

## Détermination de la fraction de matière organique la plus active dans le relargage d'azote au sein d'un sol de culture

**Auteur :** Delannoy, Maxence

**Promoteur(s) :** Colinet, Gilles; Cornelis, Jean-Thomas

**Faculté :** Gembloux Agro-Bio Tech (GxABT)

**Diplôme :** Master en bioingénieur : sciences et technologies de l'environnement, à finalité spécialisée

**Année académique :** 2018-2019

**URI/URL :** <http://hdl.handle.net/2268.2/7623>

---

### *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.*

---

**DETERMINATION DE LA FRACTION DE  
MATIERE ORGANIQUE LA PLUS ACTIVE  
DANS LE RELARGAGE D'AZOTE AU SEIN  
D'UN SOL DE CULTURE**

**Maxence DELANNOY**

**TRAVAIL DE FIN D'ETUDES PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE  
MASTER BIOINGENIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT**

**ANNÉE ACADÉMIQUE 2018-2019**

**CO-PROMOTEURS:**

**Prof. Gilles COLINET**

**Prof. Jean-Thomas CORNELIS**

© 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 académique de Gembloux Agro-Bio Tech.

Le présent document n'engage que son auteur.

**DETERMINATION DE LA FRACTION DE  
MATIERE ORGANIQUE LA PLUS ACTIVE  
DANS LE RELARGAGE D'AZOTE AU SEIN  
D'UN SOL DE CULTURE**

**Maxence DELANNOY**

**TRAVAIL DE FIN D'ETUDES PRESENTE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE  
MASTER BIOINGENIEUR EN SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE L'ENVIRONNEMENT**

**ANNÉE ACADÉMIQUE 2018-2019**

**CO-PROMOTEURS:**

**Prof. Gilles COLINET**

**Prof. Jean-Thomas CORNELIS**

# Remerciements

Durant la réalisation de ce travail, de nombreuses personnes m'ont encadré et aidé. Ce travail ponctue la fin de six belles années passées à Gembloux.

J'aimerais tout d'abord remercier mes deux co-promoteurs, Mr Gilles Colinet et Mr Jean-Thomas Cornélis pour leur disponibilité, sympathie et le temps qu'ils ont pris pour m'encadrer et me conseiller dans l'avancement de ce travail.

J'aimerais aussi remercier toute l'équipe encadrante du GP pour leur disponibilité. L'ambiance et la bonne humeur qui y règnent ont été motivantes et fait du GP un endroit de travail plus qu'agréable. Merci à tous les techniciens pour leur gentillesse, patience et bienveillance envers les étudiants.

Un tout grand merci à mes parents pour m'avoir soutenu moralement et financièrement durant toutes ces années. Merci pour les sacrifices que vous avez fait et qui m'ont permis d'avancer dans ce que je voulais faire. Merci aussi sœurlette pour ces bons moments durant les études.

Laurie, on se suit depuis la 5<sup>ème</sup> secondaire. On aura vécu un nombre de choses incalculables ensemble. Du fond du cœur, merci d'avoir été là dans les bons et les mauvais moments. Je te dois une fière chandelle et on se retrouvera dans nos projets respectifs, sache le ! Continuons à entretenir cette amitié hors du commun.

Enfin, un merci spécial pour tous les copains et à la famille Gembloutoise. Ces années de fac n'auraient pas été ce qu'elles ont été sans vous. Bien plus que la guindaille, on apprend à vivre avec une deuxième famille. Et comme le dit l'adage : Quand on vient à Gembloux on pleure deux fois, une fois quand on arrive et une fois quand on part. Mention spéciale à l'ABI, on se sera quand même bien marré, Poum !

Pour finir, un merci particulier à toi Judith. Merci pour ces six belles années et les moments incroyables qu'on aura vécu. Tu resteras quelqu'un que je n'oublierai jamais et je te souhaite le meilleur pour le futur.

# Résumé

La pollution azotée des eaux est un problème récurrent en Wallonie et l'agriculture y joue un rôle majeur. Dans le but de gérer la lixiviation d'azote en fin de saison culturale, des campagnes de mesure APL sont menées. Sur base de ces mesures, un conseil fertilisation est prodigué aux agriculteurs. Néanmoins, malgré ces précautions, certaines parcelles contiennent trop d'azote nitrifié en fin de culture.

La question s'est posée quant à l'impact des fractions de matières organiques sur la minéralisation de l'azote. C'est dans cette optique que les sols de plusieurs parcelles agricoles ont été fractionnés à l'eau à 250  $\mu\text{m}$  pour séparer les macros-agrégats des micro-agrégats. Les fractions ont subi une expérience de respirométrie afin de quantifier l'azote minéralisé par le proxy de la respiration des sols.

Plusieurs observations ont été tirées de cette expérience. Premièrement, la fraction contenant les micro-agrégats est majoritairement représentée dans l'échantillon de base et minéralise plus de carbone par gramme de carbone dans le sol. Deuxièmement, l'hypothèse a pu être émise que la pédologie semble potentiellement jouer un impact sur la diversité et la qualité du cortège microbien. Cette observation ouvre la porte à d'autres recherches ayant de nombreuses applications agronomiques telles que la gestion des nitrates dans le sol.

## Abstract

Nitrogenous water pollution is a recurrent problem in Wallonia and agriculture plays a major role in it. In order to manage nitrogen leaching at the end of the growing season, APL measurement campaigns are carried out. Based on these measures, fertilisation advice is delivered to farmers. However, despite this precaution, some plots contain too much nitrified nitrogen at the end of the crop.

The question of the impact of organic matter fractions on nitrogen mineralization arose. It is in this context that the soil of several agricultural plots was fractionated with water at 250  $\mu\text{m}$  to separate macroaggregates from microaggregates. The respirometry experiment was carried on fractions in order to quantify the mineralized nitrogen by the soil respiration proxy.

Thanks to this experiment, several observations were made. First, fractions containing the microaggregates are predominantly present in the base sample and mineralise more carbon per gram of carbon in the soil. Secondly, it has been hypothesised that pedology seems to have a potential impact on the diversity and quality of the microbial procession. This observation leads to other researchs with many agronomic purposes such as the management of soil nitrates.

# Liste des abréviations

MO = Matière Organique

MOE = Matière Organique Exogène

APL = Azote Potentiellement Lessivable

PGDA = Programme de Gestion Durable de l'Azote

CE = Conductivité Electrique

CO<sub>2</sub> = Dioxyde de carbone

N = Azote

C = Carbone

NH<sub>3</sub> = Ammoniac

N<sub>2</sub> = Diazote

NH<sub>4</sub><sup>+</sup> = Ammonium

R-NH<sub>2</sub> = Amine primaire

NO<sub>2</sub><sup>-</sup> = Nitrite

NO<sub>3</sub><sup>-</sup> = Nitrate

CFU = Unité Formant Colonie

CIPAN = Culture Intermédiaire Piège A Nitrates

C.A. = Conditions d'Applications

# **Table des matières**

Remerciements .....	I
Résumé .....	II
Abstract .....	II
Liste des abréviations .....	III
1. Introduction .....	1
2. Etat de l'art .....	3
2.1. Le cycle biogéochimique de l'azote .....	3
2.1.1. L'azote dans le sol et la pollution azotée.....	5
2.2. Le cycle biogéochimique du carbone .....	6
2.3. La matière organique .....	8
2.3.1. Dynamique de la matière organique .....	9
2.3.2. Stabilisation et saturation du carbone dans le sol .....	10
2.3.3. Le « Priming Effect » et la Matière Organique fraîche .....	11
2.4. Le fractionnement du sol .....	12
2.4.1. Choix de la taille des fractions .....	13
2.5. La respiration des sols .....	14
2.5.1. Facteurs influençant la respiration hétérotrophe .....	16
2.5.1.1. L'accessibilité et la composition de la Matière Organique .....	17
2.5.1.2. Les pratiques culturales .....	17
2.6. La mesure de la respiration des sols .....	18
2.6.1. Les types de mesures de respiration des sols.....	18
2.6.2. Paramètres d'incubation des sols.....	19
3. Remise en contexte et objectifs spécifiques .....	20
4. Matériels et méthodes.....	21
4.1. Sélection des parcelles agricoles .....	21
4.2. Echantillonnage dans les parcelles agricoles.....	22
4.2.1. Description de l'échantillonnage et des parcelles.....	22
4.3. Caractérisation des échantillons .....	24
4.3.1. Dosage des nitrates .....	24
4.3.2. Détermination de l'humidité des échantillons .....	24
4.3.3. Conditionnement des échantillons.....	25
4.3.4. Détermination de la capacité au champ des échantillons .....	25
4.4. Fractionnement des échantillons .....	26
4.5. Caractérisations des fractions .....	26

4.5.1.	Analyse carbone et azote total .....	27
4.5.2.	Extraction du carbone à l'eau chaude.....	27
4.5.3.	pH KCl .....	27
4.6.	Incubation des sols et respirométrie .....	27
4.7.	Analyse nitrate après incubation.....	30
4.8.	Analyses statistiques.....	30
5.	Résultats et discussions .....	31
5.1.	Résultats du fractionnement à l'eau.....	31
5.2.	Propriétés physico-chimiques des échantillons BULK .....	32
5.2.1.	pH KCl .....	32
5.2.2.	Carbone total, Carbone labile, Azote total et C/N dans le BULK.....	34
5.3.	Propriétés physico-chimiques des échantillons des fractions .....	37
5.3.1.	Distribution du carbone au sein des fractions.....	37
5.3.2.	Répartition du carbone labile dans les fractions .....	39
5.3.3.	Distribution de l'azote au sein des fractions.....	41
5.3.4.	L'indice C/N à travers les fractions.....	42
5.3.5.	Synthèses des propriétés physico-chimiques en relation avec les parcelles.....	45
5.4.	Respiration.....	47
5.4.1.	Comparaison de la respiration des sols Bulk.....	47
5.4.2.	Comparaison de la respiration entre les fractions de sol .....	49
5.4.3.	Comparaison de la respiration entre les sols .....	55
5.4.4.	Synthèse de la dynamique de respiration des sols .....	57
5.5.	Minéralisation de l'azote .....	58
5.5.1.	Comparaison de la minéralisation d'azote au sein du Bulk.....	59
5.5.2.	Comparaison de la minéralisation d'azote entre les fractions .....	60
5.5.3.	Synthèse de la dynamique de minéralisation de l'azote en lien avec la respiration et la concentration en C et N dans les fractions.....	64
5.6.	Les effets de minéralisation à travers les sols et les fractions .....	65
5.6.1.	D'où vient la diminution de minéralisation d'azote sur les sols en APL excessif ?..	65
5.6.2.	D'où vient la différence de minéralisation de l'azote entre le Bulk et les sous-fractions ? .....	67
5.6.3.	D'où vient la différence de minéralisation de l'azote à travers les sous-fractions ? .	69
6.	Conclusion et perspectives .....	71
7.	Bibliographie .....	73
8.	Annexes.....	81

## TABLE DES FIGURES

Figure 1: Eutrophisation d'un cours d'eau - (Académie des Sciences, 2019)	3
Figure 2: Cycle de l'azote - (Havlin et al., 2014)	4
Figure 3: En vert : Zone vulnérable ayant un risque élevé d'azote lessivable - (PROTECTeau, 2018b)	6
Figure 4: Cycle du carbone dans un système agricole - (Chenu et al., 2014)	7
Figure 5: Dynamique de l'évolution de la MO - (Lehmann et al., 2015)	9
Figure 6: Schéma de la méthode de fractionnement humide de référence - (Six et al., 1998)	13
Figure 7: Ensemble des respirations formant la respiration de l'écosystème - (Delogu, 2013)	15
Figure 8: Carte wallonne des sols et localisation des parcelles échantillonnées - Modifié à partir de (SPW-DGO3, 2004)	21
Figure 9: Schéma du chemin de fractionnement des échantillons	26
Figure 10: Evolution de la conductivité électrique d'une solution de NaOH en lien avec la conductivité électrique du Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> - (Lefebure, 2016)	28
Figure 11: Respiromètre comportant du sol et une fiole de NaOH	29
Figure 12: Schéma de l'incubateur et de la disposition des différentes répétitions en lien avec le gradient de température	30
Figure 13 : Distribution du pourcentage des agrégats dans les sols Bulk	32
Figure 14: pH KCl en fonction des sols échantillonnés	34
Figure 15 : Teneur en carbone (g/kg) en fonction des sols échantillonnés	35
Figure 16: Carbone labile par rapport au COT en fonction des sols échantillonnés	36
Figure 17: Teneur en azote (g/kg) en fonction des sols échantillonnés	36
Figure 18 : C/N en fonction des sols échantillonnés	37
Figure 19 : Dendrogramme de classification des sols en fonction des concentrations de C et N pour le BULK	37
Figure 20 : Boxplot et Interval Plot de la concentration en C au sein des fractions	38
Figure 21 : Histogramme du rapport Clab/COT pour l'ensemble des échantillons	40
Figure 22 : Interval Plot du C/N au sein des fractions	40
Figure 23 : Boxplot et Interval Plot de la concentration en N au sein des fractions	41
Figure 24: Boxplot et Interval Plot du C/N au sein des fractions	43
Figure 25 : Dendrogramme de classification des sols en fonction des concentrations de C et N pour les trois fractions	43
Figure 26 : Relations des concentrations en C et N des sols échantillonnés	44
Figure 27 : Dendrogramme de classification des parcelles en fonction des caractéristiques types	45
Figure 28 : Dendrogramme de classification des sols en fonction des caractéristiques des trois fractions	45
Figure 29 : Répartition du carbone entre les régions et types de cultures	46
Figure 30 : Répartition de l'azote entre les types de cultures	46
Figure 31 : Carbone minéralisé (g/g) lors de l'incubation pour sols Bulk	47
Figure 32 : Minéralisation du carbone dans le sol SEN 33 et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l'algorithme Nelder-Mead dans SoilR.	48
Figure 33 : Minéralisation du carbone dans le sol GEO 2 calc et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l'algorithme Nelder-Mead dans SoilR.	48
Figure 34 : Dendrogramme de classification des sols en fonction du taux de respiration du BULK	49
Figure 35 : Distribution du taux de respiration des fractions par g_sol	49
Figure 36 : Distribution du taux de respiration des fractions par g_carbone	49
Figure 37 : Minéralisation du C par g_C_sol dans les fractions en fonction de la proportion des fractions dans le sol	51
Figure 38 : Représentation des variables entre les dimensions 1 et 2 pour les trois fractions	51
Figure 39 : Minéralisation du carbone dans la fraction Bulk et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l'algorithme Nelder-Mead dans SoilR	54
Figure 40 : Minéralisation du carbone dans les fractions >250 et <250 et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l'algorithme Nelder-Mead dans SoilR	55
Figure 41 : Distribution du carbone minéralisé par gramme de carbone dans le sol par fraction	55
Figure 42 : Comparaison du taux de respirations des sols échantillonnés entre les fractions >250 et <250	56
Figure 43 : Classification des sols en groupe selon la respiration des trois fractions	56
Figure 44 : Comparaison de la respiration des sols en non-labour entre les fractions	57
Figure 45 : Azote minéralisé (mg/g) lors de l'incubation pour sols Bulk	59
Figure 46 : Dendrogramme de classification des sols en fonction du taux de minéralisation d'azote du BULK	60

Figure 47 : Comparaisons des moyennes en nitrate entre les fractions après incubation	60
Figure 48 : Relation entre la respiration et la production de nitrate pour les sols des 3 fractions	61
Figure 49 : Classification des sols en groupe selon la minéralisation de nitrate des fractions >250 et <250	61
Figure 50 : Comparaison du taux de minéralisation entre les fractions par sol	62
Figure 51 : Classification des sols en groupe selon la minéralisation de nitrate des trois fractions	64
Figure 52 : Comparaison de l'année 2018 avec les données depuis 1981	66
Figure 53 : Tableau AV1 Nitrate VS Læss	70

## TABLE DES TABLEAUX

Tableau 1: Tableau synthétique des informations sur les parcelles échantillonnées	23
Tableau 2 : Répartition du pourcentage d'importance de sol entre les deux sous-fractions	31
Tableau 3: Valeurs du test pH KCl	32
Tableau 4 : Moyennes des quantités de C, N, C/N, carbone labile et pH KCl pour les 21 sols échantillonnés	33
Tableau 5: P-valeur et significativité de la variabilité des concentrations en C des fractions de sol	38
Tableau 6: Résultat de la structuration des moyennes pour la concentration en C des fractions et classification en groupe	39
Tableau 7: P-valeur et significativité de la variabilité des concentrations en N des fractions de sol	41
Tableau 8: Résultat de la structuration des moyennes pour la concentration en N des fractions et classification en groupe	42
Tableau 9 : Taux de décompositions de la MO par jour	48
Tableau 10 : Matrice de corrélation des variables pour les trois fractions	52
Tableau 11 : Facteur influençant significativement la respiration dans les trois fractions	52
Tableau 12 : Matrice de corrélation des variables pour le Bulk	53
Tableau 13 : Matrice de corrélation des variables pour la fraction >250	53
Tableau 14 : Matrice de corrélation des variables pour la fraction <250	53
Tableau 15 : Tableau des corrélations principales entre la respiration des fractions et les facteurs l'influencent	53
Tableau 16 : Facteur influençant significativement la respiration des fractions	54
Tableau 17 : Taux de décompositions de la MO par jour pour les trois fractions	55
Tableau 18 : Concentration en nitrate dans les sols après incubation	59
Tableau 19 : Matrice de corrélation de la variable nitrate avec les autres variables pour les fractions	63
Tableau 20 : Facteur influençant significativement la minéralisation d'azote dans les fractions	63
Tableau 21 : Tableau récapitulatif des classifications des sols entre les fractions pour différentes variables	65
Tableau 22 : Classification des sols en fonction de la production seuil de nitrate (2,9 mg/g N)	70

# **1. Introduction**

La pollution azotée des eaux souterraines et de surfaces est une problématique récurrente en Wallonie et l'agriculture y joue un rôle majeur (Burkart et al., 2008). Cette pollution impacte la qualité et la potabilité de l'eau, la santé de la faune et de la flore ou favorise l'eutrophisation. Un excès d'azote engendre des risques environnementaux et des pertes économiques. En Wallonie, afin de quantifier et gérer ces lixiviations d'azote généralement sous forme de nitrate en milieu agricole, des mesures des valeurs « APL » sont effectuées quantifiant l'Azote Potentiellement Lessivable en zones vulnérables (Vandenberghe et al., 2013).

Des efforts sont faits pour maîtriser les APL après la récolte et les transferts vers les aquifères. Pour ce faire, le Groupe de Recherche Environnement et Ressources Azotées (GRENeRA) de Gembloux Agro-Bio Tech y travaille et accompagne plusieurs fermes de référence. Celles-ci sont suivies tout au long de l'année et un conseil fertilisation leur est donné (GRENeRA, 2019). Afin d'exprimer l'excès d'azote dans les sols, des valeurs de référence ont été établies. A titre d'exemple, la quantité de reliquat d'azote minéral en fin de bilan pour un sol limoneux devrait être de 20 kg N/ha de 0 à 90 cm (Cugnon et al., 2013).

Cependant, plusieurs parcelles suivies par GRENeRA atteignent des valeurs de plus de 150 kg N/ha lors des mesures des APL alors que les conseils de fertilisation sont respectés. Cette valeur est élevée mais dépend néanmoins de la culture précédente. Plusieurs sources sont prises en compte lors du calcul de la fourniture d'azote minéral pour une culture, l'azote présent dans le profil en début de saison, celui fournit par les apports organiques, par l'atmosphère et par les engrais minéraux. Le terme restant du bilan est la fourniture d'azote par le sol. Celui-ci comprend la minéralisation de la matière organique et les effets retour des CIPAN (Culture Intermédiaire Piège A Nitrates) ou des prairies retournées. La fourniture d'azote par le sol via la minéralisation de matière organique est un terme important du bilan. Il représente de 33% à 50% des besoins azotés d'une culture et annuellement fournit des dizaines de kilos de  $\text{NO}_3^-$  (Vandenberghe et al., 2014).

Afin d'expliquer la présence d'azote en excès dans les sols après la saison culturale, l'hypothèse a été posée qu'une fraction du sol pourrait minéraliser une plus grande quantité d'azote due à ses caractéristiques et à son rendement de respiration. En d'autres termes, le « pouvoir » minéralisant d'azote ne serait pas le même entre les fractions de sol, la distribution de la matière organique expliquerait ces différences de concentrations en nitrates. Si l'hypothèse s'avère justifiée, le terme du bilan « fourniture d'azote par le sol » pourra être affiné, rendant le bilan final plus précis. Grâce à cela, les valeurs APL devraient donc être diminuées puisque les conseils de fertilisation seront adaptés en fonction des fractions de sol des parcelles.

Pour ce faire, les sols sélectionnés vont être caractérisés puis incubés et mis à respirer durant 90 jours. La minéralisation des nitrates sera quantifiée post-respiration et la minéralisation du carbone des échantillons de sol par respiration sera analysée au cours de l'expérience par le biais de la CE (Conductivité Electrique) d'une solution alcaline. Ces manipulations ont pour but de faire le lien entre la présence de fractions ayant un pouvoir minéralisant plus fort et des concentrations en nitrates trop élevées en fin de saison culturale.

## 2. Etat de l'art

### 2.1. Le cycle biogéochimique de l'azote

L'azote (N) est un des éléments nutritifs élémentaires pour les plantes que l'on retrouve dans les acides aminés, dans la chlorophylle et sous forme de  $N_2$  dans l'air. Une quantité insuffisante d'azote provoque des stress et des carences chez les végétaux, impactant ainsi leurs fonctions métaboliques. Ces effets indésirables peuvent s'exprimer par un ralentissement du développement racinaire ou une sénescence prématurée du feuillage impactant le rendement (Johnson et al., 2005).

Au contraire, si l'azote est présent en trop grande quantité, le rendement peut être impacté de façon négative dû à un surdéveloppement de la biomasse foliaire. La maturité (Wang et al., 2011) et le rendement global (Singh, 2006) en sont affectés. De plus, l'excès d'azote dans le sol engendre aussi la pollution des sols en surface et en profondeur qui peut provoquer un phénomène d'eutrophisation lorsque l'azote arrive dans l'eau (Spalding et al., 1993; Jaynes et al., 2001; Zhao et al., 2005). L'eutrophisation résulte d'un excès d'apport de nutriments (N,P) dans un milieu aquatique qui provoque la prolifération d'algues (Figure 1) et a pour conséquence la dégradation des qualités physique (luminosité) et chimique (oxygénation) de l'eau (Conley et al., 2009).



Figure 1: Eutrophisation d'un cours d'eau - (Académie des Sciences, 2019)

Dans le sol, l'azote résulte des apports par la plante, par le sol via minéralisation et en partie de l'application d'engrais organiques qui se trouvent agencés sous forme d'amines tels que dans le fumier, le lisier, le compost et les résidus de cultures. Les plantes ne peuvent pas capter cette forme d'azote. Différents processus naturels permettent une transformation de l'azote atmosphérique ( $N_2$ ) et organique en azote minéral disponible pour les végétaux (Weil et al., 2017). Ces différentes phases de transformation font partie du cycle de l'azote présenté en Figure 2.

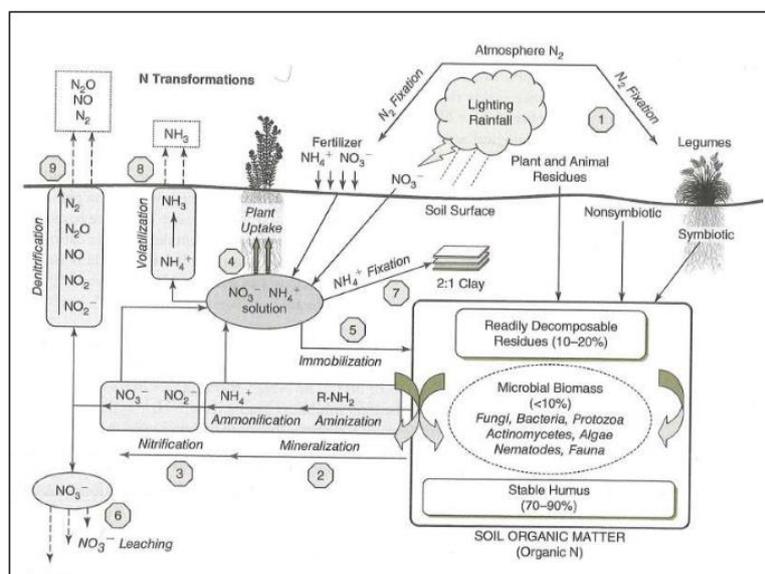


Figure 2: Cycle de l'azote - (Havlin et al., 2014)

Le cycle de l'azote est décomposé en neuf grandes phases/transformations. Les phases de fixation atmosphérique, de minéralisation et de nitrification augmentent et favorisent la disponibilité de l'azote pour les végétaux tandis que les phases de dénitrification, de volatilisation, d'immobilisation et de lessivage limitent la disponibilité de l'azote (Johnson et al., 2005). Les deux autres phases sont la phase d'assimilation de l'azote par les plantes ainsi que la fixation du  $NH_4^+$  sur les feuillettes des silicates.

L'azote atmosphérique  $N_2$  est transformé en  $NH_3$  par le processus de fixation tandis que l'azote organique  $R-NH_2$  est transformé en  $NH_4^+$  par minéralisation. La forme ammonium de l'azote peut être oxydée par le processus de nitrification pour obtenir du  $NO_2^-$  puis du  $NO_3^-$  disponible pour les végétaux (Weil et al., 2017). La nitrification s'opère via des bactéries, *Nitrosomonas* et *Nitrobacter*, toutes deux présentes dans le sol. Les végétaux peuvent donc maintenant capter la forme  $NO_3^-$  et  $NH_4^+$  en fonction des circonstances et des espèces de plantes.

Dans le cas de la dénitrification, le  $NO_3^-$  est transformé en azote gazeux  $N_2$  et la volatilisation fait passer le  $NH_4^+$  en  $NH_3$  gazeux. Ces deux formes d'azote sont re-larguées dans l'atmosphère et sont une perte pour les végétaux. L'immobilisation rend l'azote indisponible pour les plantes par la transformation du  $NO_3^-$  en  $R-NH_2$  (Robertson et al., 2015; Weil et al., 2017). La dernière perte est la lixiviation de l'azote dans les eaux qui est détaillé au point suivant. Ces phénomènes participent à l'appauvrissement de l'azote dans le sol.

Plusieurs facteurs influencent la minéralisation et les autres processus du cycle de l'azote. La nitrification est très sensible à la variation du pH du sol. En effet, le pH affecte la faune microbienne du sol et impacte le taux de nitrification de l'azote (Kemmitt et al., 2006). La minéralisation quant à elle dépend, en partie, de la température (Crohn, 2004; Hoyle et al., 2006) et de l'humidité des sols

(Puri et al., 1997). La température est l'un des facteurs ayant un rôle le plus significatif dans la régulation du processus de minéralisation (Crohn, 2004). Cette dépendance à la température explique pourquoi le taux de minéralisation varie au cours des saisons climatiques (Lawson, 2015) et en fonction de la profondeur (Purnomo et al., 2000).

De plus, la nitrification et la minéralisation sont toutes deux influencées par la quantité de fraction labile du sol et de la matière organique dissoute (Cookson et al., 2004; Jones et al., 2005; Hoyle et al., 2006). L'influence des fractions de sol est plus amplement discutée dans le point 2.4.

### **2.1.1. L'azote dans le sol et la pollution azotée**

L'azote, suivant les concentrations observées, peut devenir un polluant pour les sols et les eaux. Les propriétés des sols telles que la perméabilité, la quantité d'eau infiltrée dans le sol, la proximité de la nappe à la surface du sol ou la structure du sol et sa proportion en particules fines sont des paramètres importants à prendre en compte. En effet, ils impactent directement la vitesse et le taux d'infiltration avec laquelle l'eau, polluée en azote par lixiviation, se diffuse et contamine certaines zones initialement saines (Di et al., 2002; Burkart et al., 2008). Afin de quantifier la rétention des sols en polluant, le coefficient  $K_d$  est utilisé. Celui-ci exprime la répartition du polluant entre la phase solide et aqueuse (Barriuso et al., 1996). Au plus la valeur du  $K_d$  est élevée, au plus la sorption de l'azote avec le sol est grande (Kasem Mahmoud et al., 2016). Le  $K_d$  dépend donc des spécificités du sol et des caractéristiques physico-chimiques du polluant (Cooke et al., 2004).

Différentes formes d'azote peuvent être lixiviées vers les nappes. Il peut ainsi se retrouver en tant que nitrate ( $\text{NO}_3^-$ ), nitrite ( $\text{NO}_2^-$ ) et ammoniacque ( $\text{NH}_4^+$ ) (Robertson et al., 2015). La molécule prédominante dans les eaux souterraines est le nitrate (Burkart et al., 2008). En effet, les sols agricoles reçoivent des amendements chimiques directement chargés en nitrates qui diminuent la qualité de l'eau (Gao et al., 2012). La législation Européenne impose d'ailleurs un seuil maximum de 50 mg/l de nitrate pour que l'eau soit considérée comme potable (Conseil de l'Union Européenne, 1998).

Au vu des impacts de l'azote sur l'environnement tels que la dégradation de la qualité de l'eau, la dégradation de la santé de la faune aquatique ainsi que le phénomène d'eutrophisation des eaux de surface (Follett et al., 2001), des cadres légaux et des politiques de gestion ont été mis en place. A l'échelle de la Wallonie, le Programme de Gestion Durable de l'Azote (PGDA) met en place une quantification et un contrôle de ces pertes en azote à travers les mesures d'Azote Potentiellement Lessivable (APL) (Vandenbergh et al., 2013).

Les APL évaluent les risques de lessivage d'azote non contrôlés dans l'environnement. La période de lessivage de l'azote coïncide avec les grandes infiltrations d'eau dans les sols en hiver. C'est

pourquoi les mesures se font entre le 15 octobre et le 30 novembre dans les zones dites « vulnérables » (PROTECTeau, 2018a).

Les zones vulnérables ont été déterminées en fonction de plusieurs facteurs : l'évolution de la pollution des eaux de surface en nitrates, le type de pratiques agricoles mais aussi la géologie du sous-sol (PROTECTeau, 2018b). Lorsqu'une zone dessert une nappe ayant des teneurs en nitrates entre 25 et 50 mg/L, elle est classée comme étant sensible. Début 2013, la zone vulnérable s'est agrandie en englobant le pays de Herve et le Sud Namurois suite à une dégradation de la qualité des eaux observées (AquaWal, 2019). La Figure 3 montre l'étendue de cette zone sur la carte de la région Wallonne.



Figure 3: En vert : Zone vulnérable ayant un risque élevé d'azote lessivable - (PROTECTeau, 2018b)

## **2.2. Le cycle biogéochimique du carbone**

Le carbone (C) est naturellement présent dans notre environnement aussi bien dans la couche terrestre (calcaire et les roches), dans l'atmosphère ( $\text{CO}_2$ ), dans les sols et les sous-sols (sous forme fossilisée : charbon, pétrole, détritiques marins). Le carbone joue un rôle crucial dans le biosystème qui constitue le sol et les plantes. On le retrouve dans la biomasse où il contribue à la charpente des molécules organiques composant les tissus et les protéines des organismes vivants. Le cycle du carbone centré sur le carbone du sol est présenté en Figure 4.

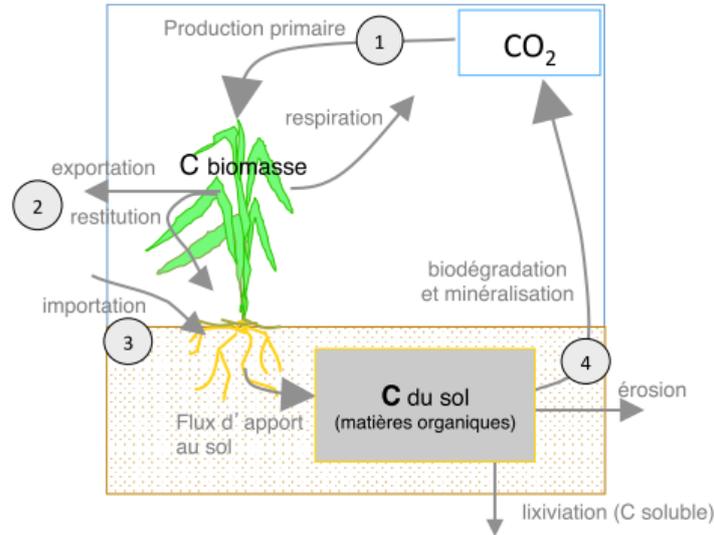


Figure 4: Cycle du carbone dans un système agricole - (Chenu et al., 2014)

Le dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) est l'une des formes de carbone les plus répandues sur terre et il est l'un des gaz à effet de serre jouant un rôle majeur dans le changement climatique de par sa concentration élevée dans l'atmosphère (NASA, 2019). En effet, la libération de carbone par l'agriculture, la foresterie et le changement d'affectation des sols représente un quart des émissions anthropiques (Edenhofer et al., 2014).

Une des pistes de recherche pour limiter l'émission de gaz à effet de serre est d'augmenter le stockage de carbone organique dans le sol en modifiant les pratiques culturales. En effet, le stock de carbone dans le sol est 3,3 fois plus important que le carbone stocké dans l'atmosphère (Lal, 2004; Schmidt et al., 2011).

Différents processus permettent le stockage ou la séquestration du carbone dans les sols. Au départ, le carbone atmosphérique ou inorganique, sous forme  $\text{CO}_2$ , est fixé et transformé en carbone organique par le processus de fixation. Le processus de photosynthèse en est un exemple (Horwath, 2014) mais certaines algues ou bactéries en sont aussi capables. Ces organismes sont regroupés sous le nom d'« autotrophes » ou de producteurs primaires (Figure 4).

Une partie de ce carbone fixé par les végétaux peut être apportée au sol. En effet, le carbone dans le sol provient en partie de la décomposition des végétaux ou d'autres organismes vivants et des déjections animales (Chenu et al., 2014) (Figure 4, points 2 et 3). L'ensemble de ces processus, fixation par les producteurs primaires, assimilation par les végétaux et décomposition par les micro-organismes mène à la stabilisation du carbone dans les sols (Olson et al., 2014; Chenu et al., 2019).

En parallèle, la dégradation et la minéralisation du carbone dans le sol permettent au carbone organique de se transformer sous forme atmosphérique ou inorganique. La minéralisation peut s'opérer en milieu aérobie ou anaérobie (Canfield et al., 2005). Différents facteurs tels que le pH (Kemmitt et

al., 2006; Rousk et al., 2009), la température (Kätterer et al., 1998; Reichstein et al., 2000), les liens chimiques de la matière organique (MO) et sa réactivité (Bernal et al., 1998; Zimmerman et al., 2011) influencent la minéralisation.

Cette notion de réactivité nous amène au caractère labile ou stable du carbone constituant la MO. En effet, le carbone organique labile est minéralisé plus rapidement, ce qui a pour conséquence de limiter le stock de carbone dans le sol (Mekuria et al., 2013). Une solution ralentissant la minéralisation du carbone labile est la séquestration de carbone dans le sol sous forme de biochar (Schmidt et al., 2000; Lehmann, 2007). En effet, sous cette forme biochar, l'agencement du carbone est tel qu'il lui confère une résistance à la dégradation et une stabilité dans le temps (Burgeon, 2017).

Afin de quantifier l'activité biologique d'un sol, le ratio C/N peut être calculé via la mesure du carbone et de l'azote total des sols. Un ratio trop élevé indique une activité biologique et une minéralisation lente exprimant des conditions d'acidité élevée ou de température et d'oxygène trop bas pour le bon fonctionnement des micro-organismes du sol. La concentration en carbone est donc élevée. Au contraire, un ratio trop faible indique une minéralisation trop rapide (Degan et al., 2017).

Toutefois, des divergences quant à l'exactitude de cet indicateur sont discutées dans la littérature. En effet, le ratio ne reflète pas parfaitement le comportement de la matière organique dans le sol qui peut dépendre des facteurs influençant la minéralisation tels que le couvert du sol et la qualité de la biomasse microbienne (Ostrowska et al., 2015). D'autres s'accordent à dire que le ratio C/N est un indicateur robuste (Li et al., 2016) ou variant faiblement pour des sols aux caractéristiques et climats différents (Tian et al., 2010).

### **2.3. La matière organique**

Les composés carbonés organiques dans le sol se retrouvent agrégés dans la MO du sol. Celle-ci contient du carbone organique à hauteur de 58 % en fonction des conditions édaphiques (CRA-LR, 2011; Trigalet et al., 2017). Cette molécule de carbone organique peut se trouver à différents stades de décomposition et sous différentes formes (débris végétaux, fumier, lisier ou compost) rendant la MO complexe (Craswell et al., 2001; Chenu et al., 2014). La nature et le stade de décomposition des MO impactent directement la vitesse de minéralisation et la stabilité de la MO (Leinweber et al., 2008).

La MO joue un rôle de réservoir à nutriments pour la végétation par le biais du Complexe Argilo-Humique (CRA-LR, 2011). La stabilité et la quantité de MO font partie des critères permettant d'évaluer la qualité d'un sol (Virto et al., 2008). En effet, la présence de MO dans le sol est importante étant donné qu'elle joue un rôle dans la structure (Bronick et al., 2005; Gulde et al., 2008) et la stabilité de ce dernier. Elle assure le stockage et le relargage de nutriments pour les plantes et les micro-organismes du sol et sert de régulateur quant à la qualité et au comportement de l'eau dans le sol

(infiltration et rétention) (Craswell et al., 2001; Bronick et al., 2005; CRA-LR, 2011; Lehmann et al., 2015; Trigalet et al., 2017).

### 2.3.1. Dynamique de la matière organique

La matière organique en perpétuelle évolution se dégrade et change de forme, de structure et de taille. La dynamique de la MO est représentée à la Figure 5. D'autres visions plus anciennes de la dynamique de la MO proposent une transformation non réversible vers l'humus (Kononova, 1961) ou encore la vision "selective preservation" faisant la différence entre matière organique labile et stable (Sollins et al., 1996).

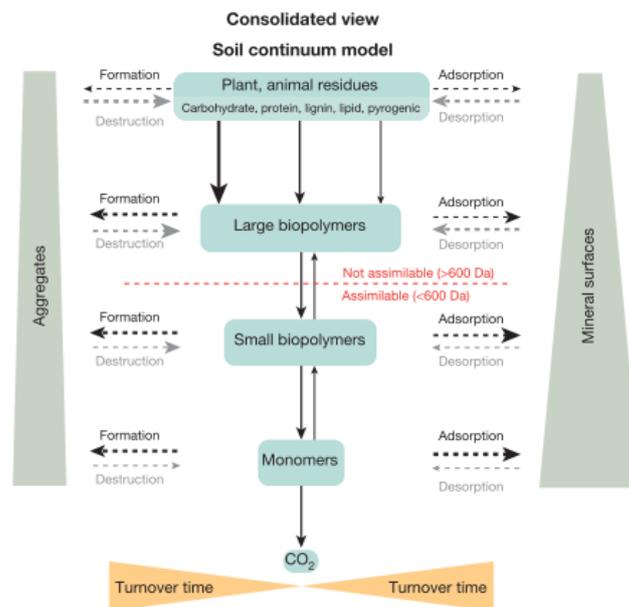


Figure 5: Dynamique de l'évolution de la MO - (Lehmann et al., 2015)

Lors de la décomposition des matières organiques fraîches (Lehmann et al., 2015), plusieurs tailles d'agrégats vont se former, les macro-agrégats (>250  $\mu\text{m}$ ) et les micro-agrégats (<250  $\mu\text{m}$ ) eux-mêmes divisés en sous-groupes (Tisdall et al., 1982). Le carbone et l'azote organique présents dans le sol ne sont pas répartis de manière homogène au sein des agrégats (Cambardella et al., 1994; Kasper et al., 2009). Les macro-agrégats contiennent plus de carbone et d'azote organique que les micro-agrégats (Cambardella et al., 1993).

Les macro-agrégats sont plus facilement dégradables car composés de matériel frais moins protégé et plus exposé aux micro-organismes (Haynes, 2005). Les macro-agrégats, plus labiles, jouent un rôle à court terme (Six, Elliott, et al., 2000; Haynes, 2005; Salducci, 2007; Barbot, 2019) comme par exemple la dégradation et libération rapides des éléments (Parton et al., 1987; Haynes, 2005; Gulde et al., 2008). Cette MO joue un rôle important dans le relargage de nutriments pour les plantes (Schlesinger, 1990; Gulde et al., 2008).

Les micros-agrégats sont donc plus stables et jouent un rôle sur le moyen/long terme car beaucoup plus résistants à la dégradation par les micro-organismes. Ces micro-agrégats sont une combinaison de matière minérale, organique et inorganique (Six et al., 2002; Bronick et al., 2005) stabilisée. La stabilisation est l'ensemble des mécanismes permettant de prolonger le turnover de la MO dans le sol (Lützow et al., 2006; Leinweber et al., 2008). En effet, les liens chimiques la composent et le fait de son agrégation avec des minéraux lui confèrent une plus grande protection (Haynes, 2005). Celle-ci agit sur le long terme puisqu'elle a besoin d'être altérée pour jouer son rôle fournisseur de nutriments.

### **2.3.2. Stabilisation et saturation du carbone dans le sol**

La stabilisation de la MO à long terme peut s'effectuer selon différents processus. Le premier processus est la préservation en fonction de la récalcitrance des liaisons chimiques. Celles-ci ne sont pas affectées par les processus de dégradation (Lützow et al., 2006; Virto et al., 2008). Le deuxième processus est la préservation spatiale qui est provoquée par l'inaccessibilité de la MO par les micro-organismes, par exemple dû à un blocage de ceux-ci par l'eau. N'étant pas accessible, la MO reste non altérée dans le sol. Enfin, le troisième processus est la stabilisation par interactions avec les surfaces minérales et les ions métalliques (Baldock et al., 2000; Six et al., 2002; Lützow et al., 2006; Virto et al., 2008). Le degré de stabilisation dépend de la nature chimique de chaque matrice minérale. Cela permet une capacité de stabilisation de la MO. L'interaction présente entre la MO et les ions métalliques forme un complexe plus stable et durable sur le long terme (Sollins et al., 1996). Parmi ces différents processus de protection de la MO du sol, l'interaction avec un complexe organo-minéral et l'agrégation de la MO jouent un rôle prédominant (Schmidt et al., 2011; Creamer et al., 2013).

