika*, 34(1-2):28–35.
- WRAGE, N., VELTHOF, G., VAN BEUSICHEM, M. et OENEMA, O. (2001). Role of nitrifier denitrification in the production of nitrous oxide. *Soil biology and Biochemistry*, 33(12-13):1723–1732.

- Wrage-Mönnig, N., Horn, M. A., Well, R., Müller, C., Velthof, G. et Oenema, O. (2018). The role of nitrifier denitrification in the production of nitrous oxide revisited. *Soil Biology and Biochemistry*, 123:A3–A16.
- Xu, J., Li, Y. et Qi, Z. (2020a). Comment on "Oxygen Regulates Nitrous Oxide Production Directly in Agricultural Soils". *Environmental Science & Technology*, 54(4):2558–2559.
- XU, R., TIAN, H., PAN, S., PRIOR, S. A., FENG, Y. et DANGAL, S. R. S. (2020b). Global N₂O Emissions From Cropland Driven by Nitrogen Addition and Environmental Factors : Comparison and Uncertainty Analysis. *Global Biogeochemical Cycles*, 34(12).
- YAN, G., MU, C., XING, Y. et WANG, Q. (2018). Responses and mechanisms of soil greenhouse gas fluxes to changes in precipitation intensity and duration : a meta-analysis for a global perspective. *Canadian Journal of Soil Science*, 98(4):591–603.
- YANAI, J., SAWAMOTO, T., OE, T., KUSA, K., YAMAKAWA, K., SAKAMOTO, K., NAGANAWA, T., INUBUSHI, K., HATANO, R. et KOSAKI, T. (2003). Spatial Variability of Nitrous Oxide Emissions and Their Soil-Related Determining Factors in an Agricultural Field. *Journal of Environmental Quality*, 32(6):1965–1977.
- ZHANG, J., MÜLLER, C. et CAI, Z. (2015). Heterotrophic nitrification of organic N and its contribution to nitrous oxide emissions in soils. *Soil Biology and Biochemistry*, 84:199–209.
- ZHU, X., BURGER, M., DOANE, T. A. et HORWATH, W. R. (2013). Ammonia oxidation pathways and nitrifier denitrification are significant sources of N2O and NO under low oxygen availability. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 110(16):6328–6333.
- ZINATI, G. M., CHRISTENSON, D. R. et HARRIS, D. (2001). Spatial and temporal distribution of 15n tracer and temporal pattern of n uptake from various depths by sugarbeet. *Communications in soil science and plant analysis*, 32(9-10):1445–1456.

Annexes



A Calibration des sondes de concentration en O₂

FIGURE A.1 – Calibration des sondes de concentration en O₂ (Apogee Instruments SO-110, Logan, Utah, USA). Les numéros correspondent aux numéros de séries des capteurs.

B Impact des caractéristiques des analyseurs N₂O sur le flux calculé

B.1 Introduction

Les deux analyseurs utilisés (Thermo Scientific 46i, Waltham, USA), mesurent la concentration en N₂O sur base de la corrélation de filtre à gaz (Fassbinder et al., 2013). Ils sont considérés comme une option viable pour la mesure continue des émissions de N2O in situ (Fassbinder et al., 2013). Ils permettent la mesure automatisée de la concentration en N₂O dans une chambre, contrairement à la chromatographie en phase gazeuse traditionnellement utilisée (Harvey et al., 2020). Par rapport aux techniques photoacoustiques à infrarouge (Iqbal et al., 2013), ils permettent de discriminer efficacement les interférences potentielles d'autres gaz qui absorbent le rayonnement infrarouge dans les mêmes longueurs d'onde que le N₂O. Bien que la mise au point d'analyseurs à laser à diode accordable (tunable diode laser, TDL) et à laser à cascade quantique (quantum cascade laser, QCL, Nelson et al. (2004)) ait rendu possible la mesure à haute fréquence (jusqu'à 10 Hz) et haute-fidélité (fidélité de 1,5 ppb à 10 Hz) du N₂O, les systèmes TDL ou QCL sont très coûteux et généralement encombrants. Un analyseur à filtre de corrélation comme le Thermo Scientific 46i est relativement plus petit et moins cher et nécessite moins de maintenance que les systèmes TDL ou QCL. Les performances en fidélité des 46i sont cependant limitées. Ils peuvent également montrer une faible stabilité, avec par exemple une sensibilité significative à la température, pouvant entraîner une dérive du zéro de - 10,6 ppb.°C⁻¹ (Fassbinder *et al.*, 2013). L'impact des caractéristiques de ces analyseurs, utilisés depuis plusieurs années pour la mesure de flux de N2O en chambres, n'a jamais fait l'objet d'une évaluation approfondie dans l'Axe Biodyne.

