

Impacts à long terme d'une fertilisation minérale contrastée sur la dynamique du phosphore et du potassium dans un sol limoneux cultivé

Auteur : Bruwier, Clémence

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

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/2268.2/7686>

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.

**IMPACTS À LONG TERME D'UNE
FERTILISATION MINÉRALE CONTRASTÉE SUR
LA DYNAMIQUE DU PHOSPHORE ET DU
POTASSIUM DANS UN SOL LIMONEUX
CULTIVÉ**

CLÉMENCE BRUWIER

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

ANNÉE ACADÉMIQUE 2018-2019

CO-PROMOTEURS : PROFESSEUR JEAN-THOMAS CORNELIS ET PROFESSEUR GILLES COLINET

©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

**IMPACTS À LONG TERME D'UNE
FERTILISATION MINÉRALE CONTRASTÉE
SUR LA DYNAMIQUE DU PHOSPHORE ET DU
POTASSIUM DANS UN SOL LIMONEUX
CULTIVÉ**

CLÉMENCE BRUWIER

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

ANNÉE ACADÉMIQUE 2018-2019

**CO-PROMOTEURS : PROFESSEUR JEAN-THOMAS CORNELIS ET PROFESSEUR GILLES
COLINET**

REMERCIEMENTS

Je tiens d'abord à remercier Monsieur Jean-Thomas Cornelis pour ses précieux conseils, sa disponibilité et son enthousiasme. Je voudrais également remercier Monsieur Gilles Colinet pour ses conseils et pour toutes ses corrections, surtout en fin de travail.

J'aimerais remercier toute l'équipe du laboratoire de géopédologie pour leur accueil et leur bonne humeur dans les laboratoires. Merci à Françoise Toussaint et Raphaël Tarantino pour leurs réponses à mes nombreuses questions et pour leur patience. J'aimerais plus particulièrement remercier Emilie Marit pour m'avoir accompagnée dans les laboratoires tout au long de ce TFE, pour avoir répondu à toutes mes questions avec une grande patience, pour sa disponibilité et pour m'avoir grandement aidée dans l'organisation de mes manipulations.

Merci à Loïc Dewaele pour son aide sur le terrain ainsi qu'à Remy Blanchard pour son aide dans la récupération des données historiques et pour ses explications dans la compréhension des différentes données.

Un grand merci aux TFistes du GP pour tous les bons moments passés ensemble ces derniers mois, pour leur bonne humeur et pour le partage de tous nos petits tracés de rédaction et de laboratoire.

Finalement, j'aimerais remercier toute ma famille pour leur soutien infailible pendant ces 5 années d'étude et pour avoir toujours cru en moi.

RÉSUMÉ

L'augmentation de la population mondiale, la hausse du prix des engrais, l'impact de ceux-ci sur l'environnement et leur épuisement probable dans un certain nombre d'années incitent à une utilisation plus rationnelle et efficace des fertilisants minéraux. Pour atteindre une utilisation efficace, une compréhension à long terme des processus impliquant les nutriments (N, P et K) dans les sols est nécessaire. Dans ce travail, un essai de fertilisation longue durée, mis en place à Gembloux en 1896, est étudié. Cet essai est caractérisé par 5 parcelles différentes représentant 5 modalités de fertilisation différentes : fertilisation azotée et phosphopotassique (NPK), fertilisation phosphopotassique (PK), fertilisation azotée et potassique (NK), fertilisation azotée et phosphatée (NP) et aucune fertilisation (O). Dans ce contexte, l'objectif de ce travail est d'évaluer quantitativement l'impact de cette fertilisation minérale contrastée pendant plus de 100 ans sur la dynamique du phosphore (P) et du potassium (K) dans les sols.

Pour répondre à cet objectif, les propriétés pédologiques générales des sols des parcelles étudiées, les différentes formes de phosphore du sol et les différentes formes de potassium du sol ont été quantifiées pour chacune des parcelles. Les valeurs obtenues ont été comparées à des valeurs issues d'études antérieures (1961 et 1981). Au niveau de la végétation, les quantités d'azote, de phosphore et de potassium dans la biomasse et les rendements en grains de chaque parcelle ont été déterminés.

Les résultats ont mis en évidence une influence significative de la fertilisation minérale contrastée sur le contenu en P et en K du sol. Les résultats obtenus ont montré qu'en absence d'apport en P et en K, les *pools* a priori non disponibles pour les plantes ont rechargé les *pools* plus disponibles pour les plantes et ont ainsi permis de conserver un rendement équivalent à celui des parcelles recevant ces nutriments, même après plus de 100 années sans apports. Les *pools* totaux de ces 2 nutriments ont néanmoins diminué dans toutes les parcelles au cours du temps. Au niveau de l'azote, l'absence d'apport d'azote dans certaines parcelles n'a pas différencié les parcelles entre elles en termes de contenu en azote total du sol mais ce manque d'apport s'est marqué dans la végétation avec des rendements en grains 3 fois plus faibles dans les parcelles ne recevant pas de fertilisation azotée. L'importance des stocks résiduels de P et de K dans les sols pour réduire l'utilisation de fertilisants minéraux a donc pu être mise en évidence dans cette étude.

ABSTRACT

Today, a more rational and efficient use of mineral fertilizers is necessitated due to the world's population increase, the fertilizer price rise, the impact of fertilizers on the environment and their probable depletion in a number of years. A long-term understanding of the processes involving nutrients (N, P and K) in soils is needed in order to achieve an efficient use. In this work, a long-term fertilization trial, set up at Gembloux in 1896, is studied. This trial is characterized by 5 different plots representing 5 different fertilization conditions: nitrogen, phosphate and potassium fertilization (NPK), phosphate and potassium fertilization (PK), nitrogen and potassium fertilization (NK), nitrogen and phosphate fertilization (NP) and no fertilization (O). The trial has continued for more than 100 years. In this context, the objective of this work is to quantitatively evaluate the impact of these contrasting processes on the dynamics of phosphorus (P) and potassium (K) in soils.

To meet this objective, the general soil properties of the plots studied, the different forms of soil phosphorus and the different forms of soil potassium were quantified for each plot. The values obtained were compared with the values from the previous studies (1961 and 1981). For the vegetation, the amounts of nitrogen, phosphorus and potassium in the biomass and grain yields of each plot were determined.

The results showed a significant influence of contrasting mineral fertilization on P and K content in the soil. The results obtained showed that in the absence of P and K input, the *pools*, which were initially not available for the plants have resupplied the *pools* that were more available for the plants and have thus maintained a yield equivalent to the plots having received these nutrients even after more than 100 years without any inputs. Nevertheless, the total *pools* of these 2 nutrients decreased in all plots over the time. At the nitrogen level, the absence of nitrogen input in some plots did not differentiate them from other plots in terms of total nitrogen contained in the soil, but this lack of inputs had influenced the vegetation with grain yields that were 3 times lower in the plots that did not receive nitrogen fertilization. The importance of residual P and K stocks in soils for reducing the use of mineral fertilizers was therefore highlighted in this study.

TABLE DES MATIÈRES

I.	CONTEXTE.....	1
II.	SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	2
II.1.	Les essais de fertilisation longue durée	2
II.2.	L'azote	3
II.2.1.	Le cycle biogéochimique de l'azote	3
II.2.2.	Formes et fonctions de l'azote dans la plante	5
II.2.3.	La gestion de l'azote en agriculture	6
II.3.	Le phosphore	6
II.3.1.	Le cycle biogéochimique du phosphore	6
II.3.2.	Formes et fonctions du phosphore dans la plante	7
II.3.3.	La gestion du phosphore en agriculture	8
II.3.4.	La quantification des formes de phosphore dans les sols	12
II.4.	Le potassium.....	13
II.4.1.	Le cycle biogéochimique du potassium.....	13
II.4.2.	Formes et fonctions du potassium pour la plante.....	15
II.4.3.	La gestion du potassium en agriculture	16
II.4.4.	La quantification des différentes formes de potassium du sol	17
III.	OBJECTIFS.....	18
IV.	METHODOLOGIE	19
IV.1.	Description de l'essai et du site d'étude.....	19
IV.1.1.	Mise en place de l'essai.....	19
IV.1.2.	Dispositif expérimental	19
IV.1.3.	Données relatives à l'année 2018-2019.....	22
IV.1.4.	Contexte géologique et pédologique	22
IV.1.5.	Études antérieures	22
IV.2.	Analyses sur les sols.....	23
IV.2.1.	Echantillonnage.....	23
IV.2.2.	Analyses de base	23
IV.2.3.	Extraction des différentes formes de phosphore	24
IV.2.4.	Extraction des différentes formes de potassium.....	27
IV.3.	Analyses sur les plantes.....	29
IV.4.	Données de rendement en grains.....	29
IV.5.	Bilan sol/plante.....	30
IV.5.1.	Détermination de l'efficacité de l'utilisation de l'azote, du phosphore et du potassium ..	30
IV.5.2.	Détermination du bilan des importations et des exportations de 1980 à 2019	32

IV.6. Analyses statistiques	32
V. RESULTATS ET DISCUSSIONS	33
V.1. Propriétés physico-chimiques des sols des parcelles étudiées.....	33
V.1.1. Résultats 2019	33
V.1.2. Comparaison aux résultats issus d'études antérieures	39
V.2. Étude de la dynamique du phosphore.....	41
IV.2.1. Le phosphore total.....	41
V.2.2. Répartition du phosphore inorganique	45
V.3. Etude de la dynamique du potassium	50
V.3.1. Le potassium total.....	50
V.3.2. Les différentes fractions de potassium	52
V.4. Résultats obtenus pour les plantes	58
V.4.1. Données de rendement.....	58
V.4.2. Quantification de l'azote, phosphore et potassium dans les grains, les tiges et les feuilles à différents stades de développement.....	61
V.5. Bilan sol/ plante.....	64
V.5.1. Détermination de l'équilibre en nutriments	64
V.5.2. Détermination du pourcentage de récupération des nutriments appliqués	65
V.5.3. Détermination de l'efficacité d'utilisation des nutriments appliqués par fertilisants	65
V.5.4. Détermination du pourcentage de récupération d'un nutriment du sol résiduel.....	66
V.5.5. Bilan des importations et des exportations de 1980 à 2019.....	67
VI. CONCLUSION ET PERSPECTIVES	68
VII. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	70
ANNEXES	74

TABLE DES FIGURES

Figure 1: Cycle biogéochimique de l'azote (Havlin et al., 2014)	4
Figure 2: cycle biogéochimique du phosphore (Weil et al., 2017).....	7
Figure 3: Représentation du seuil agronomique et du seuil environnemental (Renneson et al., 2016). 11	
Figure 4: cycle biogéochimique du potassium (Weil et al., 2017)	14
Figure 5: schématisation du dispositif expérimental initial. Les lettres sur les parcelles indiquent la modalité de fertilisation : fertilisation azotée et phosphopotassique (NPK), fertilisation phosphopotassique (PK), fertilisation azotée et potassique (NK), fertilisation azotée et phosphatée (NP) et aucune fertilisation (O).	20
Figure 6: Illustration du dispositif expérimental actuel (14/05/19). Les parcelles à l'avant-plan représentent les parcelles des séries 1 et 2 et les parcelles à l'arrière-plan celles des séries 3 et 4.....	20
Figure 7: Répartition du phosphore total en phosphore organique et inorganique en fonction de la modalité de fertilisation, pour les 2 horizons d'échantillonnage (0-25 cm et 35-60 cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)	42
Figure 8: Comparaison du phosphore organique, inorganique et total (somme du phosphore organique et inorganique) entre 1961(Hanotiaux, 1961), 1980 (Dethy, 1981) et 2019	44
Figure 9: évolution du P organique en fonction du temps (1961 (Hanotiaux), 1980 (Dethy), 2019) ...	44
Figure 10: quantification des différentes fractions de phosphore organique pour le premier horizon (0-25 cm) en fonction des différentes modalités de fertilisation.....	46
Figure 11: quantification des différentes fractions de phosphore organique pour le second horizon (35-60cm) en fonction des différentes modalités de fertilisation.....	46
Figure 12: Quantification des fractions de phosphore inorganique dans le premier horizon en fonction du traitement appliqué en 1961, 1980 et 2019.	49
Figure 13: variations (en mg/100g) du phosphore soluble et facilement échangeable, des phosphates de fer, des phosphates d'aluminium, des phosphates de calcium et du phosphore organique entre 1961 et 2019 en fonction de la modalité de fertilisation	50
Figure 14: Représentation du potassium total en fonction de la modalité de fertilisation et de la profondeur	51
Figure 15: comparaison des résultats pour le potassium total entre 1961 et 2019 pour le premier horizon (1961: 0-28 cm ; 2019: 0-25 cm)	52
Figure 16: représentation des différentes formes de potassium en fonction de la modalité de fertilisation pour le premier horizon (0 - 25 cm)	54
Figure 17: représentation des différentes formes de potassium en fonction de la modalité de fertilisation pour le second horizon (35-60 cm)	54

Figure 18: représentation du potassium soluble, échangeable et fixé en fonction du traitement appliqué pour le premier horizon (0-25 cm)	55
Figure 19: représentation du potassium soluble, échangeable et fixé en fonction du traitement appliqué pour le premier horizon (35-60 cm)	55
Figure 20: évolution du potassium échangeable en fonction de la modalité de fertilisation et de l'année de mesure dans le premier horizon (1961 : 0-28cm ; 2019 : 0-25 cm).....	57
Figure 21 : évolution du potassium fixé en fonction de la modalité de fertilisation et de l'année de mesure dans le premier horizon (1961 : 0-28cm ; 2019 : 0-25 cm)	57
Figure 22: évolution du potassium résiduel en fonction de la modalité de fertilisation et de l'année de mesure dans le premier horizon (1961 : 0-28cm ; 2019 : 0-25 cm)	57
Figure 23: variations (en mg/100g) du potassium échangeable, fixé et résiduel entre 1961 et 2019 en fonction de la modalité de fertilisation.....	58
Figure 24: évolution des rendements exprimés en différence par rapport au rendement de la parcelle NPK (kg/ha) depuis 1989.....	59
Figure 25: illustration de l'hétérogénéité dans l'apparence de la végétation sur base de photos prises le 14/05/19. A) dispositif expérimental entier avec les parcelles NPK et PK des séries 1 et 2 en avant plan, B) parcelle PK, C) parcelle O.....	61