Lorsque la capacité maximale de stabilisation du carbone dans le sol est atteinte, le seuil de saturation en carbone du sol est atteint. Le sol a donc une capacité de stockage maximum en carbone et ne sait pas la dépasser (Stewart et al., 2007). Ce seuil est fonction des caractéristiques du sol telles que la part de carbone protégé par les argiles et limon (Hassink, 1996), la structure du sol, la biochimie des complexes organiques et les facteurs abiotiques (Lefèvre et al., 2017). Les sols sous condition de saturation ne permettent plus la stabilisation de la nouvelle matière organique la rendant vulnérable face aux micro-organismes. La minéralisation du carbone et de l'azote est donc favorisée (White et al., 2014; Pravia et al., 2019). Cela peut entraîner un effet de feedback positif avec la productivité des plantes. Un sol saturé minéralise plus, entraînant une fourniture d'azote constante, augmentant la productivité de la plante qui retourne sous forme MO en fin de cycle (Baer et al., 2008).

Stewart et al. 2009 ont montré que la stabilisation physique et biochimique des agrégats est influencée par le taux de saturation en carbone du sol même si celui-ci n'est pas à 100% de la saturation. De plus, lorsque le potentiel de protection biochimique est atteint, le carbone excédentaire tend à être protégé de façon physique. Ce carbone est plus exposé aux dégradations car exposé aux

changements de gestion des sols. Le stock de carbone ne peut donc pas simplement être un bilan chiffré mais doit tenir compte de la dynamique de stabilisation et saturation.

Néanmoins, ce phénomène de saturation est réversible. Entendons par là qu'un sol dégradé peut ré-atteindre le seuil de saturation. En effet, les sols étant les plus loins de la saturation sont ceux ayant un pouvoir de séquestration le plus grand et le plus efficace (Stewart et al., 2008). De nombreux sols dans le monde n'ont pas atteint la saturation en carbone et peuvent donc jouer le rôle de puits nets par l'ajout de carbone en leur sein. Cependant, l'ajout de carbone organique dans le sol risque d'engendrer un « priming effect ».

### **2.3.3. Le « Priming Effect » et la Matière Organique fraîche**

Certaines pratiques agricoles telles que le labour favorisent la perte de macro-agrégats riches en carbone organique (Kasper et al., 2009) et augmentent la proportion de micro-agrégats appauvris conduisant à une perte globale de carbone organique dans le sol (Six, Elliott, et al., 2000; Six, Paustian, et al., 2000). L'apport de « MOE », matières organiques exogènes (fumier, digestat, lisier) ou le non labour permettent de pallier à ce problème.

L'apport de MOE peut toutefois engendrer un phénomène de « priming effect » consistant en une augmentation du taux de décomposition de la MO dans le sol alors que le but recherché est d'augmenter le taux de MO dans celui-ci (Fontaine et al., 2003). En effet, de par l'apport de MOE, une quantité plus importante d'énergie nécessaire à l'activité microbienne est disponible et favorise le développement et l'activité des micro-organismes et à fortiori la décomposition de la MOE (Kuzyakov et al., 2000).

Plusieurs études tentent d'expliquer le phénomène de « priming effect » mais le sujet reste complexe et dépend de plusieurs facteurs tels que l'apport de composés cellulosiques ou glucosiques, de MOE et débris végétaux (Hamer et al., 2005; Fontaine et al., 2007, 2014; Guenet et al., 2010). Néanmoins, la présence de nouveaux composés comprenant de l'énergie facilement disponible (fructose, glucose) induit peu d'effet de minéralisation de la matière organique comparé à l'apport de composés cellulosiques contenant moins d'énergie facilement disponible dû à leur structure (Fontaine et al., 2003).

Une review sur le sujet souligne que l'interaction entre la matière organique exogène et "morte" a un rôle important dans le mécanisme du « priming effect » (Kuzyakov, 2010) et confirme qu'il ne s'agit pas d'un artifice dû à l'expérimentation (Nottingham et al., 2009).

Une des réponses possibles afin d'expliquer ce phénomène d'amorçage est la diversité de la MOE. Afin de décomposer la MO, les micro-organismes vont produire des enzymes allant dépolymériser la MO. Au plus la diversité chimique de la MOE est grande, au plus la diversité des enzymes produites est élevée augmentant la chance du « priming effect » de se produire. Cela

expliquerait pourquoi l'apport de composés cellulosiques induit un effet d'amorçage similaire à des composés facilement dégradables (Wu et al., 1993).

Une autre réponse possible est la stratégie r ou k des micro-organismes. Lors de l'apport de MOE, les stratégies r vont assimiler les composés simples ne laissant pas de place aux stratégies k. Les composés polymérisés n'ayant pas été dégradés, les stratégies k vont augmenter la production d'enzymes afin de s'y attaquer, augmentant la vitesse de dégradation de la MO et induisant le « priming effect ». Celui-ci dépend donc de la compétition entre les types de population (r ou k) (Bingeman et al., 1953; Fontaine et al., 2003).

La cause du « priming effect » est toujours l'objet de nombreuses études et, à ce jour, aucune étude n'explique de manière satisfaisante ces mécanismes (Kuzyakov et al., 2000; Fontaine et al., 2003).

## **2.4. Le fractionnement du sol**

Le fractionnement d'un sol sépare les agrégats et les particules présents dans le sol en fonction de leurs tailles. L'objectif est de pouvoir déterminer les caractéristiques physiques et chimiques de chaque fraction mais aussi de dissocier l'impact de chaque fraction sur le sol en général. Suscitant un intérêt croissant, le fractionnement du sol est de plus en plus sollicité pour expliquer le turnover de la MO.

Plusieurs méthodes permettent l'extraction chimique telles que l'hydrolyse directe par du HCl (Plante et al., 2004; Helfrich et al., 2007), l'hydrolyse par étapes (Poirier et al., 2003; Helfrich et al., 2007) ou par traitements oxydatifs (Eusterhues et al., 2005; Helfrich et al., 2007). D'autres méthodes existent et peuvent être utilisées en complément afin de caractériser plus finement certains pools de MO (Trigalet et al., 2017). Le fractionnement chimique permet d'isoler la MO stable mais dégrade souvent les autres composants. Pour éviter ce phénomène, un fractionnement physique est nécessaire avant de réaliser le fractionnement chimique (Helfrich et al., 2007).

Le fractionnement physique est répandu et son utilisation a augmenté ces dernières années (Christensen, 2001). L'avantage de ce fractionnement est qu'il préserve mieux la structure de la MO et représente mieux le sol *in situ* en préservant les macro-agrégats (Christensen, 1992; Puget et al., 2000).

Plusieurs protocoles de fractionnement physique comprenant différentes spécificités ont été développés dans la littérature. Le fractionnement des particules à l'eau (Cambardella et al., 1993) combiné à un fractionnement densimétrique est largement répandu (Christensen, 1992; Six et al., 1998; Virto et al., 2008, 2010; Chartin et al., 2016; Trigalet et al., 2017; van Wesemael et al., 2019). Cette méthode est schématisée à la Figure 6. Les différences entre les méthodes sont le temps

d'agitation des agrégats dans l'eau et le moyen d'agitation. Le principe repose sur la séparation des particules de sol grâce au mouvement d'une lame d'eau appliqué sur l'échantillon. Les particules les moins liées sont désolidarisées de l'ensemble et emportées par l'eau à travers les mailles du tamis sans dégrader la structure des agrégats.

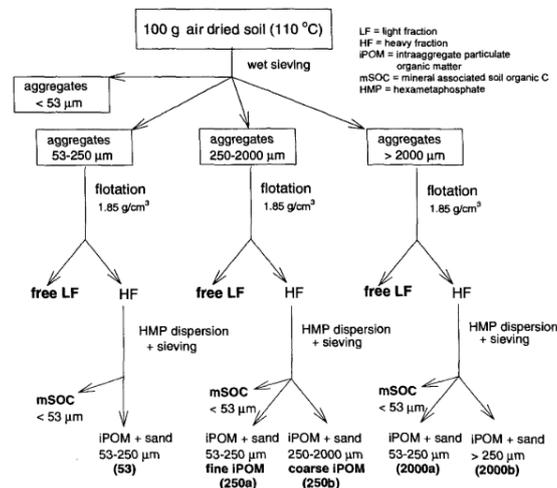


Figure 6: Schéma de la méthode de fractionnement humide de référence - (Six et al., 1998)

D'autres méthodes consistent à passer l'échantillon dans un bain d'ultrasons afin de mieux sédimenter les particules en suspension (Balesdent et al., 1991; Diekow et al., 2005). La norme NF X31-516 a été écrite pour harmoniser le processus de fractionnement à l'eau (AFNOR, 2015). Celle-ci préconise l'utilisation de billes de verre durant la dispersion de l'échantillon dans l'eau. Le risque est que la structure des macro-agrégats s'en voit altérée et que les fractions récoltées soient moins fidèles à la structure du sol *in situ*.

Le fractionnement physique à l'eau sans utilisation de billes de verre forme différents pools d'agrégats au sein d'un même échantillon de sol sans pour autant abîmer les macro-agrégats et les liaisons de la MO. En effet, la matière organique présente dans les macro-agrégats les stabilise physiquement (Puget et al., 2000).

#### 2.4.1. Choix de la taille des fractions

La taille des fractions étudiées peut varier mais on retrouve une tendance générale. En effet, les mailles des tamis sont généralement de 2000 μm, 250 μm et 53 μm (Cambardella et al., 1993; Six et al., 1998). Dans les études plus récentes, la taille des fractions diffère des plus anciennes et est généralement de 2000 μm, 200 μm et 50 μm (Virto et al., 2010; AFNOR, 2015; Trigalet et al., 2017).

Concernant les quantités de C et N présentes dans les agrégats, on distingue clairement une accumulation de ces composés dans les fractions au-delà de 250 μm par rapport à celles qui sont inférieures à 250 μm (Cambardella et al., 1993; Six et al., 1998; Six, Paustian, et al., 2000). Il est

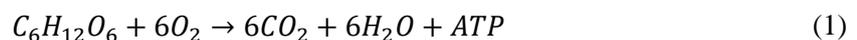
important de souligner que 250  $\mu\text{m}$  correspond à la séparation entre macro et micro agrégats (Tisdall et al., 1982). Puget et al., (2000) définissent cette limite à 200  $\mu\text{m}$ , la répartition de la quantité de carbone et azote dans les agrégats suit la même tendance que lorsque la limite est à 250  $\mu\text{m}$  (Balesdent et al., 2000).

Le carbone contenu dans les macro-agrégats permet le développement des micro-organismes qui influencent la respiration du sol, ce qui se traduit par une augmentation de  $\text{CO}_2$  produite (Fang et al., 2005). En suivant cette logique, les fractions de sol qui contiennent le plus de micro-agrégats devraient donc dégager quantitativement moins de  $\text{CO}_2$  que les fractions contenant des macro-agrégats étant donné que moins de carbone y est stocké. Cependant aucune étude comparative n'a été trouvée pour des fractions supérieures et inférieures à 250  $\mu\text{m}$ .

Mueller et al. (2014) ont quantifié la quantité de  $\text{CO}_2$  respiré en fonction des fractions de  $>200$   $\mu\text{m}$ , 200-63  $\mu\text{m}$  et  $<63$   $\mu\text{m}$ . Les résultats montrent que la fraction  $>200$   $\mu\text{m}$  a produit le plus de  $\text{CO}_2$  par mg de C dans le sol. Fernández et al. (2010) ont aussi réalisé une étude portant sur la respiration. Les fractions  $>4\text{mm}$ , 1-4mm et  $<1\text{mm}$  ont été testées. La fraction contenant le plus de carbone n'est pas celle ayant le plus respiré. Le carbone n'est donc pas le seul facteur influençant la respiration. De manière similaire, Creamer et al. (2013) ont trouvé que, après incubation, la fraction contenant les macro-agrégats et la fraction libre légère ont respiré la même quantité de  $\text{CO}_2$ .

## **2.5. La respiration des sols**

Le processus de respiration au sein des sols est connu depuis longtemps et est soumis à des variations conséquentes, entre-autre, des changements climatiques modifiant les paramètres influençant la respiration (Caldwell et al., 2006; Luo et al., 2006; Edenhofer et al., 2014). Le phénomène de respiration du sol est l'un des plus grand flux de  $\text{CO}_2$  de l'écosystème vers l'atmosphère et représente une résultante importante dans l'écosystème terrestre (Ryan et al., 2005; Pumpanen et al., 2010). Elle influence donc énormément la production nette des écosystèmes (Valentini et al., 2002). Cette production de  $\text{CO}_2$  liée au phénomène de respiration est illustrée à l'équation 1.



La résultante de la respiration des sols est une production de  $\text{CO}_2$  composée de deux axes d'émissions, la respiration hétérotrophe et la respiration autotrophe (Herrmann et al., 2015). La respiration autotrophe inclut l'activité des organismes racinaires et mycorhiziens. La respiration hétérotrophe est, quant à elle, la respiration des micro-organismes du sol décomposant la MO (Buysse et al., 2010; Delogu, 2013). Sous l'appellation "micro-organismes" sont regroupés les bactéries, les champignons et la microfaune (Wardle et al., 1997; Buysse et al., 2010). La composition du pool de micro-organismes dépend de la composition des résidus végétaux et de la MO (Rousk et al., 2009).

Tous ne sont pas en activité, 80% sont en dormance (Stenström et al., 2001; Buysse et al., 2010) et s'activeraient lors d'apport de MO fraîche ce qui engendrerait le "priming effect" comme discuté précédemment (Fontaine et al., 2003).

La quantité de micro-organismes peut varier et atteindre des valeurs élevées,  $10^4$ - $10^5$  CFU.g<sup>-1</sup> sol (Unité Formant Colonie) pour les champignons et  $10^7$ - $10^8$  CFU.g<sup>-1</sup> sol pour les bactéries dans certains cas (Aon et al., 2001; Buysse et al., 2010). La respiration hétérotrophe est un phénomène complexe lié au phénomène de respiration autotrophe. La distinction de ces deux types de respiration est néanmoins possible étant donné que leurs environnements ne sont pas les mêmes (Herrmann et al., 2015).

Ces deux types de respirations forment donc la respiration du sol qui, avec la respiration autotrophe aérienne des plantes, forment la respiration de l'écosystème. L'ensemble de ces processus est illustré en Figure 7.

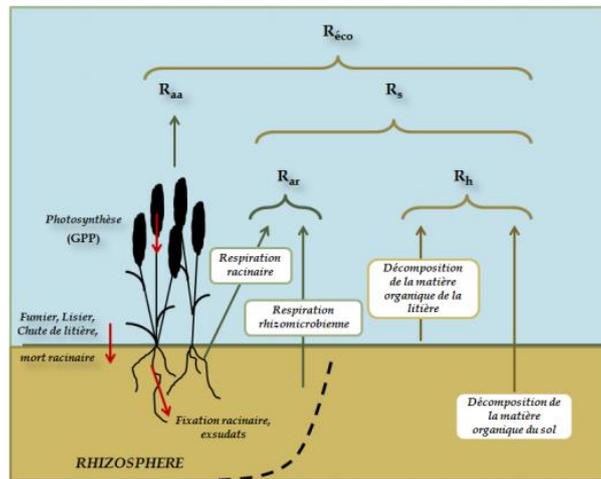


Figure 7: Ensemble des respirations formant la respiration de l'écosystème - (Delogu, 2013)

Les respirations hétérotrophe et autotrophe se partagent le total de la respiration mais leur contribution relative peut varier fortement en fonction des saisons (température, humidité). Cette variation de la contribution à la respiration peut aller de 10% à 95% de la respiration du sol (Ryan et al., 2005; Buysse et al., 2010; Sandor, 2010). De plus, la respiration peut varier d'un endroit à l'autre au sein d'une parcelle agricole. L'hétérogénéité du terrain et l'affectation des sols en sont la cause. Les interactions entre les deux types de respiration sont complexes en particulier celles en lien avec la respiration des mycorhizes (Pendall et al., 2004).

En parallèle du phénomène de respiration des sols et donc de la minéralisation du C en CO<sub>2</sub>, le phénomène de minéralisation de l'azote se produit. Les deux minéralisations suivent des processus similaires et sont souvent étudiés ensemble (Hart et al., 1994). Néanmoins, la communauté scientifique n'est pas d'accord pour affirmer qu'il existe un lien entre la minéralisation de l'azote et la production de CO<sub>2</sub> dans les sols. En effet, la relation pourrait être positive, décrivant une augmentation

de la production de CO<sub>2</sub> lors d'une augmentation de la minéralisation de l'azote (Gilmour et al., 1985; Parfitt et al., 2003; Song et al., 2011), négative (Scott et al., 2011; Song et al., 2011) ou encore ne pas exister (Kelliher et al., 2004). La corrélation entre la minéralisation du C et N et le rôle que jouent les apports externes de ces éléments dans ce processus n'est pas encore globalement établi (Song et al., 2011).

### **2.5.1. Facteurs influençant la respiration hétérotrophe**

Les facteurs influençant la respiration hétérotrophe sont nombreux et diversifiés. On retrouve, entre autre, la composition du pool des micro-organismes, les facteurs climatiques tels que la température et l'humidité du sol, les caractéristiques intrinsèques du sol comme le pH, la texture et la structure. La disponibilité en oxygène, le type de culture et la composition des résidus influencent eux aussi la respiration soulignant l'importance des itinéraires techniques et des pratiques culturales dans ce phénomène (Buysse et al., 2010).

L'ensemble de ces facteurs possèdent des sensibilités différentes. En effet, les modèles visant à expliquer la respiration hétérotrophe rendent rapidement de mauvaises estimations si un des facteurs n'est pas correctement pris en compte (Kirschbaum, 1995).

La température du sol est la variable la plus importante dans le processus de respiration, de même que la quantité d'eau dans le sol. La compréhension de ces facteurs est primordiale et permettrait une meilleure précision de la prédiction des flux de CO<sub>2</sub> et de la dynamique du carbone (Kirschbaum, 1995; Ryan et al., 2005; Buysse et al., 2010; Conant et al., 2010). La plupart des études portant sur le sujet sont d'accord pour affirmer que la température impacte la respiration des sols, peu importe les formes de carbone présentes (Buysse et al., 2010). D'autres voient un impact limité de la température sur la décomposition du carbone stable et donc une limitation de la respiration pour cette forme de MO (Giardina et al., 2000).

Afin de quantifier l'augmentation du taux de respiration en fonction de l'augmentation de la température du sol, le facteur Q<sub>10</sub> a été défini. Celui-ci représente le facteur multiplicatif du taux de respiration pour une augmentation de température de 10°C. Sa valeur est généralement proche de 2 (Winkler et al., 1996; Buysse et al., 2010; Meyer et al., 2018). Toutefois, d'autres études montrent que le Q<sub>10</sub> peut avoir une gamme de valeurs plus larges en fonction du substrat et des températures considérées (Davidson et al., 2006). L'optimum de température dépend des sites étudiés. Lorsque la température atteint 50°C, la respiration se voit diminuer étant donné que les enzymes produites par les micro-organismes, participant à la dégradation de la MO, sont altérées (Buysse et al., 2010).

Outre les hautes températures, une humidité trop élevée ou trop faible dans le sol peut aussi ralentir le phénomène de respiration. A noter que la quantité d'eau dans le sol peut aussi influencer le

facteur température (Moyano et al., 2012; Meyer et al., 2018). Cette interaction entre ces deux facteurs est toujours source d'incertitude et reste l'objet de nombreuses recherches (Davidson et al., 1998; Craine et al., 2011).

La respiration atteint l'optimum lorsque la quantité d'eau dans le sol est proche de la capacité au champ et elle diminue lorsque les teneurs en eau sont plus faibles ou proches de la saturation (Luo et al., 2006). Un sol saturé en eau entraîne une diminution de la sporulation et de la disponibilité de la MO. En effet, lorsque l'eau occupe tout l'espace, la diffusion de l'oxygène vers les micro-organismes est limitée et induit une activité respiratoire réduite. Dans le cas d'un sol à capacité au champ, l'accès au substrat et la disponibilité en oxygène sont corrects (Buysse et al., 2010).

#### **2.5.1.1. L'accessibilité et la composition de la Matière Organique**

La quantité d'eau retenue dans le sol dépend de sa texture, impactant la respiration comme discuté ci-dessus. De plus, ce paramètre influence la disponibilité de la MO et le taux de respiration. Par exemple, la MO liée avec les particules des sols argileux est protégée des enzymes produites par les micro-organismes. La respiration est donc moins active (Baldock et al., 2000; Huang et al., 2005). L'aération et le drainage des sols influencent directement la quantité d'eau et le taux d'oxygène dans les sols, cette notion d'accessibilité de la MO se voit impactée par la structure des sols (Parton et al., 1987).

En plus de la texture et la structure de la MO, sa composition impacte la respiration. En effet, une quantité élevée de MO présentant une composition non adéquate ne sera pas favorable à la respiration des sols. La respiration dépend de la composition biochimique de la MO (Buysse et al., 2010). Qu'il s'agisse de la lignine, des acides aminés, de la cellulose ou des composés hydrosolubles, tous influencent l'activité des micro-organismes (Rousk et al., 2007; Yadav et al., 2007). Leur stabilité et vitesse de dégradation ne sont pas les mêmes d'un composé à l'autre. Par exemple, pour les mêmes conditions, l'hémicellulose prendra 14 jours pour se dégrader alors que la lignine en mettra 500 (Buysse et al., 2010).

#### **2.5.1.2. Les pratiques culturales**

La gestion des sols et les pratiques culturales influencent le taux de respiration. En effet, l'apport de MO par le biais de fertilisants ou le non export des résidus de culture va jouer sur la qualité et la composition de la MO du sol. L'intensité et la pression culturale, le type de rotation culturale et le type de couvert vont influencer la quantité d'eau et d'oxygène infiltrables dans le sol. Toutes ces pratiques vont donc définir les caractéristiques du sol qui vont impacter la respiration (Arrouays et al., 2002).

Le labour est connu pour déstabiliser et casser les agrégats de MO (Six, Paustian, et al., 2000; Kasper et al., 2009) les rendant plus vulnérables et diminuant ainsi le stock de carbone à long terme

(Chatskikh et al., 2008; Buysse et al., 2010). En effet, le labour en désagrégant les agrégats, augmente la proportion de carbone labile non protégé. Ce carbone est plus exposé aux attaques de micro-organismes. De plus, la structure étant retravaillée, le sol est plus aéré. L'eau et l'oxygène y accèdent plus facilement favorisant le travail des micro-organismes (La Scala et al., 2008).

Le non-labour, a l'effet inverse du labour, permet la stabilisation des agrégats et augmente la séquestration de carbone (Paustian et al., 2000). Toutefois, le non-labour est une technique à considérer sur le long terme et doit être analysé sur un cycle d'une dizaine d'années étant donné, que lors de l'augmentation du stockage de carbone dans le sol, un pic d'émission de N<sub>2</sub>O va apparaître jouant le rôle de feedback positif (Six et al., 2004; Chatskikh et al., 2008; Buysse et al., 2010).

Le chaulage impacte l'efficacité des micro-organismes dans le cas de sols acides en rectifiant le pH par l'apport de Ca<sup>+</sup> et Mg<sup>+</sup>. En présence de pH trop faible, les micro-organismes concentrent leur énergie sur les fonctions dites de maintenance (Sawada et al., 2009) et la respiration hétérotrophe s'en voit diminuée (Rousk et al., 2009).

## **2.6. La mesure de la respiration des sols**

La respiration du sol reflète son état de santé et l'activité microbienne dans les échantillons. La mesure consiste à quantifier la quantité de CO<sub>2</sub> respiré et à faire le lien avec la quantité de carbone minéralisé au cours du processus. Une fois les mesures de respiration du sol effectuées, il est possible de calculer le taux de décomposition du carbone dans les sols (k) en utilisant l'équation 2 de premier ordre (Bolan et al., 2012; Houben et al., 2014). Dans le cas où le facteur Q<sub>10</sub> devrait être utilisé dû à l'augmentation de la température du sol, celui-ci s'appliquerait sur le paramètre t.

$$C = C_0 e^{-kt} \quad (2)$$

Où :

C = Quantité de C restant après le temps t en mg/g

C<sub>0</sub> = Quantité initiale de C en mg/g

k = Constante de vitesse

t = Temps en année

### **2.6.1. Les types de mesures de respiration des sols**

De nombreuses techniques existent afin de mesurer la respiration actuelle des sols. Au champ, le système de mesure par chambre posée à même le sol ou la technique de l'Eddy covariance placée au-dessus de la canopée permet de quantifier la respiration totale d'un site (Lankreijer et al., 2013). L'avantage de la technique de la chambre est sa simplicité d'utilisation. Les mesures peuvent soit être dynamiques en présence de mouvement d'air ou statiques dans le cas où les chambres peuvent être

ouvertes ou fermées (Sandor, 2010). Dans les chambres fermées, le flux est déterminé par l'augmentation de concentration de CO<sub>2</sub> alors que dans les chambres ouvertes, le flux est déterminé par la différence de concentration d'entrée et de sortie (Pumpanen et al., 2010). Ces méthodes mesurent donc les deux types de respiration et sont applicables sur le terrain.

D'autres méthodes de laboratoire sont disponibles afin de mesurer la respiration potentielle comme l'analyse à l'infrarouge des gaz en flux ouvert ou dans une solution alcaline (Bekku et al., 1997). La méthode de la solution alcaline est basée sur le principe d'absorption du CO<sub>2</sub> par un électrolyte (Smirnova et al., 2014). Cependant, cette méthode sous-estime la respiration du sol car l'efficacité de la solution pourrait diminuer au cours de sa neutralisation (Freijer et al., 1991). Cette méthode reste néanmoins pratique car facile à mettre en place.

Les caractéristiques de la solution contenant l'électrolyte vont donc changer, qu'il s'agisse de la concentration ou de la conductivité électrique. En analysant les changements de caractéristiques de la solution, il est possible de quantifier la quantité de CO<sub>2</sub> dégagée, par titrage ou par conductivité électrique. La technique du titrage nécessite le remplacement de la solution à chaque prise de mesure (Freijer et al., 1991; Critter et al., 2004; Pitombo et al., 2018) alors que la technique utilisant la conductivité électrique permet de ne changer la solution qu'une fois le seuil de saturation atteint (Stenström et al., 2001; Houben et al., 2014; Smirnova et al., 2014). La solution alcaline peut être composée de NaOH ou de KOH. Une sonde de conductivité va déterminer la CE (conductivité électrique) de la solution. Au plus cette dernière va capter du CO<sub>2</sub>, au moins la CE sera grande. En analysant l'évolution de la CE au cours du temps, l'évolution de la quantité de CO<sub>2</sub> sera déterminée. Il est facile de passer de la CE à une masse de CO<sub>2</sub> respiré en connaissant le volume, la concentration et l'évolution de la CE de la solution alcaline.

### **2.6.2. Paramètres d'incubation des sols**

Afin d'obtenir les meilleurs paramètres d'incubation des sols, plusieurs facteurs sont à prendre en compte tels que la température d'incubation et le statut hydrique des sols. En ce qui concerne la température, les avis divergent. Plusieurs études prônent une température d'incubation de 25°C pour atteindre une respiration optimale (Hart et al., 1994; van Wesemael et al., 2019). D'autres préconisent une température de 20°C (Cookson et al., 2004; Houben et al., 2014) et s'accordent avec les normes européennes en terme d'harmonisation des processus (Vanhoof et al., 2017).

La quantité d'eau quant à elle doit être en deçà de la capacité au champ. En général, la majorité des études s'accordent sur le fait que l'optimum de respiration est atteint lorsque le sol est à 70% de sa capacité de rétention en eau comme le montre Nachimuthu et al., (2007), Cookson et al., (2004) et Pitombo et al., (2018). A contrario, Hoyle et al., (2006) ont incubé les sols avec une quantité d'eau équivalente à 45% de la capacité de rétention en eau des échantillons.

### **3. Remise en contexte et objectifs spécifiques**

La question posée est de savoir si une fraction spécifique de certains sols agricoles pourrait avoir un potentiel minéralisant d'azote plus élevé que d'autres. Cette question de recherche a été initiée suite à des incompréhensions envers les valeurs d'APL mises en avant sur des parcelles agricoles depuis plusieurs années par l'équipe GRENeRA de Gembloux Agro-Bio Tech (Groupe de Recherche Environnement et Ressources Azotées). En effet, certaines parcelles ne posant pas de problème jusqu'ici, montrent des valeurs APL ayant drastiquement augmenté en une saison culturale sans raisons apparentes.

Les conseils de fertilisation des parcelles sont respectés et les antécédents culturaux n'expliquent pas ces sauts de valeurs. De plus, les taux de carbone des différentes parcelles agricoles sont semblables et varient de 1 à 2 g/100g de carbone. Au vu de ces différents paramètres, un processus encore incompris s'opère sur ces sols. Ceux-ci ont été présélectionnés pour une étude plus approfondie en laboratoire. Les échantillons ont été caractérisés, fractionnés entre  $>$  et  $<$  250  $\mu\text{m}$  et des mesures de respiration ont été effectuées en milieu contrôlé afin d'étudier la minéralisation de l'azote et la respiration en fonction des différentes fractions de sol.

Peu d'études se penchent sur la respiration des fractions du sol et plus particulièrement sur la respiration des fractions de sol selon le type de MO et d'agrégats. Les objectifs de ce travail sont de plusieurs ordres : quantifier la minéralisation d'azote au sein des fractions de MO d'un même sol et trouver les caractéristiques clés des sols expliquant le taux de minéralisation de l'azote.

## 4. Matériels et méthodes

### 4.1. Sélection des parcelles agricoles

Vingt et une parcelles agricoles ont été sélectionnées au sein des fermes pilotes suivies par GRENeRA en prenant en compte la nature des sols et les valeurs APL. Les parcelles présentant une texture et un type de sol homogène ont été privilégiées en vue de limiter la variabilité causée par ces deux paramètres. La sélection a été effectuée sur base des informations incluses dans les rapports REQUACARTO (la carte et la description des sols) et des rapports GRENeRA qui font le lien avec les reliquats azotés, les apports de fertilisants sur la parcelle et l'historique des cultures.

Certaines parcelles ont été séparées (GEO 2, PAQ 15 et STE 41 dans le Tableau 1) en sous parcelles selon le type de sol afin d'obtenir des échantillons homogènes. La collection d'échantillons couvre plusieurs régions agricoles telles que le plateau Hennuyer, la Hesbaye, le Condroz et la Famenne. Les régions du Pays de Herve, Ardenne et Lorraine n'ont pas été prospectées. En effet, celles-ci se trouvent en dehors des zones vulnérables au nitrate d'origine agricole (PROTECTeau, 2018b). La Figure 8 localise les parcelles échantillonnées sur la carte des principaux types de sol de Wallonie.

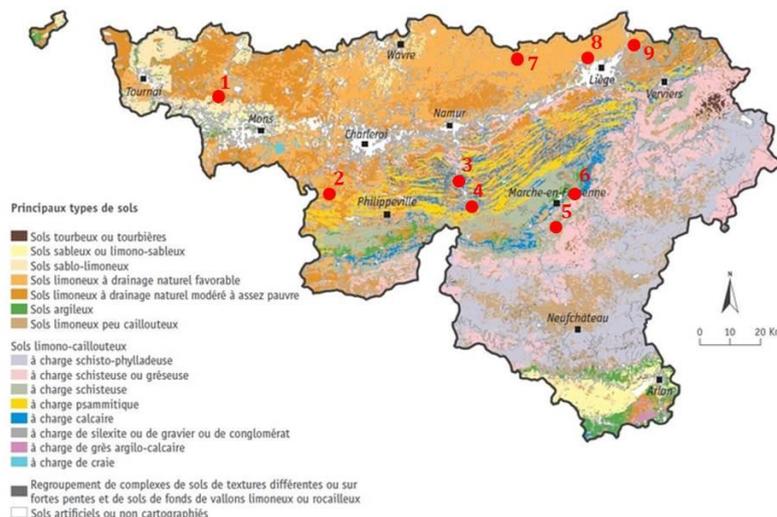


Figure 8: Carte wallonne des sols et localisation des parcelles échantillonnées - Modifié à partir de (SPW-DGO3, 2004)

L'ensemble des échantillons ont été récoltés dans le nord de la Wallonie évitant l'Ardenne où les températures moyennes sont plus basses et où la quantité de précipitations annuelles moyennes est plus grande. Cette différence de climat impacte la respiration des sols et apporte de la variabilité dans l'échantillonnage. Les sols échantillonnés en zone 1-7-8-9 reçoivent en moyenne 800 mm de pluie par

an pour des moyennes de températures annuelles de l'air ambiant variant de 6°C à 14,5°C alors que les points échantillonnés en zone 2-3-4-5-6 reçoivent en moyenne 900 mm de pluie par an pour des moyennes de températures annuelles de l'air ambiant variant de 5°C à 13°C (IRM, 2019).

## **4.2. Echantillonnage dans les parcelles agricoles**

En lien avec les rapports REQUACARTO et la carte des sols des parcelles, un échantillon composite a été constitué au sein de chaque parcelle. L'échantillonnage a été réalisé de manière systématique en croix pour un total de 20 prélèvements par échantillon composite. Seuls les 30 premiers centimètres ont été prélevés.

### **4.2.1. Description de l'échantillonnage et des parcelles**

Les parcelles portent un nom codé. La première partie du nom renseigne l'agriculteur, la seconde se réfère au numéro du dossier PAC (Politique Agricole Commune) de l'agriculteur et la troisième indique si l'échantillon a été subdivisé en deux parties suite à l'hétérogénéité de la parcelle. La croix dessinée sur les figures en Annexe 2 représente le chemin d'échantillonnage. Dix prélèvements ont été réalisés sur chaque axe. Les échantillons ont été faits sur sols à texture limoneuse avec éventuellement des charges de nature calcaire, schisteuse, psammitique ou de silice.

Les caractéristiques des parcelles échantillonnées sont synthétisées au Tableau 1. De plus amples informations sur la pédologie des 21 parcelles échantillonnées sont disponibles en Annexe 1. Les cartes des sols des parcelles ainsi que les chemins d'échantillonnages sont disponibles en Annexe 2. Les informations importantes non présentées dans le Tableau 1 sont détaillées ci-dessous.

Les parcelles SEN 33, SEN 35 et SEN 19 sont toutes les trois situées dans une faible pente continue et finissent dans une cuvette. Une accumulation d'eau était visible dans le bas de la SEN 33.

Les parcelles PIR 12, GEO 2 lim, GEO 2 calc, GEO 3, VER 64, STE 42, PAQ 15 sil, PAQ 15 lim et LHO 95 sont planes ou très légèrement pentues avec un couvert d'hiver qui était encore présent sur les parcelles lors de l'échantillonnage.

La parcelle LHO 45 comportait des restes de racine de culture de maïs alors que du fumier d'hiver était encore visible sur la parcelle LHA 49. La parcelle LHA 54 était couverte d'un semis en stade de germination et la STE 41 lim comportait une zone plane grossièrement labourée et une zone en pente semée en ray-grass Italien (*Lolium Multiflorum* Lam.).

Tableau 1: Tableau synthétique des informations sur les parcelles échantillonnées

Nom	Zone de la Figure 8	Localisation	Type de sol majoritaire	Type de charge caillouteuse	Culture 2018	Culture intermédiaire et déchet de culture	Informations importantes
SEN 33	7	Hesbaye	Aba	/	Pomme de terre	/	
SEN 35	7	Hesbaye	Aba et Abp	/	Pomme de terre	/	
SEN 19	7	Hesbaye	Aba et Abp	/	Triticale	Paille broyée et CIPAN - Radis vesce féveroles trèfle avoine	Bio
PIR 12	7	Hesbaye	Aba et Abp	/	Froment	Paille broyée et CIPAN - Phacélie	Non-labour
LHO 45	8	Hesbaye	Aba	/	Betterave sucrière	CIPAN	
LHO 3	8	Hesbaye	AbB et Abp	/	Froment	CIPAN - Moutarde	
LHO 95	9	Hesbaye	Aba et AbB	/	Froment	CIPAN - Moutarde	Amonitrate 27 % visible
SEU 29	8	Hesbaye	Aba et Abp	/	Betterave sucrière	/	
GEO 3	6	Famenne	Abp, Gbb et Gbp	Schisteuse	Avoine/pois/triticale	CIPAN - Régrat trèfle luzerne	Bio
GEO 2 lim	6	Famenne	Aba	/	Epautre	/	Bio & lisier de porc frais
GEO 2 calc	6	Famenne	Gbbk	Calcaire	Epautre	/	Bio & lisier de porc frais
LHA 49	5	Famenne	Aba	/	Epautre	CIPAN - Régrat trèfle	
LHA 54	5	Famenne	Aba, Abp	/	Froment	/	
BOS 10	1	Plateau Hennuyer	Aba, Aca et Ada	/	Pomme de terre	/	Non-labour & Engrais NPK TMS visible
BOS 30	1	Plateau Hennuyer	Aca et Ada	/	Mais ensilage	/	Non-labour & Engrais NPK TMS visible
PAQ 15 lim	3	Condroz	Aba, Aca, GbBK	Argileuse	Froment	/	Amonitrate 27 % visible
PAQ 15 sil	3	Condroz	wGbax	Silexite	Froment	/	Amonitrate 27 % visible
VER 64	2	Condroz	GbBfp, GDBp et GhBp	Psammitique	Escourgeon	/	Non-labour
STE 42	4	Condroz	Aba	/	Ray-grass	/	
STE 41 lim	4	Condroz	Aba	/	Froment	CIPAN - Moutarde	Amonitrate 27 % visible
STE 41 calc-sil	4	Condroz	GbBK et GbBt	Calcaire et silexite	Froment	CIPAN - Moutarde	Amonitrate 27 % visible

### **4.3. Caractérisation des échantillons**

Les protocoles décrits ci-après sont ceux employés au sein du laboratoire d'analyse de sol de Gembloux Agro-Bio Tech.

#### **4.3.1. Dosage des nitrates**

Sur sol frais, les nitrates ont été extraits au moyen d'une solution de KCl 0,1 M en gardant un rapport massique de 1:5. Les échantillons avaient préalablement été tamisés à 8 mm. Les extraits ont été congelés avant analyse. Après décongélation, les nitrates ont ensuite été réduits en nitrites via une colonne contenant du cadmium cuivré.

La quantification des nitrites repose sur la colorimétrie à 543 nm après ajout d'un colorant composé de sulfanilamide, de chlorure de N-(1-naphtyl)éthylènediamine dihydraté et d'acide phosphorique à part égales. Une conversion en quantité de nitrates par kilogramme de sol a été effectuée. Pour ce faire, la droite de régression de type  $Y=m*X+P$  entre les valeurs étalon en mg/L et l'absorbance a été éditée. La conversion s'est faite suivant l'équation 3.

$$N_{NO_3} = ((A * m) + p) * 5 \quad (3)$$

Où :

$N_{NO_3}$  = quantité d'azote en mg/kg de sol

A = absorbance

m = pente de la droite de régression

p = ordonnée à l'origine de la droite de régression

#### **4.3.2. Détermination de l'humidité des échantillons**

Le but étant de déterminer l'humidité des échantillons, le matériel utilisé ne doit pas contenir de trace d'humidité pouvant biaiser la tare. Pour ce faire, des pèse-substances ont été mis à sécher à l'étuve afin d'enlever toute humidité résiduelle. Après refroidissement dans un dessiccateur, les pèse-substances ont été pesés ainsi qu'un reliquat d'environ 5g de sol frais. Après 24h à l'étuve à 105°C et un passage au dessiccateur, les pèse-substances et les sols ont été repesés afin de déterminer le pourcentage d'humidité dans le sol selon l'équation 4.

$$\%_{hum} = \frac{(M_{hum} - T) - (M_{sec} - T)}{M_{hum} - T} * 100 \quad (4)$$

Où :

$\%_{\text{hum}}$  = pourcentage d'humidité dans le sol

$M_{\text{hum}}$  = masse de l'échantillon humide en g

T = tare du pot en g

$M_{\text{sec}}$  = masse de l'échantillon sec en g

#### **4.3.3. Conditionnement des échantillons**

Les échantillons tamisés à 8 mm ont séché pendant 4 jours dans une étuve à 40°C. Durant cette période, les échantillons ont été homogénéisés et retournés pour permettre un séchage uniforme et plus rapide.

#### **4.3.4. Détermination de la capacité au champ des échantillons**

Sur sol conditionné, la capacité au champ des échantillons a été déterminée. De façon similaire au calcul de l'humidité des échantillons, le poids des pots et des filtres humidifiés ont été mesurés. Les échantillons ont été humidifiés par capillarité afin de saturer les sous-échantillons.

Lorsque les échantillons ont été entièrement mouillés, les sols ont ressuyé durant 48h sur une grille puis ont été à nouveau pesés. Les 48h de drainage permettent d'arriver à la capacité au champ (Cornet, 1980). La différence des deux masses donne la quantité d'eau retenue dans l'échantillon. La capacité de rétention en eau des différents échantillons par gramme de sol a été calculée selon l'équation 5.

$$WHC = \frac{M_{CC} - M_S}{M_S} \quad (5)$$

Où :

WHC = pourcentage d'eau dans 1 gramme de sol à capacité au champ

$M_{CC}$  = Masse de l'échantillon à capacité au champ en g

$M_S$  = Masse de l'échantillon sec en g

Pour la phase d'incubation des sols, les échantillons ont été portés à 70% de la capacité au champ afin d'obtenir une respiration des sols optimale (Nachimuthu et al., 2007).

#### **4.4. Fractionnement des échantillons**

Dans le but d'étudier le fractionnement spécifique des différents types d'agrégats du sol, les échantillons ont subi un fractionnement à l'eau, qui permet de ne pas désagréger les macro-agrégats. Les échantillons « Bulk » ont été divisés en deux fractions, respectivement de taille supérieure et inférieure à 250  $\mu\text{m}$ . Le « Bulk », est constitué du sol émotté à 8 mm après séchage non fractionné. La fraction  $> 250 \mu\text{m}$  comprend les macro-agrégats et la fraction  $< 250 \mu\text{m}$  les micro-agrégats.

Afin de pouvoir effectuer trois répétitions lors de la phase de respirométrie des sols, au minimum 140 grammes de chaque fraction de sol était nécessaire. Pour ce faire, environ 700 gr par échantillon ont été fractionnés.