Deux des principales caractéristiques des analyseurs ont été étudiées : la fidélité et la stabilité à court-terme des mesures. La fidélité d'une mesure désigne la probabilité qu'elle soit représentative du résultat moyen (Fraden, 2010), et se manifeste sous forme d'une erreur aléatoire. La fidélité de l'analyseur impacte par conséquent l'incertitude aléatoire du flux calculé (Pavelka *et al.*, 2018) ainsi que la limite de détection de la méthode de calcul des flux utilisée (Parkin *et al.*, 2012). La stabilité à court-terme est liée à des changements dans les performances de l'analyseur sur une période de temps par un changement des conditions ambiantes (Morris et Langari, 2012). Elle comprend la dérive de zéro (également appelée biais, erreur de zéro, erreur d'*offset*) et la dérive de sensibilité (également appelée erreur d'échelle, erreur de gain). La dérive de zéro se manifeste sous la forme d'une erreur systématique constante sur toute la gamme de mesure. La dérive de la sensibilité définit la quantité par laquelle la sensibilité de l'analyseur varie au cours du temps (Morris et Langari, 2012). Elle est quantifiée par le taux de variation du rapport entre les valeurs mesurées et les valeurs réelles. La stabilité à court-terme impacte la justesse des mesures, et donc la valeur absolue du

flux calculé. Les caractéristiques nominales des appareils renseignées par le fabricant, ainsi que les résultats d'une révision effectuée en 2018 sont résumés dans la Table B.1. L'analyseur no.1 (numéro de série : 1417862149) a été installé sur CT, tandis l'analyseur no.2 (numéro de série : 1209552407) se trouvait sur RT.

TABLE B.1 – Fidélité, dérive de zéro et dérive de sensibilité des analyseurs N_2O renseignées par le
fabricant. La fidélité correspond à un temps de moyennage de 30 s.

		Caractéristiques		
Source	Analyseur	Fidélité [ppb RMSE]	Dérive de zéro [ppb.jours ⁻¹]	Dérive de sensibilité [ppb.ppb ⁻¹ .jours ⁻¹]
Spécifications	/	± 10	< 50	± 0,01
	1 2	± 3,76 ± 3,15	+ ,5 - 0,26	+ 0,00003 - 0,00003

B.2 Détermination des caractéristiques des analyseurs

Les caractéristiques des analyseurs ont été déterminées empiriquement sur base de données issues de tests effectués en laboratoire par Alain Debacq. Durant une période de 3 jours (du 9/02/2021 au 12/02/2021), les deux analyseurs ont mesuré l'air ambiant avec un temps de moyennage (T_{moy}) de 15 secondes, et ont été calibrés 4 fois. Chaque calibration comprenait, dans l'ordre chronologique, une calibration à 0 ppb (N_2) et une calibration avec un gaz de concentration standard (810 ± 81 ppb). A la fin de cette période de mesure, les deux analyseurs ont été alimentés avec du gaz de calibration à 0 ppb durant 3h. La température du laboratoire était de 21 ± 1 °C.

La fidélité et la dérive de zéro des analyseurs ont été déterminées par ajustement d'un modèle linéaire aux n = 660 données du test de 3h par la méthode des moindres carrés, en postulant une température constante dans le laboratoire durant la période de mesure. La fidélité pour un T_{moy} de 15 secondes a été estimée en calculant le RMSE entre valeurs prédites (y) et les valeurs observées (y) selon l'Équation 1. La dérive de zéro à court-terme (quelques heures) a été estimée comme étant la pente de la droite ajustée. La dérive de zéro à plus long-terme (quelques jours) et la dérive de sensibilité ont été estimées sur base des données de calibration récoltées pendant 3 jours. La stabilité au démarrage a finalement été analysée sur base des mesures de laboratoire d'une part, et d'autre part sur base des données collectées lors d'une campagne *in situ* en 2015 sur le même site expérimental (Lognoul *et al.*, 2017).