TABLE DES TABLEAUX

Tableau 1: nombre d'unités de N, P ₂ O ₅ et K ₂ O appliquées annuellement par hectare en fonction du stade de développement de la culture et de la modalité de fertilisation	21
Tableau 2: récapitulatif des analyses réalisées par le laboratoire d'analyse agricole de la Hulpe et méthodes d'analyse utilisées (Source : https://www.brabantwallon.be/bw/entreprendre-travailler/agriculture-1/pole-laboratoires-d-analyses-agricoles/ , consulté le 26/07/19)	24
Tableau 3: Résultats granulométriques pour chaque modalité de parcelle aux profondeurs 0- 25 cm et 35-60 cm (argiles (< 2 µm), limons fins (2 à 20 µm) et grossiers (20 à 50 µm), sables fins (50 à 200 µm) et grossiers (200 à 2000 µm))	33
Tableau 4: paramètres physico-chimiques premier horizon (0-25cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher).....	34
Tableau 5: paramètres physico-chimiques second horizon (35-60cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher).....	35
Tableau 6: Nutriments biodisponibles dans le premier horizon (0 -25 cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)	36
Tableau 7: éléments biodisponibles dans le second horizon (35-60 cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)	38
Tableau 8: évolution du pH _{eau} en 1961(Hanotiaux, 1961) , 1980 (Dethy, 1981) et 2019 (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)	39
Tableau 9: évolution du carbone organique (%) en 1961 (Hanotiaux, 1961), 1980 (Dethy, 1981) et 2019 (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher).....	40
Tableau 10: évolution de l'azote total (%) en 1961 (Hanotiaux, 1961), 1980 (Dethy, 1981) et 2019 (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)	40
Tableau 11: comparaison des valeurs de P inorganique calculé (P-soluble + P-Ca + P-Al + P-Fe + P-Fe occlus) et mesuré pour les différentes parcelles et les deux horizons considérés	45
Tableau 12: pourcentage de chaque fraction de phosphore inorganique exprimé en fonction du phosphore total de chaque parcelle.....	47
Tableau 13: quantification de l'azote (%) dans les tiges et les feuilles du froment des différentes parcelles en fonction du stade de développement	62
Tableau 14: quantification du potassium (g/kg MS) dans les tiges et les feuilles du froment des différentes parcelles en fonction du stade de développement	62
Tableau 15: quantification du phosphore (g/kg MS) dans les tiges et les feuilles du froment des différentes parcelles en fonction du stade de développement	63

Tableau 16: résultats de la quantification de l'azote, du phosphore et du potassium sur les grains de 2014 en moyenne avec les écarts-types correspondants et les lettres attribuées suite au test LSD de Fisher	63
Tableau 17: valeurs obtenues pour la différence entre la quantité de N, P et K apportée au sol et la quantité de N, P et K exportée par la végétation	64
Tableau 18: résultats de la méthode des différences appliquée à la parcelle NPK en fonction de la parcelle NK pour le phosphore, NP pour le potassium et PK pour l'azote	65
Tableau 19: pourcentages d'efficacité de l'utilisation du P et K définis par la balance method	66
Tableau 20: résultats du pourcentage d'utilisation du pool résiduel de chaque nutriment pour la parcelle NPK en fonction de la parcelle NK pour le phosphore, NP pour le potassium et PK pour l'azote.....	66
Tableau 21: bilan des importations et des exportations entre 1980 et 2019	67

I. CONTEXTE

La population mondiale est en forte augmentation depuis plusieurs décennies et continuera d'augmenter dans les années à venir. Les Nations Unies, dans leur dernier rapport sur l'évolution de la population mondiale, ont prédit que la population mondiale devrait atteindre 8,5 milliards d'habitants en 2030 (United Nations, 2019). En raison de cette expansion rapide, il est nécessaire d'accroître la production agricole pour satisfaire les demandes alimentaires et énergétiques futures (Granssee et al., 2000). La FAO estime que d'ici 2020 la consommation des 3 principaux nutriments (azote (N), phosphore (P) et potassium (K)) sous forme de fertilisants devrait atteindre près de 202 millions de tonnes (FAO, 2017). Néanmoins, l'augmentation du prix des engrais, l'impact de ceux-ci sur l'environnement et leur possible épuisement dans un certain nombre d'années poussent à une utilisation rationnelle de ces ressources.

Une utilisation efficiente des nutriments implique de réduire et/ou d'optimiser leur utilisation tout en maximisant les rendements des cultures. Néanmoins, la diminution de l'utilisation de fertilisants pourrait, à long terme, diminuer la fertilité des sols (Granssee et al., 2000). Dû à la forte capacité tampon des sols, ces phénomènes apparaîtront après un certain nombre d'années et ne mèneront pas, en théorie, à une diminution des rendements dès le début (Granssee et al., 2000; Merbach et al., 2008). Dès lors, une compréhension à long terme des différents processus impliquant les nutriments dans les sols est nécessaire, notamment la mobilisation des nutriments et à quel point les *pools* résiduels de chacun des nutriments peuvent participer à la nutrition minérale des cultures. Cette compréhension peut être déduite des essais de fertilisation à long terme.

Un essai de fertilisation à long terme est mené à l'université de Gembloux Agro-Bio Tech depuis 1896 sur des parcelles d'essais. Ces parcelles reçoivent une fertilisation minérale contrastée depuis plus de 100 ans. Ainsi, certaines parcelles reçoivent une fertilisation dite *complète* (N, P et K) alors que d'autres parcelles subissent une absence de fertilisation potassique, phosphatée ou azotée. Finalement, certaines parcelles ne reçoivent aucun fertilisant depuis 1896. Dans ce contexte, le présent travail vise à étudier l'impact de cette fertilisation minérale contrastée pendant plus de 100 ans sur la dynamique du phosphore et du potassium dans les sols. Pour cela, en plus de la détermination des propriétés pédologiques générales de ces sols, la quantification des différentes formes chimiques du phosphore et du potassium du sol a été réalisée et comparée à des valeurs obtenues il y a 40 et 60 ans afin d'avoir une vision temporelle des processus observés. Des analyses de prélèvement de P et K par la culture en place ont également été réalisées pour évaluer l'impact à long terme de la fertilisation sur la disponibilité des éléments dans le système sol-plante.

II. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette synthèse bibliographique couvre l'importance de la mise en place d'essais de fertilisation à long terme. Elle reprend également, pour chacun des principaux nutriments utilisés en fertilisation (à savoir l'azote, le phosphore et le potassium), une description des propriétés dans les sols et de l'intérêt pour la végétation. Le phosphore et le potassium font l'objet d'une description plus complète étant donné qu'ils seront plus largement étudiés dans ce travail.

II.1. Les essais de fertilisation longue durée

Un sol fertile est l'une des ressources naturelles les plus importantes pour un pays, dont dépendent les futures générations (Johnston, 1989; Körschens, 2006).

La fertilité d'un sol se développe lentement, au cours de nombreuses décennies, mais une gestion inadaptée des sols peut la détruire (Johnston, 1989). Ainsi, des changements mineurs dans la gestion des sols peuvent être dommageables à long terme sur leur fertilité (Johnston, 1989). Toute décision sur les politiques agricoles et écologiques doit donc faire l'objet d'une compréhension approfondie de la manière dont les sols et les écosystèmes agricoles réagissent aux différents modes de gestion des sols et de fertilisation (Merbach et al., 2008). Ces connaissances peuvent être acquises uniquement par des expérimentations à long terme, car les effets de l'activité humaine et des changements ne sont généralement visibles que progressivement, dû à un certain effet tampon des écosystèmes (Granssee et al., 2000; Merbach et al., 2008).

Il est donc essentiel de procéder à des expériences à long terme pour quantifier les effets des pratiques agricoles et des activités anthropiques sur la fertilité des sols (Johnston, 1989). Ces expériences constituent une ressource importante pour la compréhension des processus caractérisant les sols et les plantes, en particulier lorsque ces processus se produisent lentement et affectent la fertilité des sols (Johnston et al., 2018).

Dans cette optique, différents essais de fertilisation à long terme ont été mis en place à la fin du 19^{ème} siècle. En Europe, les principaux essais de longue durée sont ceux de Rothamsted, Woburn et Saxmundham, tous les 3 mis en place au Royaume-Uni, respectivement en 1846, 1876 et 1899 (Johnston, 1989). Toujours en Europe, les essais de Askov (Danemark), Grignon (France), Bad Lauchstädt (Allemagne) et l'Eternal Rye trial de Halle (Allemagne) peuvent être cités (Merbach et al., 2008; Johnston et al., 2018). En Amérique du Nord, les principaux essais sont ceux de Sanborn et de Morrow (Johnston, 1989; Edmeades, 2003; Johnston et al., 2018).

La plupart de ces expériences avaient pour but initial de fournir des informations sur les quantités d'éléments nutritifs à appliquer pour augmenter les rendements des cultures (Johnston et al., 2018). Avec le temps, ces objectifs ont évolué et aujourd'hui, la pertinence du maintien de ces essais a été quelque peu remise en question (Johnston, 1989; Merbach et al., 2008; Johnston et al., 2018). Néanmoins, les nombreux arguments en faveur de leur conservation ont permis de mettre en évidence l'utilité actuelle de ces essais.

Selon Johnston (1989), ces expérimentations sont une ressource scientifique qui permet de donner des informations de valeurs pour les décisions prises au niveau des pratiques agricoles et qui permet d'évaluer les changements à long terme dans la fertilité des sols, surtout quand les changements se produisent lentement.

Dans les expériences à long terme, contrairement aux expériences à court terme, les sols soumis à différents traitements seront plus proches de l'équilibre. Dès lors, ces sols peuvent permettre d'améliorer la compréhension des processus qui modifient les propriétés du sol de manière lente (Johnston, 1989).

Aussi, la diversité des essais à long terme est importante, car les généralisations sont difficiles. En effet, les processus observés sont dépendants du type de sol et des conditions de chaque milieu. Par exemple, entre les essais de Woburn et Rothamsted, des résultats différents ont été obtenus au niveau de l'impact de l'acidification des sols au cours du temps sur les rendements (Johnston, 1989). Alors que l'impact négatif s'est fait ressentir après 15 ans pour l'essai de Woburn, il n'est apparu qu'après 100 ans pour l'essai de Rothamsted (Johnston, 1989)

Les données à long terme pourraient également être utilisées pour développer des modèles mathématiques permettant, par exemple, de prédire en fonction d'une pratique agricole utilisée, les effets de cette pratique sur la capacité de production du sol (Körschens, 2006; Johnston et al., 2018). Les données à long terme serviraient alors de base pour la calibration et la validation de ces modèles (Körschens, 2006).

II.2. L'azote

II.2.1. Le cycle biogéochimique de l'azote

La principale source d'azote (N) utilisée par les végétaux est l'azote gazeux (N_2) qui constitue 72 % de l'atmosphère terrestre (Havlin et al., 2014). Pour être accessible aux végétaux, le N_2 est converti suivant différents processus.

Le cycle du N dans le système sol-plante-atmosphère implique un certain nombre de transformations entre des formes organiques et inorganiques de N. Ce cycle est schématisé en *figure 1*. Il peut être résumé

en neuf étapes clés: la fixation du N_2 , la minéralisation, la nitrification, l'utilisation par la végétation, l'immobilisation, la lixiviation, la fixation dans les minéraux argileux, la volatilisation et la dénitrification (Havlin et al., 2014).

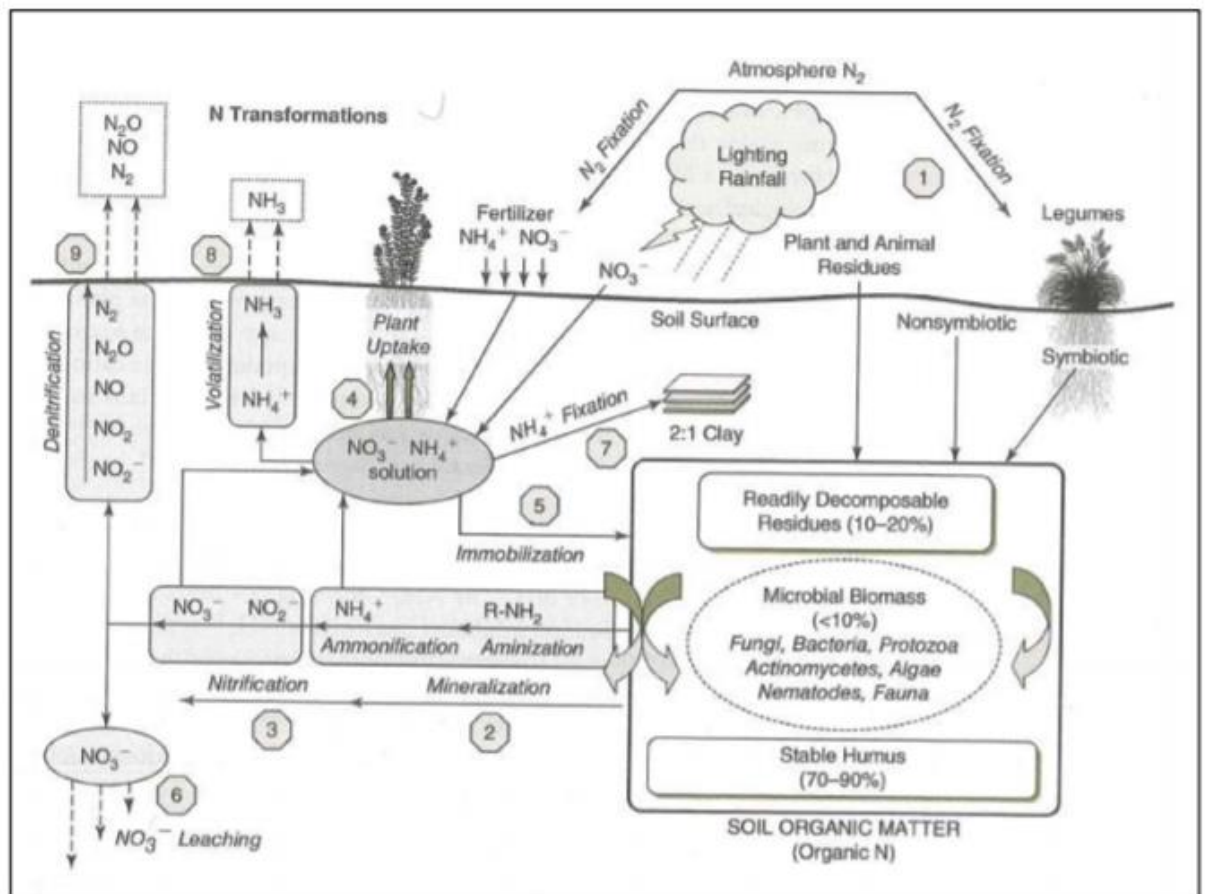


Figure 1: Cycle biogéochimique de l'azote (Havlin et al., 2014)