Sur base d'une adaptation du protocole de fractionnement à l'eau de Six et al., (1998), les échantillons ont été fractionnés à 2000  $\mu\text{m}$  puis à 250  $\mu\text{m}$ . Le sol a été posé sur la grille d'un tamis et agité délicatement dans un bain d'eau distillée pendant 2 minutes avec un total de 25 mouvements par minute. Après récolte des fractions dans des bacs récolteurs de masse connue, le percolat a été séché à l'étuve à 60°C. Les fractions sèches ont été pesées, récoltées et conditionnées en sachet. Un taux de recouvrement des échantillons de 98% est considéré comme acceptable. Le protocole détaillé de Six et al., (1998) et adapté pour les besoins de l'expérience est disponible en Annexe 3. Le schéma en Figure 9 montre les fractions obtenues.

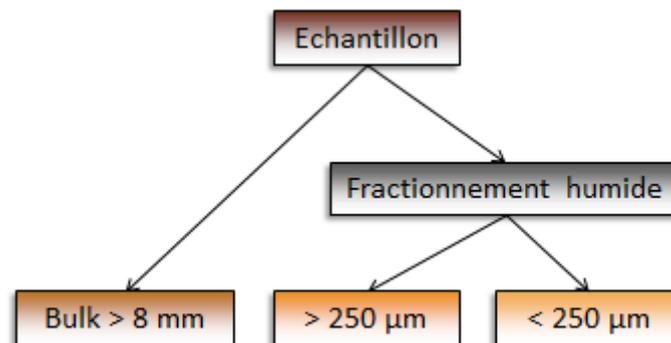


Figure 9: Schéma du chemin de fractionnement des échantillons

Au total, 3 fractions ont été obtenues sur chacun des 21 échantillons. Soixante-trois sous-échantillons ont donc été étudiés.

#### **4.5. Caractérisations des fractions**

Plusieurs analyses ont été menées afin de mieux caractériser l'état organique des fractions de sol : le carbone total, l'azote total et le carbone labile à l'eau chaude.

#### **4.5.1. Analyse carbone et azote total**

Le carbone total et l'azote total des 63 sous-échantillons ont été mesurés par le laboratoire provincial de la Hulpe par la méthode de combustion sèche à 1200°C. La méthode utilisée par le laboratoire est conforme à celle prescrite par la norme ISO 10694. Le principe de la combustion sèche se base sur l'analyse des gaz de combustion. Ceux-ci sont véhiculés par un gaz neutre. Le CO<sub>2</sub> est séparé par fixation sur un adsorbant et l'azote moléculaire est séparé par chromatographie (Caria et al., 2016).

#### **4.5.2. Extraction du carbone à l'eau chaude**

L'extraction et la quantification du carbone à l'eau chaude des 63 sous-échantillons de sol estiment la fraction labile et le carbone le plus réactif (Degan et al., 2017). Une extraction à 80°C au bain marie pendant 16 heures (Ghani et al., 2003) a été effectuée conformément à la méthode utilisée au sein du labo.

D'un point de vue pratique, 6,00 grammes de sol sec tamisé à 2000 µm ont été pesés et dispersés dans 60 ml d'eau distillée. La solution a été mise au bain marie à 80°C pendant 16 heures et centrifugée à 1892 g ou 3000 tours par minute pendant 10 minutes. Le surnageant a été filtré à 0,45 µm.

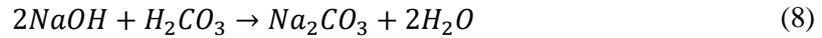
Ensuite, 50 ml d'extrait ont été minéralisés par 75 ml d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrés en présence de 10 ml d'une solution de K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 0,5M. Après une période d'ébullition de 30 minutes et refroidissement, la solution a été transvasée et ajustée à un volume de 250 ml dans un ballon jaugé. Cent ml ont ensuite été titrés par une solution de sel de Mohr à l'aide d'un titrateur automatique.

#### **4.5.3. pH KCl**

Le pH KCl a été préféré au pH H<sub>2</sub>O afin de prendre en compte les protons présents sur le complexe d'échange cationique. Vingt grammes de sol de chaque échantillon ont été mis en contact avec 50 ml de KCl 1M pendant 2h à l'aide d'un agitateur horizontal. Une fois la phase d'agitation terminée, les solutions ont été centrifugées pendant 10 minutes à 1892 g. Le pH du surnageant a été mesuré à l'aide d'une électrode pH après calibration.

### **4.6. Incubation des sols et respirométrie**

Le principe est de quantifier le carbone minéralisé lors de la respiration des sols via le proxy CO<sub>2</sub> émis par celui-ci. Le sol pendant la respiration va dégager du CO<sub>2</sub>, capté par le NaOH pour se transformer ensuite en Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>. Les équations 6, 7 et 8 détaillent cette réaction (Cambier, 2017).



Afin de mesurer la quantité de  $CO_2$  captée dans la solution de NaOH, plusieurs techniques existent. L'une par titrimétrie de la solution alcaline (Bartha et al., 1965; Critter et al., 2004; Pitombo et al., 2018), l'autre par conductivité électrique de la solution alcaline (Wolf et al., 1951; Rodella et al., 1999; Critter et al., 2004). La méthode utilisant la conductivité électrique étant plus pratique et fiable a été utilisée. En effet, le remplacement de la solution n'est pas nécessaire après chaque mesure.

La conductivité électrique de l'ion  $CO_3^{2-}$  étant 2,5 fois plus petite que celle de l'ion  $OH^-$  (Evans, 1986) la conductivité électrique de la solution dans le pilulier diminue durant l'incubation des échantillons jusqu'à devenir une solution de  $Na_2CO_3$  comme l'indique l'équation 9. Ce phénomène est illustré à la Figure 10. Afin de s'assurer que la solution alcaline puisse capter le  $CO_2$  tout au long de l'expérience, la conductivité électrique d'une solution étalon de  $Na_2CO_3$  a été mesurée. Une attention particulière a été portée afin de ne pas descendre près de cette valeur seuil. Dans le cas contraire, la solution alcaline doit être remplacée.

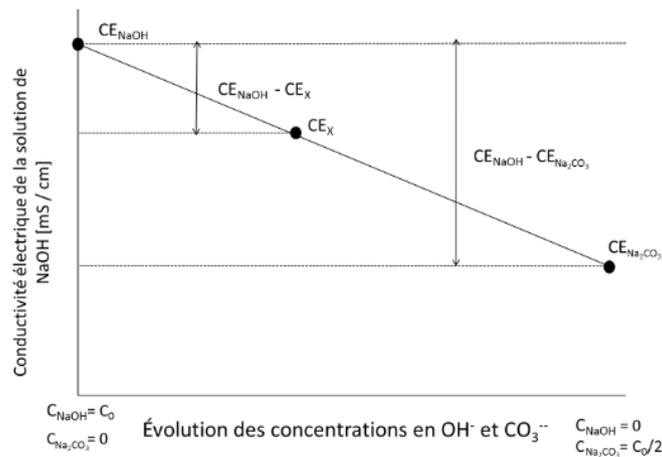


Figure 10: Evolution de la conductivité électrique d'une solution de NaOH en lien avec la conductivité électrique du  $Na_2CO_3$  - (Lefebure, 2016)

Les sous-échantillons des différentes fractions ont été incubés dans des respiromètres. Ceux-ci sont composés d'un bocal de 1L fermé hermétiquement. Dans chaque respiromètre, environ  $40 \pm 0,5$  g de sol ont été placés autour d'une fiole ouverte contenant 30 ml d'une solution de NaOH 0,5M devant capter le  $CO_2$  émis par le sol (Figure 11). Le sol a été humidifié afin d'atteindre 70% de la capacité au champ pour être dans des conditions optimales de respiration et de minéralisation (Nachimuthu et al., 2007; Pitombo et al., 2018).



Figure 11: Respiromètre comportant du sol et une fiole de NaOH

Au total, 3 répétitions des 63 sous-échantillons et 3 blancs ont été incubés afin de quantifier l'erreur induite ou  $\text{CO}_2$  absorbé par le NaOH pendant l'ouverture des pots durant l'expérience. Au total, 192 respiromètres ont été incubés à  $20^\circ\text{C}$  pendant 3 mois. Cette température est recommandée par la norme européenne EN 16087-1 et permet l'harmonisation des protocoles entre étude (Vanhoof et al., 2017).

La conductivité électrique des solutions alcalines a été relevée tout au long de l'expérience aux jours 1, 4, 7, 10, 14, 17, 21, 28, 35, 42, 49, 56, 63 et 70. Ces différents intervalles de temps ont été déterminés sur base de la littérature (Critter et al., 2004; Fernández et al., 2010; Smirnova et al., 2014). La mesure a été réalisée avec un conductimètre (HACH sensION™ + EC71) en veillant à agiter la solution mesurée. A savoir que la conductivité électrique que la sonde affiche est celle corrigée à  $25^\circ\text{C}$ . La conductivité électrique de la solution permet de faire le lien avec la masse de  $\text{CO}_2$  produite selon l'équation 9 (Rodella et al., 1999; Critter et al., 2004).

$$m_{\text{CO}_2} = M_{\text{CO}_2} \left( \frac{CE_{\text{NaOH}} - CE_x}{CE_{\text{NaOH}} - CE_{\text{Na}_2\text{CO}_3}} \right) * \frac{C * V}{2} \quad (9)$$

Où :

$m_{\text{CO}_2}$  = masse de  $\text{CO}_2$  produite en g

$M_{\text{CO}_2}$  = masse molaire de  $\text{CO}_2$  produite en g/mol

$CE_{\text{NaOH}}$  = conductivité électrique de la solution de NaOH en mS/cm

$CE_x$  = conductivité électrique de la solution des échantillons en mS/cm

$CE_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  = conductivité électrique de la solution de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  en mS/cm

C = concentration du NaOH en mol/l

V = volume de NaOH en l

Plusieurs tests de température de l'incubateur ont été effectués durant la phase expérimentale. Un gradient de différence de température de  $\pm 0,8^{\circ}\text{C}$  a été observé. Les respiromètres étaient rangés dans l'incubateur par série de répétitions et sont restés dans cet ordre tout au long de l'incubation comme le montre la Figure 12.

Température	Incubateur
20,8°C	Répétition 1
	Répétition 1 + 2
	Répétition 2
	Répétition 2 + 3
20°C	Répétition 3

Figure 12: Schéma de l'incubateur et de la disposition des différentes répétitions en lien avec le gradient de température

#### **4.7. Analyse nitrate après incubation**

La quantification des nitrates dans les échantillons après incubation suit exactement le même protocole que celui décrit au point 4.3.1. Néanmoins, cette analyse post-respiration des sols a été faite sur les 3 fractions des 21 échantillons. En effet, le but était de distinguer si la taille des agrégats influence la capacité de minéraliser l'azote et si oui de quantifier cet effet. Afin de corriger les résultats obtenus, une détermination de l'humidité des échantillons après respiration a aussi été menée comme décrit au point 4.3.2.

#### **4.8. Analyses statistiques**

Les analyses statistiques descriptives telles que la moyenne et les écart-types sont effectuées via le logiciel MINITAB 17.1.0, RStudio 1.0.153 et Excel 2017. Les ANOVA, ANCOVA et les calculs des coefficients de corrélation sont réalisés via MINITAB 17.1.0 ou RStudio 1.0.153. Avant d'effectuer les ANOVA et ANCOVA, les tests de normalité des populations (Ryan-Joiner) et d'égalité des variances (Bartlett) ont été réalisés. Si ces conditions d'applications ne sont pas respectées, une transformation du jeu de données par une loi Log ou Racine est effectuée afin de satisfaire les C.A.

Dans le cas où l'égalité des moyennes est testée, le test de Fisher Snedecor est utilisé. Pour chacun de ces tests, la p-valeur est utilisée pour accepter ( $p\text{-val} > 0.05$ ) ou rejeter l'hypothèse de base accompagnée de son degré de significativité. Le test de structuration des moyennes permettant la classification en groupes est utilisé et appliqué par la méthode de Student et par la procédure de comparaison de Fisher. Dans le cas où une corrélation est testée entre deux jeux de données, le test de Pearson est utilisé. Les ACP et les matrices de corrélation ont été réalisés avec RStudio.

## 5. Résultats et discussions

Dans les parties qui suivent, les échantillons non fractionnés sont nommés « **Bulk** ». La fraction formée par les agrégats, isolée par tamisage à l'eau, dont la taille est supérieure à 250 µm est nommée « >250 ». A l'inverse, la fraction formée par les agrégats, isolée par tamisage à l'eau, dont la taille est inférieure à 250 µm est nommée « <250 ».

### 5.1. Résultats du fractionnement à l'eau

Les résultats du fractionnement en deux sous-fractions des 21 échantillons sont présentés au Tableau 2. De manière générale, la fraction <250 est plus importante que la fraction >250. En moyenne, les micro-agrégats représentent 64,5% du Bulk alors que les macro-agrégats ne représentent que 35,5%.

Tableau 2 : Répartition du pourcentage d'importance de sol entre les deux sous-fractions

	Pourcentage des fractions dans le sol (%)	
	>250	<250
SEN 33	34,8	65,2
SEN 35	23,2	76,8
SEN 19	41,6	58,4
PIR 12 (non-labour)	37,6	62,4
SEU 29	17,8	82,2
LHOE 45	23,0	77,0
LHOE 3	27,8	72,2
LHOE 95	40,5	59,5
GEO 3	43,5	56,5
GEO 2 lim	30,6	69,4
GEO 2 calc	35,8	64,2
LHA 49	41,8	58,2
LHA 54	34,7	65,3
PAQ 15 lim	30,4	69,6
PAQ 15 sil	27,1	72,9
BOS 10 (non-labour)	27,0	73,0
BOS 30 (non-labour)	36,8	63,2
VER 64 (non-labour)	61,0	39,0
STE 42	25,5	74,5
STE 41 lim	41,8	58,2
STE 41 calc-sil	62,5	37,5
Min	17,8	37,5
Max	62,5	82,2
Médiane	34,8	65,5
Moyenne	35,5	64,5
SD moyenne	11,3	11,3

Les écart-types de la moyenne sont les mêmes mais ramenés à la valeur de la moyenne, les coefficients de variation sont bien différents. En effet, celui des macro-agrégats vaut 32% alors que celui des micro-agrégats n'est que de 18%. Au vu de la valeur de la médiane et de la moyenne, la distribution du pourcentage d'importance des macro-agrégats et micro-agrégats suit une distribution normale présentée à la Figure 13.

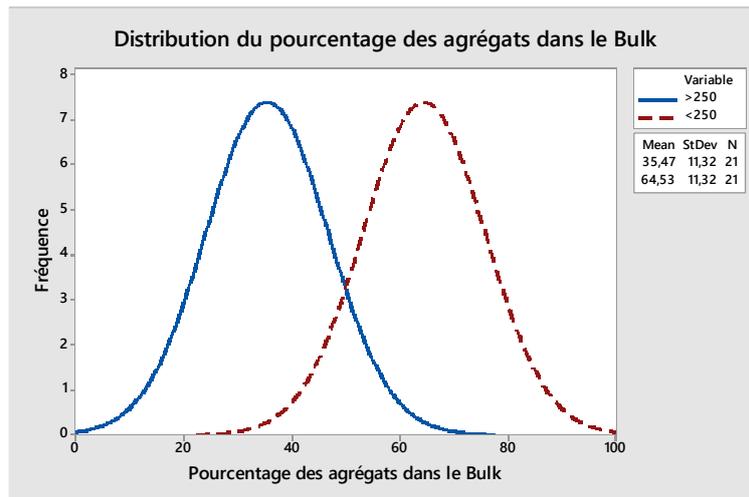


Figure 13 : Distribution du pourcentage des agrégats dans les sols Bulk

Si l'on compare les proportions en macro-agrégats et micro-agrégats avec les valeurs pour les mêmes types de sols dans la littérature, la distribution obtenue n'est pas la même. En effet, la moyenne obtenue est de 40% de micro-agrégats pour Nweke et al., (2014), aux alentours de 45% pour Puget et al., (2000) ou encore de 51% sur un sol cultivé à rotation maïs de trois ans pour Gardner, (1956). L'importance plus grande des micro-agrégats dans notre cas peut s'expliquer par le fait que les sols soient soumis à des pressions fortes (rotation courte, travail du sol avec du matériel lourd), ce qui impacte la désagrégation des macro-agrégats.

## **5.2. Propriétés physico-chimiques des échantillons BULK**

Plusieurs analyses ont été effectuées afin de caractériser les sols. Dans cette section seront présentés les résultats du pH KCl, C total et N total des sols et C extrait à l'eau chaude. Les résultats sont présentés au Tableau 4.

### **5.2.1. pH KCl**

Afin de savoir s'il est nécessaire de mesurer le pH des trois fractions ou si le pH du « Bulk » est représentatif des autres fractions, un test a été effectué sur trois sols pris au hasard. Les valeurs des deux répétitions par fractions de sol sont disponibles dans le Tableau 3.

Tableau 3: Valeurs du test pH KCl

	pH KCl		
	Bulk	> 250	< 250
<b>PIR 12</b>	7,54 – 7,48	7,50 – 7,47	7,50 – 7,47
<b>LHO 3</b>	7,41 – 7,33	7,34 – 7,21	7,28 – 7,26
<b>STE 41 lim</b>	6,67 – 6,65	6,70 – 6,64	6,75 – 6,79

Tableau 4 : Moyennes des quantités de C, N, C/N, carbone labile et pH KCl pour les 21 sols échantillonnés

	pH KCl (-)	C Total (g/kg)			Carbone labile (g/kg)			N Total (g/kg)			C/N (-)		
	/	Bulk	>250	<250	Bulk	>250	<250	Bulk	>250	<250	Bulk	>250	<250
SEN 33	6,9	11,0±0,6	13,3±1,6	8,7±0,2	0,31	0,27	0,35	1,1±0,0	1,1±0,0	0,09±0	10,1±0,3	12,1±1,4	9,2±0,1
SEN 35	6,9	11,9±0,3	16,3±2,5	10,2±0,2	0,35	0,36	0,36	1,2±0,0	1,3±0,0	1,1±0,0	9,9±0,1	13,0±1,4	9,0±0,1
SEN 19	6,6	12,1±1,6	13,3±0,9	9,5±0,3	0,30	0,35	0,21	1,1±0,0	1,2±0,0	1,1±0,0	10,6±1,2	10,9±0,4	8,9±0,0
PIR 12	7,6	14,2±1,0	20,6±3,9	10,8±0,1	0,34	0,48	0,30	1,1±0,0	1,1±0,0	1,0±0,0	12,5±0,7	18,0±1,5	10,5±0,1
SEU 29	7,4	12,6±1,6	20,7±2,3	9,7±0,2	0,35	0,41	0,26	1,2±0,0	1,2±0,0	1,0±0,0	10,9±1,2	16,7±0,9	9,5±0,0
LHO 45	7,2	15,9±0,7	24,3±3,6	11,7±0,2	0,37	0,52	0,30	1,4±0,0	1,6±0,0	1,2±0,0	11,0±0,7	15,0±1,1	9,7±0,1
LHO 3	7,5	16,0±0,9	22,9±3,8	12,1±0,2	0,37	0,45	0,31	1,3±0,0	1,5±0,0	1,2±0,0	12,1±0,3	15,6±1,5	9,9±0,1
LHO 95	6,6	21,5±0,9	26,0±3,2	16,6±0,4	0,42	0,53	0,25	1,8±0,0	1,7±0,0	1,6±0,0	12,2±0,5	14,9±1,6	10,5±0,0
GEO 3	6,5	10,2±4,3	11,1±0,4	13,2±0,2	0,44	0,39	0,40	1,1±0,0	1,3±0,0	1,5±0,0	9,1±0,2	8,9±0,1	8,9±0,0
GEO 2 lim	6,0	11,1±0,1	8,3±0,6	11,5±0,2	0,51	0,31	0,38	1,2±0,0	1,0±0,0	1,3±0,0	9,1±0,1	8,3±0,3	8,8±0,0
GEO 2 calc	7,0	15,1±0,6	14,6±0,6	16,0±0,3	0,57	0,49	0,42	1,6±0,0	1,5±0,0	1,8±0,0	9,3±0,1	9,5±0,1	9,1±0,0
LHA 49	6,1	11,5±0,2	12,5±0,6	10,0±0,1	0,43	0,47	0,45	1,2±0,0	1,3±0,0	1,1±0,0	9,2±0,1	9,5±0,2	8,9±0,0
LHA 54	6,5	12,8±0,6	13,9±0,8	13,7±0,4	0,50	0,40	0,35	1,4±0,0	1,4±0,0	1,5±0,0	9,5±0,4	9,8±0,3	8,9±0,2
PAQ 15 lim	7,4	12,6±0,2	13,7±0,2	12,3±0,3	0,33	0,40	0,41	1,3±0,0	1,4±0,0	1,4±0,0	9,3±0,1	9,8±0,2	8,8±0,1
PAQ 15 sil	7,5	12,1±0,1	11,5±0,7	12,3±0,2	0,39	0,46	0,47	1,3±0,0	1,2±0,0	1,4±0,0	9,5±0,0	10,0±0,5	8,8±0,0
BOS 10	6,7	16,3±0,3	22,3±3,8	12,1±0,0	0,43	0,50	0,44	1,3±0,0	1,5±0,0	1,2±0,0	12,1±0,1	14,8±1,8	9,8±0,0
BOS 30	7,1	13,2±1,1	13,7±0,8	11,7±0,4	0,42	0,47	0,39	1,2±0,0	1,3±0,0	1,3±0,0	10,7±0,7	10,9±0,4	9,3±0,0
VER 64	4,8	18,3±0,4	15,0±0,5	17,5±0,0	0,64	0,61	0,54	2,0±0,0	1,6±0,0	2,0±0,0	9,3±0,0	9,4±0,3	8,8±0,0
STE 42	6,9	11,8±0,2	14,1±1,6	10,9±0,1	0,39	0,55	0,43	1,3±0,0	1,3±0,0	1,2±0,0	9,3±0,5	10,6±0,5	8,9±0,0
STE 41 lim	6,7	10,3±0,2	11,3±1,8	8,3±0,2	0,37	0,30	0,27	1,1±0,0	1,1±0,0	1,0±0,0	9,3±0,1	9,9±0,8	8,6±0,0
STE 41 calc-sil	7,5	11,7±0,4	11,5±0,1	12,2±0,4	0,39	0,47	0,41	1,2±0,0	1,2±0,0	1,3±0,0	9,5±0,1	9,4±0,1	9,1±0,1

Une ANOVA 2 sur les facteurs Sol et Fraction a été réalisée. Les conditions d'application ont été testées et sont respectées. Les facteurs ne présentant pas d'interactions (p-valeur = 0,09), ils ont été interprétés indépendamment les uns des autres. Le facteur Fraction coïncide avec une p-valeur de 0,33 prouvant que les moyennes entre les fractions pour les sols PIR 12, LHO 3 et STE 41 lim sont considérées comme égales. La décision a été prise de se focaliser sur le pH KCl du Bulk et de considérer les pH des autres fractions comme étant égaux à celui de la fraction Bulk. Le tableau de l'AV2 est disponible en Annexe 4.

Comme illustré à la Figure 14, il est remarquable que la majorité des pH se trouve dans une gamme correcte du point de vue agronomique. En effet, les sols sélectionnés sont des sols de culture présentant un optimum de croissance de la végétation lorsque le pH est compris entre 6 et 7 (Genot et al., 2009) et 6,2 – 6,8 pour le pH KCl. Le pH du sol est donc géré par application de chaux afin d'entrer dans cette gamme de valeur.

En ce qui concerne le sol VER 64, son faible pH de 4,8 aura un impact potentiel sur la disponibilité des éléments mais aussi sur le processus de minéralisation. Cette différence de pH avec les autres sols est sans doute due à des pratiques culturales différentes (absence de chaulage et engrais acidifiant).

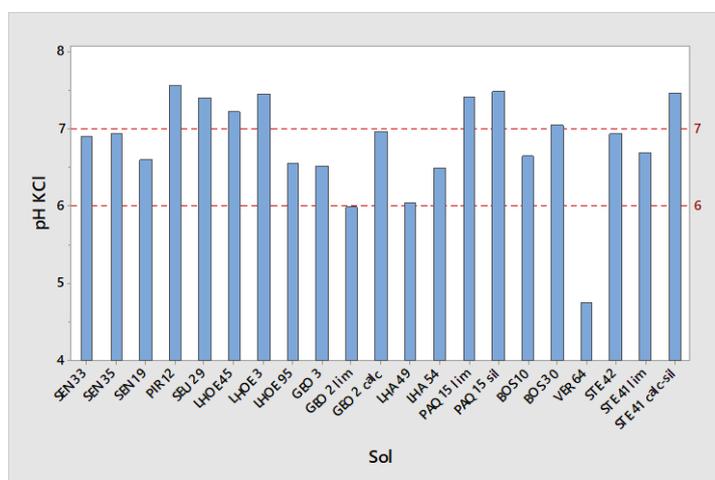


Figure 14: pH KCl en fonction des sols échantillonnés

### 5.2.2. Carbone total, Carbone labile, Azote total et C/N dans le BULK

Les résultats des teneurs en carbone et azote au sein des fractions des échantillons sont présentés au Tableau 4. La majorité des écarts-types des moyennes de concentration de C et N sont dans des gammes correctes étant donné que le coefficient de variation dépasse rarement les 10% excepté pour le sol VER 64 fraction <250 µm. Étant donné que l'écart-type est proche de la valeur de la moyenne, les résultats se rapportant à la concentration en C et N de cette fraction de sol ont été

retraités en supprimant les valeurs aberrantes (17,48 – 17,43 – 0,34 g/kg pour le C et 2,00 – 1,99 – 0,03 g/kg pour le N). Dès lors, les valeurs moyennes de concentration en C et N sont ramenées à 17,5 ± 0,0 g/kg et 2,0 ± 0,0 g/kg respectivement.

### **Le carbone au sein du BULK**

La moyenne de concentration en carbone des sols composants le BULK est de 13,4±2,8 g/kg pour un coefficient de variation de 21,2% (Annexe 5). En Wallonie, les moyennes de concentration en carbone entre 2006 et 2017 variaient de 11,4 à 15 g/kg suivant les régions agricoles et pour des sols agricoles (REQUASUD, 2019). Les sols sont, en moyenne, dans la gamme de valeur attendue pour la Wallonie. Seul trois sols excèdent la limite supérieure (LHO 95, BOS 10 et VER 64) comme illustré à la Figure 15. Ces trois sols proviennent de trois régions différentes et leurs itinéraires techniques ne permettent pas de les distinguer (Tableau 1).

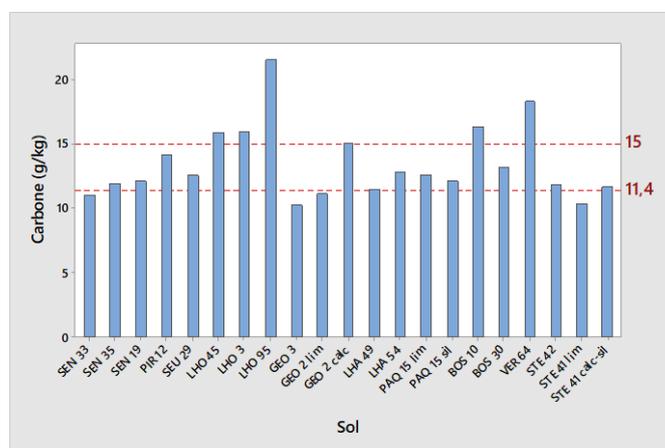


Figure 15 : Teneur en carbone (g/kg) en fonction des sols échantillonnés

### **Le carbone labile au sein du BULK**

La moyenne de concentration en carbone labile des sols composants le BULK est de 0,4±0,1 g/kg pour un coefficient de variation de 20,5% (Annexe 5). Selon Haynes, (2005), le carbone extrait à l'eau chaude représente de 1 à 5% du carbone organique total dans le sol. En moyenne, sur l'ensemble des sols, le carbone labile représente 3,0% du carbone total. Le même test a été effectué sur l'ensemble des échantillons BULK et est illustré à la Figure 16. L'ensemble des sols se trouve dans les limites théoriques posées par Haynes. A noter que l'évolution de la concentration en COT entre les sols n'explique pas celle de la concentration en carbone labile étant donné que le test de corrélation n'est pas significatif (p-valeur = 0,13, Annexe 5).

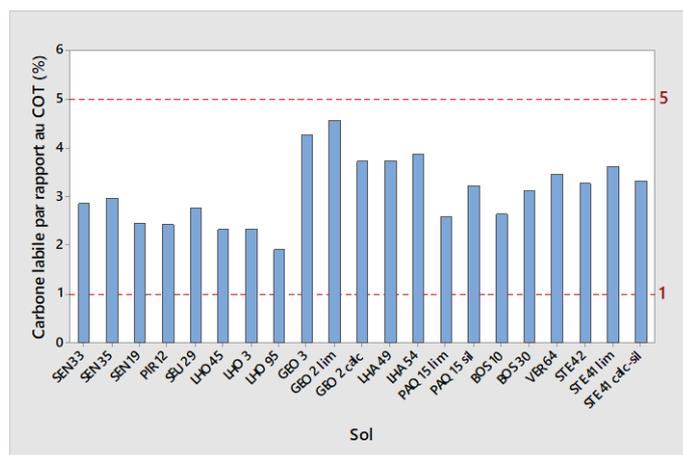


Figure 16: Carbone labile par rapport au COT en fonction des sols échantillonnés

### L'azote au sein du BULK

La moyenne de concentration en azote des sols composants le BULK est de  $1,3 \pm 0,2$  g/kg pour un coefficient de variation de 18,1% (Annexe 5). La valeur moyenne de concentration en azote des sols agricoles en rotation de culture en Wallonie varie de 1,1 g/kg à 2,0 g/kg selon les régions (REQUASUD, 2019). Les sols sont, en moyenne, dans la gamme de valeur attendue pour la Wallonie. Aucune sol n'excède les limites comme illustré à la Figure 17. Cependant, comme pour le carbone, LHO 95 et VER 64 sont les deux sols possédant une concentration plus élevée. A nouveau, ces deux sols proviennent de deux régions différentes et leurs itinéraires techniques ne permettent pas de les distinguer (Tableau 1).

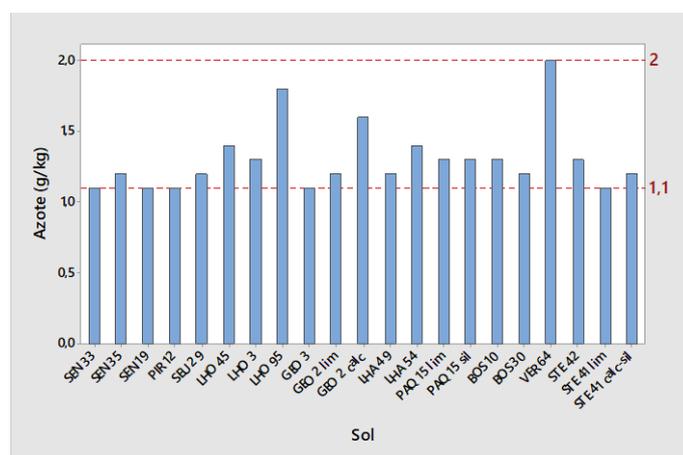


Figure 17: Teneur en azote (g/kg) en fonction des sols échantillonnés

### L'indice C/N au sein du BULK

La moyenne du C/N des sols composants le BULK est de  $10,2 \pm 1,2$  pour un coefficient de variation de 11,4% (Annexe 5). La valeur du rapport C/N pour un sol agricole doit idéalement varier entre 9 et 12 (CRA-LR, 2011). En deçà, le ratio C/N indique une minéralisation rapide de la MO alors qu'un C/N plus élevé informe d'un sol dont l'activité biologique est réduite, ayant pour conséquence une

minéralisation de la MO lente. Le C/N moyen des fractions BULK correspond à un sol agricole ayant un taux de décomposition de la MO attendu. Seul le sol PIR 12 excède le C/N requis (Figure 18). Aucune caractéristique du Tableau 1 ne permet de le différencier des vingt autres sols.

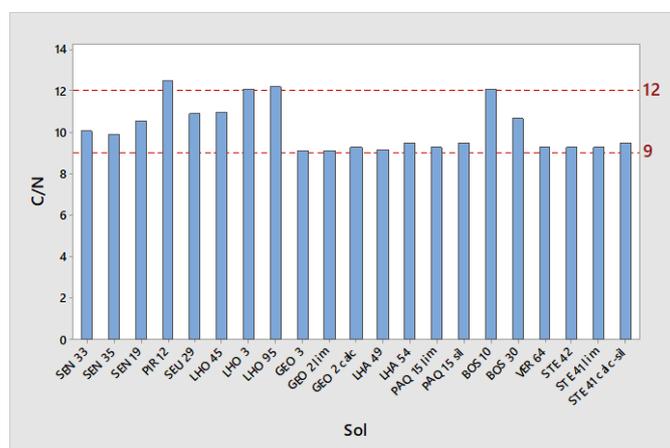


Figure 18 : C/N en fonction des sols échantillonnés

Une classification des sols suivant la concentration en C et N dans les échantillons du BULK a été réalisée (Figure 19). Quatre grands groupes se distinguent. Ces groupes serviront à la comparaison des sols selon différentes variables au Tableau 21.

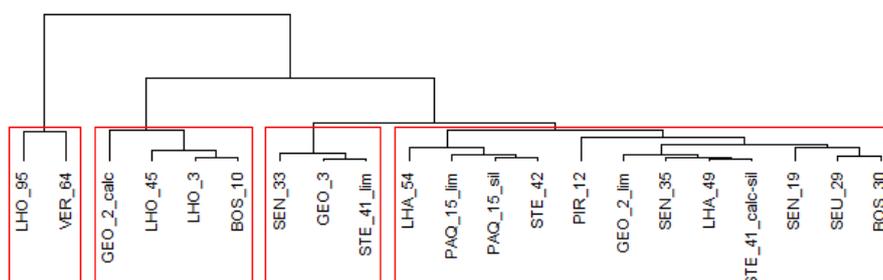


Figure 19 : Dendrogramme de classification des sols en fonction des concentrations de C et N pour le BULK

### 5.3. Propriétés physico-chimiques des échantillons des fractions

#### 5.3.1. Distribution du carbone au sein des fractions

La dispersion des concentrations en C par fraction est illustrée à la Figure 20. La moyenne des concentrations en carbone est plus élevée dans la fraction >250 (15,75 g/kg) et atteint des valeurs plus faibles pour le Bulk et la fraction <250, 13,4 et 11,7 g/kg respectivement indiquant que le carbone est favorablement stocké dans les macro-aggrégats, ce qui est en accord avec d'autres recherches (Cambardella et al., 1994; Cai et al., 2016). En s'intéressant à la gamme de variation du carbone dans les fractions, il ressort que les valeurs de concentration en carbone de la fraction >250 sont les plus dispersées (Figure 20).

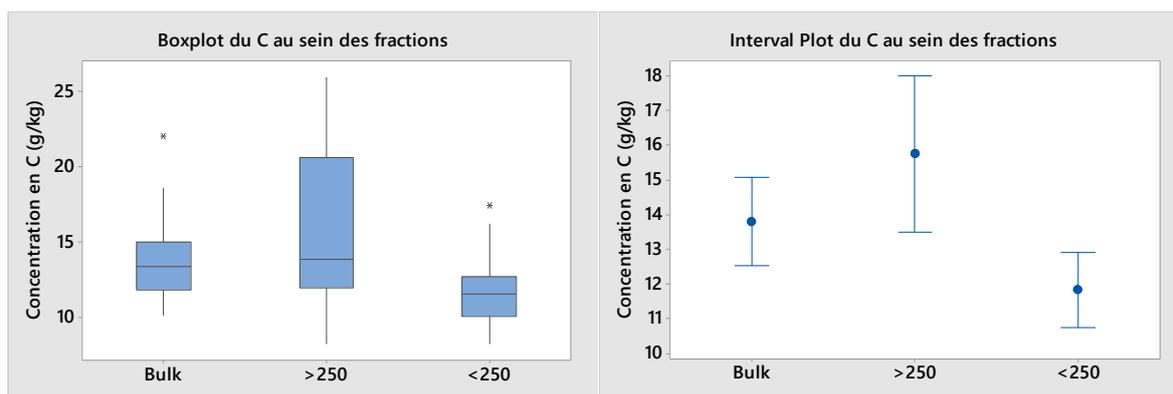


Figure 20 : Boxplot et Interval Plot de la concentration en C au sein des fractions

Une ANOVA 2 sur les facteurs Sol et Fraction a été réalisée. Les conditions d'application ont été testées et l'égalité des variances n'est pas respectée malgré la transformation du jeu de données suivant une loi log ou racine. Le nombre d'échantillons par fraction étant élevé (21), il a été décidé de poursuivre l'ANOVA. Les facteurs présentant une interaction (p-valeur = 0,00), une AV1 ou test d'égalité des moyennes entre les fractions a été effectué pour chaque sol (Annexe 6). Il en ressort que la concentration de carbone entre les fractions n'est égale que pour très peu de sols (GEO 3, LHA 54, PAQ 15 sil et STE 41 calc-sil) (Annexe 6).

Les autres sols présentent donc une différence de teneur en carbone entre les fractions. Le Tableau 5 reprend les p-valeurs du test d'égalité des moyennes et les degrés de signification de la variabilité de la concentration du carbone entre les fractions des sols. La totalité des résultats de l'analyse de la variance sont disponibles en Annexe 6.

Tableau 5: P-valeur et significativité de la variabilité des concentrations en C des fractions de sol

	p-valeur	Degré de significativité		p-valeur	Degré de significativité
SEN 33	0,001	**	LHA 49	0	***
SEN 35	0,002	**	LHA 54	0,123	n.s.
SEN 19	0,007	*	PAQ 15 lim	0,001	**
PIR 12	0,002	**	PAQ 15 sil	0,133	n.s.
SEU 29	0	***	BOS 10	0,001	**
LHO 45	0	***	BOS 30	0,044	*
LHO 3	0,001	**	VER 64	0	***
LHO 95	0,001	**	STE 42	0,008	**
GEO 3	0,432	n.s.	STE 41 lim	0,019	*
GEO 2 lim	0	***	STE 41 calc-sil	0,116	n.s.
GEO 2 calc	0,05	*			

n.s. Variabilité de la concentration en C non significative \* Variabilité de la concentration en C significative

\*\* Variabilité de la concentration en C hautement significative \*\*\* Variabilité de la concentration en C très hautement significative

Afin de déterminer entre quelles fractions se situe la différence de concentration, une structuration des moyennes a été effectuée. Le test de Student calculant la plus petite différence significative est utilisé. Les résultats sont repris dans le Tableau 6.

Dans la majorité des sols échantillonnés, les fractions Bulk, <250 et >250 ont des concentrations en carbone significativement différentes. Lorsque la fraction >250 est classée dans un autre groupe que le Bulk et <250, elle possède généralement une moyenne plus élevée (Annexe 6), appuyant les observations et résultats expliqués dans la littérature (Cambardella et al., 1993). Néanmoins, dans la majorité des sols, la concentration en carbone est significativement différente entre les trois fractions.

**Tableau 6: Résultat de la structuration des moyennes pour la concentration en C des fractions et classification en groupe**

	Bulk ≠ >250 ≠ <250	Bulk = >250 ≠ <250	Bulk = <250 ≠ >250	Bulk = >250 ≠ Bulk = <250
SEN 33	x			
SEN 35			x	
SEN 19		x		
PIR 12	x			
SEU 29	x			
LHO 45	x			
LHO 3	x			
LHO 95	x			
GEO 3	/	/	/	/
GEO 2 lim			x	
GEO 2 calc				x
LHA 49	x			
LHA 54	/	/	/	/
PAQ 15 lim			x	
PAQ 15 sil	/	/	/	/
BOS 10	x			
BOS 30				x
VER 64			x	
STE 42			x	
STE 41 lim		x		
STE 41 calc-sil	/	/	/	/

x = appartenance au groupe / = absence car non significatif

### **5.3.2. Répartition du carbone labile dans les fractions**

Le carbone labile (Clab) a été extrait sur chaque fraction de sol. Les résultats sont disponibles dans le Tableau 4.

Selon Haynes (2005), le carbone labile extrait à l'eau chaude représente de 1 à 5% du carbone organique total dans le sol. Afin de vérifier la précision des résultats, un histogramme du rapport entre le Clab et le COT avec une courbe d'ajustement normale est disponible en Figure 21. On constate que le Clab des échantillons des trois fractions est compris dans les limites exprimées par Haynes.

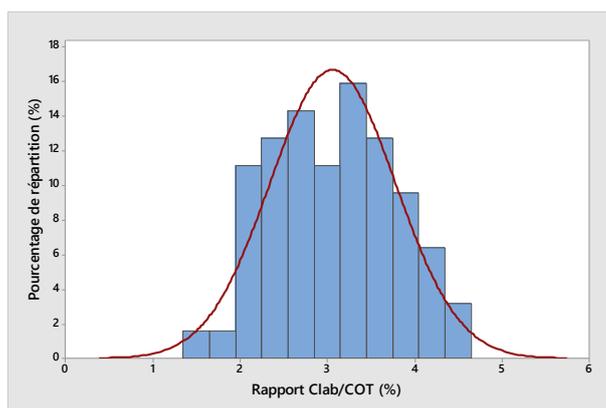


Figure 21 : Histogramme du rapport Clab/COT pour l'ensemble des échantillons

Les valeurs moyennes du carbone labile sont de 0,41 g/kg pour le Bulk, 0,44 g/kg pour la fraction >250 et 0,36 g/kg pour la fraction <250 (Figure 22). Néanmoins, une différence de concentration plus marquée entre les fractions était attendue comme observé dans la répartition du COT. La fraction >250 est plus concentrée en carbone labile pour ensuite laisser place à la fraction Bulk puis <250. Ces observations sont en accord avec d'autres recherches effectuées à ce sujet (Ashman et al., 2003; Cai et al., 2016). Un impact sur le taux de respiration est attendu étant donné qu'une plus grande quantité de carbone est plus facilement disponible pour les micro-organismes dans la fraction >250.