RMSE =
$$\sqrt{\frac{\sum_{n}^{i=0} (y_i - y_i)^2}{n}}$$
 (1)

Le RMSE entre les valeurs mesurées et les valeurs prédites par régression linéaire est proche de 7,5 ppb pour les deux analyseurs N_2O (Table 4 et Figure 6), pour un T_{moy} de 15 secondes . Cette valeur est inférieure aux caractéristiques nominales des analyseurs, mais supérieures aux calibrations d'usine (Table B.1), probablement en raison du temps de moyennage inférieur utilisé lors des tests de laboratoire (15 secondes au lieu de 30).

La dérive de zéro se trouvait entre -15 et 15 ppb.jours⁻¹ sur base des mesures à courtterme (Figure B.1 (a)) et plus long-terme (Figure B.1 (b)). Par ailleurs, les calibrations à 810 ppb ont permis d'évaluer la dérive de sensibilité entre -0,025 et 0,015 ppb.ppb⁻¹.jours⁻¹. L'instabilité résultante (zéro et sensibilité combinée) est par conséquent inférieure à la limite de 30 ppb.jours⁻¹ recommandée pour les mesures de flux de N₂O en chambres fermées dynamiques (Pavelka *et al.*, 2018). Des mesures a plus long-terme devrait cependant être effectuées pour confirmer ces valeurs.

		Caractéristiques			
		Fidélité moyenne [ppb RMSE]	Dérive de zéro [ppb.jours ⁻¹]		Dérive de sensibilité [ppb.ppb ⁻¹ .jours ⁻¹]
Analyseur	Durée	3h	3h	3 jours	3 jours
1		± 7,7	+ 13,55	[-14,6;10,2]	[-0,0032;0,0154]
2		± 7,2	+2,07	[-3,4;16,3]	[-0,0251;0,0118]

TABLE B.2 – Fidélité, dérive de zéro et dérive de sensibilité des analyseurs N₂O calculées sur base des tests de laboratoire. La fidélité correspond à un temps de moyennage de 15 secondes.



FIGURE B.1 – Visualisation de (a) la fidélité, (b) la dérive de zéro et (c) la dérive de sensibilité des deux analyseurs N₂O, pour un temps de moyennage de 15 secondes. Les bandes grisées sur les deux graphes inférieurs représentent le moment où des calibrations ont été effectuées (0 ppb N₂O pour la dérive de zéro et 810 \pm 81 ppb N₂O pour la dérive de sensibilité).

Lors de la mise en route des deux analyseurs, en laboratoire en 2021 ou lors d'une campagne *in situ* en 2015, les mesures ont fortement dérivé pendant une dizaine de jours avant de se stabiliser (Figure B.2). Pour éviter une sous-estimation des flux de N₂O, un démarrage anticipé des analyseurs est recommandé une dizaine de jours avant le lancement d'une campagne de mesures. Pour la présente campagne, les analyseurs ont été mis en marche en laboratoire plusieurs semaines avant leur installation *in situ*, ce qui a permis d'éviter ce phénomène.



FIGURE B.2 – Dérive des analyseurs N_2O lors de leur mise en route (a) au début d'une campagne de mesure *in situ* en 2015 et (b) pendant un test de laboratoire en 2021.

B.3 Impact des caractéristiques des analyseurs sur la fidélité et la justesse des flux calculés

L'impact des caractéristiques métrologiques des analyseurs sur la fidélité et la justesse des flux a été évaluée par simulation d'un flux linéaire, dans les conditions particulières de l'expérience mise en place (Table B.3). Des courbes concentration-temps ont été générées selon la distribution des flux généralement observés (0 à 100 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹) et pour une concentration atmosphérique en N₂O de 333 ppb. L'impact de la fidélité de l'analyseur sur l'incertitude associée au flux calculé a été simulée par l'ajout d'une variable aléatoire issue d'une distribution normale centrée sur 0 et d'écart-type constant égal à la fidélité de l'analyseur. Une analyse de Monte Carlo (Harrison, 2010) a ensuite été effectuée (10 000 répétitions) afin de prendre en compte le caractère aléatoire de la fidélité de l'analyseur. Un modèle linéaire a été ajusté aux séries de concentrations ainsi produites. Une distribution des flux a enfin été construite, et l'incertitude aléatoire (intervalle de confiance à 95 %) sur le flux moyen a été calculée comme la différence entre les percentiles 97,5 % et 2,5 % de la population de flux.