Le N du sol est issu de la décomposition des matières organiques du sol, de l'ajout de fertilisants ou de réactions permettant au N_2 de se fixer dans le sol (Havlin et al., 2014). Le N organique est minéralisé en ammonium (NH_4^+) grâce à l'activité des micro-organismes hétérotrophes. Le NH_4^+ produit peut ensuite être converti successivement en nitrites (NO_2^-) puis en nitrates (NO_3^-) par nitrification. Le N inorganique (NH_4^+ et NO_3^-) peut également subir la réaction inverse, l'immobilisation, et ainsi former du N organique. Le NH_4^+ peut aussi être fixé dans le sol par les minéraux argileux comme la vermiculite et les micas en remplacement d'autres cations (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

Au niveau des pertes en N des sols, il y a d'abord l'absorption par la végétation. Cette dernière absorbe le N du sol sous les formes NH_4^+ et NO_3^- . Aussi, le NH_4^+ peut être converti en NH_3 et relargué vers l'atmosphère par volatilisation. Le N_2 peut aussi retourner vers l'atmosphère par dénitrification du NO_3^- produit initialement par nitrification. Finalement, le N du sol peut être perdu par lixiviation du NO_3^- (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

II.2.2. Formes et fonctions de l'azote dans la plante

II.2.2.1. Absorption de l'azote

Parmi tous les nutriments, le N est celui qui nécessite les plus grandes quantités pour les plantes (Taiz et al., 2015). Les plantes contiennent de 1 à 6% de N en poids (Havlin et al., 2014). Les plantes absorbent le N du sol à la fois sous forme de nitrates (NO_3^-) et d'ammonium (NH_4^+). L'absorption de NO_3^- par les plantes entraîne une augmentation du pH du sol alors que l'absorption de NH_4^+ entraîne une diminution. Cette modification du pH affecte la disponibilité des autres nutriments. Ainsi, l'absorption de NH_4^+ par les plantes diminue l'absorption de Ca^{2+} , Mg^{2+} et K^+ (Havlin et al., 2014).

II.2.2.2. Fonction de l'azote dans la plante

Une fois dans la plante, le NO_3^- est réduit en NH_4^+ . Le NH_3 produit est assimilé en acides aminés qui vont être combinés en protéines et en acides nucléiques. Le N fait également partie de la chlorophylle qui va convertir la lumière en énergie chimique pour la photosynthèse (Havlin et al., 2014).

Un bon approvisionnement en N est ainsi associé à une forte activité photosynthétique, une croissance végétative vigoureuse et une couleur vert foncé (Havlin et al., 2014). Le N permet également d'accroître la rondeur des céréales, la teneur en protéines des graines et du feuillage, ainsi que la succulence des feuilles, des tiges et des tubercules. Le N peut considérablement stimuler la productivité des plantes (Weil et al., 2017).

II.2.2.3. Symptômes de déficience en azote

Les plantes qui subissent une déficience en N ont tendance à présenter une chlorose qui se manifeste par une couleur des feuilles jaunâtre ou vert pâle (Weil et al., 2017). La chlorose ou le jaunissement des feuilles résulte de la perte de protéine N des chloroplastes des feuilles (Havlin et al., 2014). Le N est assez mobile dans la plante. De ce fait, lorsque l'absorption par les plantes est insuffisante, les protéines dans les parties les plus vieilles de la plante sont converties en N soluble, qui va être transloqué vers les tissus méristématiques actifs et réutilisé dans la synthèse de nouvelles protéines, ce qui provoque une chlorose prononcée des feuilles les plus anciennes. Les feuilles les plus âgées des plantes privées de N sont donc les premières à jaunir, devenant généralement prématurément sénescentes et tombantes (Weil et al., 2017). Sous des déficiences en N sévères, les feuilles les plus âgées (feuilles inférieures) tournent au brun et meurent. Cette nécrose commence à l'extrémité des feuilles puis progresse le long des nervures jusqu'à ce que la feuille entière soit morte (Havlin et al., 2014).

Dans les plantes carencées en N, la teneur en protéines est faible et la teneur en sucre généralement élevée, car les composés carbonés normalement destinés à la fabrication de protéines ne peuvent le faire sans une quantité suffisante de N (Weil et al., 2017). Les plantes carencées en N ont souvent un faible

ratio pousses/racines et mûrissent plus rapidement que les plantes saines (Weil et al., 2017). Les déficiences en N inhibent également rapidement la croissance des plantes (Taiz et al., 2015).

II.2.3. La gestion de l'azote en agriculture

Pour parvenir à un objectif de gestion durable de l'azote, une attention particulière doit être portée sur 3 éléments (Weil et al., 2017). Tout d'abord, les matières organiques du sol doivent être maintenues afin de garantir un apport suffisant en N à long terme dans le sol. Ensuite, les formes solubles de N doivent être régulées afin de répondre aux besoins des plantes. Finalement, les pertes de N du système sol-plante qui sont nuisibles à l'environnement doivent être minimisées. Cela concerne à la fois les nitrates, le N organique soluble dans les eaux de lixiviation et de ruissellement, et les oxydes d'ammoniac et de N dans les émissions gazeuses (Weil et al., 2017).

II.3. Le phosphore

II.3.1. Le cycle biogéochimique du phosphore

Le cycle du phosphore (P) est schématisé en *figure 2*. Les sources de P sont l'altération des minéraux primaires, l'apport de fertilisants et la décomposition des résidus (animaux et végétaux). Les principales pertes en P du système sont le prélèvement par les plantes, l'érosion des particules chargées en P, le P dissous dans les eaux de ruissellement de surface et la lixiviation (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

Les racines des plantes absorbent le P présent dans la solution du sol. Il est présent sous forme de H_2PO_4^- et de HPO_4^{2-} , la quantité relative de ces deux formes dépendant du pH (Havlin et al., 2014). La diminution du P dans la solution du sol induite par l'absorption par les racines des plantes est tamponnée par les fractions de P inorganiques et organiques du sol suivant différents processus : la dissolution des minéraux phosphatés primaires, la désorption du P inorganique adsorbé sur la surface des argiles et des minéraux ou encore la minéralisation des résidus végétaux. (Havlin et al., 2014).

L'apport de fertilisants augmente le P dans la solution du sol. En plus du P prélevé par les racines, les fractions organiques et inorganiques de P tamponnent l'augmentation du P dans la solution du sol par l'adsorption du P sur la surface des minéraux, la précipitation en minéraux secondaires et l'immobilisation en P microbien et organique (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

Au niveau du P inorganique, les réactions de fixation dépendent du pH. Dans les sols acides, le P inorganique précipite en minéraux secondaires Fe-P (phosphates de fer) et Al-P (phosphates d'aluminium) et/ou est adsorbé à la surface des oxydes Fe/Al et des minéraux argileux. Dans les sols alcalins, le P inorganique précipite en minéraux primaires Ca-P (phosphates de calcium) et/ou est

adsorbé à la surface des minéraux argileux et CaCO_3 (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017). Il peut également y avoir passage de P inorganique à organique par immobilisation.

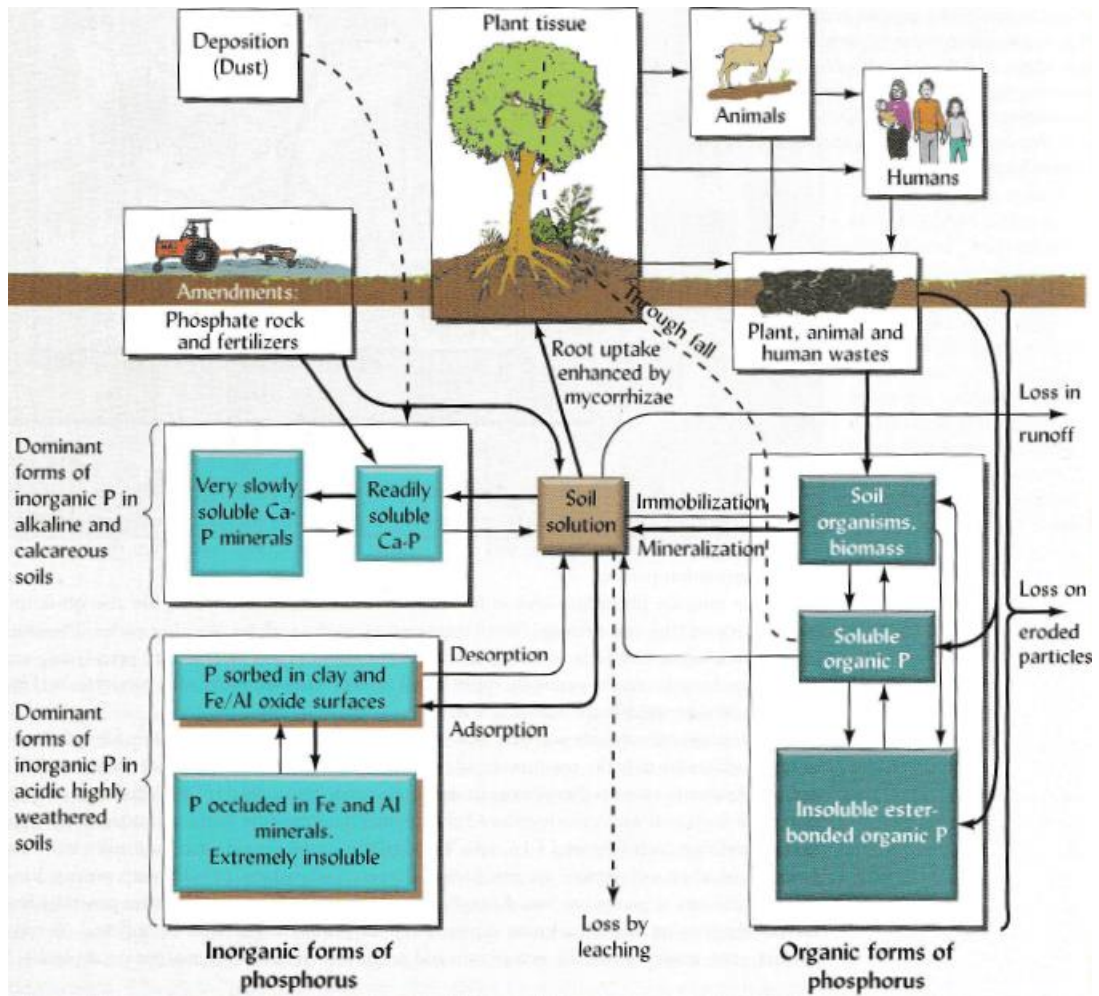


Figure 2: cycle biogéochimique du phosphore (Weil et al., 2017)

II.3.2. Formes et fonctions du phosphore dans la plante

II.3.2.1. Absorption du phosphore

La plante absorbe le P soit sous forme H_2PO_4^- , soit sous forme HPO_4^{2-} en fonction du pH du sol (Havlin et al., 2014). La concentration en P dans les plantes varie de 0,1 à 0,5 % (Havlin et al., 2014; Taiz et al., 2015).

II.3.2.2. Fonction du phosphore dans la plante

La fonction la plus essentielle du P dans la plante se fait dans le stockage et le transfert d'énergie au sein de la plante par l'adénosine diphosphate (ADP) et l'adénosine triphosphate (ATP). Le P est également un élément essentiel dans l'acide désoxyribonucléique (DNA) et ribonucléique (RNA) qui contiennent le code génétique des plantes. Le P fait aussi partie intégrante de certains composés importants pour les

cellules des plantes tels que les phospholipides, les phosphoprotéines, les coenzymes et les nucléotides (Havlin et al., 2014; Taiz et al., 2015).

Une nutrition en phosphore adéquate améliore les processus fondamentaux de la photosynthèse, de la floraison, de la fructification (y compris la production de graines) et de la maturation (Weil et al., 2017).

II.3.2.3. Symptômes de déficience en phosphore

Les symptômes visuels les plus communs sont un retard de croissance général de la plante et une coloration vert foncé des feuilles. Comme pour le N, les feuilles peuvent devenir mauves due à l'accumulation de sucres qui améliorent la synthèse d'anthocyanines, un pigment mauve, dans les feuilles. Le P étant très mobile dans les plantes, il est transféré des feuilles les plus vieilles aux feuilles les plus jeunes lorsque l'apport en P n'est plus suffisant pour les plantes. Les symptômes de déficience apparaissent donc d'abord au niveau des feuilles les plus vieilles (Havlin et al., 2014; Taiz et al., 2015; Weil et al., 2017).