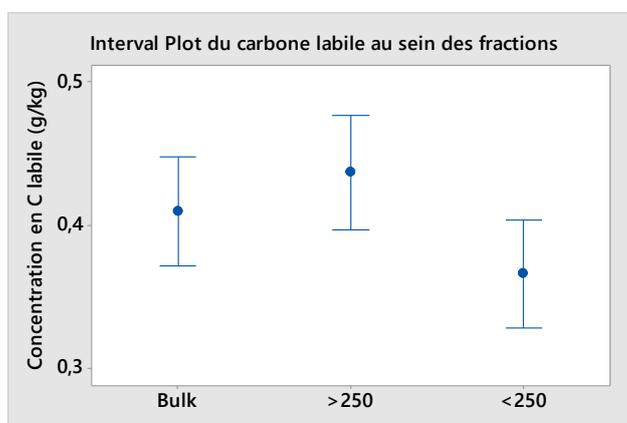


Figure 22 : Interval Plot du C/N au sein des fractions

Les différences de concentration en COT entre les fractions sont plus marquées, comparé au carbone labile. En effet, le Bulk contient 17% de plus de COT que le >250 (Figure 20) alors que cette différence de concentration en carbone labile entre les mêmes fractions n'est que de 7%. Le COT de la fraction >250 est donc quantitativement moins composé de carbone labile. Cela est expliqué par le fait que la fraction >250 est composé de macro-agrégats mais aussi, de micro-agrégats rassemblés. En effet, lors du tamisage, une partie des micro-agrégats ont été tamisés vers la fraction >250. Ceux-ci sont moins labiles et faussent le taux de Clab pour une quantité de COT donnée.

### 5.3.3. Distribution de l'azote au sein des fractions

Sur base des valeurs du Tableau 4, la distribution de l'azote par fractions est illustrée à la Figure 23. Les moyennes de concentration en N des fractions sont sensiblement similaires pour les trois fractions (1,3 g/kg). En s'intéressant à la variation de la concentration en azote dans les fractions, il est visible qu'elle diffère très peu entre les fractions. De plus, comparée à la dispersion du carbone dans les fractions, celle de l'azote est très faible.

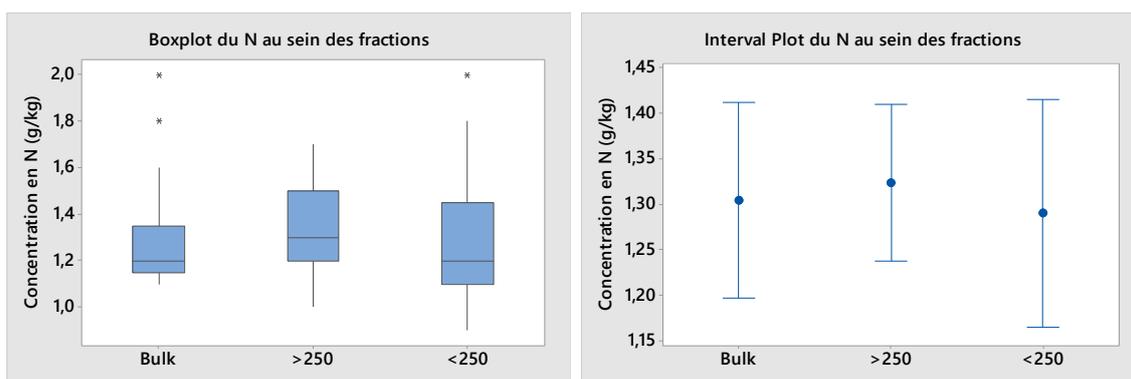


Figure 23 : Boxplot et Interval Plot de la concentration en N au sein des fractions

Une ANOVA 2 sur les facteurs Sol et Fraction a été réalisée. Les conditions d'application ont été testées et sont respectées. Les facteurs présentant une interaction (p-valeur = 0,00), une AV1 ou test d'égalité des moyennes entre les fractions, a été effectué pour chaque sol (Annexe 7). Il en ressort que la concentration d'azote entre les fractions d'un même sol varie moins que la concentration en carbone. Cependant, les sols ayant des concentrations d'azote égales entre les fractions ne sont pas les mêmes que ceux ayant des concentrations de carbone égales.

Le Tableau 7 reprend les p-valeur du test d'égalité des moyennes et les degrés de signification de la variabilité de la concentration en azote entre les fractions des sols. La totalité des résultats de l'analyse de la variance est disponible en Annexe 7.

Tableau 7: P-valeur et significativité de la variabilité des concentrations en N des fractions de sol

	p-valeur	Degré de significativité		p-valeur	Degré de significativité
SEN 33	0,001	***	LHA 49	0	***
SEN 35	0,04	*	LHA 54	0,005	**
SEN 19	0,131	n.s.	PAQ 15 lim	0,089	n.s.
PIR 12	0,154	n.s.	PAQ 15 sil	0	***
SEU 29	0,003	**	BOS 10	0,002	**
LHO 45	0,002	**	BOS 30	0,599	n.s.
LHO 3	0,019	*	VER 64	0,001	**
LHO 95	0,008	**	STE 42	0,321	n.s.
GEO 3	0,343	n.s.	STE 41 lim	0,023	*
GEO 2 lim	0	***	STE 41 calc-sil	0,015	*
GEO 2 calc	0,015	*			

n.s. Variabilité de la concentration en N non significative \* Variabilité de la concentration en N significative

\*\* Variabilité de la concentration en N hautement significative \*\*\* Variabilité de la concentration en N très hautement significative

Tout comme pour le carbone, les concentrations en azote des fractions de sol varient de manière significative à très hautement significatives. Une structuration des moyennes a été effectuée. Les groupes sont repris dans le Tableau 8.

Dans la majorité des sols échantillonnés et contrairement à l'analyse du carbone dans les fractions, le Bulk et >250 ont des concentrations en azote égales et différentes de la fraction <250. En moyenne, les concentrations en azote des sols fractionnés à >250 sont majoritairement plus élevées que les autres (Annexe 7). Dans la majorité des cas, la classification sépare les fractions dans trois groupes différents soulignant la différence de concentration en azote entre le Bulk et <250 avec la fraction >250 plus concentrée.

**Tableau 8: Résultat de la structuration des moyennes pour la concentration en N des fractions et classification en groupe**

	Bulk ≠ >250 ≠ <250	Bulk = >250 ≠ <250	Bulk = <250 ≠ >250	Bulk = >250 ≠ Bulk = <250
SEN 33		x		
SEN 35				x
SEN 19	/	/	/	/
PIR 12	/	/	/	/
SEU 29		x		
LHO 45	x			
LHO 3				x
LHO 95		x		
GEO 3	/	/	/	/
GEO 2 lim	x			
GEO 2 calc				x
LHA 49	x			
LHA 54		x		
PAQ 15 lim	/	/	/	/
PAQ 15 sil	x			
BOS 10	x			
BOS 30	/	/	/	/
VER 64			x	
STE 42	/	/	/	/
STE 41 lim		x		
STE 41 calc-sil		x		

x = appartenance au groupe / = absence car non significatif

#### **5.3.4. L'indice C/N à travers les fractions**

La dispersion du C/N par fraction est illustrée à la Figure 24. Le C/N des fractions >250 est le plus élevé avec une valeur de 11,8 en moyenne. Cela est dû à la présence de MO et résidus de culture dans les macro-agrégats. Le C/N moyen de la fraction <250 est plus faible (9,2) que celui du Bulk (10,2) et de la fraction >250. Cette observation pourrait indiquer une faune microbienne active et une forte minéralisation du carbone dans la fraction <250. La valeur correcte du rapport C/N pour un sol agricole peut varier entre 9 et 12 (CRA-LR, 2011). L'ensemble des fractions montrent donc des valeurs de C/N satisfaisantes.

Néanmoins, on remarque un gradient élevé entre les C/N des fractions. En effet, la fraction <250 obtient un C/N à la limite basse de la gamme recherchée tandis que la fraction >250 frôle la

limite supérieure. De plus, la variation du C/N des échantillons fractionnés à >250 est plus importante que pour les autres fractions (Figure 24). Ces différences sont majoritairement dues à la concentration en carbone des fractions. En effet, le carbone est le facteur variant le plus au sein des échantillons et des fractions de sol. Celui-ci impacte le C/N de manière majoritaire. L'analyse des corrélations entre le C et N a été effectuée sur l'ensemble des sols. La corrélation est très hautement significative entre le C et le N (p-val=0,00). Le test est disponible en Annexe 8.

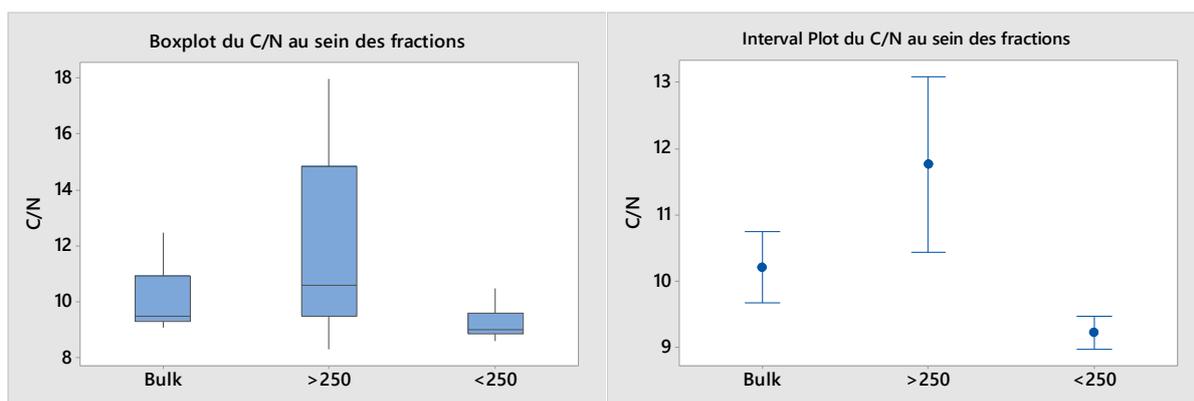


Figure 24: Boxplot et Interval Plot du C/N au sein des fractions

Une classification des sols suivant la concentration en C et N dans les échantillons des trois fractions a été réalisée (Figure 25). Quatre grands groupes se distinguent. Ces groupes sont majoritairement influencés par les variations de concentration de carbone étant donné que les concentrations en azote sont plus stables. Ces groupes serviront à la comparaison des sols selon différentes variables au Tableau 21.

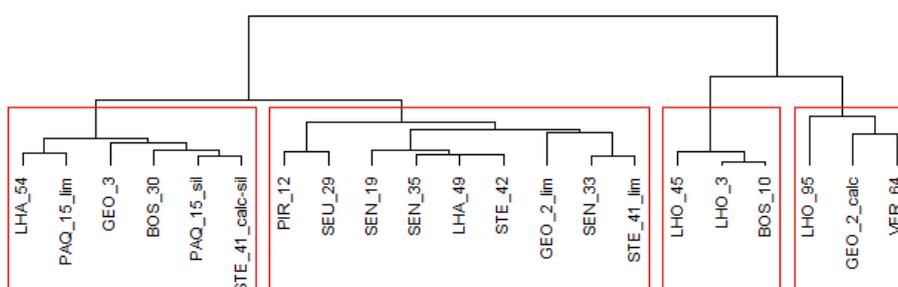


Figure 25 : Dendrogramme de classification des sols en fonction des concentrations de C et N pour les trois fractions

Afin de lier l'impact du carbone et de l'azote dans les fractions, les résultats du Tableau 4 sont illustrés à la Figure 26. Les points représentent les échantillons de sols selon les fractions. Comme sur la Figure 20, la dispersion des valeurs de concentration en C des échantillons fractionnés à >250  $\mu\text{m}$  est visible. Pour les trois fractions, une droite de régression linéaire a été ajustée montrant la dispersion des points dans chaque fraction.

## Relations des concentrations en C et N des sols échantillonnés

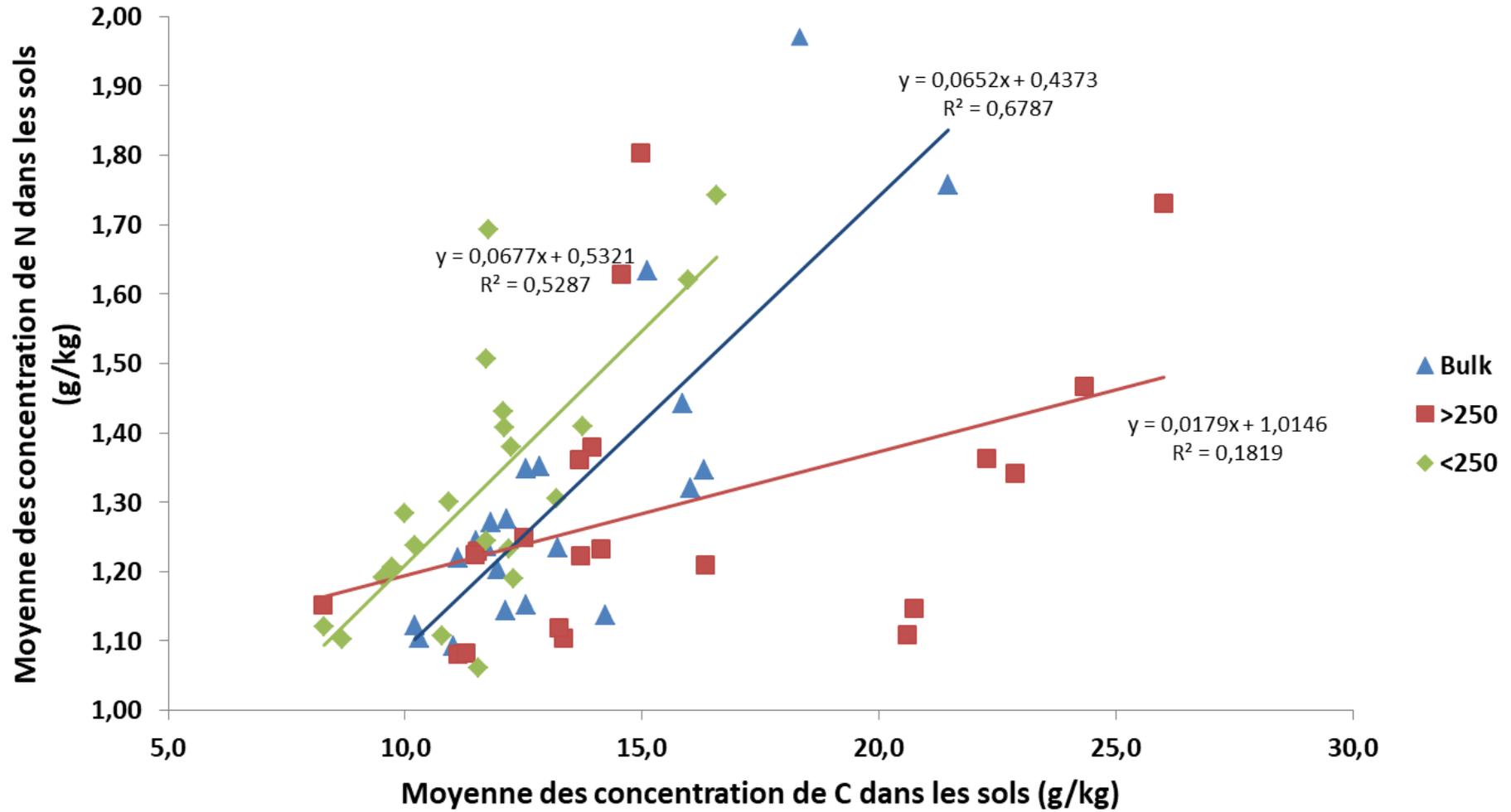


Figure 26 : Relations des concentrations en C et N des sols échantillonnés

Les fractions Bulk et <250 présentent un coefficient de corrélation de 0,67 et 0,53 respectivement entre le C et N. Les concentrations en N et C des fractions Bulk et <250 sont moins dispersées et suivent la même tendance. En effet, les deux droites de régression ont des pentes similaires (6,8% et 6,5%). Il ressort clairement que la concentration de carbone (axe X) des différents échantillons varie plus fortement que la concentration en azote. En effet, les coefficients de variation pour le carbone des fractions Bulk, >250 et <250 sont de 21,2%, 31,5% et 20,4% respectivement alors que pour l'azote les coefficients sont de 18,1%, 14,3% et 21,4 % (Annexe 8).

Néanmoins, la raison expliquant l'hétérogénéité en matière de rapport C/N pour la fraction >250 peut aussi être la qualité ou le stade de transformation (MOE) des résidus incorporés dans les agrégats. Les différences de concentration en C et N peuvent impacter la respiration des fractions.

### 5.3.5. Synthèses des propriétés physico-chimiques en relation avec les parcelles

L'ensemble des échantillons retrouvent des concentrations en carbone et azote équivalent au standard attendu pour des sols agricoles limoneux. Seuls les échantillons LHO95, VER64 et GEO2calc sont plus concentrés en azote et carbone que la moyenne des sols échantillonnés. Concernant les fractions, la >250 a quantitativement plus de carbone que les autres fractions et un C/N plus élevé. Cela peut être expliqué par l'état et la qualité de la MO présente dans la fraction.

Afin de mettre en lien les caractéristiques des parcelles (Type de sol, région, CIPAN, amendement et non-labour) avec les caractéristiques des fractions (Ctot, Ntot, C/N et carbone labile), des classifications ont été réalisées. La classification par parcelle (Figure 27) fait ressortir deux grands groupes tout comme celle en fonction des caractéristiques des trois fractions (Figure 28).

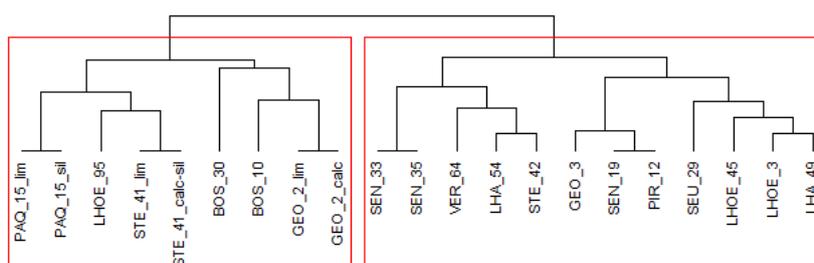


Figure 27 : Dendrogramme de classification des parcelles en fonction des caractéristiques types

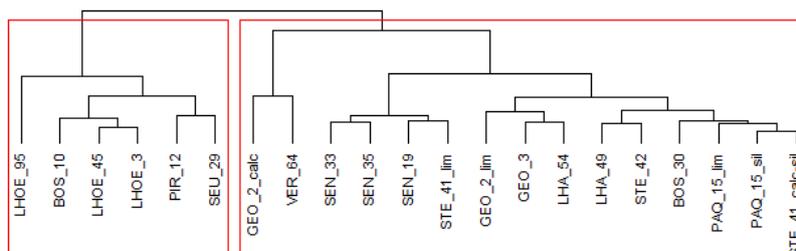


Figure 28 : Dendrogramme de classification des sols en fonction des caractéristiques des trois fractions

Les caractéristiques des trois fractions ne peuvent pas être reliées aux caractéristiques des parcelles étant donné que les groupes des deux classifications ne sont pas les mêmes. Une comparaison et classification de chaque sol en fonction d'autres paramètres (respiration, minéralisation d'azote) sera disponible au Tableau 21.

Néanmoins, les moyennes de concentration en carbone dans les fractions de sol ne sont pas égales suivant la région (p-valeur = 0,00) ou la culture du sol (p-valeur = 0,01). Suivant les régions, deux groupes se distinguent (Annexe 9). Le Condroz et la Famenne ont des moyennes en carbone plus faibles que le plateau Hennuyer et la Hesbaye (Figure 29). En ce qui concerne le type de culture, le carbone est plus concentré sur les parcelles ayant été cultivées avec de la betterave sucrière (Figure 29).

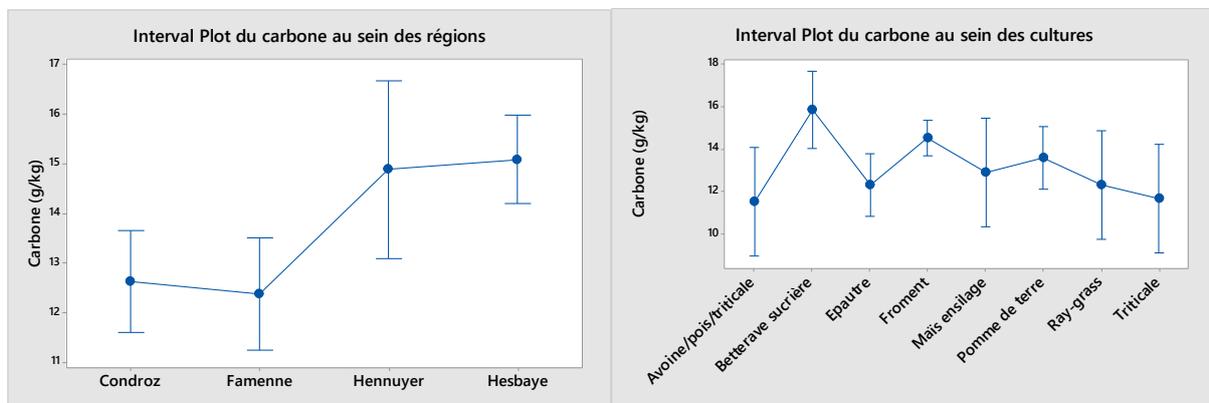


Figure 29 : Répartition du carbone entre les régions et types de cultures

Il en va de même pour les moyennes d'azote dans les fractions de sol. Celles-ci ne sont pas égales suivant la culture du sol (p-valeur = 0,01) (Annexe 9). Les sols cultivés en *Triticale* sont moins concentrés en azote que les autres (Figure 30).

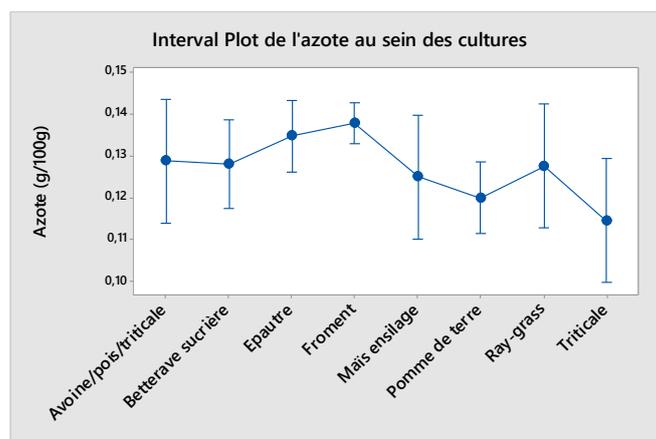


Figure 30 : Répartition de l'azote entre les types de cultures

## 5.4. Respiration

Sur base des mesures de CE au cours du temps, le taux de respiration de chaque échantillon de fraction de sol a pu être établi. La production de carbone par les fractions de sols a été suivie de manière hebdomadaire. L'évolution de la production de C par fraction pour chaque sol par gramme de carbone dans le sol ainsi que les résultats bruts sont en Annexe 10.

### 5.4.1. Comparaison de la respiration des sols Bulk

La moyenne de minéralisation de carbone des sols BULK est de  $48,2 \pm 17,0$  mg/g pour un coefficient de variation de 35,3% (Annexe 11). Le sol GEO 2 calc et STE 41 calc-sil se démarquent par leur taux de respiration plus élevé (Figure 31). Ces deux sols proviennent de deux régions différentes mais sont les deux seuls à être constitué d'une charge calcaire (Tableau 1).

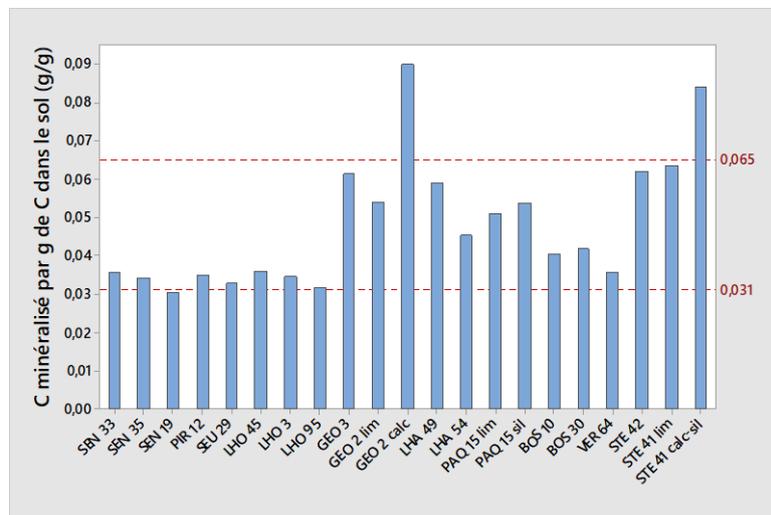


Figure 31 : Carbone minéralisé (g/g) lors de l'incubation pour sols Bulk

Afin de chiffrer cette différence de carbone minéralisé, le taux de décomposition de la MO (k) a été modélisé pour le sol GEO 2 calc (forte minéralisation) et SEN 33 (faible minéralisation) sur base des données de carbone cumulées au cours du temps via le package « SoilR <sup>1</sup> » dans RStudio.

L'évolution du carbone minéralisé en fonction du temps est représenté aux Figure 32 et Figure 33 pour les sols SEN 33 et GEO 2 Calc respectivement. La courbe représente le modèle d'ajustement. Le carbone minéralisé cumulé est bien supérieur pour le sol GEO 2 calc et les deux évolutions de respiration des sols tendent à se stabiliser vers le 55<sup>ème</sup> jour.

<sup>1</sup> Documentation sur le package SoilR disponible sur : <https://www.bgc-jena.mpg.de/TEE/software/soilr/>

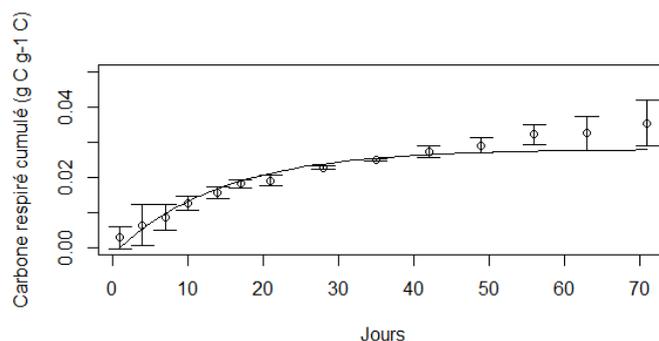


Figure 32 : Minéralisation du carbone dans le sol SEN 33 et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l’algorithme Nelder-Mead dans SoilR.

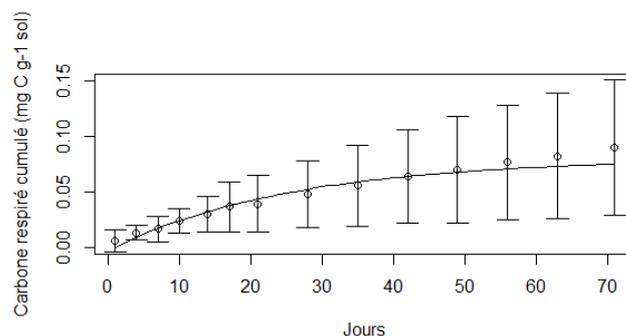


Figure 33 : Minéralisation du carbone dans le sol GEO 2 calc et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l’algorithme Nelder-Mead dans SoilR.

Le Tableau 9 reprend les taux de décomposition de la MO pour les sols SEN 33 et GEO 2 calc modélisé avec SoilR. Le modèle utilisé est basé sur l’utilisation de deux pools donnant lieu à deux taux de décomposition, le premier représente le pool de carbone à minéralisation rapide tandis que le deuxième le pool à minéralisation lente (Sierra, 2015). Le premier taux de décomposition est similaire pour les deux sols tandis que le deuxième est nettement supérieur pour le sol GEO 2 calc. Cette différence de  $k_2$  entre les deux sols appuie le fait que le sol GEO 2 calc a minéralisé d’avantage de carbone que le sol SEN 33. L’ensemble des paramètres modélisés pour les deux sols sont disponibles en Annexe 12.

Tableau 9 : Taux de décompositions de la MO par jour

	Taux de décomposition par jour	
	k1	k2
<b>SEN 33</b>	6,98*e-02	1,33*e-98
<b>GEO 2 calc</b>	3,92*e-02	1,41*e-13

Une classification des sols suivant le taux de respiration des échantillons BULK a été réalisée (Figure 34). Trois grands groupes se distinguent. Ces groupes serviront à la comparaison des sols selon différentes variables au Tableau 21.

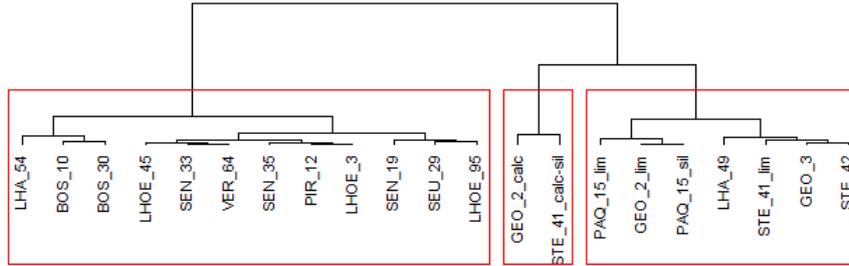


Figure 34 : Dendrogramme de classification des sols en fonction du taux de respiration du BULK

#### 5.4.2. Comparaison de la respiration entre les fractions de sol

Au sein d'un sol, chaque fraction a respiré de façon différente. En comparant les moyennes de respiration des fractions par gramme de sol, il ressort que la >250 a minéralisé plus de carbone (0,76 mg/g\_sol) alors que le <250 et Bulk ont produit 0,72 et 0,63 mg/g\_sol respectivement (Figure 35).

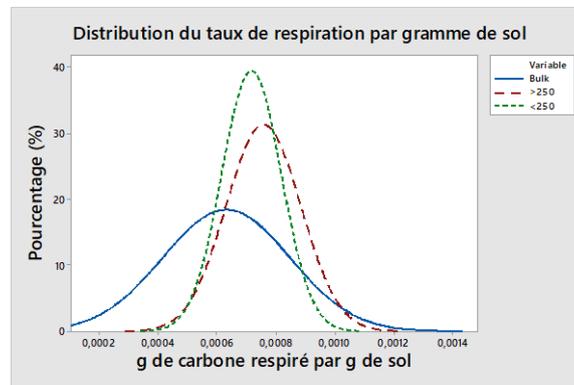


Figure 35 : Distribution du taux de respiration des fractions par g\_sol

Néanmoins, si la comparaison se fait sur base des grammes de carbone dans le sol, la fraction <250 est plus minéralisante avec 62,6 mg/g\_C alors que le >250 et Bulk n'ont produit que 51,2 et 48,2 mg/g\_C respectivement (Figure 36).

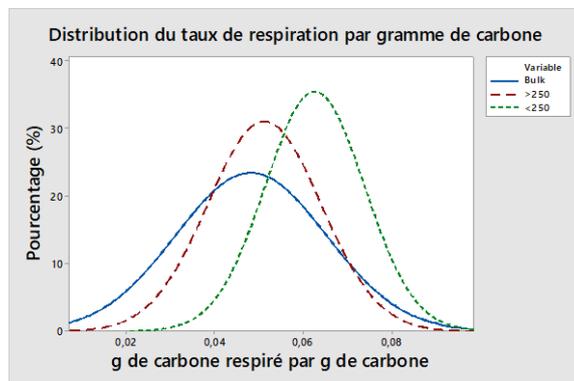


Figure 36 : Distribution du taux de respiration des fractions par g\_carbone

Dans la fraction <250, le carbone est plus stabilisé et protégé de la minéralisation microbienne, cela doit influencer négativement le taux de respiration par gramme de carbone. De plus, les résultats

montrent une concentration moindre en carbone labile (Figure 22), conférant à la fraction <250 une réserve de carbone plus petite facilement minéralisable. Afin d'expliquer la supériorité du taux de respiration de la fraction <250 par gramme de carbone, l'hypothèse a été posée que la population microbienne est plus réactive dans la fraction <250 tout comme rapporté par Mendes et al., (1999). Les populations sont sans doute différentes et réagissent autrement face au milieu de vie (Degrunne et al., 2019). De plus, Gupta et al. (1988) ont montré que la fraction <250 contenait proportionnellement plus de bactéries que les autres fractions. Pour la suite de cette étude, seul le taux de respiration par gramme de carbone dans le sol sera utilisé.

Etant donné que le Bulk n'est pas uniquement composé de macro-agrégats ou de micro-agrégats il est important de tenir compte de la part relative de chacune des fractions. Au sein des échantillons, la répartition entre macro et micro-agrégats n'est pas équitable. Les micro-agrégats représentent 64,5 % en moyenne de la fraction BULK, les 35,5 % restant sont les macro-agrégats comme présenté au point 5.1.

La minéralisation du carbone a été calculée sur base du jeu de données du carbone respiré par fraction selon la part relative des fractions dans les échantillons (Annexe 13). Si l'on somme le taux moyen de minéralisation final des fractions > et < 250, on obtient une production de 0,059 g de carbone alors que la fraction Bulk n'en produit que 0,048 g. Les deux sous fractions sommées de façon à être dans les mêmes proportions que dans le Bulk minéralisent 19% de plus de carbone. Cette augmentation de la production est sans doute due à la technique de fractionnement étant donné que l'on active la réactivité des fractions par rapport au Bulk.

Le tamisage à l'eau est censé conserver la structure des agrégats mais une partie est potentiellement éclatée lors de la manipulation. En effet, l'eau peut avoir un effet destructif sur les agrégats. Sous certaines conditions climatiques (pluies violentes), les agrégats peuvent subir un éclatement, la désagrégation par gonflement et/ou mécanique (Bissonnais, 1996; Lal, 2006).

Cette désagrégation induit l'augmentation de la surface spécifique des agrégats ayant pour conséquence de favoriser l'accessibilité du carbone aux micro-organismes. Le taux de respiration augmente ce qui explique que les deux sous-fractions respirent plus que le Bulk et plus particulièrement la fraction <250 (Figure 36). En effet, le Bulk n'a pas subi de fractionnement, la surface spécifique n'a pas été augmentée.

Comme visible à la Figure 37, la fraction <250 respire plus en moyenne que la fraction >250 tout comme le montre Cai et al., (2016). Cela est dû au fait que la fraction <250 respire plus par gramme de carbone et qu'elle est plus représentée au sein du Bulk. Ces deux caractéristiques confèrent à la fraction >250 un taux de minéralisation relatif plus important.

En moyenne et par gramme d'échantillon, la fraction <250 respire 18% de plus que la >250. Si l'on prend en compte la part relative de la fraction par rapport au Bulk, l'écart se creuse et atteint une différence de 47%. La fraction <250 contenant les micro-agrégats est donc la plus influente sur le taux de respiration.

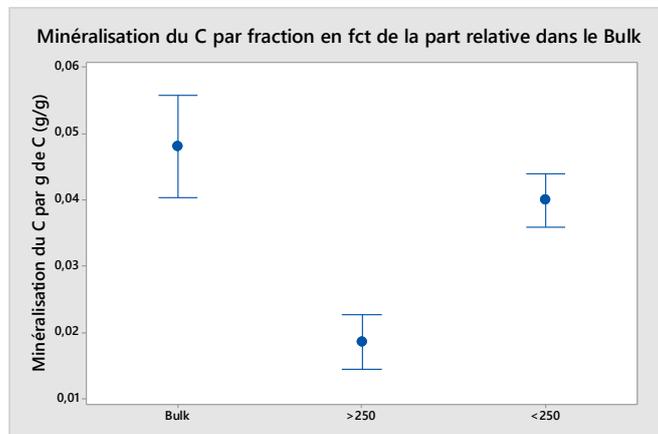


Figure 37 : Minéralisation du C par g\_C\_sol dans les fractions en fonction de la proportion des fractions dans le sol

Afin d'expliquer quels facteurs impactent le plus la respiration au sein des trois fractions, une analyse en composantes principales sur facteurs qualitatif et quantitatif (ACPmix) a été effectuée. Ceux-ci sont, le pH, le carbone, l'azote, le C/N, le carbone labile, la présence d'amendements, la culture d'une CIPAN, l'itinéraire technique Biologique ou non-labour, la région et le type de culture.

La représentation des variables entre les dimensions 1 et 2 est visible à la Figure 38. Les variables en bleu sont quantitatives tandis que celles en rouge sont qualitatives. Les variables influençant le plus la première composante principale sont la région et la respiration. Les facteurs influençant la respiration reliée au sol VER 64 n'ont pas été pris en compte dû au manque de répétition et à la valeur de pH anormalement faible.

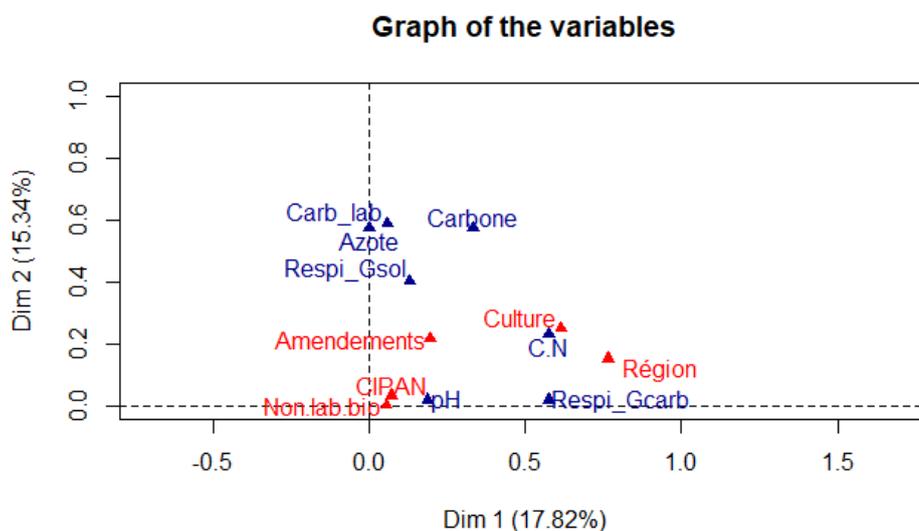


Figure 38 : Représentation des variables entre les dimensions 1 et 2 pour les trois fractions

Afin de pouvoir expliquer la respiration par gramme de carbone dans le sol et de déterminer le degré de corrélation entre les variables, la matrice de corrélation des variables est présentée au Tableau 10. Les facteurs les plus corrélés à la respiration par gramme de carbone sont le C/N et le carbone avec une corrélation de -0,64 et -0,59 respectivement.

Tableau 10 : Matrice de corrélation des variables pour les trois fractions

	Respi_Gsol	Respi_Gcarb	pH	Carbone	Azote	C.N	Carb_lab
Respi_Gsol	1.00000000	0.55888119	0.11773253	0.2917717	0.47132119	0.04826426	0.53845369
Respi_Gcarb	0.55888119	1.00000000	-0.05216477	-0.5953746	-0.24506313	-0.64025968	0.04095807
pH	0.11773253	-0.05216477	1.00000000	0.1608939	-0.03950028	0.28854996	-0.05722628
Carbone	0.29177167	-0.59537464	0.16089391	1.00000000	0.67520964	0.84892620	0.44718675
Azote	0.47132119	-0.24506313	-0.03950028	0.6752096	1.00000000	0.20754738	0.46977724
C.N	0.04826426	-0.64025968	0.28854996	0.8489262	0.20754738	1.00000000	0.25231107
Carb_lab	0.53845369	0.04095807	-0.05722628	0.4471867	0.46977724	0.25231107	1.00000000

Dans le but d'expliquer quels facteurs influencent significativement le plus la respiration pour les trois fractions, des Analyses de la Covariance (ANCOVA) ont été réalisées pour les facteurs quantitatifs tandis que des Analyses de la Variance (ANOVA) ont été réalisées pour les facteurs qualitatifs. Les conditions d'application ont été testées et sont respectées. Les résultats significatifs sont présentés dans le Tableau 11, les tests sont disponibles en Annexe 15.

Tableau 11 : Facteur influençant significativement la respiration dans les trois fractions

	Test	Facteurs	p-valeur	Degré de significativité
<b>Respiration par g de C dans le sol pour les 3 fractions</b>	ANOVA	Région	7,02*e-06	***
	ANCOVA	Carbone	5,23*e-07	***
		C/N	3,62*e-08	***

\* Facteur significatif \*\* Facteur hautement significatif \*\*\* Facteur très hautement significatif

La région impacte énormément la dynamique de respiration des fractions, tout comme le carbone et le C/N. L'influence des régions peut se traduire à travers les variations de C et C/N. En effet, les AV1 Région-Carbone et Région-C/N montrent que les régions impactent significativement les facteurs Carbone et C/N des échantillons des trois fractions (p-valeur = 2,52\*e-02 et 3,22\*e-05) (Annexe 15).

### D'où vient la différence de respiration entre les fractions ?

De nouveau des ACP mixtes ont été réalisées sur les mêmes facteurs impactant la respiration pour chacune des fractions afin de récolter le plus d'information possible. Les ACP mixtes pour les fractions BULK, >250 et <250 sont visibles en Annexe 16. Pour les trois fractions, les variables influençant le plus les deux premières composantes principales sont le carbone, l'azote, la région et le type de culture. Le but étant d'expliquer la respiration des fractions par gramme de carbone dans le sol, les matrices de corrélation entre la minéralisation de carbone et les facteurs ont été calculées et présentée aux Tableau 12, Tableau 13 et Tableau 14 respectivement pour le Bulk, >250 et <250. A nouveau, les facteurs les plus corrélés à la respiration par gramme de carbone sont le C/N, le carbone et l'azote.