Caractéristique	Valeur	Détail
Surface de la chambre (S)	0,029 m ²	D: 0,192 m
		Volume de la chambre (D : 0,192 m, h : 0,11 m) : $3,18.10^{-3}$ m ³
Volume total (V)	5,33.10 ⁻³ m ³	Volume des lignes de prélèvement (D : 4 mm, L : 30 m) : $0,38.10^{-3}$ m ³
		Volume du banc optique : $1,77 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3$
Temps de moyennage	30 s	
Nombre de points de mesure	59	
Température de l'air	20 °C	
Pression atmosphérique	1 atm	

TABLE B.3 – Caractéristiques du système de mesure utilisées pour la simulation des flux.

D, diamètre; h, hauteur; L, longueur

La Figure B.3 montre l'impact des caractéristiques des analyseurs N₂O (fidélité, dérive de zéro, dérive de sensibilité) sur l'incertitude aléatoire et le biais du flux calculé. L'incertitude aléatoire relative augmente linéairement avec la fidélité de l'analyseur. L'intervalle de confiance étant identique quel que soit l'amplitude du flux linéaire simulé, l'incertitude aléatoire relative est également directement proportionnelle à l'amplitude du flux. Pour une fidélité analytique de 7,5 ppb RMSE et dans les conditions particulières de l'expérience, le demi-intervalle de confiance atteint 3 % dans le cas des flux de 5 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹. Le biais relatif sur le flux calculé est directement proportionnel aux dérives de zéro et de sensibilité. Le biais relatif dépend également de l'amplitude du flux linéaire simulé, et est faible même dans le cas des faibles flux. En effet, pour un flux de 5 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹, une dérive de zéro de 15 ppb.jours⁻¹ entraîne une surestimation du flux linéaire inférieure à 0,38 %, et une dérive de sensibilité de ± 0,025 ppb.ppb⁻¹.jours⁻¹ biaise le flux de ± 0,3 %.



FIGURE B.3 – (a) Relation entre l'incertitude aléatoire (demi-intervalle de confiance à 95 %, IC_{95%}) relative sur le flux de N₂O calculé et la fidélité de l'analyseur. IC_{95%} a été calculé comme la différence entre les percentiles 97,5 % et 2,5 % de la population de flux générée par la méthode de Monte Carlo (10 000 répétitions). (b) Relation entre le biais relatif sur le flux calculé et la dérive de zéro des analyseurs N₂O. (c) Relation entre le biais relatif sur le flux calculé et la dérive de sensibilité des analyseurs N₂O. Flux simulé avec un modèle linéaire, dans les conditions de l'expérience mise en place (Table B.3), pour différentes amplitudes de flux (5-100 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹).

C Limites de détection des flux de N₂O et CO₂

Pour le N₂O et le CO₂, les limites de détection des flux (f_{det}) des modèles LR et HMR ont été calculées selon la méthode de (Parkin *et al.*, 2012). Une simulation de Monte Carlo (Harrison, 2010) a été effectuée, au cours de laquelle 100 000 séries concentration-temps de moyenne nulle et d'écart-type équivalent à la fidélité des analyseurs ont été générées. Pour le N₂O, la fidélité des analyseurs a été fixée à 7,5 ppb sur base des résultats de laboratoire (*cf.* Annexe B). Pour les analyseurs de CO₂, la fidélité de 10 ppm indiquée par le fabricant a été utilisée.

Les modèles LR et HMR ont été ajustés aux séries concentration-temps constituées. Les f_{det} positives et négatives ont été respectivement considérées comme les percentiles 95 % et 5 % des courbes de densité de probabilité cumulée empiriques construites sur base des flux calculés selon chacun des modèles. Par rapport à l'utilisation du test de signification de la régression permettant de déterminer si un flux donné est statistiquement différent de 0 (Livingston et Hutchinson, 1995), cette méthode présente l'avantage de fournir une indication directe de la limite de détection (Parkin *et al.*, 2012).

Les Figures C.1 et C.2 montrent les courbes de densités de probabilité cumulées empiriques associées aux méthodes LR et HMR, respectivement pour les flux de N₂O et CO₂. Pour une fidélité de l'analyseur N₂O de 7,5 ppb, les f_{det} des modèles LR et HMR, déterminées à partir de l'intersection de chaque courbes de densités de probabilité cumulées et de la ligne horizontale à P = 0,95, sont respectivement de ± 0,67 et ± 28,80 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹. Pour le CO₂, les f_{det} des modèles LR et HMR valent ± 0,38 et ± 18,19 μ g CO₂-C.m⁻².s⁻¹, respectivement.