II.3.3. La gestion du phosphore en agriculture

II.3.3.1. La difficulté de la gestion du phosphore dans la gestion de la fertilité des sols

Dans le domaine de la gestion de la fertilité des sols, la gestion du phosphore est particulière pour 3 raisons principales (Weil et al., 2017). Premièrement, le contenu total en phosphore du sol est relativement faible par rapport à d'autres nutriments. Deuxièmement, les composés phosphatés trouvés dans le sol sont principalement indisponibles pour les plantes. Troisièmement, quand des sources solubles de phosphore tels que les fertilisants et les fumiers sont ajoutées aux sols, le P est rapidement fixé et devient donc indisponible pour les plantes. Ainsi, il a été estimé que dans des sols pauvres en P, seuls 10 à 15 % du P appliqué sous forme de fertilisants peuvent être prélevés par les plantes pendant l'année d'application (Weil et al., 2017). En conséquence, pendant un certain nombre d'années, les agriculteurs dans les pays développés ont appliqué 2 à 4 fois plus de phosphore que ce qui est utilisé par les cultures (Weil et al., 2017). Bien que ces pratiques aient permis d'améliorer la fertilité en P des sols en saturant progressivement la capacité de fixation en P des sols, elles ont entraîné un certain nombre de dommages environnementaux. Dès lors, aux États-Unis et en Europe, les applications de fertilisants P ont diminué ces dernières décennies afin d'atteindre des niveaux plus modérés de P dans les sols (Sattari et al., 2012; Weil et al., 2017). En Wallonie, la consommation d'engrais minéraux phosphatés, potassiques et azotés a diminué de respectivement 76 %, 70 % et 25 % entre 1995 et 2009 et s'est stabilisée depuis (Etat de l'Environnement Wallon, 2019). Il convient de préciser que cette situation de surfertilisation des sols en P ne concerne pas toutes les régions du monde. Ainsi, MacDonald et al. (2011) ont déterminé que 29 % des terres cultivées du monde présentaient un déficit global en P alors que 71 % des terres cultivées du monde présentent des excédents en P. Les terres cultivées présentant

des déficits sont principalement situées en Afrique subsaharienne, en Europe de l'Est et dans une partie de l'Amérique du Sud alors que les terres présentant un surplus sont situées en Europe de l'Ouest, en Amérique du Nord et en Asie de l'Est (MacDonald et al., 2011).

Aujourd'hui, on considère qu'une gestion et une utilisation efficace du P sont primordiales pour 2 raisons (Syers et al., 2008).

D'une part, la surfertilisation des sols agricoles contribue à l'excès de rejet de phosphore vers les masses d'eau, ce qui entraîne des problèmes environnementaux tels que l'eutrophisation (Lavelle et al., 2005; Cordell et al., 2009; Van Vuuren et al., 2010). L'eutrophisation correspond à une surproduction de matières organiques résultant d'un apport en nutriments tel que le phosphore et entraîne un certain nombre d'effets néfastes pour la qualité des eaux en entraînant des changements dans la structure et le fonctionnement des écosystèmes aquatiques (Lavelle et al., 2005; Kleinman et al., 2011; Pinay et al., 2017).

D'autre part, l'agriculture moderne est dépendante du phosphore issu des roches phosphatées qui constituent une source finie et donc non renouvelable de P (Cordell et al., 2009; Schröder et al., 2010). Plusieurs auteurs ont déjà prédit un épuisement du phosphore dans un avenir plus ou moins proche en fonction des modèles de prédiction utilisés. Ainsi, Smil (2000) a déterminé qu'aux taux d'extraction actuels, les réserves mondiales de phosphore pourraient encore durer 80 ans. Van Vuuren et al. (2010) ont pour leur part déterminé que dans le pire des cas, 40 à 60 % des ressources actuelles en phosphore seraient extraites d'ici 2100. Steen (1998) a quant à lui estimé que les réserves totales en phosphore s'épuiseront dans 60 à 130 ans. Étant donné que 80 % de l'utilisation mondiale du phosphore est destinée aux engrais (Van Vuuren et al., 2010), l'agriculture sera le premier secteur impacté par cet épuisement. Ainsi, la disponibilité du phosphore étant menacée, la sécurité alimentaire le sera aussi (Schröder et al., 2010). En plus de cela, les réserves de phosphore se trouvant dans un nombre limité de pays, des préoccupations géopolitiques verront le jour (Schröder et al., 2010; Menezes-blackburn et al., 2018).

II.3.3.2. Efficacité de l'utilisation du phosphore issu des fertilisants par les cultures et mise en évidence de la réversibilité des phénomènes de fixation du phosphore dans les sols

Afin de gérer de manière efficace les ressources en P, il convient d'évaluer l'efficacité de l'utilisation de cette ressource lorsque le P est appliqué au sol sous forme de fertilisants.

Quand des fertilisants phosphatés sont appliqués sur les sols, des réactions de précipitation sous forme de Ca-P, Fe-P et Al-P ou d'adsorption à la surface des minéraux du sol se produisent, ce qui rend le phosphore indisponible pour les plantes (Sample et al., 1980; Johnston et al., 2014). Dans cette optique, Bolland et al. (1998) ont déterminé que 10 à 30 % du P appliqué sous forme de P soluble dans l'eau est utilisé par la plante pendant l'année de l'application. Néanmoins, il a été prouvé que le phosphore

résiduel (c'est-à-dire le P qui a été fixé après l'application) peut nourrir les cultures des années suivantes (Bolland et al., 1998; Syers et al., 2010). Dès lors, la détermination de l'efficacité de l'utilisation du P par les plantes devrait tenir compte à la fois des applications actuelles et des réserves en P issues des applications des années précédentes (Syers et al., 2008, 2010). Cette détermination peut se faire via la *balance method* (Syers et al., 2008, 2010).

Ainsi, des calculs du pourcentage de récupération du P appliqué de différents sols sous différents climats ont été réalisés. La plus faible récupération calculée par la *balance method* est de 43 % alors que la plupart des valeurs se trouvent au-dessus de 60 % et certaines valeurs dépassent les 80 % (Syers et al., 2010). Dans de rares cas, des valeurs supérieures à 100 % ont été obtenues (Syers et al., 2010), signifiant qu'il y a eu plus de P prélevé par les plantes que de P appliqué. Dans ces cas particuliers, la réserve en P du sol s'épuise (Syers et al., 2010).

Ces pourcentages élevés d'efficacité de l'utilisation du P par les plantes montrent, en comparaison à ceux de Bolland et al. (1998) qui n'avaient pas pris en compte le P issu des applications des années précédentes, qu'il y a une contribution du P fixé du sol et donc que le P n'est pas irréversiblement fixé dans les sols (Syers et al., 2010).

Il y a donc un transfert réversible des *pools* moins disponibles vers les *pools* facilement disponibles pour les plantes. Dans cette optique, des résultats d'essais de fertilisation à long terme à Rothamsted ont mis en relation l'augmentation du phosphore total au cours du temps avec l'augmentation du phosphore facilement disponible pour les plantes. Ils ont montré que 13 % de l'augmentation du phosphore total était issu de l'augmentation du phosphore facilement disponible (Johnston, 2001 cités par Syers et al. (2010) et Johnston et al. (2016)). Dans le même essai, Johnston et al. (2014) relatent que lorsqu'il y a un arrêt de la fertilisation en P pendant plusieurs années, la diminution du P disponible pour les plantes est moindre que la diminution du P total. Ces résultats montrent que le *pool* de P facilement disponible pour les plantes est en partie réapprovisionné par du P des *pools* moins facilement disponibles.

Sattari et al. (2012) ont mis en évidence avec des modèles de simulation que le P du *pool* résiduel du sol pourrait permettre de diminuer l'utilisation globale du P de plus de 50 % d'ici 2050 par rapport aux autres estimations qui ne tiennent pas compte de ce *pool* résiduel qui peut être utilisé par la végétation.

II.3.3.3. Définition d'un niveau critique de phosphore disponible pour les plantes et du taux déclin du phosphore disponible dans les sols

Les résultats du *point II.2.3.2* mènent à se poser la question : combien faudrait-il ajouter de P sous forme de fertilisants pour conserver un stock suffisant de P disponible pour les plantes tout en prenant en compte les apports issus des *pools* moins disponibles ?

Il convient dès lors de définir un « niveau critique » de P du sol disponible pour les plantes (P Olsen) au-dessus duquel une augmentation du *pool* de P disponible pour les plantes ne mènerait pas à une augmentation du rendement de la culture (Blake et al., 2003; Syers et al., 2010). Apporter du P au-dessus de ce niveau critique serait donc une dépense inutile et pourrait mener à des phénomènes tels que l'eutrophisation (Syers et al., 2010). La détermination de ce niveau critique peut se faire en mettant en relation le rendement des cultures et le P du sol disponible pour les plantes (Johnston et al., 2014). Cette relation est asymptotique (relation de type *Mitscherlich*) et donc l'asymptote permet de déterminer le rendement maximal (Johnston et al., 2014). Ce niveau critique peut être appelé seuil agronomique. De plus, un seuil environnemental peut être défini. Ce seuil environnemental correspond à un contenu en P dans les sols auquel l'enrichissement en P dans les eaux de ruissellement agricoles ou dans les eaux souterraines devient inacceptable (Sharpley et al., 2000; Renneson et al., 2016). Le seuil agronomique et le seuil environnemental peuvent être visualisés selon la *figure 3* (Renneson et al., 2016). Le seuil environnemental est généralement supérieur au seuil agronomique (Renneson et al., 2016), avec des valeurs 2 à 4 fois plus grandes pour le seuil environnemental par rapport au seuil agronomique (Sharpley et al., 2000).

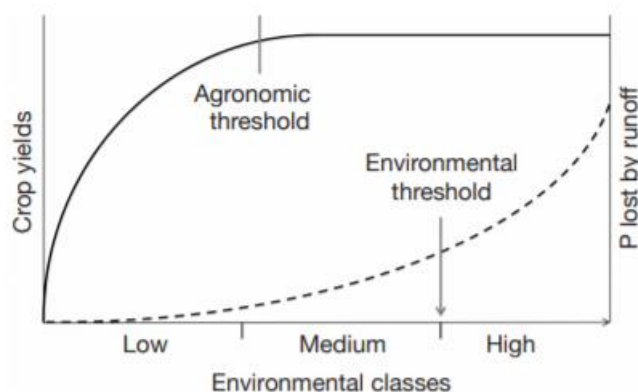


Figure 3: Représentation du seuil agronomique et du seuil environnemental (Renneson et al., 2016)

Si le taux de déclin du P de sol disponible pour les plantes au cours du temps et la valeur du niveau critique en P disponible sont connus, alors le nombre d'années pendant lesquelles le P n'a pas besoin d'être appliqué dans des sols enrichis en P peut être calculé (Blake et al., 2003). Le taux de déclin du P lorsqu'il n'y a plus d'application de P sur le sol peut être exprimé comme un temps de demi-vie qui correspondrait au temps en années pour que le P diminue de moitié par rapport à son plus bas niveau dans le sol (Johnston et al., 2016).

Ainsi, Johnston et al. (2016) ont déterminé que dans différents essais de fertilisation à long terme, lorsque les apports en P sont stoppés après une période d'apport en P au niveau de sol, le temps de demi-vie du P disponible pour les plantes se situe entre 4,5 et 9,6 années en fonction de l'essai considéré. Il s'agit ici de prédictions basées sur des mesures à court terme auxquelles un modèle de prédiction a été appliqué. Par contre, pour l'essai « Exhaustion Land » à Rothamsted, Johnston et al. (2016) ont

observé un temps de demi-vie de 30 à 35 ans. Ce temps de demi-vie plus élevé peut être expliqué par le fait qu'une grande réserve en P avait été accumulée dans les sols avant de stopper les apports en P. De plus, les apports en N et en P ont été stoppés en même temps et donc les rendements et le prélèvement de P par la végétation étaient amoindris (Johnston et al., 2014, 2016).

La détermination du temps du taux de déclin du P disponible pour les plantes permet donc d'assurer aux agriculteurs de ne pas tomber en dessous du niveau critique de P et donc de permettre un rendement optimal avec un minimum d'applications de P. Johnston et al. (2014) considèrent une valeur de taux de déclin de 6 à 10 ans pour indiquer aux agriculteurs à quel point le P disponible pour les plantes diminue lorsque les applications de P cessent.

Mais combien de P faudrait-il ajouter pour augmenter le P disponible pour les plantes jusqu'à ce niveau critique ? Une fois ce niveau critique atteint, combien de P faudrait-il ajouter pour maintenir le niveau de P au niveau critique ? La réponse à ces 2 questions peut être approchée par la mise en place d'essais de fertilisation à long terme.

II.3.4. La quantification des formes de phosphore dans les sols

Au vu des considérations précédentes, il est difficile de quantifier le P disponible pour les plantes. En effet, les méthodes d'extraction de base (extraction avec un seul réactif) ne reflètent pas réellement le P disponible pour les plantes puisqu'elles ne donnent pas de données quantitatives sur la capacité des sols à réapprovisionner ce *pool* de P disponible pour les plantes (Blake et al., 2003). Dès lors, les différents *pools* de P peuvent être quantifiés par des extractions séquentielles (Blake et al., 2003). Les extractions séquentielles visent à identifier des *pools* de P de solubilité variable dans le sol (Renneson et al., 2016). Les extractions séquentielles consistent à mettre le même sol successivement en contact avec différents extractifs jusqu'à épuiser complètement le sol en P.

Les méthodes d'extractions séquentielles les plus utilisées sont les méthodes développées par Chang et al. (1957) et par Hedley et al. (1982). Ces méthodes ne se basent pas sur le même critère de séparation. En effet, alors que la méthode développée par Chang et al. (1957) se base sur le type de liaison aux composants du sol (par exemple liaison au calcium, au fer, à l'aluminium), la méthode développée par Hedley et al. (1982) se base sur la notion de disponibilité du P pour les plantes sans spécifier le type de liaison (Renneson et al., 2016). En plus de ces 2 méthodes, d'autres méthodes d'extractions séquentielles ont été mises en place comme par exemple celles de Tiessen et al. (1993) et de Perrott et al. (1989).

Dans le contexte de la recharge du *pool* disponible pour les plantes par les autres *pools*, la mise en place des extractions séquentielles permet de déterminer quels sont les *pools* qui participent à cette recharge. Pour cela, il est important d'apporter un aspect cinétique et dynamique à ces *pools* en les comparant au

cours des années. Ainsi, selon Menezes-blackburn et al. (2018), une interprétation correcte des processus mis en jeu et une meilleure appréciation de la biodisponibilité du P peuvent être réalisées si les différentes formes de P sont quantifiées avec une vision temporelle afin de ne pas rester dans une vision statique des différents *pools*.

Par exemple, Blake et al. (2003) ont appliqué une extraction séquentielle sur des sols issus d'essais de fertilisation à long terme menés à Rothamsted, Woburn et Saxmundham. Ils ont mis en relation la variation de chaque forme de P par rapport à la variation du P total au cours du temps. Ils ont ainsi déterminé que le P dans la solution du sol expliquait entre 25 et 30% de la variation du P total au cours du temps alors que les autres *pools* contribuent chacun à moins de 15% de la variation.