Tableau 12 : Matrice de corrélation des variables pour le Bulk

	Respi_Gsol	Respi_Gcarb	pH	Carbone	Azote	C.N	Carb_Lab
Respi_Gsol	1.00000000	0.86525251	0.02568257	0.1635671	0.49361243	-0.3179289	0.6645904
Respi_Gcarb	0.86525251	1.00000000	-0.06299832	-0.3261271	0.07736323	-0.6664361	0.5516606
pH	0.02568257	-0.06299832	1.00000000	0.1231735	-0.03565022	0.3164165	-0.4633186
Carbone	0.16356715	-0.32612709	0.12317354	1.00000000	0.80463185	0.7366011	0.1322550
Azote	0.49361243	0.07736323	-0.03565022	0.8046319	1.00000000	0.2129880	0.4621550
C.N	-0.31792889	-0.66643611	0.31641645	0.7366011	0.21298802	1.00000000	-0.2996040
Carb_lab	0.66459036	0.55166058	-0.46331861	0.1322550	0.46215500	-0.2996040	1.00000000

Tableau 13 : Matrice de corrélation des variables pour la fraction >250

	Respi_Gsol	Respi_Gcarb	pH	Carbone	Azote	C.N	Carb_lab
Respi_Gsol	1.00000000	0.1610690	0.22472808	0.4011621	0.66522822	0.1506656	0.6447863
Respi_Gcarb	0.1610690	1.00000000	-0.21652086	-0.8233483	-0.32636528	-0.8666642	-0.1333092
pH	0.2247281	-0.2165209	1.00000000	0.3196127	0.05082665	0.4532609	0.2757499
Carbone	0.4011621	-0.8233483	0.31961267	1.00000000	0.67851768	0.8852244	0.5337198
Azote	0.6652282	-0.3263653	0.05082665	0.6785177	1.00000000	0.2787163	0.6409837
C.N	0.1506656	-0.8666642	0.45326091	0.8852244	0.27871626	1.00000000	0.3167422
Carb_lab	0.6447863	-0.1333092	0.27574986	0.5337198	0.64098367	0.3167422	1.00000000

Tableau 14 : Matrice de corrélation des variables pour la fraction <250

	Respi_Gsol	Respi_Gcarb	pH	Carbone	Azote	C.N	Carb_lab
Respi_Gsol	1.00000000	0.38094880	0.25845409	0.35928828	0.43811945	-0.19295233	0.49732719
Respi_Gcarb	0.3809488	1.00000000	0.14193287	-0.70226842	-0.57180834	-0.45183847	0.09666298
pH	0.2584541	0.14193287	1.00000000	-0.02408008	-0.11644442	0.30347256	-0.06350307
Carbone	0.3592883	-0.70226842	-0.02408008	1.00000000	0.93060309	0.31001454	0.19678504
Azote	0.4381195	-0.57180834	-0.11644442	0.93060309	1.00000000	-0.04170207	0.32186792
C.N	-0.1929523	-0.45183847	0.30347256	0.31001454	-0.04170207	1.00000000	-0.38769891
Carb_lab	0.4973272	0.09666298	-0.06350307	0.19678504	0.32186792	-0.38769891	1.00000000

Le Tableau 15 reprend les corrélations principales entre la respiration et les facteurs l'influençant pour chaque fraction. Dans les trois fractions, le carbone et le C/N sont corrélés au taux de respiration. La corrélation entre le carbone et la respiration a tendance à diminuer dans l'ordre >250, <250 et Bulk. A l'inverse, la concentration en carbone minéralisé en fonction de la part relative des fractions dans le sol suit la tendance opposée et augmente dans l'ordre >250, <250 et Bulk (Figure 37). Au plus il y a de carbone dans la fraction, au moins il est minéralisé. Le carbone ne semble pas proportionnellement respiré par rapport à la concentration de base dans les fractions.

Tableau 15 : Tableau des corrélations principales entre la respiration des fractions et les facteurs l'influençant

	Respiration par g de C dans le sol		
	BULK	>250	<250
<b>Carbone</b>	-0,32	-0,82	-0,7
<b>Azote</b>	/	-0,33	-0,57
<b>C/N</b>	-0,67	-0,87	-0,45
<b>Carbone labile</b>	0,55	/	/
<b>pH KCl</b>	/	-0,21	/

Dans le but d'expliquer quels facteurs influencent significativement le plus la respiration pour chaque fraction, des Analyses de la Covariance (ANCOVA) ont été réalisées pour les facteurs quantitatifs tandis que des Analyses de la Variance (ANOVA) ont été réalisées pour les facteurs qualitatifs. Les résultats significatifs sont présentés dans le Tableau 16, les tests sont disponibles en Annexe 17. Les conditions d'applications ont été testées et les jeux de données modifiés suivant une loi racinaire ou logarithmique lorsque l'égalité des variances n'était pas respecté.

Tableau 16 : Facteur influençant significativement la respiration des fractions

Fraction	Test	Facteur	p-val	Degré de significativité
BULK	ANCOVA	C/N	1,33*e-03	**
		Carbone labile	1,17*e-02	*
	ANOVA	Région	3,50*e-04	***
>250	ANCOVA	C/N	7,72*e-07	***
		Carbone	8,22*e-06	***
	ANOVA	Région	1,43*e-03	**
<250	ANCOVA	Carbone	5,56*e-04	***
		C/N	4,55*e-02	*
	ANOVA	Azote	8,44*e-03	**
	ANOVA	Région	1,60*e-02	*

\* Facteur significatif \*\* Facteur hautement significatif \*\*\* Facteur très hautement significatif

Le facteur carbone et C/N sont les plus significatifs ainsi que le facteur Région. Ceux-ci s'appliquent aux fractions Bulk, >250 et <250. En effet, le carbone est un des composants de la MO qui est à la base du processus de respiration des sols (Lehmann et al., 2015) tandis que le ratio C/N est considéré comme un excellent indicateur de l'activité minéralisatrice du sol (Tian et al., 2010; Li et al., 2016). De nouveau, l'impact des régions se traduit à travers les variations des facteurs significatifs des fractions. En effet, les AV1 Région-« facteur significatif des fractions » montre que les régions impactent significativement la valeur des moyennes des facteurs excepté pour la fraction >250. Les tests sont disponibles en Annexe 17.

Afin de chiffrer cette différence de carbone minéralisé, le taux de décomposition de la MO (k) a été modélisé pour les trois fractions. L'évolution du carbone minéralisé en fonction du temps est représentée aux Figure 39 et Figure 40 pour les fractions Bulk, >250 et <250 respectivement. Comme illustré à la Figure 36, les fractions les plus minéralisantes sont la <250, >250 puis Bulk dans l'ordre décroissant. La courbe représente le modèle de prédiction et est correctement ajustée aux valeurs relevées durant l'expérimentation.

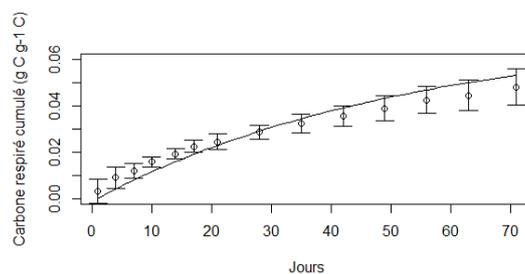
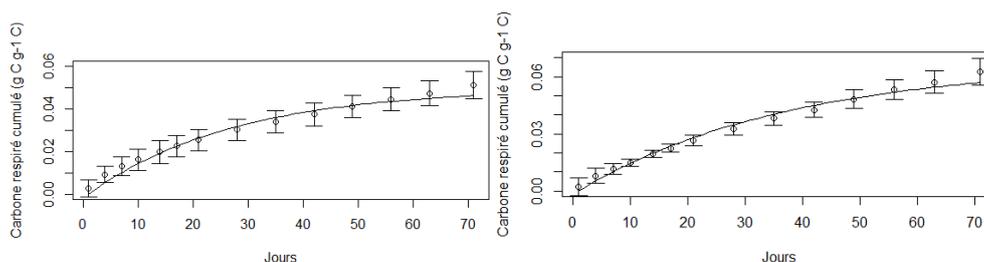


Figure 39 : Minéralisation du carbone dans la fraction Bulk et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l'algorithme Nelder-Mead dans SoilR



**Figure 40 : Minéralisation du carbone dans les fractions >250 et <250 et ajustement du modèle de prédiction suivant les paramètres optimisés par l’algorithme Nelder-Mead dans SoilR**

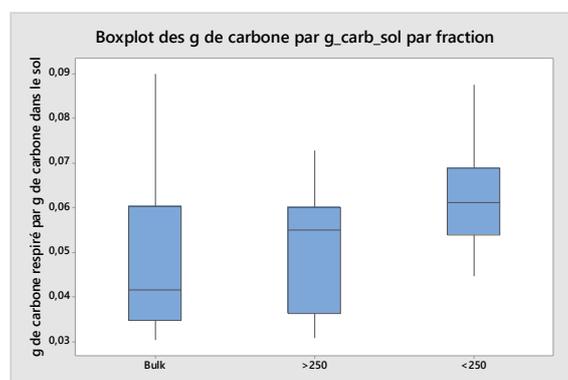
Le Tableau 17 reprend les taux de décompositions de la MO pour les trois fractions modélisées avec SoilR. Le modèle utilisé est basé sur l’utilisation de deux pools donnant lieu à deux taux de décomposition. Pour l’ensemble des trois fractions, les taux de minéralisation du pool de carbone à minéralisation rapide ( $k_1$ ) sont similaires. Néanmoins, la fraction >250 a un  $k_1$  plus élevé que les fractions <250 et Bulk. De plus, la fraction >250 a le plus faible taux de décomposition du pool de carbone à minéralisation lente ( $k_2$ ). La qualité et le stade de décomposition de la MO de la fraction >250 (macro-agrégats contenant plus de carbone labile) pourrait expliquer le fait qu’elle a le plus grand  $k_1$  mais le plus faible  $k_2$ . L’ensemble des paramètres modélisés pour les deux sols sont disponibles en Annexe 14.

**Tableau 17 : Taux de décompositions de la MO par jour pour les trois fractions**

Taux de décomposition par jour		
	$k_1$	$k_2$
<b>Bulk</b>	$1,89 \cdot 10^{-2}$	$9,67 \cdot 10^{-37}$
<b>&gt;250</b>	$3,76 \cdot 10^{-2}$	$3,16 \cdot 10^{-80}$
<b>&lt;250</b>	$2,70 \cdot 10^{-2}$	$1,76 \cdot 10^{-35}$

### 5.4.3. Comparaison de la respiration entre les sols

La variation de la respiration au sein des fractions est représentée dans le boxplot à la Figure 41. Au sein d’une fraction, les résultats semblent dispersés. Le coefficient de variation de minéralisation de carbone par fraction est élevé comparé à la moyenne. Ils représentent de 17 à 35% des moyennes (Annexe 18). La respiration entre les sols d’une même fraction est donc différente.



**Figure 41 : Distribution du carbone minéralisé par gramme de carbone dans le sol par fraction**

La Figure 42 compare les taux de respiration des 21 sols échantillonnés et permet de faire le lien entre la minéralisation du carbone des deux sous-fractions (>250 et <250). La droite séparant la figure en deux est la droite  $y=x$  et représente une production de carbone par  $g\_c\_sol$  équivalente dans les deux fractions.

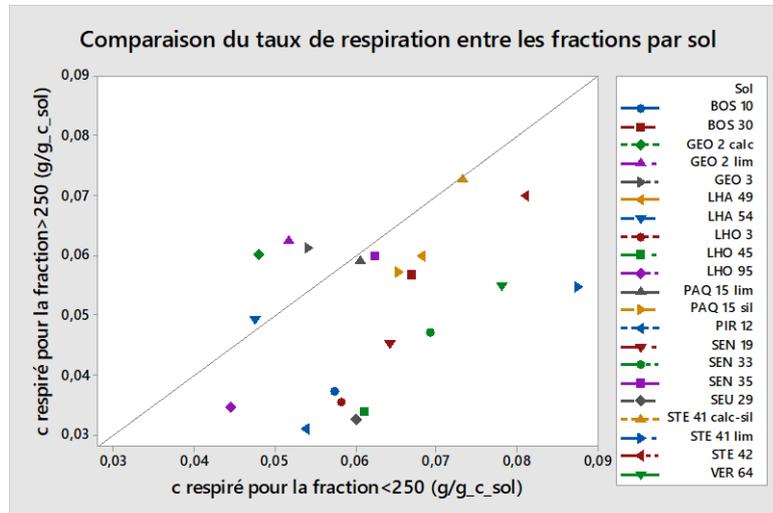


Figure 42 : Comparaison du taux de respirations des sols échantillonnés entre les fractions >250 et <250

L'ensemble des sols excepté le GEO 2 calc, LHA 54, GEO 2 lim et GEO 3 sont concentrés dans la zone où la minéralisation est plus grande pour la fraction <250 montrant l'importance de cette fraction au sein du processus de respiration. Ces 4 sols ont été échantillonnés en Famenne et ont été cultivés en céréales ou un mix fabacées-céréales. Les échantillons GEO proviennent de parcelles cultivées en agriculture Biologique. A nouveau, le facteur Région semble impacter le taux de respiration des fractions.

La classification des sols en fonction de la respiration des trois fractions est disponible à la Figure 43. Deux grands groupes se distinguent. Ces groupes serviront à la comparaison des sols selon différentes variables au Tableau 21. Néanmoins, les groupes selon la respiration des trois fractions sont semblables à ceux uniquement basés sur la respiration du Bulk (Figure 34).

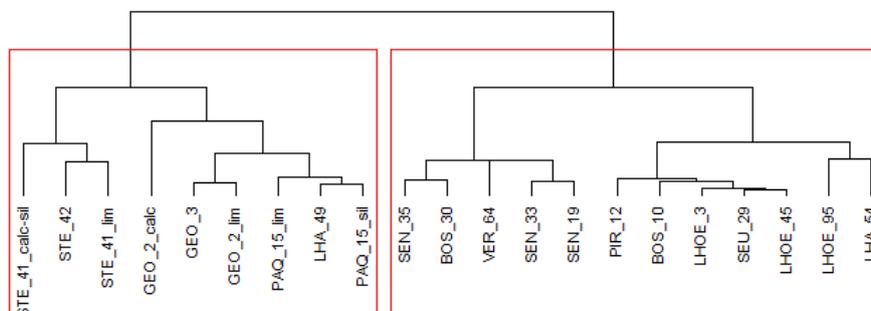


Figure 43 : Classification des sols en groupe selon la respiration des trois fractions

### Qu'en est-il des sols en non-labour ?

Une attention particulière a été portée aux sols cultivés en non-labour. En effet, il permet théoriquement de préserver et favoriser l'agrégation des particules au sein du sol (Kasper et al., 2009; Sheehy et al., 2015). De plus, de par la sauvegarde des agrégats, le non-labour tend dans certaines situations à favoriser le stockage de carbone (Paustian et al., 2000). Une concentration plus élevée en carbone est attendue dans les fractions des champs sous cet itinéraire technique. Comme indiqué dans le Tableau 1, les échantillons PIR12, BOS10, BOS30 et VER64 ont été pris dans des champs en non-labour. Les résultats du Tableau 4 ne montrent pas cette tendance et la concentration en carbone des champs en non-labour n'est pas systématiquement supérieure à la moyenne des concentrations en carbone des fractions (Figure 20 et Tableau 4). L'effet du non-labour est sans doute lissé par l'apport de carbone organique via différents intrants dans les autres champs. Il se peut aussi que l'échantillonnage se soit fait sur les 30 premiers cm et non les 10 premiers ou l'effet du non-labour est plus visible.

Le non-labour préserve potentiellement la structure du sol, ce qui peut influencer sa respiration. Néanmoins, la moyenne des taux de respiration des champs cultivés en non-labour est similaire voire plus faible que la moyenne de respiration des sols (Figure 44).

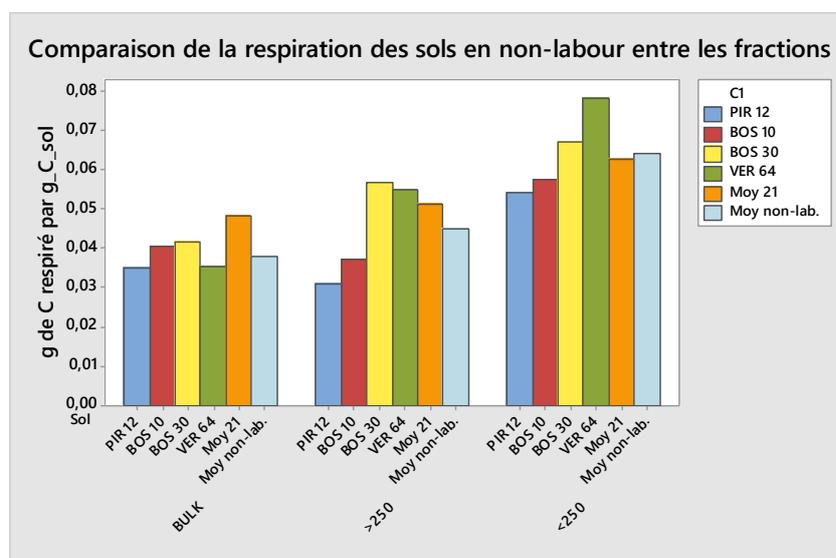


Figure 44 : Comparaison de la respiration des sols en non-labour entre les fractions

#### **5.4.4. Synthèse de la dynamique de respiration des sols**

L'analyse de la respiration sur l'ensemble des fractions ou par fraction nous enseigne que les facteurs influençant le plus le taux de respiration sont la concentration en carbone, le C/N mais surtout la région de provenance des échantillons.

En effet, de dernier semble jouer un rôle important dans la dynamique de respiration. Le climat entre les régions est similaire avec quelques spécificités près, comme discuté dans la première

section du Matériels et Méthodes. La différence de respiration entre les régions peut venir des caractéristiques physico-chimiques du sol tel que la concentration en carbone, en carbone labile et en azote comme discuté précédemment mais peut aussi venir du type de charge dans l'échantillon. Cette influence de la charge a été soulevée lors de la comparaison de la respiration des sols Bulk. Les sols GEO 2 calc et STE 41 calc-sil possèdent tous deux une charge calcaire et on atteint un taux de respiration plus élevé. La synthèse et la mise en lien des caractéristiques des sols avec la respiration est disponible au Tableau 21.

Toutes ces observations sur la respiration et la minéralisation du carbone doivent être reliées à la production de nitrate par le sol. Etant donné que la fraction <250 respire le plus, une production en nitrate supérieure aux autres fractions y est attendue. En effet, comme discuté dans l'état de l'art, le rejet de CO<sub>2</sub> par respiration des sols peut être positivement relié à la minéralisation d'azote par le sol.

## **5.5. Minéralisation de l'azote**

Après incubation et respiration des sols, la concentration en nitrate a été mesurée. Les résultats bruts sont présentés en Annexe 20. Les concentrations en nitrate des sols fractionnés à > et <250 n'ont pas été mesurées avant la phase d'incubation contrairement aux sols Bulk. Dans le Tableau 18, la colonne reprenant les résultats pour la fraction Bulk équivaut à la différence entre les nitrates post-incubation et pré-incubation tandis que les colonnes > et <250 reprennent uniquement les nitrates post-incubation. Néanmoins, les résultats sont comparables vu la faible proportion en nitrate avant incubation. En effet, les nitrates présents dans les échantillons Bulk pré-incubation représentent uniquement 7% en moyenne de la production finale de nitrate. Dans le Tableau 18, les résultats sont exprimés en mg par g d'azote total dans le sol avant incubation.

Etant donné que des répétitions analytiques n'ont pas pu être effectuées sur l'entièreté des échantillons, le choix a été fait de tester la variabilité des valeurs de concentration en nitrate sur trois échantillons au hasard dans les différentes fractions. Le PAQ 15 lim fraction Bulk a un coefficient de variation de 19,6% (43,5±8,5), le LHA 49 fraction >250 de 77,1% (0,7±0,5) et le STE 41 calc-sil fraction <250 atteint 24,34% (62,0±15,1). Le coefficient de variation pour la fraction >250 est élevé, mais le test s'est effectué sur un échantillon très peu concentré le rendant extrêmement sensible. Les variations des résultats des deux autres fractions quant à eux sont beaucoup plus faibles. Le coefficient de variation pour des analyses de la concentration en nitrate effectuées sur des échantillons différents est souvent de l'ordre de plus de 40% (Destain et al., n.d.). Les conditions de notre expérience d'incubation ne sont pas exactement similaires à celles de cette étude mais soulignent néanmoins la variabilité des résultats de concentration d'azote nitrique entre les échantillons.

Tableau 18 : Concentration en nitrate dans les sols après incubation

	Concentration en nitrate post-incubation (mgN_NO3/g N)		
	Bulk	>250	<250
SEN 33	46,7	42,9	65,3
SEN 35	41,0	46,0	48,9
SEN 19	47,6	47,7	64,2
PIR 12	43,2	43,9	43,1
SEU 29	37,7	21,9	44,3
LHO 45	46,9	2,7	5,9
LHO 3	35,2	17,0	10,0
LHO 95	35,3	3,0	4,3
GEO 3	63,3	1,7	1,3
GEO 2 lim	46,1	0,1	0,7
GEO 2 calc	41,1	1,6	1,5
LHA 49	48,4	0,7 ± 0,5	0,4
LHA 54	42,2	0,7	0,9
PAQ 15 lim	43,5 ± 8,5	0,3	0,3
PAQ 15 sil	46,2	1,1	0,7
BOS 10	22,7	3,9	0,9
BOS 30	41,5	4,9	14,6
VER 64	34,7	0,2	0,5
STE 42	55,3	1,9	4,3
STE 41 lim	45,0	2,7	1,4
STE 41 calc-sil	48,5	50,6	62,0 ± 15,1

### 5.5.1. Comparaison de la minéralisation d'azote au sein du Bulk

La moyenne de minéralisation de l'azote des sols BULK est de 43,4±8,2 mg/g pour un coefficient de variation de 18,8% (Annexe 20). Les sols GEO 3 et BOS 10 se démarquent par leur taux de minéralisation respectivement élevé et faible (Figure 45). Aucune caractéristique des parcelles représenté au Tableau 1 ne permet la distinction de ces deux sols.

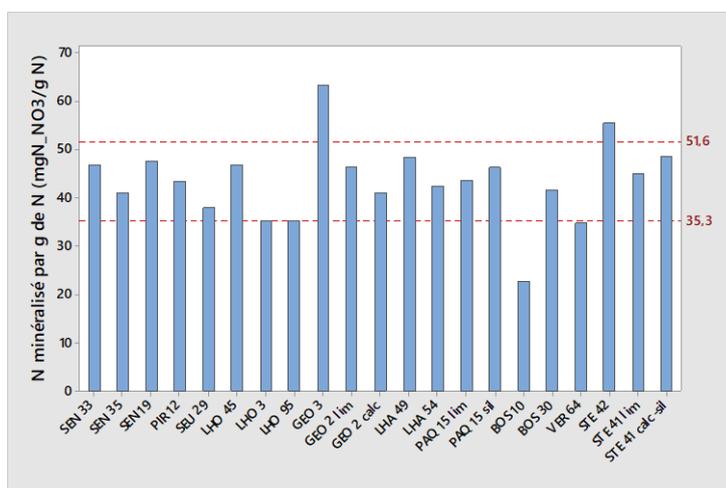


Figure 45 : Azote minéralisé (mg/g) lors de l'incubation pour sols Bulk

Une classification des sols suivant le taux de minéralisation d'azote nitrique des échantillons BULK a été réalisée (Figure 34). Trois grands groupes se distinguent. Ces groupes serviront à la comparaison des sols selon différentes variables au Tableau 21.

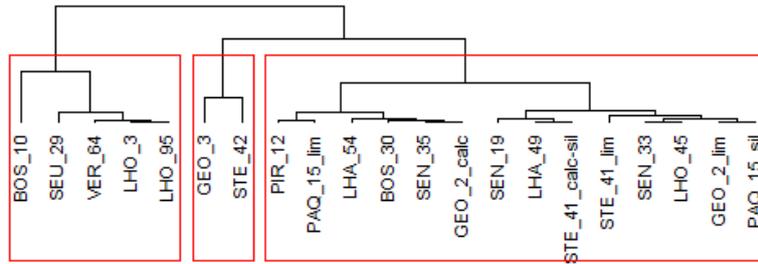


Figure 46 : Dendrogramme de classification des sols en fonction du taux de minéralisation d'azote du BULK

### 5.5.2. Comparaison de la minéralisation d'azote entre les fractions

Les taux de minéralisation de l'azote entre les fractions ne sont pas les mêmes. En comparant les moyennes à la Figure 47, il s'avère que la fraction Bulk a produit davantage de nitrate (43,4 mg/g N) que les deux autres fractions (14,1 et 17,9 mg/g N). Si les concentrations avaient été exprimées en mg/g de matière sèche, les conclusions auraient été similaires. La fraction <250 a en revanche plus minéralisé que la fraction >250, cette observation va dans le même sens que celle faite par Cai et al., (2016). Néanmoins, la différence de minéralisation entre les deux sous-fractions n'est pas celle obtenue dans cette même étude. L'influence de la respiration plus élevée dans la fraction <250 ne se fait pas proportionnellement ressentir sur le taux de nitrate post-incubation. De plus, la variation de l'intervalle autour des moyennes des sous-fractions est élevé ( $\pm 8,8$  pour la fraction >250 et  $\pm 11,2$  pour la fraction <250).

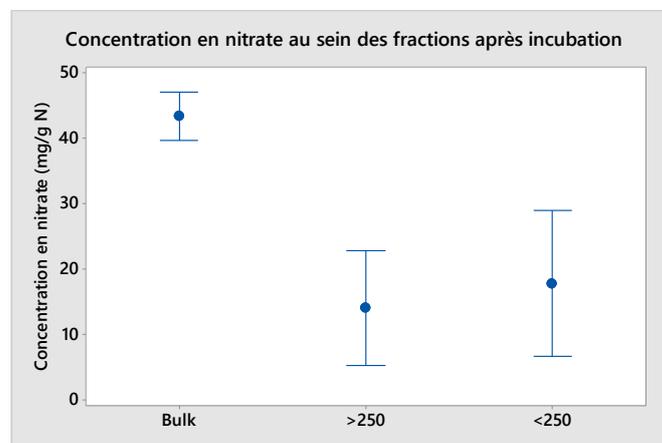


Figure 47 : Comparaisons des moyennes en nitrate entre les fractions après incubation

La Figure 48 permet de mettre en relation la respiration des sols dans les différentes fractions avec le taux de nitrate minéralisé. Une première observation peut être faite quant à la variation du carbone respiré pour un taux de nitrate minéralisé. Au sein des fractions, les sols ont minéralisé du carbone pour des gammes de valeurs variant fortement. Cependant, la quantité de nitrate produite pour ces larges gammes de carbone minéralisé ne varie pas ou peu. En d'autres mots, une forte minéralisation de carbone n'engendre pas une réponse positive lors de la minéralisation de l'azote. Ces sols sont repris dans la zone de gauche à la Figure 48.

De plus, l'ensemble des sols de fraction Bulk ont un taux d'azote minéralisé plus élevé pour la même quantité de carbone minéralisé que les sous-fractions > et <250 (zone de droite à la Figure 48). En effet, malgré la respiration des sols, la majorité des échantillons fractionnés à > et <250 ont minéralisé très peu d'azote (moins de 10 mg/g\_N\_sol). Cette dynamique ne suit absolument pas celle de la fraction Bulk. De plus, certains sols Bulk ont produit de l'azote sans pour autant minéraliser de carbone (zone droite basse à la Figure 48).

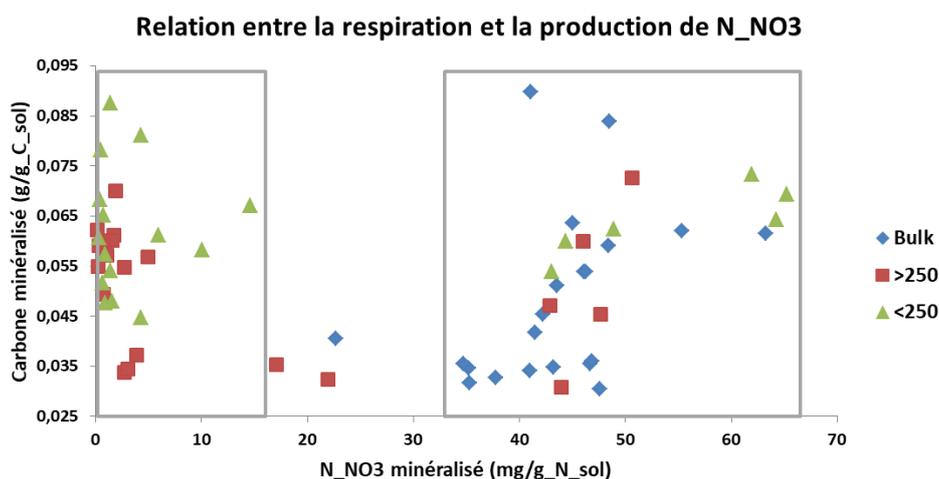


Figure 48 : Relation entre la respiration et la production de nitrate pour les sols des 3 fractions

Au vu de ces deux observations, la question se pose quant à la corrélation entre la respiration et la minéralisation d'azote par les sols. Comme discuté dans l'état de l'art, les scientifiques ne sont pas d'accord pour affirmer que le taux de respiration des sols est positivement lié au taux de production de nitrate dans les sols (Song et al., 2011).

La corrélation a été calculée entre la respiration des fractions et la production de nitrate. Seul le taux de respiration de la fraction Bulk est positivement corrélé avec la production de nitrate s'y rapportant. La p-valeur est de 0,012 signifiant une corrélation significative. Les résultats de l'analyse sont disponibles en Annexe 21. La respiration et le taux de minéralisation de nitrate des fractions > et <250 ne sont donc pas significativement corrélés comme illustré à la Figure 48.

Les fractions >250 et <250 semblent suivre leur propre dynamique comparé à la fraction Bulk et tendent à se séparer en deux groupes. Cette classification est visible en Figure 49.

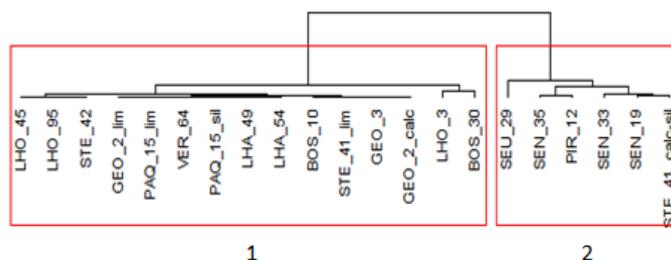


Figure 49 : Classification des sols en groupe selon la minéralisation de nitrate des fractions >250 et <250

Si l'on s'attarde sur les fractions  $>$  et  $<250$ , la Figure 50 montre qu'elles n'ont peu ou pas minéralisé d'azote pour la majorité des sols, seuls quelques 'uns se démarquent (SEN 19, SEN 33, SEN 35, SEU 29 et STE 41 calc-sil). Ceux-ci correspondent en tout point au groupe 2 de la classification de la Figure 49. Les autres points du graphique correspondant au groupe 1 de la classification. Ceux-ci ont minéralisé beaucoup moins d'azote et ce, dans les fractions  $>250$  et  $<250$  (2,83 et 3,17 mg/g N en moyenne respectivement).

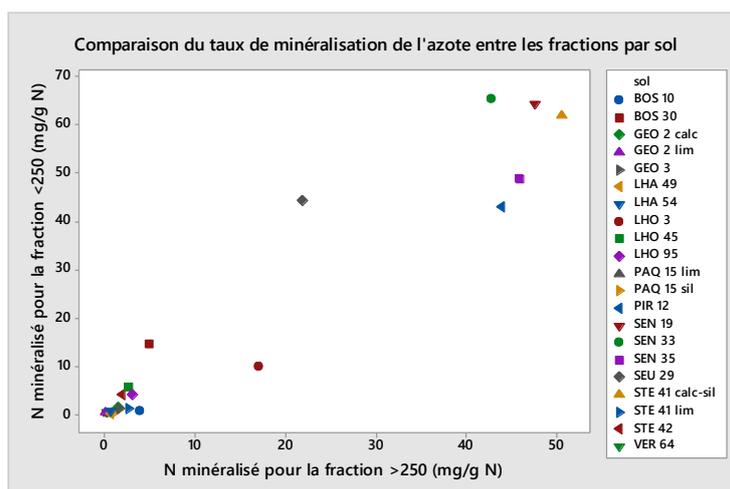


Figure 50 : Comparaison du taux de minéralisation entre les fractions par sol

Une explication quant au fait de l'absence de minéralisation pour la majorité des échantillons sous-fractionnés est la lixiviation de l'azote. En effet, durant le processus de tamisage, le sol est trempé et agité dans l'eau. Cette manipulation peut lixivier l'azote minéral présent dans le sol ce qui impacte le fonctionnement des micro-organismes. Si la MO à minéraliser n'est pas assez riche en azote, les micro-organismes vont puiser une partie du stock d'azote dans le sol afin de pouvoir travailler correctement. Si le stock est amoindri dû à une lixiviation d'azote, les micro-organismes peuvent ne pas en avoir assez et ne pas commencer la minéralisation de l'azote. Cependant, les analyses de sol post-fractionnement montrent des taux d'azote amplement suffisants dans les fractions  $>250$  et  $<250$  (Tableau 4).

Afin de pouvoir expliquer la minéralisation de l'azote dans les fractions et de déterminer le degré de corrélation entre les variables des trois fractions ainsi que pour chaque fraction indépendamment les unes des autres, la matrice de corrélation entre les variables a été calculée et présentée au Tableau 19. De manière générale, le facteur azote est fortement corrélé (minimum 0,38) avec le taux de nitrate final.

Tableau 19 : Matrice de corrélation de la variable nitrate avec les autres variables pour les fractions

	Bulk	>250	<250	Mix
	Nitrate	Nitrate	Nitrate	Nitrate
Nitrate	1.00000000	1.00000000	1.00000000	1.00000000
Respi_Gsol	0.02972507	-0.06520299	-0.3039425	-0.244729542
Respi_Gcarb	0.37874644	-0.10563777	0.1943768	-0.041259075
pH	-0.12830403	0.33972665	0.3097249	0.192444320
Carbone	-0.62879409	0.02818423	-0.4664092	-0.200031431
Azote	-0.37465098	-0.38973772	-0.5374922	-0.388203838
C.N	-0.64503905	0.30346341	0.1037255	0.008007462
carb_lab	-0.05860387	-0.29074246	-0.3964534	-0.230171876

Dans le but de déterminer quels facteurs influencent significativement la minéralisation d'azote dans les trois fractions mais aussi pour chacune des fractions, des Analyses de la Covariance (ANCOVA) ont été réalisées pour les facteurs quantitatifs concentration en carbone, azote, C/N, pH KCl, carbone labile) tandis que des Analyses de la Variance (ANOVA) ont été réalisées pour les facteurs qualitatifs (la présence d'amendements, la culture d'une CIPAN, l'itinéraire technique bio ou non-labour, la région, le type de culture et l'ancien statut APL). Les fractions ainsi que la p-valeur et le degré de significativité des facteurs explicatifs sont repris dans le Tableau 20 et les tests sont disponibles en Annexe 22. Les conditions d'application ont été testées et les jeux de données modifiés suivant une loi racinaire ou logarithmique lorsque l'égalité des variances n'était pas respectée. Si malgré les changements effectués les CA n'étaient pas respectées, il a été décidé de poursuivre les tests étant donné que le nombre d'échantillons par fraction est élevé (21).

Tableau 20 : Facteur influençant significativement la minéralisation d'azote dans les fractions

	Fraction	Test	Facteur	p-val	Degré de significativité
Minéralisation d'azote	Bulk	ANCOVA	Carbone	2,98*e-03	**
			C/N	2,13*e-03	**
		ANOVA	Région	4,52*e-02	*
	>250	ANCOVA	/	/	/
		ANOVA	/	/	/
	<250	ANOVA	Carbone	3,82*e-02	*
			Azote	1,45*e-02	*
		ANOVA	/	/	/
	Mix	ANCOVA	Azote	2,19*e-03	**
			Amendement	4,78*e-02	*
ANOVA		Statut	8,39*e-03	**	
			Région	4,03*e-02	*

\* Facteur significatif \*\* Facteur hautement significatif \*\*\* Facteur très hautement significatif / Absence de significativité

Comme le montre le Tableau 20, plusieurs facteurs sont significativement corrélés à la minéralisation d'azote tel que la région d'échantillonnage, le carbone, l'azote et le C/N. Ces trois derniers facteurs impactent la qualité de la MO, la minéralisation est en partie régulée par la qualité de celle-ci (Cai et al., 2016). Un fait à souligner est l'absence de facteur (qualitatif ou quantitatif) expliquant la minéralisation de l'azote au sein de la fraction >250. La minéralisation de l'azote est généralement sensible aux variations de pH (Kemmitt et al., 2006) mais ce paramètre n'explique pas l'absence de minéralisation dans les fractions. Il en va de même pour la concentration en carbone

labile, la culture d'une CIPAN et l'itinéraire technique Biologique ou non-labour. En ce qui concerne le mix des trois fractions, le facteur « Statut » est significativement corrélé à la minéralisation d'azote. Ce facteur représente le fait que les APL de l'année d'avant soient dans des gammes raisonnables.

La classification des sols en fonction des trois fractions est disponible à la Figure 51. Deux grands groupes se distinguent. Ces groupes serviront à la comparaison des sols selon différentes variables au Tableau 21. Les groupes selon la minéralisation d'azote des trois fractions sont semblables en tous points à ceux uniquement basés sur la minéralisation d'azote des fractions >250 et <250 (Figure 49). De plus, l'ensemble des sols classés en APL non-conformes sont dans le groupe des sols minéralisant le plus faible taux d'azote. Cette corrélation sera discutée dans le point suivant.

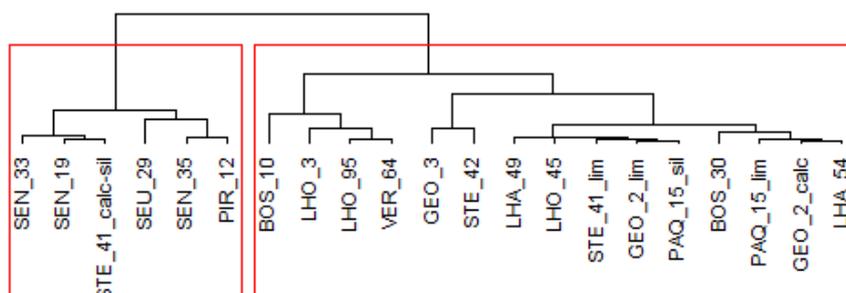


Figure 51 : Classification des sols en groupe selon la minéralisation de nitrate des trois fractions

### **5.5.3. Synthèse de la dynamique de minéralisation de l'azote en lien avec la respiration et la concentration en C et N dans les fractions**

La minéralisation de l'azote ne s'est pas déroulée de façon similaire selon les fractions. En effet, la fraction Bulk a minéralisé en moyenne une quantité supérieure d'azote aux fractions >250 et <250. Pour ces deux fractions, l'évolution du taux de respiration des sols ne concorde pas avec celui de la minéralisation d'azote. Les paramètres influençant la minéralisation de l'azote entre les fractions ne sont pas les mêmes. Néanmoins le facteur carbone impacte généralement le plus la dynamique de minéralisation.

Le Tableau 21 reprend l'ensemble des classifications pour le Bulk ou le mix des fractions pour les paramètres C et N, le statut APL, la région, la respiration et la minéralisation d'azote. Un groupe semble se détacher composé des sols SEN 33, SEN 19, SEN 35, PIR 12 et SEU 29 et correspond au groupe ayant correctement minéralisé l'azote dans les fractions > et <250 (Figure 49). Ces sols sont classés dans les même groupe en ce qui concerne la concentration en carbone et azote de base mais aussi pour la respiration et ce pour le mix des trois fractions et pour le Bulk. Le statut APL conforme ou non-conforme ne permet pas de faire la séparation entre ces sols et le restant des sols étant donné que des sols en APL conformes se retrouvent dans l'autre groupe. L'ensemble des sols de ce groupe vient de Hesbaye mais d'autres sols n'appartenant pas à ce groupe sont originaires de la même région.

Tableau 21 : Tableau récapitulatif des classifications des sols entre les fractions pour différentes variables

	Statut APL	Région	C et N		Respiration		Minéralisation NO3	
			Bulk	Fractions	Bulk	Fractions	Bulk	Fractions
SEN 33	Conforme	Hesbaye	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
SEN 35	Conforme	Hesbaye	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
SEN 19	Conforme	Hesbaye	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
PIR 12	Conforme	Hesbaye	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
SEU 29	Conforme	Hesbaye	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
GEO 3	Conforme	Famenne	Vert	Vert	Vert	Vert	Bleu	Vert
PAQ 15 lim	Conforme	Condroz	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
PAQ 15 sil	Conforme	Condroz	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
VER 64	Conforme	Condroz	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
STE 42	Conforme	Condroz	Orange	Orange	Vert	Vert	Bleu	Vert
STE 41 lim	Conforme	Condroz	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
STE 41 calc-sil	Conforme	Condroz	Orange	Orange	Orange	Vert	Vert	Orange
BOS 10	Non-conforme	Hennuyère	Bleu	Bleu	Vert	Vert	Vert	Vert
BOS 30	Non-conforme	Hennuyère	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
LHO 45	Non-conforme	Hesbaye	Bleu	Bleu	Vert	Vert	Vert	Vert
LHO 3	Non-conforme	Hesbaye	Bleu	Bleu	Vert	Vert	Vert	Vert
LHO 95	Non-conforme	Hesbaye	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
GEO 2 lim	Non-conforme	Famenne	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
GEO 2 calc	Non-conforme	Famenne	Bleu	Bleu	Orange	Vert	Vert	Vert
LHA 54	Non-conforme	Famenne	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert
LHA 49	/	Famenne	Orange	Orange	Vert	Vert	Vert	Vert

Si l'on se concentre sur la respiration des fractions, il est remarquable que les sols sont classés dans les mêmes groupes peu importe que la classification soit effectuée sur la respiration du Bulk ou des trois fractions. La respiration entre les fractions est différente mais la dynamique et la variation de respiration entre les sols des fractions restent semblables puisque les groupes ne varient pas. En ce qui concerne la concentration C et N pré-incubation, les groupes selon la fraction Bulk ou les trois fractions sont beaucoup plus mélangés excepté pour les sols aux valeurs éloignées de la moyenne (orange et bleue). Ceux-ci ont des concentrations en C et N plus faibles ou plus élevées que les autres sols et ce, dans les trois fractions. Enfin, il est difficile d'expliquer ou de tirer une tendance en ce qui concerne la minéralisation de l'azote, les groupes formés par les autres facteurs ne sont pas semblables à ceux de la minéralisation d'azote.

## 5.6. Les effets de minéralisation à travers les sols et les fractions

Malgré la respiration des sous-fractions, une très faible voire absente minéralisation de nitrate est visible dans les sous-fractions. De plus, certaines sous-fractions minéralisent de l'azote alors que d'autres non (Figure 48). Plusieurs hypothèses ont été posées afin de répondre à ces observations.

### 5.6.1. D'où vient la diminution de minéralisation d'azote sur les sols en APL excessif ?

Plusieurs hypothèses ont été testées afin d'expliquer le fait que les fractions de certains sols n'ont pas minéralisé de nitrates alors que ces mêmes fractions ont minéralisé énormément de nitrate lors de la saison culturale précédente.