FIGURE C.1 – Courbes de densités de probabilités cumulées empiriques des flux de N₂O calculés avec les modèles LR et HMR, pour une fidélité de l'analyseur de 7,5 ppb, dans les conditions de l'expérience mise en place (Table B.3). Les lignes pointillées rouges représentent les flux de chaque modèle correspondant aux niveaux de probabilité 0,05 et 0,95.



FIGURE C.2 – Courbes de densités de probabilités cumulées empiriques des flux de CO₂ calculés avec les modèles LR et HMR, pour une fidélité de l'analyseur de 10 ppm, dans les conditions de l'expérience mise en place (Table B.3). Les lignes pointillées rouges représentent les flux de chaque modèle correspondant aux niveaux de probabilité 0,05 et 0,95.

Étant donné l'incertitude sur la fidélité des analyseurs N₂O, une analyse de sensibilité des f_{det} des modèles LR et HMR en fonction de la fidélité analytique (0-10 ppb) a été effectuée (Figure C.3). Pour chaque méthode, l'amplitude des f_{det} est directement proportionnelle à la fidélité analytique. Les facteurs de pente entre les f_{det} des modèles LR et HMR et la fidélité analytique sont respectivement de \pm 0,09 et \pm 3,89.



FIGURE C.3 – Relation entre les limites de détection f_{det} des flux de N₂O des méthodes LR et HMR et la fidélité de l'analyseur dans les conditions de l'expérience mise en place (Table B.3).

D Comparaison des procédures de calcul des flux de N₂O

D.1 Introduction

La combinaison des modèles LR et HMR permet de réduire Le biais et l'incertitude aléatoire sur les flux estimés (Venterea, 2013). Dans le cas des systèmes de mesure des flux automatisés produisant un nombre élevé de séries concentration-temps, l'utilisation d'une procédure de calcul de flux (PCF) opérant une sélection automatique entre les modèles s'avère par ailleurs souvent nécessaire. Plusieurs PCF sont documentées dans la littérature (Venterea *et al.*, 2020) et sont établies sur des critères relatifs aux propriétés de chaque mesure de flux dans l'ensemble des données. Trois PCF sont présentées ici, basées sur trois critères distincts :

- 1. $R_{ajust\acute{e}}^2$: PCF présentée par Stolk *et al.* (2009), consistant en la sélection du meilleur modèle sur base du $R_{ajuste'}^2$ avec une restriction du modèle HMR lorsque κ sort de la gamme 0-0,143 s⁻¹ sur base du critère de Matthias *et al.* (1978).
- 2. *Variance* : PCF basée sur la dispersion des mesures de concentrations dans la chambre, recommandée par (Venterea *et al.*, 2020) lorsque le nombre de points de mesure de concentration est élevé. Si la variance des concentrations en N₂O mesurée (s²) excède la variation due à la fidélité de l'analyseur ($\sigma_{analyseur}^2$), le modèle HMR est choisi. Dans le cas contraire, l'estimation du modèle LR est utilisée. Le test du χ^2 (Snedecor et Cochran, 1983) est utilisé pour identifier les séries concentration-temps dont les s² ne sont pas significativement supérieures à $\sigma_{analyseur}^2$ en testant l'hypothèse nulle H₀ : $\sigma_{echantillon}^2 = \sigma_{analyseur'}^2$ contre l'hypothèse alternative unilatérale H_A : $\sigma_{echantillon}^2 > \sigma_{analyseur}^2$ pour chaque série concentration-temps. H₀ est rejetée lorsque $\frac{s^2}{\sigma_{analyseur}^2} > \frac{\chi_{critique}^2}{n-1}$, où s² est une estimation de $\sigma_{echantillon}^2$ calculée à partir des séries concentration-temps, n est le nombre de points de mesure et $\chi_{critique}^2$ est le quantile 1α ($\alpha = 0,05$) de la distribution χ^2 à n 1 degrés de liberté.
- kappa.max : PCF développée par Hüppi *et al.* (2018), qui consiste en l'établissement d'un seuil κ_{max} pour le paramètre κ du modèle HMR au-dessus duquel le modèle est rejeté (Équation 2). La restriction sur κ dépend du rapport entre le flux minimal détectable avec le modèle HMR et le flux linéaire. L'impact de la non-linéarité est donc moindre pour les petits flux et pour les grandes incertitudes du système de mesure.

$$\kappa_{\max} = \frac{f_{LR}}{f_{det,HMR} \cdot t_{mes}}$$
(2)

Où f_{LR} est le flux calculé avec le modèle en kg.m⁻².s⁻¹, $f_{det,HMR}$ est la limite de détection du modèle HMR en kg.m⁻².s⁻¹ et t_{mes} est le temps de mesure en s.