II.4. Le potassium

II.4.1. Le cycle biogéochimique du potassium

Le potassium (K) est le 7^{ième} élément le plus abondant dans la croûte terrestre (Havlin et al., 2014). Le contenu total en K du sol varie de 0.05 à 3% (Havlin et al., 2014). Bien que le contenu en K dans le sol soit plus élevé que la quantité de K prélevée par les plantes en saison de croissance, seule une très faible fraction de K est disponible pour les plantes (Havlin et al., 2014).

Le cycle du K est repris en *figure 4*. Les sources initiales de potassium dans les sols sont les minéraux primaires comme les micas (biotite et muscovite) et les feldspaths potassiques (orthoclase et microcline) (Weil et al., 2017). Le K peut également être amené au sol via les résidus des cultures et des animaux, mais aussi par lessivage par la pluie depuis les feuilles (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017). Finalement, le K peut être amené au sol directement par fertilisation. Les principales pertes en K du sol sont le prélèvement par les plantes et la lixiviation vers les eaux souterraines. Une partie du K prélevé par les plantes revient au sol via les résidus de culture (Weil et al., 2017).

Dans les sols, le K est généralement représenté comme étant distribué sous 4 formes différentes. De la moins disponible à la plus disponible pour les plantes, ces formes sont (1) le K dans les minéraux primaires, (2) le K non échangeable, (3) le K échangeable et le (4) K dans la solution du sol (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

Le K se trouvant dans les minéraux primaires (1) représente 95 à 98 % du K total (Havlin et al., 2014). Il est indisponible à très lentement disponible pour les plantes (Weil et al., 2017). Cette forme de K est présente dans la structure cristalline des micas et des feldspaths. Ces minéraux peuvent s'altérer et libérer du K vers une forme plus disponible, rechargeant ainsi les autres formes de K. Ce processus est très lent

et fournit donc des quantités très faibles de K pendant une saison de croissance (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

Le K non échangeable (2) représente 1 à 3 % du K total du sol (Havlin et al., 2014). Cette forme est qualifiée de lentement disponible pour les plantes (Weil et al., 2017). Le K est fixé dans les positions non échangeables des minéraux secondaires, entre les couches des minéraux argileux de type 2 :1. Les ions K^+ ainsi fixés ne peuvent pas être remplacés par des processus d'échanges ordinaires et constituent dès lors des ions non échangeables. Ces ions ne sont pas facilement disponibles pour la plupart des plantes. Cependant, cette forme est en équilibre avec les formes les plus disponibles et donc cette forme agit comme un réservoir très important de nutriments lentement disponibles (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

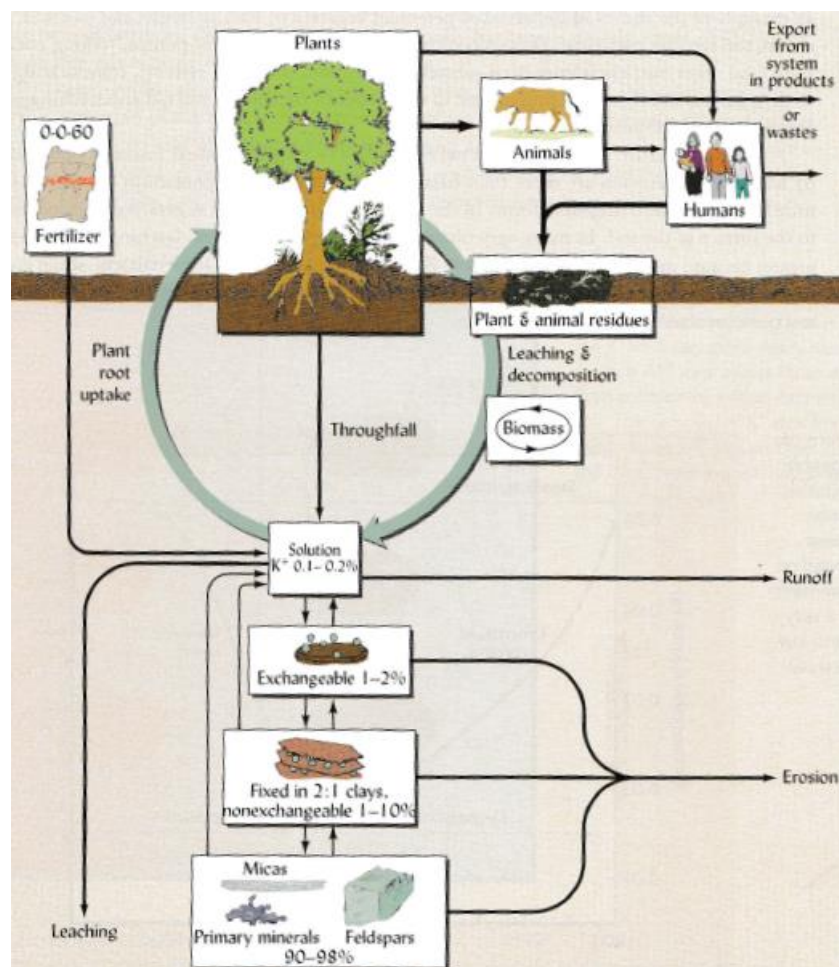


Figure 4: cycle biogéochimique du potassium (Weil et al., 2017)

Le K disponible pour les plantes est présent sous 2 formes dans les sols : le K échangeable (3) et le K dans la solution du sol (4). Ces formes représentent seulement 1 à 2 % du K total du sol (Weil et al., 2017). La majorité de ce K (90 %) se trouve sous forme échangeable (Weil et al., 2017). Le K échangeable est défini comme étant le K adsorbé à la surface des colloïdes du sol chargés négativement et est dit disponible pour les plantes alors que le K dans la solution du sol est le K soluble dans l'eau et

est facilement disponible pour les plantes (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017). Ces deux formes sont en équilibre. Dès lors, quand les plantes absorbent le potassium de la solution du sol, du K échangeable migre immédiatement vers la solution du sol jusqu'à ce que l'équilibre soit rétabli. À l'inverse, lorsque des fertilisants solubles dans l'eau sont ajoutés, la solution du sol devient enrichie en K et l'ajustement inverse se produit : le potassium de la solution du sol migre et vient s'adsorber sur le complexe d'échange. Le potassium échangeable tamponne donc la concentration en K dans la solution du sol (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017). Cette capacité à maintenir une concentration en K^+ en solution est appelée capacité tampon et est quantifiée par le rapport du K échangeable sur le K en solution. Ce ratio est proportionnel à la capacité d'échange cationique (CEC) du sol (Havlin et al., 2014).

II.4.2. Formes et fonctions du potassium pour la plante

II.4.2.1. Absorption du potassium

Le K est absorbé par les racines des plantes sous forme de K^+ . La concentration en K^+ dans les tissus végétaux va de 1 à 5 % de la matière sèche (Havlin et al., 2014; Taiz et al., 2015). Environ 90 % de l'absorption de K par les racines se fait par diffusion (Havlin et al., 2014).

II.4.2.2. Fonction du potassium dans la plante

Contrairement au N, au P et à la plupart des nutriments, le K n'est pas incorporé dans les composés organiques. Le K reste sous sa forme ionique (K^+) en solution dans la cellule ou agit comme activateur pour les enzymes cellulaires (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017). Le K est ainsi responsable de l'activation de plus de quatre-vingt enzymes différentes, dont certaines impliquées dans la respiration et la photosynthèse (Weil et al., 2017). Le K joue un rôle important dans la régulation du potentiel osmotique des cellules des plantes (Havlin et al., 2014; Taiz et al., 2015).

Le K est particulièrement important pour aider la plante à s'adapter aux stress environnementaux. Une bonne nutrition en potassium est liée à une augmentation de la tolérance à la sécheresse, la résistance à l'hiver, et une meilleure tolérance aux insectes nuisibles. Ainsi, en tant que composant de la solution cytoplasmique des plantes, le K joue un rôle important en abaissant le potentiel hydrique osmotique cellulaire, réduisant ainsi la perte d'eau depuis les stomates des feuilles et augmentant ainsi la capacité des cellules racinaires à prélever de l'eau dans le sol (Weil et al., 2017)

Le K est aussi important pour beaucoup de caractéristiques de qualité des cultures. Par exemple, pour les fruits et légumes, un contenu adéquat en K améliore la taille du fruit, sa couleur, le goût, l'épaisseur de la peau, ce qui est important pour la qualité du stockage (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

II.4.2.3. Symptômes de déficience en potassium

Au niveau des plantes, en cas de déficience en K, des symptômes foliaires spécifiques apparaissent. Comme le K est très mobile dans la plante, il est transféré des tissus les plus vieux (feuilles inférieures) vers les tissus les plus jeunes (feuilles supérieures) quand l'approvisionnement en K n'est plus adéquat pour la plante. Les symptômes de déficience apparaissent donc en premier et de manière plus forte sur les feuilles les plus vieilles (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

En situation de déficience en K pour les plantes, l'extrémité et les bords des feuilles les plus vieilles commencent à jaunir (chlorose) et à mourir (nécrose) (Havlin et al., 2014; Weil et al., 2017).

En plus de ces symptômes visuels et comme expliqué précédemment, un stress en K augmente les dommages causés aux cultures par les maladies bactériennes et fongiques, les infestations d'insectes et d'acariens, et d'infections par les nématodes et les virus (Havlin et al., 2014).

II.4.3. La gestion du potassium en agriculture

En agriculture, le K présente quelques spécificités qui rendent sa gestion importante. D'abord, le sol est caractérisé par un contenu en K total très important, mais par une offre de K directement disponible pour les plantes très réduite (Weil et al., 2017). En effet, le K est trouvé en grande quantité dans la plupart des sols minéraux, la quantité totale de cet élément étant généralement plus grande que n'importe quel autre élément nutritif majeur. Cependant, la quantité de potassium maintenue dans un état facilement échangeable peut être très faible, la majorité de cet élément étant maintenu dans les minéraux primaires ou fixé dans des formes qui sont au mieux modérément disponibles pour les plantes (Schroeder, 1978; Weil et al., 2017). De plus, le K est particulièrement susceptible à la lixiviation, ce qui entraîne des pertes non négligeables de K pour le sol (Weil et al., 2017). Finalement, les plantes prennent de grandes quantités de K, souvent de 5 à 10 fois plus que le P et les mêmes quantités que le N (Weil et al., 2017). Les extractions de K par les plantes sont donc fortes en comparaison au K échangeable. De plus, l'absorption de K peut être exagérée par la tendance des plantes à prendre plus de K qu'elles n'en ont vraiment besoin lorsque des quantités de K facilement disponible, suffisamment grandes, sont présentes (Weil et al., 2017). Cette tendance est appelée *consommation de luxe*, car l'excès de potassium absorbé n'augmente pas la croissance de la plante ou ses fonctions (Weil et al., 2017).

Aujourd'hui, la gestion du K demande une attention particulière pour différentes raisons. Tout d'abord, l'utilisation du K en fertilisation engendre des coûts importants pour les agriculteurs, le prix des engrais K étant élevés (Jouany et al., 1996; Zhao et al., 2014; Sardans et al., 2015). Ces coûts élevés poussent à réduire les apports d'engrais K (Jouany et al., 1996), surtout dans les pays moins développés comme les pays d'Afrique où beaucoup de terres cultivées sont sous-fertilisées en K (Sardans et al., 2015). Dès

lors, la question de la durabilité de la diminution des engrais K pour la fertilité des sols peut se poser (Jouany et al., 1996).

Deuxièmement, la gestion du K dans les sols devient de plus en plus importante avec la problématique des changements climatiques. En effet, comme mentionné précédemment, le K est important pour permettre aux plantes de s'adapter aux stress environnementaux (Weil et al., 2017). Une bonne nutrition en K permet ainsi d'augmenter la tolérance à la sécheresse des plantes selon différentes stratégies (Harvey et al., 1999; Ashraf et al., 2002; Benlloch-González et al., 2010; Sardans et al., 2015; Weil et al., 2017). Or, les modèles de prévisions climatiques prévoient une tendance à l'assèchement dans les années à venir (Solomon, S., 2007). Une étude montre ainsi que les zones très sèches du monde ont plus que doublé depuis les années 1970 (Solomon, S., 2007).

Une utilisation efficace de la fertilité en K des sols est dès lors nécessaire. Pour cela, les différentes transformations du K dans les sols ainsi que le fonctionnement du sol en absence d'apport du K doivent être étudiés avec une vision temporelle et sur le long terme.

II.4.4. La quantification des différentes formes de potassium du sol

Comme expliqué dans la partie dédiée au cycle biogéochimique du K, les différentes formes de K dans les sols sont en équilibre. Dès lors, la quantification du K disponible pour les plantes ne suffit pas à définir le statut du sol en K pour les plantes puisque d'autres formes de K pourront participer à la nutrition des plantes en réapprovisionnant le *pool* de K disponible. Il semble donc important de quantifier toutes les formes de K du sol pour apprécier réellement l'offre en K du sol.

Il existe différentes méthodes permettant de quantifier les différentes formes de K dans les sols. Les méthodes les plus utilisées quantifient le K soluble par extraction avec de l'eau, le K échangeable par extraction avec de l'acétate d'ammonium 1M, le K non échangeable par extraction avec de l'acide nitrique 1M et le K fixé par soustraction des autres formes au K total (Wood et al., 1941; Helmke et al., 1996; Wang et al., 2010).

Par exemple, Das et al. (2018) ont quantifié les différentes formes de K dans un essai long terme de fertilisation de quarante cinq années avec une culture de riz, sur différentes parcelles d'essai. Ils ont observé que le K soluble était plus faible dans les sols des parcelles ne recevant pas de fertilisants K. Ils ont également observé que le K échangeable et non échangeable étaient plus élevés dans les parcelles recevant une fertilisation N et K par rapport à des parcelles ne recevant aucun fertilisant. Les parcelles qui ne reçoivent pas de fertilisation K mais qui reçoivent une fertilisation N et P présentent quant à elles les valeurs les plus faibles de K non échangeable, montrant que ce *pool* est également impacté par une absence de fertilisation K.