Il s'avère que le groupe de sol minéralisant moins de nitrate dans les trois fractions et plus spécialement dans les deux sous-fractions coïncide avec le groupe de sol en APL excessif lors des

derniers contrôles. L'hypothèse était que les pratiques agricoles ont été ajustées et la quantité de MO a été réduite induisant une diminution de la production de nitrate. Néanmoins, cette hypothèse n'est pas vérifiée dans ce cas-ci, car l'échantillonnage des sols s'est déroulé avant la période de travail des parcelles. Aucun changement de pratique culturale n'a pu être effectué entre l'établissement des APL en décembre et l'échantillonnage.

Une autre hypothèse consiste en un « retard » de la minéralisation de la MO dû à la sécheresse. En effet, l'année 2018 a été une année classée comme exceptionnelle du point de vue de la température et des précipitations comme visible en haut à gauche à la Figure 52 (Institut Royal Météorologique de Belgique, 2019). Sur les sols où de la MO a été appliquée durant l'été, la décomposition ne s'est pas déroulée de manière optimale dus aux facteurs abiotiques (température et humidité des sols). Le retour de l'humidité et de température moins élevées en fin d'année favorise la minéralisation de l'azote de la MO non dégradée.

L'azote et les nitrates fraîchement minéralisés restent dans le sol étant donné que les cultures ont déjà été exportées. Cette minéralisation tardive expliquerait les APL excessif en fin de saison et l'absence de nitrate post incubation étant donné que le stock d'azote labile n'a pas eu le temps de se reconstituer. En effet, après minéralisation en fin de saison de cet azote présent dans la MO d'été, aucun apport de MO n'a été effectué. Néanmoins, la corrélation entre les sols ayant reçu de la MO en milieu d'année 2018 et l'absence de nitrate dans les sous-fractions n'est pas significative. Les analyses sont disponibles en Annexe 23.

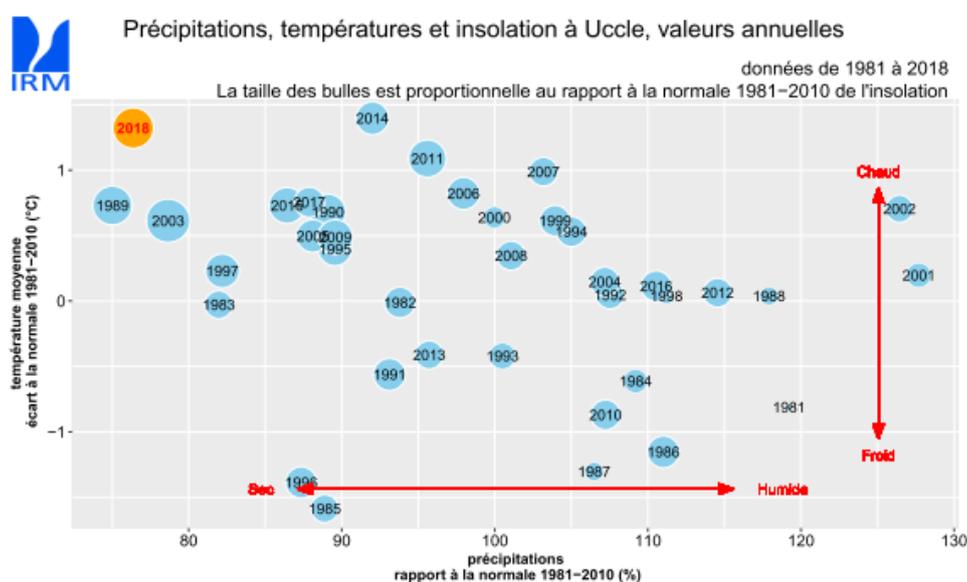


Figure 52: Comparaison de l'année 2018 avec les données depuis 1981

Cependant, l'ensemble de ces hypothèses n'expliquent pas l'écart de minéralisation entre la fraction Bulk et les sous-fractions d'un même sol.

### **5.6.2. D'où vient la différence de minéralisation de l'azote entre le Bulk et les sous-fractions ?**

Trois hypothèses ont été retenues pour expliquer la différence de minéralisation d'azote post incubation entre le Bulk et les fractions >250 et <250 (Figure 48).

La première est le lessivage de l'azote minéral lors du fractionnement. Afin d'obtenir les deux sous-fractions, une partie de l'échantillon Bulk a été tamisée et immergée dans l'eau. Les sous-fractions ont donc été abondamment trempées dans l'eau et sont restées 48h dans le bain le temps de l'évaporation de l'eau. Cette stagnation et ces mouvements d'eau appliqués sur les agrégats des sous fractions ont favorisé la lixiviation de l'azote le plus labile (Di et al., 2002). Néanmoins, des analyses de concentration d'azote total sur les fractions après fractionnement montrent une quantité considérable d'azote dans celle-ci. Cette présence d'azote est expliquée par le fait que le pool d'azote stabilisé dans les agrégats n'a pas été lixivié tandis que le pool labile s'est vu affecté. La séparation de ces deux pools d'azote peut d'ailleurs se faire par lixiviation (Kaye et al., 2002). L'azote restant dans les fractions est stable et protégé, l'effet minéralisation d'azote est donc diminué. Néanmoins, la technique du fractionnement à l'eau en fonction de la taille des particules reste la plus adaptée à l'étude de la matière organique particulaire. Des recherches mettent en avant que la dynamique de l'azote minéralisé ne peut pas être entièrement comprise lorsque le fractionnement se limite à une étape de la procédure (Moni et al., 2012). Une compréhension plus fine est possible grâce aux fractionnements de la MO en de plus nombreux pools.

La deuxième hypothèse repose sur la dénitrification des fractions. En temps normal et en milieu aérobie, les micro-organismes responsables de la respiration utilisent l'oxygène présent dans le milieu interstitiel du sol comme accepteur d'électron (Robertson et al., 2015). Cependant, lors du tamisage, les sous-fractions ont été immergées dans l'eau pendant 48h, les isolants totalement de l'oxygène. Le milieu anaérobie a privé les bactéries mais aussi certains champignons de l'oxygène nécessaire au relargage des électrons (Weil et al., 2017). Afin de pallier ce manque, ces micro-organismes utilisent les nitrates comme accepteur d'électron. Ce processus altère les nitrates en azote atmosphérique en enlevant le pool de nitrate de base dans les fractions. Ce phénomène est connu dans les milieux soumis à ces contraintes (rizière, sol inondé) et une partie voire la totalité des nitrates produits dans des conditions « sèches » sont dégradés (Robertson et al., 2015).

A cela s'ajoute la saturation du milieu en CO<sub>2</sub>. L'expérience de respiration s'est faite en milieu fermé où les micro-organismes minéralisent le carbone et dégagent du CO<sub>2</sub>. Néanmoins, pour que la dénitrification s'enclenche, le milieu doit contenir moins de 10% d'oxygène. Un autre facteur est le pH, des sols trop acides (5-6) inhibent la dénitrification (Weil et al., 2017). L'ensemble des sols possède un pH KCl entre 6 et 7 et ne défavorise pas le processus.

La troisième hypothèse se réfère à la température de séchage des fractions lors du fractionnement. Le séchage et l'évaporation du bain contenant les fractions s'est effectué à 60°C. Or les enzymes produites par les micro-organismes servant au processus de respiration et de minéralisation d'azote sont dégradées et dénaturées à partir de 50°C et inactivées entre 65-70°C (Buysse et al., 2010; Kumari et al., 2018). Il est possible que les enzymes présentes dans les fractions aient totalement été dégradées et que les micro-organismes n'aient pas su rétablir le pool d'enzymes dans les sous-fractions, ce qui impacte la minéralisation. De plus, les variations de température dans les sols impactent la composition du cortège microbien (Mason et al., 1986). Cependant, les micro-organismes selon leurs groupes et caractéristiques, n'ont pas la même sensibilité à la chaleur (DeBano, 1991).

Afin de stériliser un sol et de tuer les micro-organismes par autoclave (eau et chaleur), il est recommandé d'exposer les sols à une température de 120°C et 200°C lorsqu'il s'agit d'une stérilisation par chaleur sèche (Trevors, 1996). A ces températures, les spores sont détruites (Russell, 2003). Ces températures n'ayant pas été atteintes, l'ensemble des micro-organismes n'ont pas été dégradés mais leurs produits d'activité bien. Néanmoins, une partie a pu être dégradée. En effet, l'addition du facteur humidité et chaleur dans les sols fait baisser la température de dégradation des micro-organismes (DeBano, 1991). Dunn et al., 1985 montrent que pour le même sol soumis à une température de 70°C, le taux de mortalité des bactéries hétérotrophes et des champignons varie de 95% à 5% lorsque l'humidité du sol passe de 10% à 3%.

Ces paramètres ne sont pas les mêmes que lors du fractionnement mais cela illustre les effets sur les micro-organismes de la chaleur et de l'humidité combinés (Russell, 2003). Ces aspects de dénaturation des bactéries nitrifiantes au sein des fractions dues aux variations d'humidité et à la chaleur sont hautement importants étant donné que ce groupe de bactéries est sensible aux perturbations (Powelson, 1975). Par exemple, les *Nitrobacter sp.* ne survivent pas à une température excédant les 50°C (Techne, 2017). Cependant, la nitrification s'opère aussi via d'autres bactéries et champignons. La différence entre la minéralisation d'azote de la fraction Bulk comparé aux fractions > et <250 provient donc manifestement de cette différence d'exposition à une température élevée et à une immersion dans l'eau pendant 48h. Néanmoins, la différence de minéralisation entre les sous-fractions et le Bulk n'est pas systématique. Certaines sous-fractions minéralisent de l'azote à hauteur du Bulk (Figure 48).

Ces trois hypothèses permettent donc d'expliquer pourquoi les sous-fractions ont correctement respiré sans pour autant qu'il n'y ait eu de minéralisation de nitrate (Figure 48). Le pool de base de nitrate et d'azote labile a été dénitrifié ou lixivié et les micro-organismes efficaces dans la minéralisation de l'azote ont été affaiblis ou détruits.

### **5.6.3. D'où vient la différence de minéralisation de l'azote à travers les sous-fractions ?**

Une question persiste quant au fait que certaines sous fractions de sols ont tout de même réussi à minéraliser de l'azote. Ces sols sont repris dans le groupe 2 à la Figure 49. Afin de comprendre cette différence, de nombreux paramètres ont été croisés afin de trouver une séparation entre les deux groupes, l'un ayant des sous-fractions concentrées en nitrate, l'autre non.

Etant donné que les sols du groupe ayant minéralisés au sein des fractions > et <250 (groupe 2) ont subi le même traitement que ceux n'ayant pas minéralisés dans les fractions > et <250 (groupe1), la différence de concentration de nitrate peut venir de la population des micro-organismes dans les différents sols. Comme expliqué plus haut, les effets de la température et de l'humidité ne sont pas les mêmes suivants la composition du cortège microbien. Si la population des micro-organismes du groupe 2 n'a pas la même diversité ou composition que le groupe 1, il se peut que ceux-ci n'aient pas réagi de la même façon face à ses traitements.

Les paramètres caractéristiques des deux groupes ont été analysés. Qu'il s'agisse de l'itinéraire technique, de la culture précédente, de la présence d'une CIPAN ou que le champ soit en culture Biologique, tous ces paramètres ne permettent pas la séparation en deux groupes et se retrouvent mélangés. La seule différence se situe au niveau des régions agronomiques de prélèvement et de la pédologie des lieux d'échantillonnage. En effet, les sols du groupe deux proviennent de Hesbaye et sont composés d'Aba et Abp uniquement, excepté le sol STE 41 calc-sil qui se trouve dans le Condroz et est composé de GbBk et GbBt (Tableau 1).

L'hypothèse posée afin d'expliquer la différence entre les deux groupes est que les caractéristiques pédologiques entre les sites de prélèvement des groupes influencent la composition de la population microbienne du sol. Une étude montre que le contexte pédologique pourrait influencer les propriétés physiques et chimiques du sol, ce qui impactera directement la diversité de la population microbienne du sol (bactéries et champignons) (Uroz et al., 2015; Degruene et al., 2019). Etant donné que les échantillons sont de type limoneux agricole (sol brun) pour les 21 sols, la différence des populations microbiennes pourrait potentiellement venir de l'influence de la géologie qui impacterait les caractéristiques des sols (charge de nature différente, gleyification), elle-même influençant hypothétiquement la diversité microbienne.

Dans le cas de cette étude, les sols proviennent de quatre grandes régions agricoles aux géologies différentes. La Hesbaye-sèche caractérisée par un sous-sol composé de loess sans couche calcaire, le Condroz dont le sous-sol alterne entre schistes gréseux et calcaire, la Famenne avec les schistes du Dévonien et le plateau Hennuyer composé d'un sous-sol de loess argileux (Maréchal et al., 1974; SPW-DGO3, 2019). Afin de comparer la production de nitrate sur base des régions agricoles, les sols ont été classés en fonction de leur réponse en nitrate (existante ou inexistante) avec comme

seuil la valeur de production de 2,9 mg/g N dans le sol. Cette valeur est la médiane de la minéralisation d'azote des fractions >250 et <250. Le lien a été fait avec la région agricole et le type de sol. Cette classification est disponible au Tableau 22.

Tableau 22 : Classification des sols en fonction de la production seuil de nitrate (2,9 mg/g N)

Nitrate > 2,9 mg/g N			Nitrate < 2,9 mg/g N		
Région	Nom	Type de sol majoritaire dans l'échantillon	Région	Nom	Type de sol majoritaire dans l'échantillon
Hesbaye	SEN 33	Aba	Famenne	GEO 3	Abp/Gbb
	SEN 35	Aba		GEO 2 lim	Aba
	SEN 19	Aba		GEO 2 calc	Gbbk
	SEU 29	Aba		LHA 49	Aba
	PIR 12	Aba		LHA 54	Aba
	LHO 3	AbB	Condroz	PAQ 15 lim	Aba/GbBk
	LHO 45	Aba		PAQ 15 sil	wGbax
LHO 95	Aba	VER 64		GbBfp	
Plateau	BOS 10	Aba	STE 41 lim	Aba	
Hennuyer	BOS 30	Aca			
Condroz	STE 42	Aba			
	STE 41 calc-sil	GbBk			

La majorité des sols ayant minéralisé > 2,9 mg/g N de nitrate proviennent de région où la géologie des sous-sols indique la présence de lœss (Hesbaye et plateau Hennuyer) à l'exception de quelques sols provenant du Condroz. Les sols ayant une production de nitrate <2,9 mg/g N viennent des régions où la géologie des sous-sols comporte des schistes (Famenne et Condroz). Néanmoins, la variabilité de la concentration en nitrate dans le groupe où une réponse est observée est extrêmement élevée (2,9 mg- 60 mg). Une ANOVA a été testée entre les concentrations en nitrate des fractions >250 et <250 et les sous-sols en présence de lœss. Les CA sont respectés et la p-valeur nous indique que les moyennes sont différentes (Figure 53). Les populations de micro-organismes développées sur des sous-sols de lœss semblent donc avoir une réponse plus importante à la production de nitrate. Un échantillonnage plus important centré sur les propriétés pédologiques serait intéressant afin de renforcer cette hypothèse.

Analysis of Variance Nitrate fraction >250 et <250

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Loess or not ?	1	4449	4449,1	11,69	0,001
Error	40	15224	380,6		
Total	41	19673			

Figure 53 : Tableau ANOVA Nitrate VS Lœss

Très peu d'études se sont intéressées à l'impact de la géologie et minéralogie sur la diversité et le développement du cortège microbien. Cette observation est effectuée sur un faible nombre d'échantillons de sols et est présentée comme piste de réflexion pour de futures recherches étant donné que cette hypothèse commence à être investiguée (Uroz et al., 2015; Degrunne et al., 2019). Aucune conclusion définitive ne peut en être tirée.

## **6. Conclusion et perspectives**

A travers ce travail, nous avons tenté de répondre à deux objectifs principaux. Le premier était de quantifier la minéralisation d'azote au sein des fractions d'un même sol en quantifiant la respiration. Le second était de trouver les caractéristiques clés des sols expliquant le taux de minéralisation de l'azote et ce, sur des sols échantillonnés dans quatre grandes régions culturelles wallonnes et de type agricole brun limoneux.

En ce qui concerne la respiration des fractions de sols, une tendance nette apparaît. La fraction <250 contenant les micro-agrégats joue un rôle primordial et impacte de manière plus importante la respiration du sol Bulk. En effet, cette fraction est plus abondante dans le sol mais possède un taux de minéralisation du carbone plus élevé que la fraction macro-agrégats. Les paramètres permettant d'expliquer au mieux la dynamique de respiration des fractions sont la concentration en carbone et le rapport C/N, ce qui est en accord avec la littérature, mais aussi la région de provenance des échantillons. En effet, la région semble influencer les caractéristiques physico-chimiques des fractions.

L'analyse de la production de nitrate des fractions a permis de révéler plusieurs informations. La première est l'impact de la technique de fractionnement à l'eau sur le cortège microbien des fractions mais aussi sur la structure du sol. Cette technique de fractionnement s'est révélée être plus destructrice que prévu. En effet, la répétition d'humidification des fractions a eu pour effet de dégrader les agrégats en augmentant leur surface spécifique. A cela s'ajoute l'exposition des fractions à une température de 60°C devant évaporer l'eau du fractionnement. Cette exposition à la chaleur de façon prolongée a sans doute perturbé et détruit une partie du cortège microbien diminuant ainsi le pouvoir minéralisant d'azote des échantillons.

Afin d'expliquer la minéralisation de l'azote dans les sols, les caractéristiques des fractions ont été analysées. En plus de la concentration en carbone et azote de base qui impacte le taux de minéralisation, une observation a été faite quant à l'impact de la pédologie sur le cortège microbien du sol. En effet, la question de l'impact de la pédologie sur les micro-organismes est de plus en plus au centre des recherches (Uroz et al., 2015; Degruene et al., 2019).

Les résultats de la production d'azote par fractions montrent la présence d'une corrélation entre les caractéristiques pédologiques et la minéralisation de nitrate par les micro-organismes après avoir subi le fractionnement à l'eau. Toutes les populations de micro-organismes ne réagissent pas de la même façon face aux agressions extérieures. La sélection de la diversité des populations semble venir en partie des caractéristiques pédologiques des sols.

Afin de répondre entièrement aux objectifs de base, il serait intéressant de se pencher sur le fractionnement non destructif des sols. Il est entendu par cela de ne pas altérer la structure ni les caractéristiques chimiques du sol. Le fractionnement à l'eau reste la meilleure solution pour étudier la

matière organique au sein des fractions. Néanmoins, Moni et al., (2012) propose des conseils afin d'améliorer l'efficacité du fractionnement. De plus, la compréhension plus fine de la dynamique de la MO est possible grâce aux fractionnements en de plus nombreux pools.

La question de l'impact de la pédologie sur la vie des sols mérite d'être approfondie et expliquée plus en détails. Une corrélation potentielle a été soulevée à travers ce travail entre la pédologie et l'impact qu'elle aurait sur la vie microbienne et la minéralisation de l'azote au sein des sols. De nombreuses applications agronomiques pourraient être améliorées et seraient importantes dans le cas de la gestion des nitrates des sols agricoles.

## 7. Bibliographie

- Académie des Sciences, 2019. Les types de polluants des cours d'eaux. <https://laseine.weebly.com/les-types-de-polluants.html>, (13/05/2019).
- AFNOR, 2015. Norme Afnor; Nf x31-516, 13.
- Aon M.A., Cabello M.N., Sarena D.E., Colaneri A.C., Franco M.G., Burgos J.L. & Cortassa S., 2001. I. Spatio-temporal patterns of soil microbial and enzymatic activities in an agricultural soil. *Appl. Soil Ecol.* **18**(3), 239–254.
- AquaWal, 2019. Nitrate et eau de distribution. <https://www.aquawal.be/fr/nitrate-et-eau-de-distribution.html?IDC=607>
- Arrouays D., Balesdent J., Germon J.C., Jayet P.A., Soussana J.F. & Stengel P., 2002. Contribution à la lutte contre l'effet de serre : stocker du carbone dans les sols agricoles de France ?, Expertise scientifique collective de l'INRA, 334.
- Ashman M.R., Hallett P.D. & Brookes P.C., 2003. Are the links between soil aggregate size class, soil organic matter and respiration rate artefacts of the fractionation procedure? *Soil Biol. Biochem.* **35**(3), 435–444.
- Baer S.G. & Blair J.M., 2008. Grassland establishment under varying resource availability: A test of positive and negative feedback. *Ecology* **89**(7), 1859–1871.
- Baldock J.A. & Skjemstad J.O., 2000. Role of the soil matrix and minerals in protecting natural organic materials against biological attack. *Organic Geochemistry*, 31, 697–710. *Org. Geochem.* **31**, 697–710.
- Balesdent J., Chenu C. & Balabane M., 2000. Relationship of soil organic matter dynamics to physical protection and tillage. *Soil Tillage Res.* **53**, 215–230.
- Balesdent J., Pétraud J.-P. & Feller C., 1991. Effets des ultrasons sur la distribution granulométrique des matières organiques des sols. *Sci. du sol* **29**(1), 95–106.
- Barbot C., 2019. De nouvelles mesures autour de la matière organique, 1.
- Barriuso E., Calvet R., Schiavon M. & Soulas G., 1996. Les pesticides et les polluants organiques des sols. Transformations et dissipation. In: « *Le Sol, Un Patrimoine Menacé ?* ». 279–296.
- Bartha R. & Pramer D., 1965. Features of a Flask and Method for Measuring the Persistence and Biological Effects of Pesticides in Soil. *Soil Sci.*
- Bekku Y., Koizumi H., Oikawa T. & Iwaki H., 1997. Examination of four methods for measuring soil respiration. *Appl. Soil Ecol.* **5**(3), 247–254.
- Bernal M.P., Sanchez-Monedero M.A., Paredes C. & Roig A., 1998. Carbon mineralization from organic wastes at different stages during the incubation in soil. *Agric. Ecosyst. Environ.* **69**, 175–189.
- Bingeman C.W., Varner J.E. & Martin W.P., 1953. The Effect of the Addition of Organic Materials on the Decomposition of an Organic Soil. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **29**(1), 692–696.
- Bissonnais Y., 1996. Aggregate stability and assessment of soil crustability and erodibility: I. Theory and methodology. *Eur. J. Soil Sci.* **47**(4), 425–437.
- Bolan N.S., Kunhikrishnan A., Choppala G.K., Thangarajan R. & Chung J.W., 2012. Stabilization of carbon in composts and biochars in relation to carbon sequestration and soil fertility. *Sci. Total Environ.* **424**, 264–270.
- Bronick C.J. & Lal R., 2005. Soil structure and management: A review. *Geoderma* **124**(1–2), 3–22.
- Burgeon V., 2017. Biochar effects on soil physicochemical properties and on maize yields (*Zea mays* L.) in tropical soils of Burkina Faso.
- Burkart M.R. & Stoner J.D., 2008. Nitrogen in Groundwater Associated with Agricultural Systems. In: *Nitrogen in the Environment*. 177–202.
- Buysse P. & Aubinet M., 2010. La respiration hétérotrophe dans les sols agricoles: Description des facteurs importants et comparaison de modèles semi-mécanistes existants. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* **14**(4), 707–717.
- Cai A., Xu H., Shao X., Zhu P., Zhang W., Xu M. & Murphy D. V., 2016. Carbon and nitrogen mineralization in relation to soil particle-size fractions after 32 years of chemical and manure application in a continuous maize cropping system. *PLoS One* **11**(3), 1–14.
- Caldwell M.M., Heldmaier G., Jackson R.B., Lange O.L., Mooney H.A. & Sommer U., 2006. Monitoring carbon stock changes in European soils: process understanding and sampling strategies. In: *The Continental-Scale Greenhouse Gas Balance of Europe*. 153–190.
- Cambardella C.A. & Elliott E.T., 1993. Carbon and Nitrogen Distribution in Aggregates from Cultivated and Native Grassland Soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **57**(4), 1071.

- Cambardella C.A. & Elliott E.T., 1994. Carbon and Nitrogen Dynamics of Soil Organic Matter Fractions from Cultivated Grassland Soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **58**(1), 123–130.
- Cambier N., 2017. Carbon dioxide capture using sodium hydroxide solution: comparison between an absorption column and a membrane contactor.
- Canfield D.E., Bo Thamdrup & Erik Kristensen, 2005. Heterotrophic Carbon Metabolism. *In: Advances in Marine Biology.* 129–166.
- Caria G., Proix N. & Ciesielski H., 2016. Dosage du carbone organique par combustion sèche après décarbonatation automatisée des sols, 1-8.
- Chartin C., Kruger I., Van Wesemael B. & Carnol M., 2016. Carbiosol 3 - Rapport Final, 110.
- Chatskikh D., Olesen J.E., Hansen E.M., Elsgaard L. & Petersen B.M., 2008. Effects of reduced tillage on net greenhouse gas fluxes from loamy sand soil under winter crops in Denmark. *Agric. Ecosyst. Environ.* **128**(1–2), 117–126.
- Chenu C., Angers D.A., Barré P., Derrien D., Arrouays D. & Balesdent J., 2019. Increasing organic stocks in agricultural soils: Knowledge gaps and potential innovations. *Soil Tillage Res.* **188**(November 2017), 41–52.
- Chenu C., Klumpp K., Bispo A., Angers D., Colnenne C. & Metay A., 2014. Stocker du carbone dans les sols agricoles : évaluation de leviers d'action pour la France. *Innov. Agron.* **37**, 67–81.
- Christensen B.T., 1992. *Physical Fractionation of Soil and Organic Matter in Primary Particle Size and Density Separates.* Science, A. in S. ed., Springer-Verlag New-York Inc., 1-90.
- Christensen B.T., 2001. Physical fractionation of soil and structural and functional complexity in organic matter turnover. *Eur. J. Soil Sci.* **52**(September), 345–353.
- Conant R.T., Klopatek J.M. & Klopatek C.C., 2010. Environmental Factors Controlling Soil Respiration in Three Semiarid Ecosystems. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **64**(1), 383.
- Conley D.J., Paerl H.W., Howarth R.W., Boesch D.F., Seitzinger S.P., Havens K.E., Lancelot C. & Likens G.E., 2009. Ecology - Controlling eutrophication: Nitrogen and phosphorus. *Science* (80- ).
- Conseil de l'Union Européenne, 1998. *Directive 98/83/CE du conseil du 3 novembre 1998 relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine.* J. Off. des Communautés Eur.
- Cooke C.M., Shaw G. & Collins C.D., 2004. Determination of solid-liquid partition coefficients (K<sub>d</sub>) for the herbicides isoproturon and trifluralin in five UK agricultural soils. *Environ. Pollut.* **132**(3), 541–552.
- Cookson W.R. & Murphy D. V., 2004. Quantifying the contribution of dissolved organic matter to soil nitrogen cycling using <sup>15</sup>N isotopic pool dilution. *Soil Biol. Biochem.* **36**(12), 2097–2100.
- Cornet A., 1980. Observations sur la capacité de rétention, ses relations avec les valeurs de potentiel et la texture des sols sableux du Nord Sénégal. *Cah. l'ORSTOM* **42**, 53–59.
- CRA-LR, 2011. Les matières organiques du sol. *In: Les Produits Organiques Utilisables En Agriculture En Languedoc-Roussillon - Tome 1.* 17–28.
- Craine J.M. & Gelderman T.M., 2011. Soil moisture controls on temperature sensitivity of soil organic carbon decomposition for a mesic grassland. *Soil Biol. Biochem.* **43**(2), 455–457.
- Craswell E.T. & Lefroy R.D.B., 2001. The role and function of organic matter in tropical soils. *Nutr. Cycl. Agroecosystems* **61**, 1–5.
- Creamer C.A., Filley T.R. & Boutton T.W., 2013. Long-term incubations of size and density separated soil fractions to inform soil organic carbon decay dynamics. *Soil Biol. Biochem.* **57**, 496–503.
- Critter S.A.M., Freitas S.S. & Airoldi C., 2004. Comparison of microbial activity in some Brazilian soils by microcalorimetric and respirometric methods. *Thermochim. Acta* **410**(1–2), 35–46.
- Crohn D., 2004. Nitrogen Mineralization and Its Importance in Organic Waste Recycling. *In: National Alfalfa Symposium.* 8.
- Cugnon T., Toussaint B., Balon J., Blondiau L., Collin C., Heens B., Coutisse P., Lizin P. & Lambert R., 2013. Etablissement du conseil de fumure azotée en cultures, préconisé par l'ASBL REQUASUD, 23.
- Davidson E.A., Belk E. & Boone R.D., 1998. Soil water content and temperature as independent or confounded factors controlling soil respiration in a temperate mixed hardwood forest. *Glob. Chang. Biol.* **4**, 217–227.
- Davidson E.A. & Janssens I.A., 2006. Temperature sensitivity of soil carbon decomposition and feedbacks to climate change. *Nature* **440**(7081), 165–173.
- DeBano L., 1991. The Effect of Fire on Soil Organisms. *Fire Ecosyst.* 47–72.
- Degan F., Ademe A.B., Chenu C., Apca B.B., Rittmo M. & Cluzeau D., 2017. Tour d'horizon des indicateurs relatifs à l'état organique et biologique des sols, 61.

- Degrune F., Boeraeve F., Dufrière M., Cornelis J., Frey B. & Hartmann M., 2019. The pedological context modulates the responses of microbial communities to agroecological management. *Front. Ecol. Evol.* **7**(July), 1–16.
- Delogu E., 2013. Modélisation de la respiration du sol dans les agro-écosystèmes.
- Destain J.-P., Reuter V., Toussaint B., Goffaux M.-J., Martinez M., Oger R. & Legrand G., n.d. L'analyse du nitrate dans le sol, son intérêt en vue d'établir un conseil fumure adapté à la parcelle, Requasud.
- Di H.J. & Cameron K.C., 2002. Nitrate leaching in temperate agroecosystems: Sources, factors and mitigating strategies. *Nutr. Cycl. Agroecosystems* **64**(3), 237–256.
- Diekow J., Mielniczuk J., Knicker H., Bayer C., Dick D.P. & Kögel-Knabner I., 2005. Carbon and nitrogen stocks in physical fractions of a subtropical Acrisol as influenced by long-term no-till cropping systems and N fertilisation. *Plant Soil* **268**(1), 319–328.
- Dunn P.H., Barro S.C. & Poth M., 1985. Soil moisture affects survival of microorganisms in heated chaparral soil. *Soil Biol. Biochem.* **17**(2), 143–148.
- Edenhofer O., Pichs-Madruga R., Sokona Y., Farahani E., Kadner S., Seyboth K., Adler A., Baum I., Brunner S., Eickemeier P., Kriemann B., Savolainen J., Schlömer S., von Stechow C., Zwickel T. & Minx J.C. (eds. ), 2014. Climate Change 2014: Mitigation of Climate Change. Contribution of Working Group III to the Fifth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change. *Cambridge Univ. Press* 1454.
- Eusterhues K., Rumpel C. & Kögel-Knabner I., 2005. Stabilization of soil organic matter isolated via oxidative degradation. *Org. Geochem.* **36**(11), 1567–1575.
- Evans D.F., 1986. Measurement of carbon dioxide evolution from decomposing materials using conductimetry. *Bangor Inst. Terr. Ecol.* **17**(1), 23.
- Fang C. & Moncrieff J.B., 2005. The variation of soil microbial respiration with depth in relation to soil carbon composition. *Plant Soil* **268**(1), 243–253.
- Fernández R., Quiroga A., Zorati C. & Noellemeyer E., 2010. Carbon contents and respiration rates of aggregate size fractions under no-till and conventional tillage. *Soil Tillage Res.* **109**(2), 103–109.
- Follett R.F. & Hatfield J.L., 2001. Nitrogen in the Environment: Sources, Problems, and Management. *Sci. World J.* **1**, 920–926.
- Fontaine S., Bardoux G., Benest D., Verdier B., Mariotti A. & Abbadie L., 2014. Mechanisms of the Priming Effect in a Savannah Soil Amended with Cellulose. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **68**(1), 125.
- Fontaine S., Barot S., Barré P., Bdioui N., Mary B. & Rumpel C., 2007. Stability of organic carbon in deep soil layers controlled by fresh carbon supply. *Nature* **450**(7167), 277–280.
- Fontaine S., Mariotti A. & Abbadie L., 2003. The priming effect of organic matter: A question of microbial competition? *Soil Biol. Biochem.* **35**(6), 837–843.
- Freijer J.I. & Bouten W., 1991. A comparison of field methods for measuring soil carbon dioxide evolution: Experiments and simulation. *Plant Soil* **135**(1), 133–142.
- Gao Y., Yu G., Luo C. & Zhou P., 2012. Groundwater nitrogen pollution and assessment of its health risks: A case study of a typical village in rural-urban continuum, china. *PLoS One* **7**(4), 1–8.
- Gardner W.R., 1956. Representation of Soil Aggregate-Size Distribution by a Logarithmic-Normal Distribution. *Soil Sci. Soc. Proc.* 12–14.
- Genot V., Colinet G., Brahy V. & Bock L., 2009. L'état de fertilité des terres agricoles et forestières en région wallonne (adapté du chapitre 4 - sol 1 de « L'État de l'Environnement wallon 2006-2007 »). *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* **13**(1), 121–138.
- Ghani A., Dexter M. & Perrott K.W., 2003. Hot-water extractable carbon in soils: A sensitive measurement for determining impacts of fertilisation, grazing and cultivation. *Soil Biol. Biochem.* **35**(9), 1231–1243.
- Giardina C.P. & Ryan M.G., 2000. Evidence that decomposition rate of organic carbon. *Nature* **404**(April), 1–4.
- Gilmour J.T., Clark M.D. & Sigua G.C., 1985. Estimating Net Nitrogen Mineralization from Carbon Dioxide Evolution1. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **49**(6), 1398.
- GRENeRA, 2019. A propos de GRENeRA. <http://www.gembloux.ulg.ac.be/gp/grenera/accueil.html>, (14/05/2019).
- Guenet B., Danger M., Abbadie L. & Lacroix G., 2010. Priming effect: Bridging the gap between terrestrial and aquatic ecology. *Ecology* **91**(10), 2850–2861.
- Gulde S., Chung H., Amelung W., Chang C. & Six J., 2008. Soil Carbon Saturation Controls Labile and Stable Carbon Pool Dynamics. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **72**(3), 605.

- Gupta V.V.S.R. & Germida J.J., 1988. Distribution of microbial biomass and its activity in different soil aggregate size classes as affected by cultivation. *Soil Biol. Biochem.* **20**(6), 777–786.
- Hamer U. & Marschner B., 2005. Priming effects in soils after combined and repeated substrate additions. *Geoderma* **128**(1–2), 38–51.
- Hart S.C., Stark J.M., Davidson E.A. & Firestone M.K., 1994. Chapter 42 - Nitrogen Mineralization, Immobilization, and Nitrification. *In: Methods of Soil Analysis, Part 2. Microbiological and Biochemical Properties.* 985–1018.
- Hassink J., 1996. Preservation of Plant Residues in Soils Differing in Unsaturated Protective Capacity. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **40**, 487–491.
- Havlin J.L., Tisdale S.L., Nelson W.L. & Beaton J.D., 2014. *Soil fertility and fertilizers.* Pearson ed.
- Haynes R.J., 2005. Labile organic matter fractions as central components of the quality of agricultural soils: an overview. *D.L. Sparks (Ed.), Adv. Agron. Acad. Press* 221–268.
- Helfrich M., Flessa H., Mikutta R., Dreves A. & Ludwig B., 2007. Comparison of chemical fractionation methods for isolating stable soil organic carbon pools. *Eur. J. Soil Sci.* **58**(6), 1316–1329.
- Herrmann H. & Bucksch H., 2015. *Soil Respiration*, Dictionary Geotechnical Engineering/Wörterbuch GeoTechnik, Elsevier Inc., 1268-1268.
- Horwath W., 2014. Chapter 12 - Carbon Cycling: The Dynamics and Formation of Organic Matter. *In: Soil Microbiology, Ecology and Biochemistry.* Elsevier Inc., 339–382.
- Houben D., Sonnet P. & Cornelis J.T., 2014. Biochar from Miscanthus: A potential silicon fertilizer. *Plant Soil* **374**(1–2), 871–882.
- Hoyle F.C., Murphy D. V. & Fillery I.R.P., 2006. Temperature and stubble management influence microbial CO<sub>2</sub>-C evolution and gross N transformation rates. *Soil Biol. Biochem.* **38**(1), 71–80.
- Huang P.M., Wang M.K. & Chiu C.Y., 2005. Soil mineral-organic matter-microbe interactions: Impacts on biogeochemical processes and biodiversity in soils. *Pedobiologia (Jena).* **49**(6), 609–635.
- Institut Royal Météorologique de Belgique, 2019. Bilan climatologique annuel de 2018, 1-8.
- IRM, 2019. Atlas climatique de Belgique. <https://www.meteo.be/fr/climat/atlas-climatique>
- Jaynes D.B., Colvin T.S., Karlen D.L., Cambardella C.A. & Meek D.W., 2001. Nitrate Loss in Subsurface Drainage as Affected by Nitrogen Fertilizer Rate. *J. Environ. Qual.* **30**(4), 1305.
- Johnson C., Albrecht G., Ketterings Q., Beckman J. & Stockin K., 2005. Nitrogen Basics - The Nitrogen Cycle. *Cornell Univ. Coop. Ext. - Agron. Fact Sheet Ser.* 1–2.
- Jones D.L., Healey J.R., Willett V.B., Farrar J.F. & Hodge A., 2005. Dissolved organic nitrogen uptake by plants - An important N uptake pathway? *Soil Biol. Biochem.* **37**(3), 413–423.
- Kasem Mahmoud E. & Mohamed Ghoneim A., 2016. Effect of polluted water on soil and plant contamination by heavy metals in El-Mahla El-Kobra, Egypt. *Solid Earth* **7**(2), 703–711.
- Kasper M., Buchan G.D., Mentler A. & Blum W.E.H., 2009. Influence of soil tillage systems on aggregate stability and the distribution of C and N in different aggregate fractions. *Soil Tillage Res.* **105**(2), 192–199.
- Kätterer T., Reichstein M., Andrén O. & Lomander A., 1998. Temperature dependence of organic matter decomposition: A critical review using literature data analyzed with different models. *Biol. Fertil. Soils* **27**(3), 258–262.
- Kaye J., Barrett J. & Burke I., 2002. Stable Nitrogen of Grassland Soils Carbon and Carbon Variable Pools in Texture Content. *Ecosystems* **5**(5), 461–471.
- Kelliher F.M., Ross D.J., Law B.E., Baldocchi D.D. & Rodda N.J., 2004. Limitations to carbon mineralization in litter and mineral soil of young and old ponderosa pine forests. *For. Ecol. Manage.* **191**(1–3), 201–213.
- Kemmitt S.J., Wright D., Goulding K.W.T. & Jones D.L., 2006. pH regulation of carbon and nitrogen dynamics in two agricultural soils. *Soil Biol. Biochem.* **38**(5), 898–911.
- Kirschbaum M.U.F., 1995. The temperature dependence of soil organic matter decomposition, and the effect of global warming on soil organic storage. *Soil Biol. Biochem.* **27**(6), 753–760.
- Kononova M.M., 1961. *Soil Organic Matter. Its Nature, its Role in Soil Formation and in Soil Fertility*, Pergamon.
- Kumari J.A., Rao P.C., Padmaja G. & Madhavi M., 2018. Effect of Temperature on Soil Enzyme Acid Phosphatase. *Int. J. Curr. Microbiol. Appl. Sci.* **7**(09), 2830–2845.
- Kuzyakov Y., 2010. Priming effects: Interactions between living and dead organic matter. *Soil Biol. Biochem.* **42**(9), 1363–1371.