Les trois PCF (R_{ajuste}^2 , variance et kappa.max) ont été comparées, sur base de flux simulés d'un part, et des flux mesurés durant la campagne de mesure d'autre part. Les PCF de la variance et du kappa.max nécessitent la connaissance de la fidélité des analyseurs N₂O. Sur base des résultats obtenus dans l'Annexe B, la fidélité des deux analyseurs a été fixée à 7,5 ppb. Pour un nombre de points de mesure n = 59, il vient :

- *Variance* :
$$\frac{\chi^2_{\text{critique}}}{n-1} = 1,332 \text{ (n} = 59, \sigma^2_{\text{analyseur}} = 7,5 \text{ ppb}).$$

- *kappa.max* : $f_{\text{det,HMR}} = 28,80 \eta \text{g N}_2\text{O-N.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ (*cf.* Annexe C).

D.2 Comparaison des PCF sur base de flux simulés

Des courbes d'évolutions théoriques de la concentration en N₂O dans une chambre fermée ont été simulées avec le modèle HMR selon la méthode de Hüppi *et al.* (2018). Sur base des caractéristiques du système (Table B.3), une série de courbes concentration-temps a été simulée pour différentes valeurs de flux f₀ (0 à 100 η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹, échelle logarithmique, n = 25) et de κ (10⁻⁶ à 10⁻² s⁻¹, échelle logarithmique, n = 25) d'après Hüppi *et al.* (2018). La concentration atmosphérique en N₂O a été fixée à 333 ppb. La Figure D.1 illustre une série de courbes concentration-temps simulées en fonction de κ et pour un f₀ spécifique.



FIGURE D.1 – Exemple de courbes concentration-temps simulées selon la méthode de Hüppi *et al.* (2018), en fonction de κ et pour un flux (f₀) spécifique, dans les conditions de l'expérience mise en place (Table B.3).

La fidélité de l'analyseur a été simulée par l'ajout d'une variable aléatoire issue d'une distribution normale centrée sur 0 et d'écart-type constant égal à la fidélité de l'analyseur. Pour chaque couple (f_0 , κ), une analyse de Monte Carlo a été effectuée (100 répétitions).

Pour chaque répétition de Monte Carlo, le flux a été calculé en appliquant séparément les trois PCF aux séries de concentration-temps générées. Le biais moyen a été calculé comme la différence entre le flux moyen de la distribution de flux obtenue pour chaque PCF et f_0 . L'intervalle de confiance à 95 % a été calculé à partir de l'écart-type de la distribution.

Compte tenu du compromis « justesse-fidélité » inhérent aux méthodes de calcul des flux, la minimisation de l'erreur quadratique moyenne (*mean square error*, MSE) a été utilisée comme critère de sélection de la PCF optimale. En effet, la MSE se calcule comme la somme du carré du biais et de la variance selon l'Equation 3 (DeGroot et Schervish, 2012), et permet donc d'évaluer les performances à la fois en matière de fidélité et de justesse (Venterea *et al.*, 2020).

$$MSE = \left[\frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(f_{c_{i}} - f_{0})\right]^{2} + \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}(f_{c_{i}} - f_{c})^{2}$$
(3)

Où f_{c_i} , f_0 et f_c sont respectivement le flux calculé, le flux simulé et le flux moyen en $\eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$ et n est le nombre de répétitions de Monte Carlo.
La Figure D.2 montre la fréquence de choix du modèle HMR, l'incertitude aléatoire sur le flux calculé, le biais moyen sur le flux calculé et le MSE pour les trois PCF en fonction de l'amplitude du flux simulé (f₀) et du paramètre κ du modèle HMR. Il apparait que le critère du R²_{aiuste} mène systématiquement au choix du modèle HMR. Le critère de la variance présente un comportement intermédiaire, en sélectionnant le modèle LR pour des $\kappa > 10^{-3}$ s^{-1} et des $f_0 < 40 \eta g N_2 O \cdot N.m^{-2}.s^{-1}$. Enfin, le critère du kappa.max résulte en un choix quasi systématique du modèle linéaire pour des $\kappa > 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, sur toute la gamme de f₀ simulés. La variance du flux calculé étant beaucoup plus faible pour le modèle LR (2 paramètres à ajuster au lieu de 3 pour le modèle HMR), le kappa.max est le critère caractérisé par l'incertitude aléatoire la plus faible. Cependant, son utilisation entraine une sous-estimation importante de f₀ pour des κ élevés. Par conséquent, cette PCF est caractérisée par le MSE le plus élevé, et donc le compromis justesse-fidélité le plus défavorable. Les deux autres PCF présentent un biais moyen très faible. Seule l'incertitude sur les flux faibles permet de les différencier. En effet, pour des $f_0 < 5 \eta g N_2 O-N.m^{-2}.s^{-1}$, la PCF de la variance résulte en une plus faible dispersion que le R²_{ajuste}. Par conséquent, sur base du critère de minimisation du MSE, la PCF de la variance est considérée comme la plus performant.