III. OBJECTIFS

Au vu du contexte décrit ci-dessus, l'objectif de ce travail est d'évaluer quantitativement l'impact d'une fertilisation minérale contrastée, appliquée pendant plus de 100 ans sur des parcelles d'essais, sur la dynamique du phosphore et du potassium dans le système sol-plante. Il s'agit donc avant tout de déterminer si l'apport d'une fertilisation minérale contrastée a différencié significativement les parcelles entre-elles. Dans l'affirmative, il faudra déterminer sur base de quelles propriétés du sol cette différence s'est manifestée.

Au niveau du P et du K, l'hypothèse est que, sur les parcelles où il n'y a pas eu d'application de ces nutriments, les *pools* résiduels (qui ne sont a priori pas disponibles pour les plantes) de ces 2 nutriments ont rechargé les *pools* plus disponibles pour les plantes. Si cette hypothèse est vérifiée, les *pools* résiduels qui ont participé à cette recharge des *pools* disponibles devront être identifiés. Aussi, une réflexion devra être apportée sur la durabilité des pratiques où ces 2 éléments ne sont pas appliqués : lorsqu'on laisse le sol s'épuiser en l'un de ces 2 nutriments, la concentration en ce nutriment est-elle toujours supérieure au seuil de concentration critique en ce nutriment ? Pendant combien de temps ces *pools* résiduels peuvent contribuer à la recharge des *pools* plus disponibles ?

L'impact à long terme de cette fertilisation minérale contrastée sur la végétation devra également être défini et quantifié. L'hypothèse est que les rendements ainsi que les quantités de N, P et K ont été significativement impactés par ces apports contrastés. L'objectif est d'identifier les facteurs qui vont le plus limiter ces éléments.

Pour répondre à ces objectifs, les éléments suivants seront quantifiés pour chacune des parcelles d'essai :

- Les propriétés pédologiques générales (granulométrie, pH, éléments biodisponibles, azote total, carbone organique, ratio C/N)
- Les différentes formes de phosphore dans les sols au moyen d'une extraction séquentielle
- Les différentes formes de potassium dans les sols au moyen d'extractifs différents
- Les quantités d'azote, de phosphore et de potassium dans la biomasse ainsi que les rendements en grains de chaque parcelle

Afin de comprendre la temporalité des processus identifiés, l'ensemble de ces résultats sera comparé à des résultats obtenus en 1961 et en 1981 dans le cadre d'autres travaux réalisés sur les mêmes parcelles d'essais.

IV. METHODOLOGIE

IV.1. Description de l'essai et du site d'étude

Cette section a pour but de décrire le dispositif expérimental de l'essai long terme étudié. La plupart des informations sont issues des travaux de Dethy (1981) et d'Hanotiaux (1961). Certaines informations sont également issues de discussions avec les personnes actuellement responsables de la gestion de l'essai et de documents fournis par ces mêmes personnes.

IV.1.1. Mise en place de l'essai

L'essai de longue durée étudié dans ce travail a été établi en 1896 par les professeurs Schreiber et Journée à Gembloux. Le but initial était d'étudier l'effet du N, du P₂O₅ et du K₂O à longue échéance sur le rendement des grandes cultures (Dethy, 1981). Cet essai longue durée a ensuite été poursuivi par le recteur F. Tilkin et le professeur R. Laloux (Hanotiaux, 1961; Dethy, 1981).

L'essai est basé sur la *loi du minimum*. La loi du minimum est un principe énoncé par Liebig en 1850 et selon lequel l'importance du rendement d'une récolte est déterminée par l'élément qui se trouve en plus faible quantité relativement aux besoins d'une récolte (Havlin et al., 2014).

IV.1.2. Dispositif expérimental

IV.1.2.1. Parcelles

Initialement, le dispositif expérimental était composé de 4 séries de 5 parcelles (*figure 5*), chacune des parcelles ayant une superficie de 60 m².

Chaque parcelle représente une modalité de fertilisation différente. Ainsi, pour chaque série de parcelles, il y a 5 modalités de fertilisation :

- NPK : fertilisation azotée et phosphopotassique
- PK : fertilisation phosphopotassique
- NK : fertilisation azotée et potassique
- NP : fertilisation azotée et phosphatée
- O : aucune fertilisation

Actuellement, seules les séries 3 et 4 ainsi que les 2 premières parcelles (NPK et PK) des séries 1 et 2 ont été conservées. Dès lors, les analyses réalisées dans ce travail seront uniquement réalisées sur les séries 3 et 4. Le dispositif expérimental actuel est repris en *figure 6*. Il est à noter que chaque parcelle est divisée dans le sens de la longueur en 5 sous-bandes de 6 mètres sur 2 mètres.

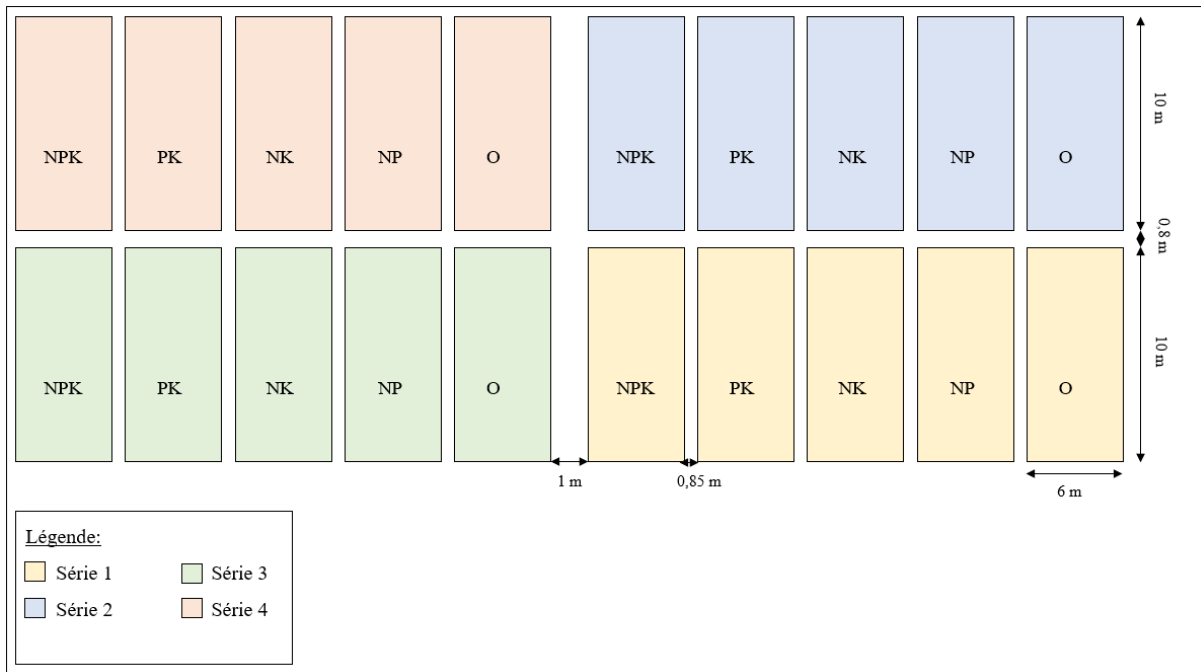


Figure 5: schématisation du dispositif expérimental initial. Les lettres sur les parcelles indiquent la modalité de fertilisation : fertilisation azotée et phosphopotassique (NPK), fertilisation phosphopotassique (PK), fertilisation azotée et potassique (NK), fertilisation azotée et phosphatée (NP) et aucune fertilisation (O).



Figure 6: Illustration du dispositif expérimental actuel (14/05/19). Les parcelles à l'avant-plan représentent les parcelles des séries 1 et 2 et les parcelles à l'arrière-plan celles des séries 3 et 4.

IV.1.2.2. Cultures

Au cours de l'essai long terme, différentes cultures se sont succédées. À l'origine, les 4 séries de parcelles se différençaient entre elles par la culture établie. Ainsi, jusqu'en 1930-1931, toutes les séries ont été cultivées en monocultures : pomme de terre pour la série 1, moutarde pour la série 2, féverole pour la série 3 et seigle pour la série 4. Après 1931, les parcelles des séries 2 à 4 ont été cultivées en alternance entre des céréales, des betteraves et des pommes de terre. La série 1 a été maintenue sous monoculture de pommes de terre jusqu'en 1975 excepté en 1969 où de l'orge de printemps a été cultivée. La succession des cultures de 1932 à 1975 est reprise en *annexe 1* pour chaque série de parcelles. Depuis 1975, les 4 séries sont ensemencées de différentes variétés de froment d'hiver.

IV.1.2.3. Fumures appliquées

Au début de l'expérimentation, l'importance de l'apport de N, P₂O₅ et K₂O était adaptée en fonction des cultures et était inférieure à ce qui est appliqué actuellement. Au cours du temps, les fumures ont donc varié en importance en fonction de la culture. Par la suite, les fumures ont été augmentées progressivement, surtout en ce qui concerne l'azote.

À partir de 1951, les niveaux de fumure en P et K n'ont plus été adaptés en fonction du type de culture, le N ayant été quelque peu modifié au cours du temps.

Dès lors, actuellement, chaque parcelle où une fertilisation NPK est prévue reçoit chaque année 120 unités de N, 120 unités de P₂O₅ et 160 unités de K₂O par hectare. Le K₂O et le P₂O₅ sont entièrement apportés au stade de tallage alors que le N est apporté en 3 fois 50 unités aux stades de tallage, de redressement et de dernière feuille. Pour améliorer la compréhension, les quantités appliquées par hectare sur chaque parcelle sont reprises dans le *tableau 1* ci-dessous.

L'azote est appliqué sous forme d'ammonitrate, le potassium sous forme de potasse (KCl) et le phosphore sous forme de superphosphate triple.

Tableau 1: nombre d'unités de N, P₂O₅ et K₂O appliquées annuellement par hectare en fonction du stade de développement de la culture et de la modalité de fertilisation

parcelles	N			P ₂ O ₅ tallage	K ₂ O tallage
	tallage	redressement	dernière feuille		
NPK	50	50	50	120	160
PK	---	---	---	120	160
NK	50	50	50	---	160
NP	50	50	50	120	---
O	---	---	---	---	---

IV.1.2.4. Autres données phytotechniques

Parmi toutes les données phytotechniques, la modalité de fertilisation est la plus importante, car c'est cette donnée qui va varier entre les parcelles. Les autres données telles que le semis, le travail du sol, le désherbage ou encore les traitements fongicides ont une importance moindre, car leur application est identique entre toutes les parcelles (Dethy, 1981).

Il peut tout de même être mentionné que le labour se fait à une profondeur de 25 cm. De plus, des herbicides et des fongicides sont appliqués chaque année, au minimum depuis 2006. Aussi, un chaulage de l'ensemble des parcelles a été réalisé au minimum 1 fois sur la durée de l'essai. Finalement, il convient de préciser que les résidus de culture sont laissés sur place après récolte des grains.

IV.1.3. Données relatives à l'année 2018-2019

Pour la culture 2018-2019, le semis a été réalisé le 23/11/2018. La variété de froment d'hiver semée est la variété *TALENT*. Les engrais ont été appliqués le 01/04/2019 pour le stade tallage, le 23/04/2019 pour le stade de redressement et le 29/05/19 pour le stade de dernière feuille. Des produits de désherbage ont été appliqués le 05/04/2019 et un fongicide le 11/06/2019.

IV.1.4. Contexte géologique et pédologique

Gembloux se trouve dans la région agricole limoneuse. Les sols s'y sont formés à partir d'un dépôt de limons éolien. Les sols de la région sont des sols dont le profil est de type A-B-C et qui ont souvent une texture caractéristique d'un limon léger avec une teneur de 12 à 15 % en argiles et de plus de 80 % en limon (Carte des sols de la Belgique, 1957). Sur le site étudié, le sol peut être défini comme étant un *Luvisol* selon la Base de référence mondiale (WRB, 2015).

IV.1.5. Études antérieures

Ces parcelles d'essai ont déjà fait l'objet d'études par le passé. Ainsi, Gustave Hanotiaux (1961), dans le cadre de sa thèse, a déjà réalisé une étude similaire au présent travail. Cette étude était également orientée sur la dynamique du P et du K. Aussi, Christian Dethy (1981) a travaillé sur cet essai dans le cadre de son mémoire de fin d'étude. Bien que son étude fût plus orientée sur la végétation, il a également travaillé sur la dynamique du P sur base de sols échantillonnés en 1980. Ces deux études serviront dès lors de base de comparaison temporelle et permettront d'apporter une approche dynamique à l'ensemble des processus observés.

L'étude de Homsy (2004) peut également être mentionnée. Ce dernier a travaillé sur des sols similaires. Ces résultats serviront de comparaison pour déterminer la fiabilité des résultats obtenus.

IV.2. Analyses sur les sols

Il est avant tout primordial de mentionner qu'ici, contrairement aux informations historiques présentées précédemment, les séries de parcelles (de 1 à 4) ne sont plus considérées. Comme déjà mentionné plus haut, seules les séries 3 et 4 sont encore complètes. Comme ces séries sont ensemencées de la même culture depuis 1975, elles sont considérées comme étant une seule et même série. Ainsi, quand il sera, par exemple, fait mention de la parcelle NPK, il s'agit des parcelles NPK des séries 3 et 4. Ces parcelles ont dès lors une superficie d'environ 120 m².

IV.2.1. Echantillonnage

Un échantillonnage des sols des différentes parcelles de l'essai long terme a été réalisé le 08 mars 2019. L'échantillonnage a été réalisé dans les 5 modalités de parcelles : NPK, PK, NK, NP et O. Il a été réalisé sur 2 profondeurs : de 0 à 25 cm et de 35 à 60 cm. Ces profondeurs ont été déterminées sur base de la profondeur de labour qui est de 25 cm. Le sol de 25 à 35 cm n'a pas été prélevé pour s'affranchir de la présence éventuelle d'une couche indurée due au labour. Cela permet d'avoir un premier horizon d'échantillonnage impacté par le labour et un second non impacté.

Dans chaque parcelle (1 parcelle correspondant à 1 modalité différente), 3 échantillons composites ont été prélevés par horizon, soit 6 échantillons composites par parcelle. Chaque échantillon composite est composé de 4 carottes individuelles prélevées au hasard à la tarière de cartographe dans toute la parcelle.

Après échantillonnage, les échantillons ont été séchés en étuve à 40°C et tamisés à 2 mm avant toute analyse.