- Kuzyakov Y., Friedel J.K. & Stahr K., 2000. Review of mechanisms and quantification of priming effects. *Soil Biol. Biochem.* **32**(11–12), 1485–1498.
- La Scala N., Lopes A., Spokas K., Bolonhezi D., Archer D.W. & Reicosky D.C., 2008. Short-term temporal changes of soil carbon losses after tillage described by a first-order decay model. *Soil Tillage Res.* **99**(1), 108–118.
- Lal R., 2004. Soil Carbon Sequestration Impacts on Global climate change and food security. *Science (80-. )*. **1623**(2004), 1623–1628.
- Lal R., 2006. *Encyclopedia of Soil Science*, Taylor and Francis, 143.
- Lankreijer H., Janssens I.A., Buchmann N., Longdoz B., Epron D. & Dore S., 2013. Measurement of Soil Respiration **164**(1997), 37–54.
- Lawson A., 2015. Understand the factors that affect mineralisation. <https://grdc.com.au/news-and-media/news-and-media-releases/south/2015/01/understand-the-factors-that-affect-mineralisation#Resources-and-publications>, (13/02/2019).
- Lefebvre K., 2016. Etude des formes d'oxydes de fer et de leurs effets sur la dynamique des matières organiques dans les sols polygénétiques de la carrière de transinne (Belgique).
- Lefèvre C., Rekek F., Alcantara V. & Wiese L., 2017. *Carbone organique du sol, une richesse invisible*, FAO, 90.
- Lehmann J., 2007. A handful of carbon. *Nature* **447**(7141), 143–144.
- Lehmann J. & Kleber M., 2015. The contentious nature of soil organic matter. *Nature* **528**(7580), 60–68.
- Leinweber P., Jandl G., Baum C., Eckhardt K.U. & Kandeler E., 2008. Stability and composition of soil organic matter control respiration and soil enzyme activities. *Soil Biol. Biochem.* **40**(6), 1496–1505.
- Li Y., Wu J., Shen J., Liu S., Wang C., Chen D., Huang T. & Zhang J., 2016. Soil microbial C:N ratio is a robust indicator of soil productivity for paddy fields. *Sci. Rep.* **6**, 1–8.
- Luo Y. & Xuhui Z., 2006. *Soil Respiration and the Environment*, 1-139.
- Lützw M. V., Kögel-Knabner I., Ekschmitt K., Matzner E., Guggenberger G., Marschner B. & Flessa H., 2006. Stabilization of organic matter in temperate soils: Mechanisms and their relevance under different soil conditions - A review. *Eur. J. Soil Sci.* **57**(4), 426–445.
- Maréchal R. & Tavernier R., 1974. Atlas de Belgique - Pédologie, Commission de l'Atlas nationale, 69.
- Mason C.A., Hamer G. & Bryers J.D., 1986. The death and lysis of microorganisms in environmental processes. *FEMS Microbiol. Lett.* **39**(4), 373–401.
- Mekuria W. & Noble A., 2013. The Role of Biochar in Ameliorating Disturbed Soils and Sequestering Soil Carbon in Tropical Agricultural Production Systems International Water Management Institute ( IWMI ), 127 Sunil Mawatha , Pelawatte ., *Appl. Environ. Soil Sci.* **2013**.
- Mendes I.C., Bandick A.K., Dick R.P. & Bottomley P.J., 1999. Microbial Biomass and Activities in Soil Aggregates Affected by Winter Cover Crops. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **63**(4), 873.
- Meyer N., Welp G. & Amelung W., 2018. The Temperature Sensitivity (Q10) of Soil Respiration: Controlling Factors and Spatial Prediction at Regional Scale Based on Environmental Soil Classes. *Global Biogeochem. Cycles* **32**(2), 306–323.
- Moni C., Derrien D., Hatton P.J., Zeller B. & Kleber M., 2012. Density fractions versus size separates: Does physical fractionation isolate functional soil compartments? *Biogeosciences* **9**(12), 5181–5197.
- Moyano F.E., Vasilyeva N., Bouckaert L., Cook F., Craine J., Curiel Yuste J., Don A., Epron D., Formanek P., Franzluebbers A., Ilstedt U., Kätterer T., Orchard V., Reichstein M., Rey A., Ruamps L., Subke J.A., Thomsen I.K. & Chenu C., 2012. The moisture response of soil heterotrophic respiration: Interaction with soil properties. *Biogeosciences* **9**(3), 1173–1182.
- Mueller C.W., Gutsch M., Kothieringer K., Leifeld J., Rethemeyer J., Brueggemann N. & Kögel-Knabner I., 2014. Bioavailability and isotopic composition of CO<sub>2</sub> released from incubated soil organic matter fractions. *Soil Biol. Biochem.* **69**, 168–178.
- Nachimuthu G., King K., Kristiansen P., Lockwood P. & Guppy C., 2007. Comparison of methods for measuring soil microbial activity using cotton strips and a respirometer. *J. Microbiol. Methods* **69**(2), 322–329.
- NASA, 2019. Global Climate Change - Vital signs of the planet - Carbon dioxide facts. <https://climate.nasa.gov/vital-signs/carbon-dioxide/>
- Nottingham A.T., Griffiths H., Chamberlain P.M., Stott A.W. & Tanner E.V.J., 2009. Soil priming by sugar and leaf-litter substrates: A link to microbial groups. *Appl. Soil Ecol.* **42**(3), 183–190.
- Nweke I.A. & Nnabude P.C., 2014. Aggregate size distribution and stability of aggregate fractions of fallow and cultivated

- soils. *J. Exp. Biol. Agric. Sci.* **1**(7).
- Olson K.R., Al-Kaisi M.M., Lal R. & Lowery B., 2014. Experimental Consideration, Treatments, and Methods in Determining Soil Organic Carbon Sequestration Rates. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **78**(2), 348.
- Ostrowska A. & Porębska G., 2015. Assessment of the C/N ratio as an indicator of the decomposability of organic matter in forest soils. *Ecol. Indic.* **49**, 104–109.
- Parfitt R.L., Scott N.A., Ross D.J., Salt G.J. & Tate K.R., 2003. Land-Use Change Effects on Soil C and N Transformations in Soils of High N Status: Comparisons under Indigenous Forest, Pasture and Pine Plantation Author (s): R. L. Parfitt, N. A. Scott, D. J. Ross, G. J. Salt and K. R. Tate Published by. *Biogeochemistry* **66**(3), 203–221.
- Parton W.J., Schimel D.S., Cole C. V. & Ojima D.S., 1987. Analysis of Factors Controlling Soil Organic Matter Levels in Great Plains Grasslands I. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **51**(5), 1173.
- Paustian K., Six J., Elliott E.T. & Hunt H.W., 2000. Management options for reducing CO<sub>2</sub> emissions from agricultural soils. *Biogeochemistry* **48**(1), 147–163.
- Pendall E., Bridgman S., Hanson P.J., Hungate B., Kicklighter D.W., Johnson D.W., Law B.E., Luo Y., Megonigal J.P., Olsrud M., Ryan M.G. & Wan S., 2004. Below-ground process responses to elevated CO<sub>2</sub> and temperature: A discussion of observations, measurement methods, and models. *New Phytol.* **162**(2), 311–322.
- Pitombo L.M., Ramos J.C., Quevedo H.D., do Carmo K.P., Paiva J.M.F., Pereira E.A. & do Carmo J.B., 2018. Methodology for soil respirometric assays: Step by step and guidelines to measure fluxes of trace gases using microcosms. *MethodsX* **5**, 656–668.
- Plante A.F., Chenu C., Balabane M., Mariotti A. & Righi D., 2004. Peroxide oxidation of clay-associated organic matter in a cultivation chronosequence. *Eur. J. Soil Sci.* **55**(3), 471–478.
- Poirier N., Derenne S., Balesdent J., Mariotti A., Massiot D. & Largeau C., 2003. Isolation and analysis of the non-hydrolysable fraction of a forest soil and an arable soil (Lacadée, southwest France). *Eur. J. Soil Sci.* **54**(2), 243–255.
- Powlson D.S., 1975. Effects of biocidal treatments on soil organisms. *Soil Microbiol.* 193–224.
- Pravia M.V., Kemanian A.R., Terra J.A., Shi Y., Macedo I. & Goslee S., 2019. Soil carbon saturation, productivity, and carbon and nitrogen cycling in crop-pasture rotations. *Agric. Syst.* **171**(November 2018), 13–22.
- PROTECTeau, 2018a. Azote Potentiellement Lessivable - Objectif de la mesure de l'APL et facteurs déterminant la valeur de l'APL, 7.
- PROTECTeau, 2018b. Zone vulnérable en Wallonie - Responsabilité des différents secteurs, 2.
- Puget P., Chenu C. & Balesdent J., 2000. Dynamics of soil organic matter associated with particle-size fractions of water-stable aggregates. *Eur. J. Soil Sci.* **51**(4), 595–605.
- Pumpanen J., Longdoz B. & Kutsch W.L., 2010. Field measurements of soil respiration: Principles and constraints, potentials and limitations of different methods. In: *Soil Carbon Dynamics: An Integrated Methodology*. 16–33.
- Puri G. & Ashman M.R., 1997. Relationship between soil microbial biomass and gross N mineralisation. *Soil Biol. Biochem.* **30**(2), 251–256.
- Purnomo E., Black A.S., Smith C.J. & Conyers M.K., 2000. The distribution of net nitrogen mineralisation within surface soil. 1. Field studies under a wheat crop. *Aust. J. Soil Res.* **38**, 37–45.
- Reichstein M., Bednorz F., Broll G. & Kätterer T., 2000. Temperature dependence of carbon mineralisation: Conclusions from a long-term incubation of subalpine soil samples. *Soil Biol. Biochem.* **32**(7), 947–958.
- REQUASUD, 2019. Qualité des sols des régions agricoles. [http://www.requaconsult.requasud.be/requaconsult\\_sol](http://www.requaconsult.requasud.be/requaconsult_sol)
- Robertson G.P. & Groffman P.M., 2015. *Chapter 14 - Nitrogen Transformations*, Soil Microbiology, Ecology and Biochemistry, Elsevier Inc., 421–446.
- Rodella A.A. & Saboya L. V., 1999. Calibration for conductimetric determination of carbon dioxide. *Soil Biol. Biochem.* **31**(14), 2059–2060.
- Rousk J. & Bååth E., 2007. Fungal and bacterial growth in soil with plant materials of different C/N ratios. *FEMS Microbiol. Ecol.* **62**(3), 258–267.
- Rousk J., Brookes P.C. & Bååth E., 2009. Contrasting soil pH effects on fungal and bacterial growth suggest functional redundancy in carbon mineralization. *Appl. Environ. Microbiol.* **75**(6), 1589–1596.
- Russell A.D., 2003. Lethal effects of heat on bacterial physiology and structure. *Sci. Prog.* **86**(Pt 1-2), 115–137.
- Ryan M.G. & Law B.E., 2005. Interpreting, measuring, and modeling soil respiration. *Biogeochemistry* **73**(1), 3–27.
- Salducci X., 2007. Qualité des matières organiques des sols : une nouvelle génération d'analyses de routine. In: *Fertilisation Raisonnée et Analyse de Terre : Quoi de Neuf En 2007*. 9.

- Sandor M., 2010. Soil Respiration: Concept and Measurement Methods. *ProEnvironment* **3**, 54–57.
- Sawada K., Funakawa S. & Kosaki T., 2009. Different effects of pH on microbial biomass carbon and metabolic quotients by fumigation-extraction and substrate-induced respiration methods in soils under different climatic conditions. *Soil Sci. Plant Nutr.* **55**(3), 363–374.
- Schlesinger W.H., 1990. Evidence from chronosequence studies for a low carbon-storage potential of soils. *Nature* **348**, 232–234.
- Schmidt M.W.I. & Noack A.G., 2000. Black carbon in soils and sediments: Analysis, distribution, implications and current challenges. *Global Biogeochem. Cycles* **14**(3), 777–793.
- Schmidt M.W.I., Torn M.S., Abiven S., Dittmar T., Guggenberger G., Janssens I.A., Kleber M., Kögel-Knabner I., Lehmann J., Manning D.A.C., Nannipieri P., Rasse D.P., Weiner S. & Trumbore S.E., 2011. Persistence of soil organic matter as an ecosystem property. *Nature* **478**(7367), 49–56.
- Scott N.A., Parfitt R.L., Ross D.J. & Salt G.J., 2011. Carbon and nitrogen transformations in New Zealand plantation forest soils from sites with different N status. *Can. J. For. Res.* **28**(7), 967–976.
- Sheehy J., Regina K., Alakukku L. & Six J., 2015. Impact of no-till and reduced tillage on aggregation and aggregate-associated carbon in Northern European agroecosystems. *Soil Tillage Res.* **150**, 107–113.
- Sierra C.A., 2015. Identify kinetic SOM fractions with incubation data. <https://www.bgc-jena.mpg.de/TEE/optimization/2015/12/09/Fractions-Incubations/>
- Singh U., 2006. Integrated Nitrogen Fertilization for Intensive and Sustainable Agriculture. *J. Crop Improv.* **15**(2), 259–288.
- Six J., Conant R.T., Paul E. a & Paustian K., 2002. Stabilization mechanisms of soil organic matter: Implications for C-saturatin of soils. *Plant Soil* **241**, 155–176.
- Six J., Elliott E.T. & Paustian K., 2000. Soil macroaggregate turnover and microaggregate formation: A mechanism for C sequestration under no-tillage agriculture. *Soil Biol. Biochem.* **32**(14), 2099–2103.
- Six J., Elliott E.T., Paustian K. & Doran J.W., 1998. Aggregation and Soil Organic Matter Accumulation in Cultivated and Native Grassland Soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **62**(5), 1367.
- Six J., Paustian E.T. & Combrink C., 2000. Soil structure and organic matter : I . Distribution of aggregate-aize classes. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **64**(2), 681–689.
- Smirnova N., Demyan M.S., Rasche F., Cadisch G. & Müller T., 2014. Calibration of CO<sub>2</sub> Trapping in Alkaline Solutions during Soil Incubation at Varying Temperatures Using a Respicond VI. *Open J. Soil Sci.* **04**(05), 161–167.
- Sollins P., Homann P. & Caldwell B.A., 1996. Stabilization and destabilization of soil organic matter: Mechanisms and controls. *Geoderma* **74**(1–2), 65–105.
- Song M.H., Jiang J., Xu X.L. & Shi P.L., 2011. Correlation Between CO<sub>2</sub> Efflux and Net Nitrogen Mineralization and Its Response to External C or N Supply in an Alpine Meadow Soil. *Pedosphere* **21**(5), 666–675.
- Spalding R.F. & Exner M.E., 1993. Occurrence of Nitrate in Groundwater-A Review. *J. Environ. Qual.* **22**, 392–402.
- SPW-DGO3, 2004. Carte des principaux types de sols en Wallonie. <http://etat.environnement.wallonie.be/contents/indicator sheets/PHYS 4.html>, (04/03/2019).
- SPW-DGO3, 2019. Carte géologique de Wallonie. <http://geologie.wallonie.be/home.html>
- Stenström J., Svensson K. & Johansson M., 2001. Reversible transition between active and dormant microbial states in soil. *FEMS Microbiol. Ecol.* **36**(2–3), 93–104.
- Stewart C.E., Paustian K., Conant R.T., Plante A.F. & Six J., 2007. Soil carbon saturation: Concept, evidence and evaluation. *Biogeochemistry* **86**(1), 19–31.
- Stewart C.E., Paustian K., Conant R.T., Plante A.F. & Six J., 2008. Soil carbon saturation: Evaluation and corroboration by long-term incubations. *Soil Biol. Biochem.* **40**(7), 1741–1750.
- Stewart C.E., Paustian K., Conant R.T., Plante A.F. & Six J., 2009. Soil carbon saturation: Implications for measurable carbon pool dynamics in long-term incubations. *Soil Biol. Biochem.* **41**(2), 357–366.
- Techne, 2017. Quantification of Nitrobacter species genomes, 1-11.
- Tian H., Chen G., Zhang C., Melillo J.M. & Hall C.A.S., 2010. Pattern and variation of C:N:P ratios in China's soils: A synthesis of observational data. *Biogeochemistry* **98**(1–3), 139–151.
- Tisdall J.M. & Oades J.M., 1982. Organic matter and water-stable aggregates in soils. *Eur. J. Soil Sci.* **33**, 141–163.
- Trevors J.T., 1996. Sterilization and inhibition of microbial activity in soil. *J. Microbiol. Methods* **26**, 53–59.
- Trigalet S., Chartin C., Krüger I., Carnol M., Oost K. Van & Van Wesemael B., 2017. Soil organic carbon fractionation for

- improving agricultural soil quality assessment – a case study in Southern Belgium (Wallonia). *Biotechnol. Agron. Soc. Env.* **21**(33), 191–200.
- Uroz S., Kelly L.C., Turpault M.P., Lepleux C. & Frey-Klett P., 2015. The Mineralosphere Concept: Mineralogical Control of the Distribution and Function of Mineral-associated Bacterial Communities. *Trends Microbiol.* **23**(12), 751–762.
- Valentini R., Dolman A.J., Rannik Ü., Kowalski A.S., Clement R., Jensen N.O., Grünwald T., Grelle A., Ibrom A., Moors E.J., Moncrieff J., Gross P., Morgenstern K., Berbigier P., Thorgeirsson H., Jarvis P.G., Pilegaard K., Bernhofer C., Matteucci G., Aubinet M., Ceulemans R., Loustau D., Lindroth A., Vesala T., Minerbi S., Rebmann C., Granier A., Schulze E.-D., Guðmundsson J. & Montagnani L., 2002. Respiration as the main determinant of carbon balance in European forests. *Nature* **404**(6780), 861–865.
- van Wesemael B., Chartin C., Wiesmeier M., von Lütow M., Hobbey E., Carnol M., Krüger I., Campion M., Roisin C., Hennart S. & Kögel Knabner I., 2019. An indicator for organic matter dynamics in temperate agricultural soils. *Agric. Ecosyst. Environ.* **274**(August 2018), 62–75.
- Vandenbergh C., De Toffoli M., Bachelart F., Imbrecht O., Lambert R. & Marcoen J.M., 2013. Contrôle de l'azote potentiellement lessivable dans le sol en début de période de lixiviation. Établissement des valeurs de référence. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* **17**(SPL1), 231–236.
- Vandenbergh C., Meza R., Cartysse C. & Colinet G., 2014. Suivi de la minéralisation vernale en culture de froment et colza Résultats d'expérimentations menées à GxABT 1–14.
- Vanhoof C. & Tirez K., 2017. Influence of the incubation temperature on the biological activity of soil improvers using the respirometric method, 34.
- Virto I., Barré P. & Chenu C., 2008. Microaggregation and organic matter storage at the silt-size scale. *Geoderma* **146**(1–2), 326–335.
- Virto I., Moni C., Swanston C. & Chenu C., 2010. Turnover of intra- and extra-aggregate organic matter at the silt-size scale. *Geoderma* **156**(1–2), 1–10.
- Wang D., Xu Z., Zhao J., Wang Y. & Yu Z., 2011. Excessive nitrogen application decreases grain yield and increases nitrogen loss in a wheat-soil system. *Acta Agric. Scand. Sect. B Soil Plant Sci.* **61**(8), 681–692.
- Wardle D.A. & Lavelle P., 1997. Linkages between soil biota, plant litter quality and decomposition. In: *Driven by Nature: Plant Litter Quality and Decomposition*. CABI Publishing, 107–124.
- Weil R.R. & Brady N.C., 2017. Nitrogen and Sulfur Economy of Soils. In: *Nature of Soils Properties*. 60.
- White C.M., Kemanian A.R. & Kaye J.P., 2014. Implications of carbon saturation model structures for simulated nitrogen mineralization dynamics. *Biogeosciences* **11**(23), 6725–6738.
- Winkler J.P., Cherry R.S. & Schlesinger W.H., 1996. The Q10 relationship of microbial respiration in a temperate forest soil. *Soil Biol. Biochem.* **28**(8), 1067–1072.
- Wolf J.M., Brown A.H. & Goddard D.R., 1951. An improved electrical conductivity method for accurately following changes in the respiratory quotient of a single biological sample. *Plant Physiol.* **27**(1), 70–80.
- Wu J., Brookes P.C. & Jenkinson D.S., 1993. Formation and destruction of microbial biomass during the decomposition of glucose and ryegrass in soil. *Soil Biol. Biochem.* **25**(10), 1435–1441.
- Yadav V. & Malanson G., 2007. Progress in soil organic matter research. *Prog. Phys. Geogr. Earth Environ.* **31**(2), 131–154.
- Zhao D., Reddy K.R., Kakani V.G. & Reddy V.R., 2005. Nitrogen deficiency effects on plant growth, leaf photosynthesis, and hyperspectral reflectance properties of sorghum. *Eur. J. Agron.* **22**(4), 391–403.
- Zimmerman A.R., Gao B. & Ahn M.Y., 2011. Positive and negative carbon mineralization priming effects among a variety of biochar-amended soils. *Soil Biol. Biochem.* **43**(6), 1169–1179.

## 8. Annexes

### Annexe 1: Informations pédologiques REQUACARTO sur les parcelles échantillonnées

#### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle SEN 33

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	72,8	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp0	22,56	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
OT	2,5	sols fortement remaniés	/	/	/	/	/	/	/
Abp(c)	2,15	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

#### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle SEN 35

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	53,62	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp0	30,77	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp(c)	15,02	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

#### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle SEN 19

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	41,38	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Aba(b)1	28,89	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp(c)	16,26	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp	13,12	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

#### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle PIR 12

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Abp(c)	42	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Aba1	32,15	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Aba(b)1	25,67	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

#### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle LHO 45

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	76,17	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp0_1	14,67	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp(c)	5,2	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
AbB	3	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

#### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle LHO 3

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
AbB2	75,28	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp1	10,79	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp0	8,79	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbax2	3,84	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp(c)	1,31	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

#### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle LHO 95

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	57,77	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
AbB2	36,34	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp1	5,89	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle SEU 29

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	76,24	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp(c)	23,76	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle GEO 3

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Abp	37,7	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbbf0_1	21,47	sols limono-caillouteux	schisteuse	15 - 50%	/	> 80 ou > 125	sols non gleyifiés	> 125	/
kuGba2	17,51	sols limoneux peu caillouteux	/	5 - 15%	argile d'atération de calcaire/argilo-calcaire ou dolomitique	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbp	13,54	sols sur matériaux limono-caillouteux	/	15 - 50%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBk2	8,29	sols limono-caillouteux	calcaire	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbbk2	1,5	sols limono-caillouteux	calcaire	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle GEO 2 lim

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
kuAba2	33,62	sols limoneux	/	< 5%	argile d'atération de calcaire/argilo-calcaire ou dolomitique	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBk2	32,47	sols limono-caillouteux	calcaire	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
(x)Aba	12,25	sols limoneux	/	< 5%	non défini / silicite	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp	8,65	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbbk4	6,74	sols limono-caillouteux	calcaire	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
k2Ebby	6,27	sols argileux légers	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle GEO 2 calc

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
kuAba2	33,62	sols limoneux	/	< 5%	argile d'atération de calcaire/argilo-calcaire ou dolomitique	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBk2	32,47	sols limono-caillouteux	calcaire	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
(x)Aba	12,25	sols limoneux	/	< 5%	non défini / silicite	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Abp	8,65	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbbk4	6,74	sols limono-caillouteux	calcaire	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
k2Ebby	6,27	sols argileux légers	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle LHA 49

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba	98,99	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBK2	1,01	sols limono-caillouteux	argilo-calcaire	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle LHA 54

Série	Occupation (%)	Texture	Charge		Substrat		Drainage		
		Nature	Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Abp	29,96	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
Aba	29,95	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
kGbb2	28,26	sols limoneux peu caillouteux	/	5 - 15%	calcaire	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbbk4	11,73	sols limono-caillouteux	calcaire	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle PAQ 15 lim

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
wGbax4	31,7	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	argilo-sableux	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBK4	22,5	sols limono-caillouteux	argilo-calcaire	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
wGbax2	20,35	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	argilo-sableux	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Aca1	9,37	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols faiblement gleyifiés	80-125	/
(x)Aba	8,28	sols limoneux	/	< 5%	non défini / silexite	/	sols non gleyifiés	> 125	/
A-Gbp1	7,81	complexe de sols limoneux et limono-caillouteux	/	15 - 50%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle PAQ 15 sil

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
wGbax4	31,7	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	argilo-sableux	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBK4	22,5	sols limono-caillouteux	argilo-calcaire	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
wGbax2	20,35	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	argilo-sableux	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Aca1	9,37	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols faiblement gleyifiés	80-125	/
(x)Aba	8,28	sols limoneux	/	< 5%	non défini / silexite	/	sols non gleyifiés	> 125	/
A-Gbp1	7,81	complexe de sols limoneux et limono-caillouteux	/	15 - 50%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle BOS 10

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aca1	49,69	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols faiblement gleyifiés	80-125	/
Ada1	33,98	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols modérément gleyifiés	50-80	/
Aba1	15,88	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle BOS 30

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aca1	48,2	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols faiblement gleyifiés	80-125	/
Ada1	34,84	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols modérément gleyifiés	50-80	/
Ada0	8,56	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols modérément gleyifiés	50-80	/
OT	3,45	sols fortement remaniés	/	/	/	/	/	/	/
Acp(c)	2,71	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols faiblement gleyifiés	80-125	/
Adp(c)	2	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	/	/	sols modérément gleyifiés	50-80	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle VER 64

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
GDBp2	48,1	sols limono-caillouteux	psammitique	15 - 50%	/	40-80	sols faiblement ou modérément gleyifiés	50-125	/
GhBp2	20,8	sols limono-caillouteux	psammitique	15 - 50%	/	40-80	sols fortement gleyifiés	30-50	/
GbBfp2	15,76	sols limono-caillouteux	schisto-psammitique	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBfp4	13,87	sols limono-caillouteux	schisto-psammitique	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
xAbp2	1,48	sols sur matériaux limoneux	/	< 5%	non défini / silexite	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle STE 42

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	86,3	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
A-GDp1	10,71	complexe de sols limoneux et limono-caillouteux	/	15 - 50%	/	/	sols faiblement ou modérément gleyifiés	50-125	/
GDax0_1	2,98	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	/	>80 ou >125	sols faiblement ou modérément gleyifiés	50-125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle STE 41 lim

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	53,52	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBt2	12,61	sols limono-caillouteux	gravier	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbax4	12,18	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBK4	9,97	sols limono-caillouteux	argilo-calcaire	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBK2	5,39	sols limono-caillouteux	argilo-calcaire	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
(x)Aba	3,21	sols limoneux	/	< 5%	non défini / silexite	/	sols non gleyifiés	> 125	/
A-Gbp1	3,12	complexe de sols limoneux et limono-caillouteux	/	15 - 50%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/

### Informations pédologiques REQUACARTO de la parcelle STE 41 calc

Série	Occupation (%)	Texture Nature	Charge		Substrat		Drainage		
			Nature	(%)	Nature	Prof.	Nature	Prof. oxyd.	Prof. red.
Aba1	53,52	sols limoneux	/	< 5%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBt2	12,61	sols limono-caillouteux	gravier	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
Gbax4	12,18	sols limono-caillouteux	silexite	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBK4	9,97	sols limono-caillouteux	argilo-calcaire	15 - 50%	/	20-40	sols non gleyifiés	> 125	/
GbBK2	5,39	sols limono-caillouteux	argilo-calcaire	15 - 50%	/	40-80	sols non gleyifiés	> 125	/
(x)Aba	3,21	sols limoneux	/	< 5%	non défini / silexite	/	sols non gleyifiés	> 125	/
A-Gbp1	3,12	complexe de sols limoneux et limono-caillouteux	/	15 - 50%	/	/	sols non gleyifiés	> 125	/



Dans l'ordre de gauche à droite, de haut en bas ; LHO 45, LHO 95, PAQ 15-lim, PAQ 15-sil, PIR 12, SEN 19, SEN 33, SEN 35



Dans l'ordre de gauche à droite, de haut en bas ; SEU 29, STE 41-calc, STE 41-lim, STE 42, VER 64



### Annexe 3: Protocole de fractionnement à l'eau

#### **Protocole Wet sieving Victor Burgeon – Adaptation de Six et al., 1998**

**NB-** Lors du rinçage des tamis, il est important de faire attention à la quantité d'eau distillée utilisée.

- Il doit être similaire entre tous les rinçages.
- Il doit être suffisant pour un bon rinçage.
- Il ne faut pas exagérer car cette eau devra s'évaporer du tamis final. Plus il y a d'eau, plus le temps d'évaporation est long. De plus, entre les lavages des mailles, cette eau s'accumule et doit s'évaporer lors du tamisage final.

#### Préparation du matériel

- Pesez et notez le poids de tous les bains/paniers.
- tamis 2mm / 250um
- Eau distillée
- Récipients pré-pesés (\*5) /bains (\*3)  
(assez grand pour que le tamis soit placé à l'intérieur/!\ trop grand = trop d'eau)
- Métronome (25 temps/minute)

Ceux-ci recueilleront l'échantillon, sachant que leur poids permettra d'établir le poids réel de la fraction.

#### Prétraitement - sur l'échantillon

1. Séchage à l'air suivi d'une immersion rapide dans l'eau (extinction) 5 min.

#### Traitement

1. Pesez précisément xg de terre - notez le poids exact.

Ceci est important pour calculer le pourcentage de terre récupérée à la toute fin du processus de tamisage.

2. Placer le tamis de 2 mm dans le bain-marie désionisé pour s'assurer que le tamis est immergé sous 1 cm d'eau.
  - a. Pour la fraction de coare >2mm ceci peut être fait dans le panier moyen (de cette façon nous limitons à l'eau)
3. Placer l'échantillon de manière homogène sur le treillis
4. Déplacer manuellement le tamis vers le haut et vers le bas 50 fois en 2 minutes (25/min) tout en l'inclinant doucement dans toutes les directions.



5. Une fois les 2 minutes écoulées, soulevez le tamis de l'eau en utilisant de l'eau distillée, rincez l'extérieur, l'intérieur et le treillis pour assurer la récupération de toutes les particules les plus fines - assurez-vous que cela est fait au-dessus du bain.
6. FRACTION 1 - matières grossières : Ramasser la matière maintenue dans le tamis de 2 mm dans le collecteur 1, rincer le tamis pour recueillir toute la matière et sécher à 60°C pendant 48h - Retirer le OM frais mais conserver les particules pyrolysées.
7. Placer le tamis de 250 um dans le bain 2 (préalablement pesé) et transférer l'eau désionisée du bain 1 à travers ce tamis.
8. Rincer soigneusement le bain 1 pour transférer toutes les particules les plus fines dans le bain 2, à travers le tamis de 250 um.
9. Répéter les étapes 5 et 6
10. FRACTION 2 - Agrégats macroéconomiques : Transférer le matériau maintenu dans le tamis de 250 um dans le collecteur 2, laver à contre-courant le treillis et le matériau.
11. Collecteur 2 à 60°C pendant 48h

#### Annexe 4: Test d'égalité des moyennes des tests pH KCl

Analysis of Variance for pH KCl

Source	DF	SS	MS	F	P
Sol	2	2,06623	1,03311	517,79	0,000
Fraction	2	0,00501	0,00251	1,26	0,330
Sol*Fraction	4	0,02311	0,00578	2,90	0,085
Error	9	0,01796	0,00200		
Total	17	2,11231			

#### Annexe 5 : Statistiques descriptives des paramètres de la fraction BULK

Variable	Mean	SE Mean	StDev	Variance	CoefVar	Minimum	Q1	Median
Carbone	13,438	0,621	2,844	8,090	21,17	10,200	11,600	12,600
Carbone labile	0,4098	0,0183	0,0838	0,0070	20,46	0,2980	0,3505	0,3900
Azote	0,13048	0,00514	0,02355	0,00055	18,05	0,11000	0,11500	0,12000
C/N	10,214	0,254	1,164	1,354	11,39	9,100	9,300	9,500

Variable	Q3	Maximum
Carbone	15,500	21,500
Carbone labile	0,4335	0,6370
Azote	0,13500	0,20000
C/N	10,950	12,500

#### Correlation: Carbone; Carbone labile

Pearson correlation of Carbone and Carbone labile = 0,339

P-Value = 0,133

## Annexe 6: Test d'égalité des moyennes carbone-fractions des sols - Analyse de la variabilité de la teneur en C des sols et structuration des moyennes avec la méthode Fisher LSD

### Analysis of Variance for C

Source	DF	SS	MS	F	P
sol	20	1494,685	74,734	38,66	0,000
fract	2	463,205	231,602	119,80	0,000
sol*fract	40	822,148	20,554	10,63	0,000
Error	126	243,597	1,933		
Total	188	3023,635			

### Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,051699	0,025849	23,43	0,001
Error	6	0,006619	0,001103		
Total	8	0,058318			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,1228	A
Bulk	3	1,0418	B
<250	3	0,93760	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,062509	0,031255	22,18	0,002
Error	6	0,008456	0,001409		
Total	8	0,070965			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,2098	A
Bulk	3	1,07718	B
<250	3	1,00909	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,032534	0,016267	12,42	0,007
Error	6	0,007857	0,001310		
Total	8	0,040391			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,1218	A
Bulk	3	1,0815	A
<250	3	0,97899	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,11481	0,057406	22,87	0,002
Error	6	0,01506	0,002510		
Total	8	0,12987			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,3085	A
Bulk	3	1,1524	B
<250	3	1,03261	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,16698	0,083489	47,06	0,000
Error	6	0,01065	0,001774		
Total	8	0,17762			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,3151	A
Bulk	3	1,0964	B
<250	3	0,98748	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,149425	0,074713	52,57	0,000
Error	6	0,008528	0,001421		
Total	8	0,157953			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,3832	A
Bulk	3	1,2000	B
<250	3	1,06902	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,11129	0,055646	25,51	0,001
Error	6	0,01309	0,002181		
Total	8	0,12438			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,3548	A
Bulk	3	1,2040	B
<250	3	1,08298	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,056869	0,028434	26,06	0,001
Error	6	0,006546	0,001091		
Total	8	0,063414			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,4131	A
Bulk	3	1,3312	B
<250	3	1,21916	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,03157	0,01578	0,97	0,432
Error	6	0,09772	0,01629		
Total	8	0,12929			

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,038437	0,019219	51,93	0,000
Error	6	0,002220	0,000370		
Total	8	0,040658			

C1	N	Mean	Grouping
<250	3	1,06240	A
Bulk	3	1,04621	A
>250	3	0,9164	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,002494	0,001247	5,07	0,051
Error	6	0,001474	0,000246		
Total	8	0,003968			

C1	N	Mean	Grouping
<250	3	1,20325	A
Bulk	3	1,1792	A B
>250	3	1,1627	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,014638	0,007319	37,86	0,000
Error	6	0,001160	0,000193		
Total	8	0,015798			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,0968	A
Bulk	3	1,06077	B
<250	3	0,99911	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,002223	0,001111	3,03	0,123
Error	6	0,002203	0,000367		
Total	8	0,004426			

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,003857	0,001928	28,73	0,001
Error	6	0,000403	0,000067		
Total	8	0,004260			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,13627	A
Bulk	3	1,09861	B
<250	3	1,08804	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,001344	0,000672	2,88	0,133
Error	6	0,001401	0,000233		
Total	8	0,002745			

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,10274	0,051370	25,06	0,001
Error	6	0,01230	0,002050		
Total	8	0,11504			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,3434	A
Bulk	3	1,21259	B
<250	3	1,08170	C

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,007553	0,003777	5,53	0,044
Error	6	0,004099	0,000683		
Total	8	0,011653			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,1360	A
Bulk	3	1,1205	A B
<250	3	1,06830	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,012400	0,006200	51,16	0,000
Error	5	0,000606	0,000121		
Total	7	0,013006			

C1	N	Mean	Grouping
Bulk	3	1,26293	A
<250	2	1,24192	A
>250	3	1,17496	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,018886	0,009443	11,76	0,008
Error	6	0,004816	0,000803		
Total	8	0,023703			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,1480	A
Bulk	3	1,07183	B
<250	3	1,03860	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
C1	2	0,026942	0,013471	8,25	0,019
Error	6	0,009798	0,001633		
Total	8	0,036741			

C1	N	Mean	Grouping
>250	3	1,0482	A
Bulk	3	1,01321	A
<250	3	0,91868	B

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Cl	2	0,001032	0,000516	3,16	0,116
Error	6	0,000980	0,000163		
Total	8	0,002011			

### Corrélation entre le pH KCl et le carbone des fractions de sols

#### **Correlation: C Bulk; pH KCl**

Pearson correlation of C Bulk and pH KCl = -0,204  
P-Value = 0,375

#### **Correlation: C >250; pH KCl**

Pearson correlation of C >250 and pH KCl = 0,248  
P-Value = 0,278

#### **Correlation: C <250; pH KCl**

Pearson correlation of C <250 and pH KCl = -0,025  
P-Value = 0,913

### **Annexe 7: Test d'égalité des moyennes azote-fractions des sols - Analyse de la variabilité de la teneur en N des sols et structuration des moyennes avec la méthode Fisher LSD**

#### Analysis of Variance for N

Source	DF	SS	MS	F	P
sol	20	0,0779772	0,0038989	60,95	0,000
fract	2	0,0003088	0,0001544	2,41	0,094
sol*fract	40	0,0171672	0,0004292	6,71	0,000
Error	126	0,0080597	0,0000640		

#### Analysis of Variance for SEN33

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,00050671	0,00025336	23,39	0,001	>250	3	0,11018	A
Error	6	0,00006500	0,00001083			Bulk	3	0,10921	A
Total	8	0,00057171				<250	3	0,09380	B

#### Analysis of Variance for SEN 35

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,00020101	0,00010051	5,81	0,040	>250	3	0,12523	A
Error	6	0,00010383	0,00001730			Bulk	3	0,12029	A B
Total	8	0,00030484				<250	3	0,11369	B

#### Analysis of Variance for SEN19

Source	DF	SS	MS	F	P
Cl	2	0,00034804	0,00017402	2,91	0,131
Error	6	0,00035839	0,00005973		
Total	8	0,00070643			

Analysis of Variance for PIR12

Source	DF	SS	MS	F	P
C1	2	0,00026253	0,00013126	2,60	0,154
Error	6	0,00030320	0,00005053		
Total	8	0,00056573			

Analysis of Variance for SEU29

Source	DF	SS	MS	F	P	C1	N	Mean	Grouping
C1	2	0,00071223	0,00035611	18,56	0,003	>250	3	0,12390	A
Error	6	0,00011513	0,00001919			Bulk	3	0,11526	A
Total	8	0,00082736				<250	3	0,102253	B

Analysis of Variance for LHO45

Source	DF	SS	MS	F	P	C1	N	Mean	Grouping
C1	2	0,0024900	0,0012450	21,20	0,002	>250	3	0,16163	A
Error	6	0,0003523	0,0000587			Bulk	3	0,14413	B
Total	8	0,0028423				<250	3	0,12102	C

Analysis of Variance for LHO3

Source	DF	SS	MS	F	P	C1	N	Mean	Grouping
C1	2	0,00090919	0,00045460	8,22	0,019	>250	3	0,14618	A
Error	6	0,00033181	0,00005530			Bulk	3	0,13198	A B
Total	8	0,00124100				<250	3	0,12167	B

Analysis of Variance for LHO95

Source	DF	SS	MS	F	P	C1	N	Mean	Grouping
C1	2	0,00057938	0,00028969	12,18	0,008	Bulk	3	0,17570	A
Error	6	0,00014270	0,00002378			>250	3	0,17492	A
Total	8	0,00072208				<250	3	0,15830	B

Analysis of Variance for GEO3

Source	DF	SS	MS	F	P
C1	2	0,0020598	0,0010299	1,29	0,343
Error	6	0,0048024	0,0008004		
Total	8	0,0068622			

Analysis of Variance for GEO2 lim

Source	DF	SS	MS	F	P	C1	N	Mean	Grouping
C1	2	0,00159619	0,00079810	94,14	0,000	<250	3	0,13100	A
Error	6	0,00005087	0,00000848			Bulk	3	0,121940	B
Total	8	0,00164706				>250	3	0,09933	C

Analysis of Variance for GEO2 calc

Source	DF	SS	MS	F	P	C1	N	Mean	Grouping
C1	2	0,00075207	0,00037603	9,18	0,015	<250	3	0,17552	A
Error	6	0,00024564	0,00004094			Bulk	3	0,16342	A B
Total	8	0,00099771				>250	3	0,15315	B

Analysis of Variance for LHA49

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,00059398	0,00029699	35,11	0,000	>250	3	0,13183	A
Error	6	0,00005075	0,00000846			Bulk	3	0,124457	B
Total	8	0,00064473				<250	3	0,112137	C

Analysis of Variance for LHA54

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,00055801	0,00027900	14,40	0,005	<250	3	0,15419	A
Error	6	0,00011627	0,00001938			>250	3	0,14214	B
Total	8	0,00067428				Bulk	3	0,135123	B

Analysis of Variance for PAQ15 lim

Source	DF	SS	MS	F	P
Cl	2	0,000039921	0,000019960	3,73	0,089
Error	6	0,000032144	0,000005357		
Total	8	0,000072064			

Analysis of Variance for PAQ15 sil

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,00079391	0,00039695	217,12	0,000	<250	3	0,138737	A
Error	6	0,00001097	0,00000183			Bulk	3	0,127533	B
Total	8	0,00080488				>250	3	0,115733	C

Analysis of Variance for BOS10

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,00107739	0,00053869	22,81	0,002	>250	3	0,14963	A
Error	6	0,00014172	0,00002362			Bulk	3	0,134700	B
Total	8	0,00121911				<250	3	0,122887	C

Analysis of Variance for BOS30

Source	DF	SS	MS	F	P
Cl	2	0,00001202	0,00000601	0,56	0,599
Error	6	0,00006462	0,00001077		
Total	8	0,00007663			

Analysis of Variance for VER64

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,0028681	0,0014340	38,17	0,001	<250	2	0,199365	A
Error	5	0,0001879	0,0000376			Bulk	3	0,19709	A
Total	7	0,0030559				>250	3	0,15893	B

Analysis of Variance for STE42

Source	DF	SS	MS	F	P
Cl	2	0,00014454	0,00007227	1,38	0,321
Error	6	0,00031363	0,00005227		
Total	8	0,00045817			

Analysis of Variance for STE41 lim

Source	DF	SS	MS	F	P	Cl	N	Mean	Grouping
Cl	2	0,00048198	0,00024099	7,62	0,023	>250	3	0,11301	A
Error	6	0,00018987	0,00003165			Bulk	3	0,110397	A
Total	8	0,00067185				<250	3	0,09634	B

Analysis of Variance for STE41 calc-sil

Source	DF	SS	MS	F	P	C1	N	Mean	Grouping
C1	2	0,00024281	0,00012140	9,08	0,015	<250	3	0,13396	A
Error	6	0,00008025	0,00001338			Bulk	3	0,12351	B
Total	8	0,00032306				>250	3	0,122453	B

**Annexe 8: Corrélation entre C et N des fractions et statistiques descriptives du C et N dans les fractions**

**Correlation: C; N**

Pearson correlation of C and N = 0,681  
P-Value = 0,000

Variable	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	CoefVar	Minimum	Q1	Median	Q3
C2	21	0	13,438	0,621	2,844	21,17	10,200	11,600	12,600	15,500
C3	21	0	15,76	1,08	4,96	31,50	8,30	12,00	13,90	20,65
C4	21	0	11,952	0,531	2,433	20,35	8,300	10,100	11,700	12,750
C5	21	0	0,13048	0,00514	0,02355	18,05	0,11000	0,11500	0,12000	0,13500
C6	21	0	0,13238	0,00413	0,01895	14,31	0,10000	0,12000	0,13000	0,15000
C7	21	0	0,12905	0,00601	0,02755	21,35	0,09000	0,11000	0,12000	0,14500