FIGURE D.2 – Visualisation de (a) la fréquence de choix du modèle HMR, (b) l'incertitude aléatoire sur le flux calculé (longueur de l'intervalle de confiance à 95 %, échelle logarithmique), (c) le biais moyen sur le flux calculé et (c) l'erreur quadratique moyenne (MSE, échelle logarithmique) dans l'espace des flux de N₂O simulés (modèle HMR), pour 3 PCF (R^2_{ajuste} , variance et kappa.max). Flux simulés avec une fidélité analytique de 7,5 ppb (100 répétitions de Monte Carlo), selon les conditions particulières de l'expérience mise en place (Table B.3).

D.3 Comparaison des PCF sur base de flux mesurés

Les trois PCF ont été appliquées aux flux de N₂O mesurés durant l'expérience. Pour évaluer le biais associé à chaque PCF, les flux calculés ont été comparés aux flux estimés par le modèle LR. Il ressort de que l'application des critères du R²_{ajuste} et de la variance ont résulté en de nombreuses valeurs de flux supérieures de plusieurs ordres de grandeur aux estimations du modèle LR, ce qui n'était pas le cas du kappa.max (Figure D.3). Ces « aberrations » correspondent à la sélection du modèle HMR dans des situations inappropriées, et suggèrent une sous-estimation du seuil $\frac{\chi^2_{critique}}{n-1}$ dans le cas de la PCF de la variance. Étant donné le bon fonctionnement apparent du critère du kappa.max, il n'a pas été jugé nécessaire d'effectuer une optimisation du seuil $\frac{\chi^2_{critique}}{n-1}$. C constat montre les limites de la simulation et l'importance de la confrontation aux mesures collectées *in situ* pour la détermination de la PCF la plus performante.



FIGURE D.3 – Relation entre le flux calculé avec les différents PCF (R_{ajuste}^2 , variance et kappa.max) et le flux calculé avec la méthode LR, sur base des séries concentration-temps mesurées durant la campagne sur CT (bleu) et RT (rouge).

E Filtre sur les "faux" flux de N₂O négatifs

Le filtre sur les premiers points des séries concentration-temps (*cf.* Traitement des flux) était dans certains cas insuffisant pour pallier à la purge incomplète. Typiquement, cela à concerné les situations où une chambre à flux très faible ou nul succédait à une chambre à flux très élevé. Cela à engendré l'apparition de "faux" flux de N₂O négatifs.

Pour éviter le biais du calcul de la moyenne d'un cycle de 4h, un critère a été établit. Il repose sur la comparaison de chaque couple (flux négatif ($f_{N_2O,t}$), flux observé sur la chambre précédente ($f_{N_2O,t-1}$)) avec un double seuil ($f_{N_2O,t,critique}$, $f_{N_2O,t-1,critique}$) déterminé spécifiquement pour chaque système de mesure (CT et RT). Lorsque $f_{N_2O,t} < f_{N_2O,t,critique}$ et $f_{N_2O,t-1} > f_{N_2O,t-1,critique}$, $f_{N_2O,t}$ est éliminé. Ce double seuil a été déterminé en identifiant le couple ($f_{N_2O,t}$, $f_{N_2O,t-1}$) à partir duquel une dépendance apparaissait entre $f_{N_2O,t}$ et $f_{N_2O,t-1}$ selon la procédure suivante : (1) Classement des couples ($f_{N_2O,t}$, $f_{N_2O,t-1}$) par ordre décroissant de $f_{N_2O,t}$. (2) Analyse de la dépendance entre $f_{N_2O,t}$ et $f_{N_2O,t-1}$ par régression linéaire simple mobile avec une fenêtre de 100 points.