IV.2.2. Analyses de base

Tout d'abord, les propriétés physico-chimiques des sols des différentes parcelles ont été définies. Ces analyses ont été réalisées par le laboratoire d'analyse agricole de la Hulpe. Les analyses réalisées ainsi que les méthodes utilisées sont reprises dans le *tableau 2* ci-dessous. L'ensemble des analyses a été réalisé sur les 30 échantillons à l'exception de l'analyse de la granulométrie qui a été réalisée sur 10 échantillons composites formés de manière à avoir 1 échantillon par parcelle et par profondeur.

Tableau 2: récapitulatif des analyses réalisées par le laboratoire d'analyse agricole de la Hulpe et méthodes d'analyse utilisées (Source : <https://www.brabantwallon.be/bw/entreprendre-travailler/agriculture-1/pole-laboratoires-d-analyses-agricoles/>, consulté le 26/07/19)

Eléments analysés	Méthode d'analyse
pH _{KCl}	Norme NF ISO 10390 : mesure du pH à l'aide d'une électrode en verre dans une suspension de sol dilué à 1:5 (fraction volumique) dans une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l
Détermination de la teneur en Carbone total et carbone organique (%)	Obtenu par combustion sèche (DUMAS) par une méthode dérivée de la norme NF ISO 10694
Détermination de la teneur en azote total	Obtenu par combustion sèche (DUMAS) par une méthode dérivée de la norme NF ISO 13878
Éléments biodisponibles (potassium, calcium, magnésium, phosphore, fer, manganèse)	Extraction à l'EDTA 0,02M à pH 4,65 et à l'acétate d'ammonium 0,5 N (Lakanen et al., 1971). Dosage du phosphore par colorimétrie au bleu de Molybdène et dosage des autres éléments par spectrophotométrie d'absorption atomique.
Capacité d'échange cationique	Méthode dérivée de la norme ISO 23470 : méthode qui utilise une solution de trichlorure de cobaltihexammine comme réactif d'extraction
Granulométrie	La détermination se fait par sédimentation et tamisage. La méthode est dérivée de la norme NF X 31-107.

IV.2.3. Extraction des différentes formes de phosphore

Les différentes formes de P inorganique des sols des différentes parcelles étudiées ont été extraites et quantifiées. Cette manipulation a été réalisée sur les 30 échantillons. Le P soluble et échangeable, les phosphates d'aluminium (P-Al), les phosphates de fer (P-Fe), les phosphates de calcium (P-Ca) et les phosphates de fer occlus (P-Fe occlus) ont pu être quantifiés. De plus, le phosphore total et inorganique total ont été déterminés. Pour le dosage, le spectrophotomètre utilisé est le *Shimadzu UV-1205*.

IV.2.3.1. Détermination du phosphore total

Le dosage du P total a été réalisé selon la méthode couramment utilisée dans le laboratoire de géopédologie de l'université de Gembloux Agro-Bio Tech.

Le P total a été déterminé par une attaque triacide (norme NF X 31_147). Une masse de 0,5 gramme de sol broyé à 0,2 mm est placée pendant 4 heures dans un four à 450-500°C. Le sol est ensuite placé dans

un bain de sable à 250°C. Deux fois 5 ml d'acide fluorhydrique (HF) et 1,5 ml d'acide perchlorique (HClO₄) sont ajoutés au sol et évaporés grâce à l'action du bain de sable. Une fois évaporés, 10 ml d'acide chlorhydrique (HCl) 10 % y sont ajoutés. Après dissolution du résidu, la solution est portée à un volume de 50 ml avec de l'eau distillée puis filtrée sur un filtre 602 H1/2. Le dosage du P total est ensuite réalisé par la méthode au bleu de molybdène par spectrophotométrie à 880 nm (Murphy et al., 1962).

IV.2.3.2. Détermination du phosphore inorganique total

Le dosage du P inorganique total a été réalisé selon la méthode couramment utilisée dans le laboratoire de géopédologie de l'université de Gembloux Agro-Bio Tech.

Le P inorganique total a été déterminé par attaque à l'acide sulfurique (H₂SO₄) 6N. Une masse de 0,5 gramme de sol broyé à 0,2 mm est placée dans un ballon d'attaque avec 20 ml d'H₂SO₄ 6N. Le mélange sol/H₂SO₄ est porté à ébullition pendant 10 minutes sous réfrigérant à reflux. Ensuite, la solution est portée à un volume de 100 ml avant d'être filtrée sur un filtre 602 H1/2. Le dosage du P inorganique total est réalisé par la méthode au bleu de molybdène par spectrophotométrie à 880 nm (Murphy et al., 1962).

IV.2.3.3. Détermination du phosphore organique total

Le P organique total est déterminé par soustraction du P inorganique total au P total.

IV.2.3.4. Extraction séquentielle des différentes formes de phosphore inorganique.

Les différentes formes de phosphore inorganique des 30 échantillons de sol ont été déterminées par une extraction séquentielle. Lors d'une extraction séquentielle, le sol est mis successivement en contact avec différents extractifs dans le but de progressivement épuiser le sol en phosphore. Afin de pouvoir comparer les résultats obtenus aux résultats obtenus lors d'études antérieures sur les mêmes parcelles par Hanotiaux (1961) et Dethy (1981), la méthode de Chang et al. (1957) modifiée par Hanotiaux (1961) a été utilisée. La méthode d'Hanotiaux (1961) diffère de la méthode de Chang et al. (1957) par l'augmentation du pH de la solution de fluorure d'ammonium jusqu'au pH de 8,5 pour mieux séparer les phosphates de fer et d'aluminium ainsi que par l'abandon de l'extraction des fractions de phosphates de fer et d'aluminium d'occlusion, Hanotiaux (1961) les considérant négligeables. Néanmoins, Homsy, (2004) a montré que, sur des sols similaires à ceux étudiés, la fraction de P-Fe occlus n'était pas négligeable. Cette fraction a donc été ajoutée à la méthode d'extraction séquentielle proposée par Hanotiaux (1961). La méthode est décrite ci-dessous avec pour chaque fraction la description de l'extraction et de la méthode de dosage de chacune de ces fractions. Les méthodes de dosage ont été définies par Chang et al. (1957) et décrite par Mathieu et al. (2003).

a) Phosphore soluble et échangeable

Mettre en contact 1 gramme de sol tamisé à 2 mm avec 50 ml de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) 1N et agiter pendant 30 minutes. Centrifuger (10 minutes à 3000 tours), récupérer le surnageant pour doser le P et conserver le culot de centrifugation pour l'extraction suivante.

Le dosage de cette fraction est réalisé par la méthode conventionnelle au bleu de molybdène (Murphy et al., 1962).

b) Phosphates d'aluminium

Ajouter 50 ml de fluorure d'ammonium (NH_4F) 0,5N à pH 8,5 au culot de centrifugation et agiter pendant 1 heure. Centrifuger (10 minutes à 3000 tours), récupérer le surnageant pour doser le P-Al et conserver le culot de centrifugation pour l'extraction suivante.

Le dosage du P-Al est réalisé en prélevant 5 ml de l'extrait conservé après centrifugation (le surnageant) et en y ajoutant 7,5 ml d'acide borique 0,8M, 1 ml de solution sulfomolybdique et en portant à un volume de 25 ml avec de l'eau distillée. Deux gouttes d'une solution de chlorure stanneux sont ajoutées et le P est dosé après 8 minutes par spectrophotométrie à 660 nm.

c) Phosphates de fer

Le culot de terre qui a été conservé après l'extraction du P-Al est lavé 2 fois avec une solution saturée de chlorure de sodium (NaCl) par agitations de 5 minutes suivies de centrifugation. Les solutions de lavage sont jetées et 50 ml d'hydroxyde de sodium (NaOH) 0,1N sont ajoutés au culot de centrifugation. Agiter le mélange culot de terre/ NaOH pendant 17 heures puis centrifuger. Le culot de centrifugation est conservé pour l'extraction suivante. Si le surnageant (qui correspond à la fraction P-Fe) présente une teinte jaune à brunâtre, ajouter 2 ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) 0,5M à cette solution et 1 à 2 gouttes de H_2SO_4 concentré jusqu'à ce que les colloïdes organiques commencent à flocculer. Centrifuger à nouveau cette solution (3000 tours/min pendant 10 minutes) et filtrer sur un filtre 602 H1/2 pour séparer le résidu de l'extrait à doser.

Le dosage du P-Fe se réalise à partir de 2,5 ml de la solution à doser auxquels 10 ml d'eau distillée sont ajoutés ainsi que 2 gouttes de solution de 2,4 dinitrophénol. La solution est amenée au jaune en ajoutant de l'hydroxyde de sodium (NaOH) 2M au goutte-à-goutte. La solution doit ensuite être ramenée à l'incolore en ajoutant de l'acide sulfurique (H_2SO_4) 1M. Ensuite, 1 ml de solution sulfomolybdique sont ajoutés et la solution est portée à un volume de 25 ml avec de l'eau distillée. Finalement, 2 gouttes d'une solution de chlorure stanneux sont ajoutées et le P est dosé après 8 minutes par spectrophotométrie à 660 nm.

d) Phosphates de calcium

Le culot de terre qui avait été conservé après l'extraction du P-Fe est nettoyé 2 fois avec 25 ml d'une solution de chlorure de sodium saturée (NaCl) par agitations de 5 minutes suivies de centrifugations. Le culot de terre est agité pendant 1 heure avec 50 ml d'acide sulfurique (H_2SO_4) 0,5M. Le mélange est

centrifugé (3000 tours/min pendant 10 minutes), le surnageant est récupéré pour le dosage du P-Ca et le culot de centrifugation est conservé pour l'extraction suivante.

Le dosage du P-Ca se réalise à partir de 5 ml de la solution à doser auxquels 10 ml d'eau distillée et 2 gouttes de solution de 2,4 dinitrophénol sont ajoutés. La solution est amenée au jaune en ajoutant de l'hydroxyde de sodium (NaOH) 2M au goutte à goutte puis elle est ramenée à l'incolore en ajoutant de l'acide sulfurique (H₂SO₄) 1M. Ensuite, 1 ml de solution sulfomolybdique est ajouté et la solution est portée à un volume de 25 ml avec de l'eau distillée. Finalement, 2 gouttes d'une solution de chlorure stanneux sont ajoutées et le P est dosé après 8 minutes par spectrophotométrie à 660 nm.

e) Phosphates de fer d'occlusion

Le culot de terre qui avait été conservé après l'extraction du P-Ca est nettoyé 2 fois avec 25 ml d'une solution de chlorure de sodium saturée (NaCl) par agitations de 5 minutes suivies de centrifugations. Ensuite, 40 ml d'une solution de citrate de sodium 0,3 M et 1g de dithionite de sodium (Na₂S₂O₄) sont ajoutés au culot de terre. Le mélange est chauffé dans un bain-marie à 80-90°C avec une agitation constante pendant 15 minutes. Le mélange est ensuite centrifugé (3000 tours/min pendant 10 minutes) et la solution surnageante est récupérée. Le culot de centrifugation est nettoyé 2 fois avec 25 ml d'une solution de chlorure de sodium saturée (NaCl) par agitations de 5 minutes suivies de centrifugations. Les solutions de lavage sont combinées avec l'extrait pour doser le P-Fe occlus. Le culot de centrifugation peut ensuite être jeté puisqu'il s'agit de la dernière extraction.

Le dosage du P-Fe occlus dans l'extrait combiné aux solutions de lavages est réalisé en lecture directe par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit à haute fréquence (ICP-AES).

IV.2.4. Extraction des différentes formes de potassium

Les différentes formes de K des sols des différentes parcelles étudiées ont été extraites et quantifiées. Cette manipulation a été réalisée sur les 30 échantillons. Le K soluble dans l'eau, le K échangeable, le K fixé et le K résiduel ont pu être quantifiés. De plus, le K total a été déterminé.

Dans ce cas-ci, le K n'est pas extrait de manière séquentielle. Le sol est mis en contact avec des réactifs différents qui ont la capacité d'extraire certaines formes de K. Toujours dans une optique de comparaison des résultats obtenus aux résultats obtenus lors d'études antérieures sur les mêmes parcelles, la même méthode que celle utilisée par Hanotiaux (1961) a été appliquée. Cette méthode est fortement similaire à celle de (Wang et al., 2010). La méthode est décrite ci-dessous avec pour chaque fraction la description de l'extraction. Dans ce cas-ci, contrairement au P, toutes les fractions sont dosées de la même manière au spectrophotomètre à flammes. Le spectrophotomètre à flammes utilisé est le Varian SpectrAA 220 Atomic Absorption Spectrometer.

IV.2.4.1. Détermination du potassium total

Le K total a été extrait de la même manière que le P total, par attaque triacide (HF, HClO₄, HCl). La seule différence se fait dans le dosage du K. Le K est dosé par lecture directe au spectrophotomètre à flammes.

IV.2.4.2. Détermination du potassium soluble et échangeable

Le potassium soluble est déterminé en agitant 2,5 grammes de sol avec 40 ml d'eau pendant 1 heure. Le mélange est ensuite filtré (filtre 602 H1/2). Le filtrat contient le K soluble dans l'eau qui pourra être directement dosé. Le résidu de sol est quant à lui récupéré sur le filtre et lavé avec 5 portions de 50 ml d'acétate de magnésium demi-normale en centrifugeant le mélange entre chaque portion pour récupérer l'acétate de magnésium. Au total, 250 ml d'acétate de magnésium contenant le K échangeable sont récupérés. Ces 250 ml sont évaporés jusqu'à 20 ml au moyen d'une plaque chauffante. Les 20 ml restants sont portés à un volume de 25 ml avec de l'eau distillée puis filtrés (filtre 602 H1/2). Le K peut ensuite être dosé au spectrophotomètre à flammes.

IV.2.4.3. Détermination du potassium échangeable ainsi que d'une partie du potassium fixé

Cette extraction est intermédiaire à celle du K échangeable et du K fixé. En effet, une solution d'acétate d'ammonium est utilisée et en raison des propriétés très semblables de l'ion ammonium à celles du K, cette extraction donne le K soluble plus le K échangeable et une partie du K fixé.