**Annexe 9 : AV1 et groupement des moyennes de C et N en fonction des caractéristiques des parcelles**

Carbone

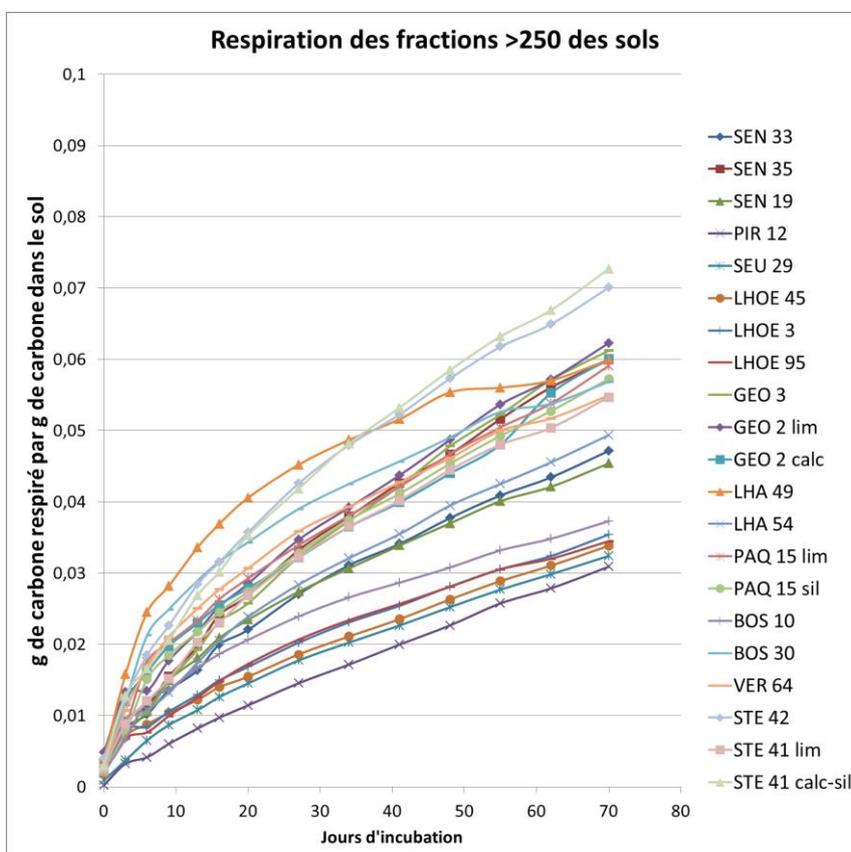
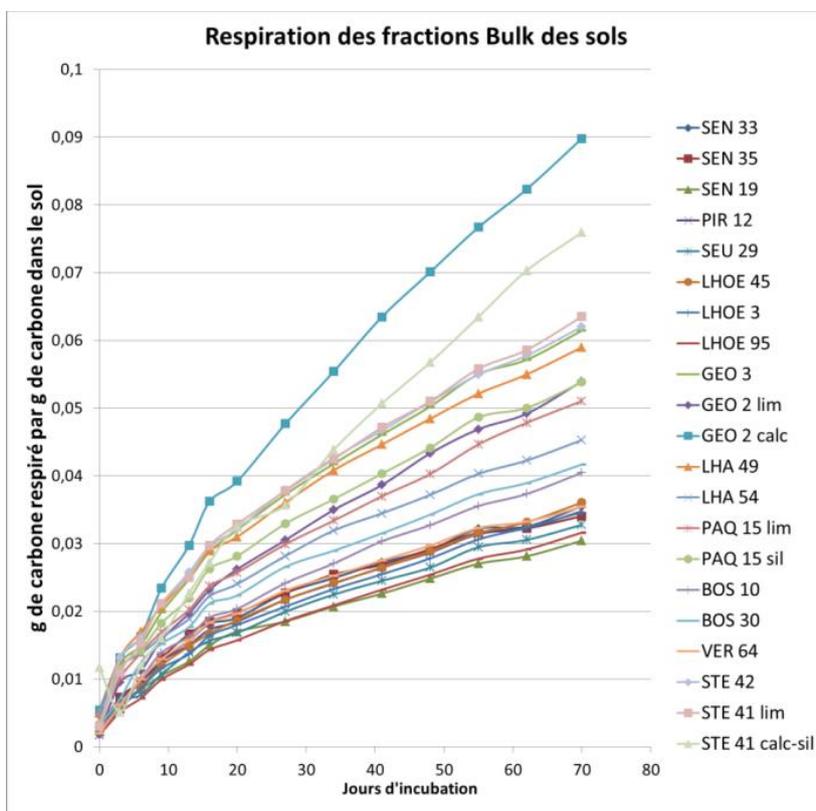
Analysis of Variance

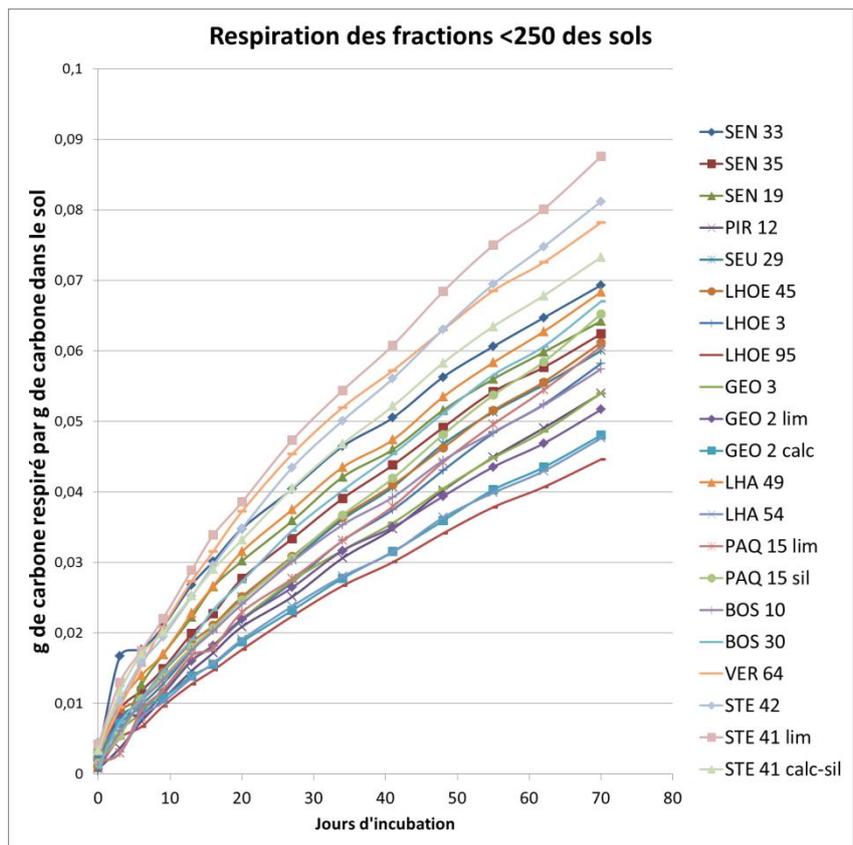
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Région	N	Mean	Grouping
Région	3	304,2	101,39	6,90	0,000	Hesbaye	72	15,082	A
Error	185	2719,5	14,70			Hennuyer	18	14,882	A
Total	188	3023,6				Condroz	54	12,628	B
						Famenne	45	12,371	B
						Culture	N	Mean	Grouping
						Betterave sucrière	18	15,82	A
						Froment	81	14,503	A B
						Pomme de terre	27	13,574	A B C
						Mais ensilage	9	12,876	A B C
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Epautre	27	12,285	C
Culture	7	293,7	41,96	2,78	0,009	Ray-grass	9	12,283	B C
Error	181	2729,9	15,08			Triticale	9	11,639	C
Total	188	3023,6				Avoine/pois/triticale	9	11,498	C

Azote

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	Culture	N	Mean	Grouping
Culture	7	0,01050	0,001500	2,92	0,006	Froment	81	0,13781	A
Error	181	0,09301	0,000514			Epautre	27	0,13475	A
Total	188	0,10351				Avoine/pois/triticale	9	0,12875	A B
						Betterave sucrière	18	0,12803	A B
						Ray-grass	9	0,12758	A B
						Mais ensilage	9	0,12489	A B
						Pomme de terre	27	0,11996	B
						Triticale	9	0,11453	B

**Annexe 10 : Evolution de la production de C par fractions pour chaque sol par gramme de carbone dans le sol et tableau des résultats bruts**





	Nom éch	N° éch	g carbone / g sol	Masse C (g)															
				2/4	5/4	8/4	11/4	15/4	18/4	22/4	29/4	6/5	13/5	20/5	27/5	3/6	11/6		
Bulk	SEN 33	A-1	0,01102	0,00285474	0,00629552	0,00859305	0,01268101	0,01565954	0,01819172	0,01907166	0,02271417	0,02491911	0,02723859	0,02910807	0,03219838	0,0325273	0,03550769		
	SEN 35	A-2	0,01195	0,00264677	0,00733226	0,009609	0,01313515	0,01666894	0,01849613	0,01981449	0,02274435	0,02547108	0,02688722	0,02921814	0,03164677	0,03225587	0,03407549		
	SEN 19	A-3	0,01213	0,00291299	0,00648846	0,00850865	0,01051137	0,01261464	0,01502244	0,01702604	0,0185261	0,02073158	0,02263034	0,02484063	0,02703963	0,02814206	0,03044493		
	PIR 12	A-4	0,01423	0,00245647	0,00690041	0,00951384	0,01266223	0,01503609	0,01732675	0,01851308	0,02174197	0,02411897	0,02649837	0,02870074	0,03141847	0,03226452	0,03481121		
	SEU 29	A-5	0,0125	0,00176036	0,00660932	0,00768929	0,01070488	0,01391644	0,01566936	0,01683912	0,01995104	0,02248276	0,02452439	0,02647763	0,02948941	0,03055931	0,03279348		
	LHOE 45	A-6	0,01586	0,0024433	0,00574259	0,00880723	0,01202596	0,01486128	0,01677412	0,01868928	0,0217543	0,02420414	0,02624692	0,02887528	0,03155627	0,03316566	0,03607684		
	LHOE 3	A-7	0,01601	0,00233676	0,00567729	0,00861826	0,01157916	0,01369177	0,01641464	0,0180035	0,02072348	0,02329829	0,02548968	0,02783321	0,03063168	0,03237083	0,03463594		
	LHOE 95	A-8	0,02145	0,00176956	0,00514689	0,00717983	0,00994326	0,01220056	0,01434857	0,01576231	0,0185839	0,0209015	0,02321669	0,0254226	0,02779697	0,02915206	0,03163724		
	GEO 3	A-9	0,01019	0,00247415	0,01212852	0,01498794	0,01988355	0,02476813	0,02881585	0,03202826	0,03727517	0,0417986	0,04609045	0,05025091	0,0550177	0,05716102	0,0614508		
	GEO 2 lim	A-10	0,01112	0,00186656	0,00953127	0,01127986	0,01580926	0,01970764	0,02317947	0,02622382	0,03054884	0,03499063	0,03867374	0,04333397	0,04690589	0,04919155	0,05395952		
	GEO 2 calc	A-11	0,01512	0,00543639	0,01312872	0,01633018	0,02342149	0,02973084	0,03624813	0,03921908	0,04769568	0,05540742	0,0634831	0,07009775	0,07670093	0,08233485	0,08981793		
	LHA 49	A-12	0,01183	0,00496376	0,01322593	0,01699757	0,02069891	0,0252369	0,02892365	0,03103062	0,03609795	0,04084564	0,04464618	0,04844429	0,05214123	0,05591338	0,05900263		
	LHA 54	A-13	0,01285	0,00497656	0,01173534	0,013717	0,01615841	0,01888521	0,02226885	0,02405459	0,0281907	0,03194731	0,0344868	0,0372121	0,04031479	0,0422899	0,04529902		
	PAQ 15 lim	A-14	0,01255	0,00405582	0,01016241	0,01384681	0,01694147	0,02023978	0,02372618	0,02575388	0,02992845	0,0334131	0,0370022	0,04029616	0,0446575	0,04784662	0,05106168		
	PAQ 15 sil	A-15	0,01215	0,00339856	0,01151338	0,01426032	0,01826859	0,02194572	0,02629448	0,0281623	0,0329599	0,03657443	0,04033728	0,04415296	0,04864841	0,05004875	0,05382967		
	BOS 10	A-16	0,01632	0,00280752	0,00586514	0,00994988	0,01390035	0,01628512	0,0191143	0,02038078	0,02417865	0,02708527	0,03035796	0,03273534	0,03556275	0,03734562	0,04047663		
	BOS 30	A-17	0,01323	0,00317975	0,00714384	0,01246489	0,01521759	0,01769436	0,02117352	0,02326663	0,02685559	0,02896605	0,03153191	0,03427941	0,03730287	0,03895453	0,04062952		
	VER 64	A-18	0,01832	0,00195077	0,00621159	0,00999439	0,01297098	0,01576183	0,01835903	0,01968735	0,02307587	0,0256982	0,02752812	0,02972637	0,03231705	0,03324702	0,03543829		
	STE 42	A-19	0,0118	0,00288174	0,01313183	0,01614164	0,02111003	0,0257735	0,0296018	0,03218943	0,0378895	0,04264627	0,04669387	0,05093781	0,05498013	0,05777894	0,06203121		
	STE 41 lim	A-20	0,01031	0,0030616	0,01102054	0,01532942	0,02119533	0,0250565	0,02973238	0,03288574	0,03780102	0,04248519	0,04715901	0,0510181	0,05581132	0,05861418	0,06351841		
STE 41 calc-s	A-21	0,01171	0,00517021	0,0120172	0,01606324	0,0226802	0,0272343	0,0326314	0,03579937	0,04387829	0,05069547	0,05670193	0,06345647	0,07033272	0,07593886	0,0832027			
>250	SEN 33	B-1	0,01333	0,00280563	0,00815835	0,01015101	0,01350813	0,01631804	0,01994131	0,02202513	0,02701331	0,03109078	0,03408244	0,03770524	0,04087867	0,04341521	0,04713393		
	SEN 35	B-2	0,01633	0,00258708	0,00909184	0,01131121	0,01545131	0,01973891	0,02410142	0,02683702	0,03319528	0,03792677	0,04258436	0,04665086	0,05160467	0,05603902	0,05988393		
	SEN 19	B-3	0,01326	0,00192577	0,00741301	0,01052411	0,01491929	0,01803004	0,02086635	0,02342821	0,02736155	0,03065688	0,03385681	0,03696848	0,04007837	0,04209118	0,04538045		
	PIR 12	B-4	0,02059	0,00022477	0,00321679	0,00413481	0,00600291	0,00816687	0,00968012	0,01142913	0,01452435	0,01714755	0,01995535	0,02263923	0,02573682	0,02783929	0,03088211		
	SEU 29	B-5	0,02074	0,00087227	0,00368846	0,00649135	0,0086571	0,01076341	0,01257547	0,01450441	0,01772162	0,02023546	0,02263358	0,02520447	0,02766015	0,02982281	0,03239534		
	LHOE 45	B-6	0,02433	0,00177875	0,00703573	0,00876765	0,0103527	0,01218399	0,01396576	0,01544994	0,01856896	0,02109202	0,02351733	0,02628764	0,0288609	0,03103832	0,03380989		
	LHOE 3	B-7	0,02287	0,00180854	0,00792981	0,0084107	0,01052366	0,01290525	0,01491612	0,01682186	0,02020662	0,0230659	0,02539322	0,02809339	0,03052739	0,03237949	0,03539184		
	LHOE 95	B-8	0,02602	0,00194678	0,0067691	0,00764521	0,00991147	0,01255016	0,01477365	0,017229	0,02065554	0,02338657	0,0265573	0,02806664	0,03052094	0,03200328	0,03445994		
	GEO 3	B-9	0,01111	0,00272729	0,00940458	0,01040189	0,01481492	0,01924099	0,02313853	0,02574554	0,02923246	0,03322891	0,03731212	0,04217523	0,04780291	0,05232154	0,05790258	0,06119617	
	GEO 2 lim	B-10	0,00826	0,00482334	0,01331428	0,01344584	0,01769451	0,0217845	0,0252941	0,02850601	0,034649	0,03917946	0,04370995	0,04867807	0,05364806	0,05715487	0,06226768		
	GEO 2 calc	B-11	0,01455	0,00331421	0,01193334	0,01607842	0,01972286	0,02295754	0,02553052	0,02785472	0,03216973	0,03648486	0,03988909	0,04395608	0,04802239	0,05232881	0,06005129		
	LHA 49	B-12	0,01251	0,00398025	0,01575306	0,02448415	0,02815733	0,03357884	0,03686879	0,0405484	0,04518847	0,04867716	0,05157316	0,05349441	0,056	0,05701769	0,05991339		
	LHA 54	B-13	0,01399	0,00207467	0,00944336	0,01074918	0,01317644	0,01742348	0,02046067	0,02384163	0,02835397	0,03208013	0,03546611	0,03945591	0,04249324	0,04552871	0,04934792		
	PAQ 15 lim	B-14	0,01369	0,00327899	0,00856456	0,01750613	0,02014561	0,02332096	0,02631715	0,02923246	0,03389481	0,03803952	0,04208572	0,04667045	0,05044732	0,0537908	0,05906454		
	PAQ 15 sil	B-15	0,01153	0,00211675	0,007698	0,01508557	0,01845823	0,02172462	0,02446539	0,02741896	0,03279258	0,03743307	0,04112089	0,04534063	0,04924128	0,05272115	0,05725375		
	BOS 10	B-16	0,02228	0,00201884	0,00671491	0,01205344	0,01368975	0,01668963	0,01860031	0,02061914	0,02389443	0,02656728	0,02864257	0,03077066	0,03317226	0,03480999	0,03726674		
	BOS 30	B-17	0,01369	0,00229969	0,01196015	0,02126389	0,02488521	0,02893863	0,03157954	0,03431197	0,03897208	0,04249558	0,04565921	0,04900464	0,05261581	0,05375146	0,05682676		
	VER 64	B-18	0,01497	0,00297044	0,01072585	0,01681822	0,02103592	0,02499987	0,02766376	0,03065607	0,03583616	0,03931048	0,04270821	0,04610228	0,04998832	0,05168759	0,05492564		
	STE 42	B-19	0,01412	0,00399703	0,01232433	0,01847463	0,02258989	0,02841446	0,03149964	0,03569402	0,04255329	0,04794693	0,05223256	0,05728199	0,06173802	0,06490689	0,07004821		
	STE 41 lim	B-20	0,01127	0,00256422	0,00880405	0,01202374	0,01513827	0,02029339	0,02297865	0,02684374	0,03221478	0,03651068	0,04016453	0,04445971	0,0480061	0,05036897	0,05466926		
STE 41 calc-s	B-21	0,01148	0,00295149	0,01275554	0,01654169	0,02054616	0,02686567	0,03012917	0,03528878	0,04181792	0,04813721	0,05319296	0,05845779	0,06319728	0,06688876	0,0726785			
<250	SEN 33	C-1	0,00866	0,00294601	0,01669464	0,01767845	0,02090502	0,02679772	0,0301653	0,03479511	0,04040748	0,04643995	0,05050898	0,05626135	0,0606106	0,0646794	0,06930955		
	SEN 35	C-2	0,01021	0,00178179	0,00910385	0,01183663	0,01491361	0,01988496	0,02272746	0,02770039	0,03338121	0,03906362	0,04379792	0,04912738	0,05421663	0,05765159	0,06238762		
	SEN 19	C-3	0,00953	0,00165596	0,00556326	0,01264705	0,01694024	0,02224671	0,02654182	0,03021049	0,03589696	0,04209103	0,04600861	0,05157337	0,05599622	0,05978791	0,06421178		
	PIR 12	C-4	0,01078	0,00076749	0,00368524	0,0074781	0,01061295	0,01463523	0,01720355	0,0208924	0,02514133	0,03061646	0,0347517	0,04022346	0,0449168	0,04905115	0,05396688		
	SEU 29	C-5	0,00972	0,00170313	0,00806244	0,00991141	0,01278066	0,01749399	0,02059429	0,02505585	0,03039	0,03609272	0,040682	0,0467523	0,05134268	0,05518502	0,0600198		
	LHOE 45	C-6	0,01172	0,00083626	0,00869128	0,01065936	0,01448507	0,01862381	0,02110827	0,02514574	0,03083429	0,0364226	0,04097398	0,04625307	0,05152949	0,05556549	0,06115226		
	LHOE 3	C-7	0,01211	0,00048417	0,00795902	0,00845936	0,01135609	0,01604105	0,02181326	0,0218182	0,02720226	0,03308031	0,03746566	0,04304287	0,04832497	0,05241025	0,05819046		
	LHOE 95	C-8	0,01657	0,00095214	0,00510588	0,00670798	0,00962489	0,0127595	0,01472825	0,01764451	0,02238238	0,02668421	0,03003683	0,03412048	0,03783				

## Annexe 11 : Statistiques descriptives de la respiration du BULK

Variable	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	CoefVar	Minimum	Q1	Median	Q3
C2	21	0	0,04817	0,00371	0,01699	35,27	0,03044	0,03472	0,04169	0,06023

Variable	Maximum
C2	0,08982

## Annexe 12 : Paramètres modélisés avec SoilR pour les sols GEO 2 calc et SEN 33

k1	k2	alpha21	alpha12	gamma
6.982256e-02	1.329594e-98	9.974155e-01	3.826388e-02	9.864282e-01

k1	k2	alpha21	alpha12	gamma
3.922504e-02	1.414012e-13	9.835791e-01	8.244079e-01	3.225724e-01

**Annexe 13 : Tableau des résultats du carbone respiré dans les échantillons par gramme de carbone et fonction de la proportionnalité dans les sols**

Echantillon	Fraction	Proportion dans l'échantillon de base (%)	Carbone respiré par g_carb et fct de la proportionnalité	Fraction	Proportion dans l'échantillon de base (%)	Carbone respiré par g_carb et fct de la proportionnalité	Fraction	Proportion dans l'échantillon de base (%)	Carbone respiré par g_carb et fct de la proportionnalité
SEN 33		100	0,036		34,8	0,016		65,2	0,045
SEN 35		100	0,034		23,2	0,014		76,8	0,048
SEN 19		100	0,030		41,6	0,019		58,4	0,038
PIR 12		100	0,035		37,6	0,012		62,4	0,034
SEU 29		100	0,033		17,8	0,006		82,2	0,049
LHO 45		100	0,036		23,0	0,008		77,0	0,047
LHO 3		100	0,035		27,8	0,010		72,2	0,042
LHO 95		100	0,032		40,5	0,014		59,5	0,027
GEO 3		100	0,061		43,5	0,027		56,5	0,030
GEO 2 lim		100	0,054		30,6	0,019		69,4	0,036
GEO 2 calc	BULK	100	0,090	>250	35,8	0,021	<250	64,2	0,031
LHA 49		100	0,059		41,8	0,025		58,2	0,040
LHA 54		100	0,045		34,7	0,017		65,3	0,031
PAQ 15 lim		100	0,051		30,4	0,018		69,6	0,042
PAQ 15 sil		100	0,054		27,1	0,016		72,9	0,048
BOS 10		100	0,040		27,0	0,010		73,0	0,042
BOS 30		100	0,042		36,8	0,021		63,2	0,042
VER 64		100	0,035		61,0	0,033		39,0	0,031
STE 42		100	0,062		25,5	0,018		74,5	0,060
STE 41 lim		100	0,064		41,8	0,023		58,2	0,051
STE 41 calc-sil		100	0,084		62,5	0,045		37,5	0,027

## Annexe 14 : Paramètres modélisés avec SoilR pour les trois fractions

Bulk

```
      k1          k2      alpha21      alpha12      gamma
1.893158e-02 9.669208e-37 9.942218e-01 9.878302e-01 9.363859e-01
```

>250

```
      k1          k2      alpha21      alpha12      gamma
3.756341e-02 3.157118e-80 9.967922e-01 3.705480e-02 9.832223e-01
```

<250

```
      k1          k2      alpha21      alpha12      gamma
2.694082e-02 1.756468e-35 9.940058e-01 9.872639e-01 9.329396e-01
```

## Annexe 15 : Résultats des ANOVA et ANCOVA pour le test de respiration entre le mix des trois fractions

### ANOVA

```
> summary(aov5)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN  1 0.000042 4.239e-05  0.189  0.665
Residuals   58 0.013008 2.243e-04
> summary(aov9)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements  1 0.00075 0.0007502  3.538  0.065 .
Residuals         58 0.01230 0.0002121
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov10)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.bio  1 0.000059 5.854e-05  0.261  0.611
Residuals         58 0.012992 2.240e-04
> summary(aov12)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région      3 0.004907 0.0016356  11.25 7.02e-06 ***
Residuals        56 0.008143 0.0001454
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$culture     7 0.002583 0.0003690  1.833  0.1
Residuals        52 0.010467 0.0002013
```

### ANCOVA

```
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone    1 0.004626 0.004626  31.85 5.23e-07 ***
Residuals       58 0.008424 0.000145
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov2)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote     1 0.000784 0.0007837  3.706 0.0591 .
Residuals      58 0.012267 0.0002115
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov3)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carb_lab  1 0.000022 2.189e-05  0.097  0.756
Residuals      58 0.013028 2.246e-04
> summary(aov4)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH        1 0.000036 3.551e-05  0.158  0.692
Residuals      58 0.013015 2.244e-04
> summary(aov11)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$C.N      1 0.005350 0.005350  40.29 3.62e-08 ***
Residuals     58 0.007701 0.000133
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

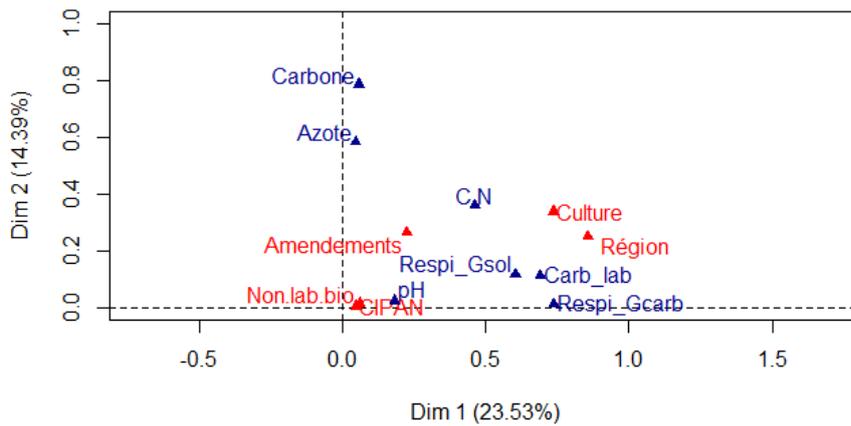
ANOVA Région-Carbone et Région-C/N

```
> summary(aov14)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région  3  135.1   45.05   3.348 0.0253 *
Residuals    56  753.5   13.46
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> aov14<-aov(data1$C.N ~ data1$Région)
> summary(aov14)
              Df Sum Sq Mean Sq F value  Pr(>F)
data1$Région  3  89.88  29.961    9.62 3.22e-05 ***
Residuals    56 174.41   3.115
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

**Annexe 16 : Résultats des ACPmix pour les fractions BULK, >250 et <250 respectivement**

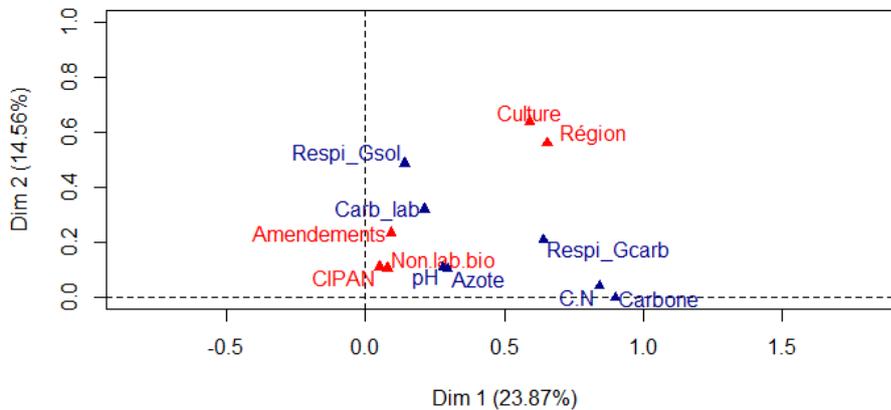
Bulk

**Graph of the variables**



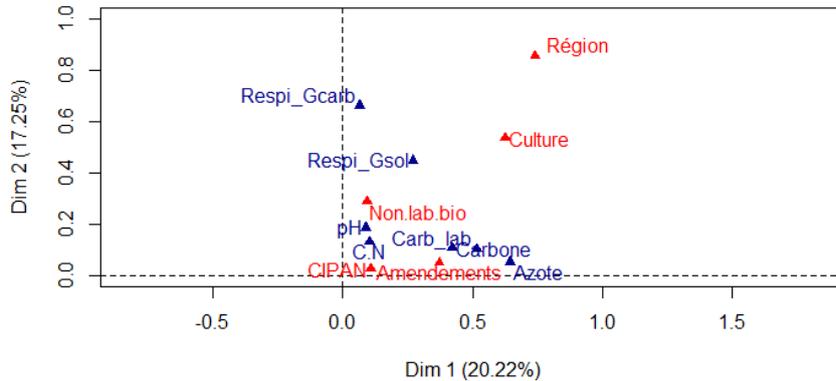
>250

**Graph of the variables**



<250

Graph of the variables



Annexe 17 : Résultats des ANOVA et ANCOVA entre la respiration et les facteurs l'influençant pour les différentes

BULK ANCOVA

```
> summary(aov69)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone 1 0.000596 0.0005956 2.142 0.161
Residuals 18 0.005005 0.0002780
> summary(aov2)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote 1 0.00034 3.352e-05 0.108 0.746
Residuals 18 0.005567 3.093e-04
> summary(aov3)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$carb_lab 1 0.001704 0.0017043 7.874 0.0117 *
Residuals 18 0.003896 0.0002164
---
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov4)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH 1 0.000022 2.223e-05 0.072 0.792
Residuals 18 0.005578 3.099e-04
> summary(aov11)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$c.N 1 0.002487 0.0024873 14.38 0.00133 **
Residuals 18 0.003113 0.0001729
---
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

BULK ANOVA

```
> summary(aov5)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN 1 0.000003 2.80e-06 0.009 0.926
Residuals 18 0.005597 3.11e-04
> summary(aov9)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements 1 0.001010 0.001010 3.959 0.062 .
Residuals 18 0.004591 0.000255
---
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov10)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.bio 1 0.000027 2.677e-05 0.086 0.772
Residuals 18 0.005573 3.096e-04
> summary(aov12)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région 3 0.003781 0.0012602 11.08 0.00035 ***
Residuals 16 0.001820 0.0001137
---
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Culture 7 0.002644 0.0003777 1.533 0.246
Residuals 12 0.002957 0.0002464
```

>250 ANCOVA

```
> summary(aov69)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone 1 0.002208 0.0022079 37.88 8.22e-06 ***
Residuals 18 0.001049 0.0000583
---
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov2)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote 1 0.0003469 0.0003469 2.146 0.16
Residuals 18 0.0029101 0.0001617
> summary(aov3)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$carb_lab 1 0.000058 5.788e-05 0.326 0.575
Residuals 18 0.003199 0.0001777e-04
> summary(aov4)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH 1 0.0001527 0.0001527 0.885 0.359
Residuals 18 0.0031043 0.0001725
> summary(aov11)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$c.N 1 0.0024463 0.002446 54.32 7.72e-07 ***
Residuals 18 0.0008106 0.000045
---
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
```

>250 ANOVA

```
> summary(aov5)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN 1 0.000189 0.0001890 1.109 0.306
Residuals 18 0.003068 0.0001704
> summary(aov9)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements 1 0.0002557 0.0002557 1.533 0.232
Residuals 18 0.0030013 0.0001667
> summary(aov10)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.bio 1 0.000002 2.110e-06 0.012 0.915
Residuals 18 0.003255 1.808e-04
> summary(aov12)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région 3 0.001989 0.0006629 8.364 0.00143 **
Residuals 16 0.001268 0.0000793
---
Signif. codes: 0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Culture 7 0.001509 0.0002155 1.479 0.263
Residuals 12 0.001749 0.0001457
```

## <250 ANCOVA

```

> summary(aov69)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone  1 0.001115 0.0011153  17.52 0.000556 ***
Residuals    18 0.001146 0.0000637
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov2)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote    1 0.0007394 0.0007394  8.745 0.00844 **
Residuals    18 0.0015221 0.0000846
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov3)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carb_lab  1 2.11e-05 2.113e-05  0.17 0.685
Residuals    18 2.24e-03 1.245e-04
---
> summary(aov4)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH        1 0.0000456 4.556e-05  0.37 0.551
Residuals    18 0.0022160 1.231e-04
---
> summary(aov11)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$C.N       1 0.0004617 0.0004617  4.618 0.0455 *
Residuals    18 0.0017998 0.0001000
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1

```

## <250 ANOVA

```

> summary(aov5)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN    1 0.0000171 1.715e-05  0.138 0.715
Residuals    18 0.0022444 1.247e-04
---
> summary(aov9)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements  1 0.0000001 0.0000001  0.001 0.977
Residuals    18 0.0022614 0.0001256
---
> summary(aov10)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.bio  1 0.0002881 0.0002881  2.628 0.122
Residuals    18 0.0019734 0.0001096
---
> summary(aov12)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région     3 0.001054 0.0003514  4.657 0.016 *
Residuals    16 0.001207 0.0000755
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Culture    7 0.0005785 8.264e-05  0.589 0.753
Residuals    12 0.0016830 1.402e-04

```

## ANOVA Région-« facteurs significatifs » BULK

```

> summary(aovcarb_lab)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région    3 61564 20521  13.27 0.000131 ***
Residuals    16 24737  1546
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aovC.N)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région    3 18.189  6.063  12.1 0.000219 ***
Residuals    16  8.019  0.501
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1

```

## ANOVA Région-« facteurs significatifs » >250

```

> summary(aovcarbhone)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région    3 256.1  85.37  5.792 0.00705 **
Residuals    16 235.8  14.74
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aovC.N)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région    3 112.58  37.53  12.14 0.000215 ***
Residuals    16  49.47  3.09
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1

```

## ANOVA Région-« facteurs significatifs » <250

```

> summary(aovcarbhone)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région    3 10.59  3.530  0.748 0.539
Residuals    16 75.47  4.717
---
> summary(aovC.N)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région    3  2.845  0.9482  5.015 0.0122 *
Residuals    16  3.025  0.1891
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aovazote)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région    3 0.002818 0.0009392  2.123 0.137
Residuals    16 0.007078 0.0004423

```

## Annexe 18 : Statistiques descriptives des minéralisations moyennes en carbone des fractions

Variable	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	Minimum	Q1	Median	Q3	Maximum
Bulk_Gcarb	21	0	0,04817	0,00371	0,01699	0,03044	0,03472	0,04169	0,06023	0,08982
>250_Gcarb	21	0	0,05118	0,00279	0,01279	0,03088	0,03633	0,05493	0,05998	0,07268
<250_Gcarb	21	0	0,06257	0,00245	0,01122	0,04462	0,05398	0,06115	0,06882	0,08754

## Annexe 19 : Résultats des AV1 entre la respiration et les facteurs l'influençant pour les différents sols

### SEU 29

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr(>F)
data1\$Azote	1	0.0005014	0.0005014	6327	0.008 **
Residuals	1	0.0000001	0.0000001		

### PAQ 15 lim

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr(>F)
data1\$carb_lab	1	5.243e-05	5.243e-05	2606	0.0125 *
Residuals	1	2.000e-08	2.000e-08		

### STE 41 lim

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr(>F)
data1\$carbone	1	0.0005756	0.0005756	201.7	0.0447 *
Residuals	1	0.0000029	0.0000029		

## Annexe 20 : Concentration en nitrate des sols post-incubation et statistiques descriptives sur les nitrates du Bulk

	Concentration en nitrate post-incubation (mg/kg MS)		
	Bulk	>250	<250
SEN 33	51,3	47,1	58,7
SEN 35	49,2	59,8	53,8
SEN 19	52,4	57,2	70,7
PIR 12	47,5	48,3	43,1
SEU 29	45,3	26,3	44,3
LHO 45	65,6	4,3	7,1
LHO 3	45,8	25,5	12,0
LHO 95	63,6	5,1	6,9
GEO 3	69,6	2,2	2,0
GEO 2 lim	55,3	0,1	0,9
GEO 2 calc	65,7	2,4	2,8
LHA 49	58,1	0,9	0,4
LHA 54	59,1	1,0	1,3
PAQ 15 lim	56,6	0,5	0,4
PAQ 15 sil	60,1	1,3	1,0
BOS 10	29,5	5,8	1,1
BOS 30	49,8	6,4	19,0
VER 64	69,4	0,4	0,6
STE 42	71,9	2,5	5,1
STE 41 lim	49,5	3,0	1,4
STE 41 calc-sil	58,2	60,7	80,6

Variable	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	CoefVar	Minimum	Q1	Median	Q3	Maximum
C2	21	0	43,43	1,78	8,15	18,77	22,70	39,37	43,50	47,23	63,26

## Annexe 21 : Analyse de corrélation entre la respiration et la production de nitrate des fractions

### **Correlation: Bulk\_Nitrate; Bulk\_respi**

Pearson correlation of Bulk\_Nitrate and Bulk\_respi = 0,539  
P-Value = 0,012

### **Correlation: >250\_Nitrate; >250\_respi**

Pearson correlation of >250\_Nitrate and >250\_respi = 0,045  
P-Value = 0,846

### **Correlation: <250\_Nitrate; <250\_respi**

Pearson correlation of <250\_Nitrate and <250\_respi = 0,142  
P-Value = 0,539

## Annexe 22 : Résultats des AV1 entre la minéralisation d'azote et les facteurs l'influençant pour les différentes fractions

### Bulk

```

> summary(aov1)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone 1  494.0     494  11.77 0.00298 **
Residuals    18  755.6       42
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov2)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote   1  175.3     175.31  2.937 0.104
Residuals    18 1074.3     59.68
> summary(aov3)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carb_lab 1  4.3     4.28  0.062 0.806
Residuals     18 1245.3     69.18
> summary(aov4)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH       1  20.6     20.59  0.302 0.59
Residuals     18 1229.0     68.28
> summary(aov5)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN    1  69.7     69.65  1.063 0.316
Residuals     18 1179.9     65.55
> summary(aov6)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$C.N      1  519.9     519.9  12.82 0.00213 **
Residuals     18  729.7     40.5
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov9)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements 1  126     125.98  2.018 0.173
Residuals        18 1124     62.42
> summary(aov10)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.bio 1  0.6     0.62  0.009 0.925
Residuals        18 1249.0     69.39
> summary(aov11)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Respi_Gcarb 1  179.3     179.28  3.015 0.0996 .
Residuals        18 1070.3     59.46
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov12)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$statut     2  335.5     167.74  3.12 0.0701 .
Residuals       17  914.1     53.77
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région     3  482.6     160.88  3.356 0.0452 *
Residuals       16  767.0     47.93
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov14)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$culture    7  704.0     100.57  2.212 0.109
Residuals       12  545.6     45.47

```

### >250

```

> summary(aov1)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone  1    6     5.9  0.015 0.905
Residuals     18  7181    398.9
> summary(aov2)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote    1 1089    1089.2  3.216 0.0898 .
Residuals     18  6097    338.7
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov3)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carb_lab 1  603     602.9  1.648 0.215
Residuals     18  6583    365.7
> summary(aov4)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH       1  831     831.1  2.354 0.142
Residuals     18  6355    353.1
> summary(aov5)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN    1  280     279.9  0.729 0.404
Residuals     18  6907    383.7
> summary(aov6)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$C.N      1  663     662.9  1.829 0.193
Residuals     18  6524    362.4
---
> summary(aov9)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements 1  841     841.4  2.387 0.14
Residuals        18  6345    352.5
> summary(aov10)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.bio 1  0     0.1  0 0.989
Residuals        18  7186    399.2
> summary(aov11)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Respi_Gcarb 1  80     80.0  0.203 0.658
Residuals        18  7106    394.8
> summary(aov12)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$statut     2  1958     979.1  3.184 0.0669 .
Residuals       17  5228    307.5
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région     3  2651     883.8  3.118 0.0555 .
Residuals       16  4535    283.4
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov14)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$culture    7  2887     412.4  1.151 0.396
Residuals       12  4299    358.3

```

### <250

```

> summary(aov1)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone  1  2566     2566  5.003 0.0382 *
Residuals     18  9233     513
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov2)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote    1  3408     3408  7.311 0.0145 *
Residuals     18  8391     466
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov3)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carb_lab 1  1855     1854.5  3.357 0.0835 .
Residuals     18  9945     552.5
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov4)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH       1  1132     1132.1  1.91 0.184
Residuals     18 10667     592.6
> summary(aov5)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN    1  116     115.6  0.178 0.678
Residuals     18 11684     649.1
> summary(aov6)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$C.N      1  127     127.0  0.196 0.663
Residuals     18 11673     648.5
---
> summary(aov9)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements 1  1370     1369.9  2.364 0.142
Residuals        18 10430     579.4
> summary(aov10)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.bio 1  5     5.1  0.008 0.931
Residuals        18 11794     655.2
> summary(aov11)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Respi_Gcarb 1  446     445.7  0.707 0.412
Residuals        18 11354     630.8
> summary(aov12)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$statut     2  3406     1703.0  3.449 0.0553 .
Residuals       17  8394     493.7
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région     3  4263     1420.9  3.016 0.0607 .
Residuals       16  7537     471.1
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov14)
              Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$culture    7  4884     697.7  1.211 0.367
Residuals       12  6916     576.3

```

## Mix

```
> summary(aov1)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carbone 1 1209 1208.5  2.417  0.125
Residuals    58 28995  499.9
> summary(aov2)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Azote 1 4548 4548 10.28 0.00219 **
Residuals   58 25655  442
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov3)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Carb_lab 1 1596 1596.2  3.236 0.0772 .
Residuals     58 28607  493.2
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov4)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$pH 1 1119 1118.9  2.231  0.141
Residuals 58 29085  501.5
> summary(aov5)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$CIPAN 1 428 427.9  0.834  0.365
Residuals   58 29776  513.4
> summary(aov6)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$C.N 1 2 1.9 0.004 0.952
Residuals 58 30202  520.7
> summary(aov9)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Amendements 1 1989 1988.8  4.088 0.0478 *
Residuals        58 28215  486.5
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov10)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Non.lab.brio 1 3 2.6 0.005 0.944
Residuals         58 30201  520.7
> summary(aov11)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Respi_Gcarb 1 51 51.2 0.099 0.755
Residuals        58 30152  519.9
> summary(aov12)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Statut 2 4664 2332.2  5.205 0.00839 **
Residuals    57 25539  448.1
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov13)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Région 3 4124 1374.8  2.952 0.0403 *
Residuals   56 26079  465.7
---
Signif. codes:  0 '***' 0.001 '**' 0.01 '*' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1
> summary(aov14)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$Culture 7 4276 610.8  1.225 0.306
Residuals    52 25928  498.6
```

## Annexe 23 : Résultats des AV1 entre la minéralisation d'azote et l'apport de MO milieu d'année 2018

### Bulk

```
> summary(aov13)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$MO 1 14.0 13.95 0.277 0.606
Residuals 16 807.1 50.45
```

### >250

```
> summary(aov13)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$MO 1 130 130.2 0.313 0.583
Residuals 16 6647 415.4
```

### <250

```
> summary(aov13)
      Df Sum Sq Mean Sq F value Pr(>F)
data1$MO 1 460 460.1 0.693 0.418
Residuals 16 10629 664.3
```