Le premier couple ($f_{N_2O,t}$, $f_{N_2O,t-1}$) pour lequel la pente de la régression était significativement différente de 0 ($\alpha = 0.05$) a été considéré comme le seuil en-dessous duquel les flux négatifs ont été supprimés.

La relation entre les flux de N2O négatifs ($f_{N_2O,t}$) et les flux mesurés sur les chambres précédentes ($f_{N_2O,t-1}$) est illustré sur a Figure E.1. Ce phénomène est particulièrement marqué sur RT.



FIGURE E.1 – Relation entre les flux de N₂O négatifs et les flux de N₂O (f_{N_2O}) des chambre précédentes sur (a) CT et (b) RT, en échelle logarithmique. A noter que les axes n'ont pas la même échelle.

En effectuant une régression linéaire mobile (fenêtre de 100 points) entre $f_{N_2O,t}$ et $f_{N_2O,t-1}$ par ordre décroissant de $f_{N_2O,t}$ (Figure E.2), il apparaît que le coefficient de régression linéaire

n'est significatif (p < 0,05) sur CT et RT qu'à partir des couples (-4,27, 67,63) et (-1,46, 125,08) η g N₂O-N.m⁻².s⁻¹, respectivement (le passage sous le seuil de signification considéré correspond à une chute brusque et durable de la p-valeur). Ces couples ont été considérés comme les seuils (f_{N₂O,t,critique}, f_{N₂O,t-1,critique}) sur chaque modalité.



FIGURE E.2 – Relation entre (axe des ordonnées) la p-valeur du coefficient de régression linéaire mobile (fenêtre de 100 points) entre les flux de N_2O (f_{N_2O}) négatifs et les flux de N_2O des chambres précédentes et (axe des abscisses) les flux de N_2O négatifs sur CT (bleu) et RT (rouge). Les lignes pointillées représentent les seuils de signification du coefficient de régression.

Cette méthode permet de limiter le biais du flux moyen sur 4h engendré par une surestimation (en valeur absolue) des flux négatifs. Cependant, elle ne permet pas de corriger le biais éventuel des flux individuels liés à la perturbation du gradient de concentration par rapport aux conditions naturelles et à l'estimation du terme $\left(\frac{dC}{dt}\right)_{t_0}$ de l'Équation 4.5 à t > t₀.



F Mesures spatialisées de la teneur en eau et de la température du sol sur RT

FIGURE F.1 – Évolution temporelle de (a) la teneur en eau volumétrique du sol (θ_V) entre 0 et 30 cm et (b) la température du sol (T_{sol}) entre 0 et 10 cm sur RT. Les lignes et les aires colorées représentent respectivement la moyenne et l'erreur standard (n=6).

G Suivi de culture



FIGURE G.1 – Évolution temporelle de (a) l'indice de surface foliaire, (b) la biomasse aérienne, (c) la biomasse racinaire et (d) la hauteur des betteraves sucrières sur CT et RT. Les barres d'erreurs représentent l'erreur standard de la moyenne (n=4).



H Filtrage des flux de N₂O et CO₂

 $F_{IGURE}\ H.1$ – Filtrage des flux de $N_2O\ sur$ (a) CT et (b) RT.



 $F_{\rm IGURE}~H.2$ – Filtrage des flux de CO $_2~sur$ (a) CT et (b) RT.

I Flux de N_2O et CO_2 par chambre

Les Figures I.1a et I.1b constituent des versions des Figures 5.5a et 5.5b avec des échelles verticales communes.



FIGURE I.1 – Évolution temporelle des flux de N₂O (f_{N_2O} , violet) et CO₂ (f_{CO_2} , vert) dans chaque chambre sur (a) CT et (b) RT. Le même graphique avec des échelles verticales variables se trouve dans le Chapitre 5.

104



FIGURE I.1 – Évolution temporelle des flux de N₂O (f_{N_2O} , violet) et CO₂ (f_{CO_2} , vert) dans chaque chambre sur (a) CT et (b) RT. Les mêmes graphiques avec des échelles verticales variables se trouvent dans le Chapitre 5.



J Test non paramétrique d'égalité des moyennes

FIGURE J.1 – Représentation de la distribution d'échantillonnage de la statistique T et de la valeur observée de T (T_{obs}) du test non paramétrique d'égalité des flux moyens de (a) N_2O et (b) CO_2 (10 000 répétitions). La p-valeur du test non paramétrique est indiquée sur le graphe.