Cette fraction est déterminée en ajoutant 25 ml d'acétate d'ammonium 1M à pH 4,8 à 2,5 grammes de sol. Le mélange est agité pendant 1 heure puis filtré sur filtre 602 H1/2. Le K dans le filtrat est dosé au spectrophotomètre à flammes. La valeur de la fraction est obtenue en soustrayant la valeur de K soluble dans l'eau à celle obtenue dans le filtrat.

IV.2.4.4. Détermination du potassium fixé

Le K fixé est extrait en attaquant 4 grammes de sol par 50 ml d'acide nitrique (HNO₃) 1M. Le mélange est porté à ébullition pendant 10 minutes. Le mélange est ensuite porté à un volume de 100 ml avec de l'eau distillée puis filtré sur un filtre 602 H1/2. Le dosage du K dans le filtrat se fait par mesure au spectrophotomètre à flammes. La quantification de la fraction de K fixé est ensuite obtenue en déduisant les valeurs de K soluble dans l'eau et K échangeable de la valeur mesurée dans l'extrait à l'acide nitrique.

IV.2.4.5. Détermination du potassium résiduel

La valeur du K résiduel est obtenue en déduisant les valeurs de K fixé, K soluble et K échangeable à la valeur du K total.

IV.3. Analyses sur les plantes

Des analyses de la quantité de N, P et K présente dans le froment des différentes parcelles étudiées ont été réalisées. L'objectif est de quantifier le N, P et K à 6 stades de développement différents avec une distinction entre les feuilles, les tiges et les grains.

Cette quantification a été réalisée par une équipe du département BIOSE dans le cadre d'un projet plus global pour les 5 premiers stades de développement. Pour chaque parcelle, le froment a été échantillonné dans 4 bandes différentes (sur une superficie de 50 cm de long et de 3 rangées de semis de large pour chaque bande) et les tiges ont été séparées des feuilles. Pour les premiers stades de développement, il n'a pas toujours été possible de récolter suffisamment de biomasse par bande pour permettre les analyses prévues. Dans ces cas-là, les tiges et les feuilles n'ont pas été séparées et/ou la biomasse des différentes bandes a été mélangée. Les analyses N, P et K ont été réalisées par le laboratoire d'analyse agricole de la Hulpe. Dans ce rapport, seuls les 3 premiers stades seront repris suite à un retard des analyses réalisées en laboratoire sur la végétation.

Le dernier stade de développement du froment correspond au stade de récolte. Celui-ci arrivant après l'échéance de ce travail, les grains de la récolte de l'année 2014 ont été utilisés pour quantifier le N, P et K dans les grains au stade de récolte. Trois échantillons composites de grains de 2014 ont été formés. Les analyses de N, P et K dans ces grains ont été réalisées par le laboratoire d'analyse agricole de la Hulpe. L'azote total est dosé par combustion sèche (méthode DUMAS) selon une méthode dérivée de la norme NF EN ISO 16634-1. Le phosphore total est extrait par une mise en solution des cendres totales avec de l'acide nitrique (HNO₃) 5M, suivi d'un dosage au spectrophotomètre UV par la méthode colorimétrique au jaune vanadate. Le potassium total est également extrait par mise en solution des cendres totales dans l'acide nitrique (HNO₃), suivi d'un dosage par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit à haute fréquence (ICP-AES) selon une méthode dérivée de la norme NF EN 15510¹.

IV.4. Données de rendement en grains

Les données de rendement en grains de chaque parcelle depuis 1989 ont été fournies par les personnes responsables de la gestion de l'essai à la ferme de la faculté de Gembloux Agro-Bio Tech. Les rendements ont été mesurés dans 4 bandes par parcelle et sont ramenés à une humidité de 15 %.

¹ <https://www.brabantwallon.be/bw/entreprendre-travailler/agriculture-1/pole-laboratoires-d-analyses-agricoles/>, consulté le 27/07/19

IV.5. Bilan sol/plante

Un bilan sol/plante a été réalisé en définissant l'efficacité de l'utilisation du P, du K et du N du sol ou des fertilisants. Il s'agit de définir la part de fertilisants appliqués qui va être utilisée par les cultures.

IV.5.1. Détermination de l'efficacité de l'utilisation de l'azote, du phosphore et du potassium

La définition de l'efficacité de l'utilisation du P, du K et du N issus de fertilisants peut être approchée de différentes manières. Il y a d'un côté la méthode traditionnelle, nommée *difference method* (Chien et al., 2012) et de l'autre, la *balance method* qui a été récemment développée par Syers et al. (2008).

La **méthode des différences** estime le pourcentage de récupération d'un nutriment (*percent recovery of fertilizer*) appliqué sous forme de fertilisant. L'équation est reprise ci-dessous (Chien et al., 2012):

$$\% \text{ de récupération du fertilisant} = \left(\frac{U_X - U_0}{F_X} \right) * 100$$

Le terme U_X désigne la quantité du nutriment X absorbé par la végétation dans les parcelles traitées avec ce nutriment, U_0 désigne la quantité du nutriment X absorbée par la végétation dans les parcelles traitées où il n'y a pas d'apport de ce nutriment et le terme F_X désigne la quantité de fertilisant X appliquée. Cette méthode a donc la spécificité d'être basée sur une parcelle « contrôle » dans laquelle le nutriment étudié n'est pas appliqué. La quantité de nutriment absorbée par la végétation dans cette parcelle contrôle se réfère donc aux sources de X du sol et aux résidus de fertilisations antérieures (Chien et al., 2012). En soustrayant cette valeur à la valeur en situation d'apport de ce nutriment, la valeur obtenue pour la récupération du fertilisant se réfère uniquement à ce qui est puisé dans les fertilisants appliqués pendant la période de temps considérée (Chien et al., 2012). Cette méthode fournit généralement des résultats compris entre 10 et 20 % (Syers et al., 2008; Chien et al., 2011).

La **balance method**, définie par Syers et al. (2008) ne fait pas de comparaison entre la quantité de nutriment absorbée avec et sans ajout de ce nutriment. Cette méthode considère la prise en nutriment par rapport à la quantité de ce nutriment appliquée selon l'équation (Syers et al., 2008) :

$$\% \text{ d'efficacité de l'utilisation de X} = \left(\frac{U_X}{F_X} \right) * 100$$

Le terme U_X désigne la quantité du nutriment X absorbée par la végétation dans les parcelles traitées avec ce nutriment et le terme F_X désigne la quantité de fertilisant X appliquée. Syers et al. (2008) privilégient cette méthode de calcul pour le P et le K. Selon Syers et al. (2008), une certaine quantité de P et de K issue des applications de fertilisants reste dans les sols. Les plantes peuvent utiliser une quantité significative de cette portion de P résiduel issue des applications précédentes (Syers et al., 2008; Chien

et al., 2012). Cette méthode est donc particulièrement adaptée aux nutriments qui peuvent s'accumuler dans le sol sous certaines formes qui pourront participer à la nutrition minérale des cultures des années après l'application. Lorsque le pourcentage obtenu est élevé alors l'utilisation du P par la plante est efficace. Un pourcentage inférieur à 100 % signifie que le sol s'enrichit en nutriment, un pourcentage égal à 100 % signifie une application efficace des nutriments (la quantité appliquée est équivalente à la quantité prélevée) et lorsque ce pourcentage est supérieur à 100 %, le nutriment considéré s'épuise dans le sol (Syers et al., 2008). Bien que Syers et al. (2008) considèrent que ce ratio définit également le pourcentage de récupération en nutriment (en plus de l'efficacité d'utilisation de ce nutriment), Chien et al. (2012) postulent que cette équation permet uniquement de déterminer l'efficacité d'un agroécosystème à maintenir un certain niveau de fertilité et est dès lors adéquate pour déterminer si les applications de fertilisants construisent des réserves en P, les épuisent ou les maintiennent. Cette méthode fournit généralement des résultats compris entre 50 et 90 % (Syers et al., 2008).

Un troisième élément peut être ajouté à ces 2 méthodes, le **pourcentage de récupération d'un nutriment du sol résiduel**. Pour déterminer la récupération du nutriment du sol résiduel, la meilleure méthode est de déterminer la différence entre ce qui a été appliqué depuis des années et ce qui a été prélevé (Chien et al., 2012). Néanmoins, les données de ce qui a été appliqué et absorbé au cours du temps sont rarement connues (Chien et al., 2012). Si une parcelle de contrôle (comme pour la méthode des différences) est présente dans le test, le nutriment prélevé depuis les résidus de fertilisation du sol peut être défini par (Chien et al., 2012) :

$$\% \text{ de } X \text{ prélevé dans les résidus de fertilisants} = \left(\frac{U_0}{U_X} \right) * 100$$

Le terme U_0 désigne la quantité du nutriment X absorbée par la végétation où il n'y a pas d'apport de ce nutriment et le terme U_X désigne la quantité du nutriment X absorbé par la végétation dans les parcelles traitées avec ce nutriment. Cette équation est donc particulièrement appropriée pour déterminer les effets résiduels des applications antérieures sur l'absorption en nutriments.

Ces 3 méthodes ont été appliquées aux données pour l'année 2014, les données relatives à la quantité de N, P et K dans les grains concernant l'année 2014. La quantité de nutriments prélevée par la végétation a été déterminée par la multiplication de la quantité du nutriment étudié présente dans les grains par le rendement en grain (ramené à 0 % d'humidité) de la parcelle considérée. Au niveau de la quantité de nutriments exportée par la végétation, l'hypothèse a été faite que la majeure partie des nutriments se trouve dans les grains au stade de récolte et donc seule la quantité de nutriments exportée dans les grains a été considérée. Cette hypothèse tient également compte du fait que, étant donné que les tiges et feuilles sont laissées sur les parcelles après récolte des grains, les nutriments contenus dans ces parties végétales sont en partie ramenés au sol.

IV.5.2. Détermination du bilan des importations et des exportations de 1980 à 2019

La différence entre les importations et les exportations de P et de K pendant 39 années (de 1980 à 2019) a été déterminée. Les importations ont été déterminées en considérant une dose constante d'engrais appliqué annuellement (120 unités de P_2O_5 par hectare et 160 unités de K_2O par hectare). La quantité d'engrais P et K appliquée en 39 ans consiste alors à multiplier la dose annuelle par le nombre d'années considérées.

Les exportations ont été déterminées par la multiplication des rendements mesurés chaque année (ramené à 0 % d'humidité) par la quantité de P et de K présente dans les grains. Pour les années où les données de rendement ne sont pas disponibles, le rendement moyen de la parcelle sur la période de temps étudiée a été considérée. Les données de contenu en P et K obtenues pour les grains de 2014 ont été utilisées pour l'ensemble de la période de temps considérée.

La différence des importations et des exportations (en kg/ha) a ensuite été calculée pour chaque parcelle et ramenée à une concentration par quantité de sol (mg/100g) en considérant une densité de 1,3 tonne/m³ (Destain, 2013).

IV.6. Analyses statistiques

Afin d'évaluer si les fertilisants appliqués ont différencié significativement les parcelles les unes des autres ou pas au niveau de chaque élément mesuré, plusieurs analyses de la variance à 1 critère de classification (AV1) ont été réalisées. Le facteur considéré est le facteur fixe « modalité de fertilisation ». Avant l'analyse de la variance, les conditions d'application sont vérifiées. La condition de normalité est toujours vérifiée car le nombre de répétitions est inférieur à 10. L'égalité des variances est vérifiée lorsque la P-valeur du test de *Levene* est supérieure à 0,05.

Ces analyses ont été réalisées au moyen du logiciel statistique Minitab® 17. L'hypothèse nulle de l'analyse de la variance est rejetée lorsque la P-valeur de l'analyse de la variance est inférieure à 0,05.

Lorsque l'hypothèse nulle est rejetée, signifiant que les différences sont significatives, une structuration de moyenne selon le test LSD de Fisher a été réalisée afin de distinguer qu'elles sont les moyennes qui diffèrent significativement les unes des autres. À la suite de ce test de Fisher, une lettre est attribuée pour chaque groupe au sein duquel les moyennes ne diffèrent pas significativement les unes des autres.

L'ensemble des résultats des tests statistiques sont repris en *annexe 13*.

V. RESULTATS ET DISCUSSIONS

V.1. Propriétés physico-chimiques des sols des parcelles étudiées

V.1.1. Résultats 2019

V.1.1.1 Granulométrie

Les résultats obtenus à la suite des analyses granulométriques sont repris dans le *tableau 3* ci-dessous pour les différentes parcelles et les 2 profondeurs d'échantillonnage.

Tableau 3: Résultats granulométriques pour chaque modalité de parcelle aux profondeurs 0- 25 cm et 35-60 cm (argiles (< 2 μm), limons fins (2 à 20 μm) et grossiers (20 à 50 μm), sables fins (50 à 200 μm) et grossiers (200 à 2000 μm))

Parcelle	Profondeur [cm]	Argile [%]	Limon fin [%]	Limon grossier [%]	Sable fin [%]	Sable grossier [%]
NPK	0 -25	13,9	27,9	46,0	6,5	5,7
	35 - 60	19,7	29,0	43,9	5,1	2,3
NK	0 -25	16,1	27,4	45,4	6,3	4,9
	35 - 60	23,6	28,4	41,9	4,7	1,4
PK	0 -25	14,8	28,0	45,4	6,6	5,2
	35 - 60	21,0	29,6	42,7	5,0	1,8
NP	0 -25	15,6	28,1	44,5	6,5	5,3
	35 - 60	22,7	29,4	42,0	4,7	1,2
O	0 -25	16,0	28,1	44,1	6,6	5,2
	35 - 60	23,1	31,3	39,5	4,7	1,3

Au niveau de la granulométrie, aucun réplicat n'a été effectué pour les mesures. Il n'est donc pas possible de mettre en évidence l'existence ou non de différences significatives entre les différentes parcelles.

Néanmoins, la mise en relation avec le triangle textural de la taxonomie des sols de l'USDA (*annexe 2*) montre que toutes les parcelles correspondent à un sol limoneux fin (*silt loam*). De plus, les courbes cumulatives de chaque parcelle, pour chaque horizon, ont été construites (*annexe 3*). Pour les deux horizons, ces courbes se superposent presque parfaitement. Le contexte textural peut dès lors être considéré comme étant identique pour toutes les parcelles.

En moyenne, le premier horizon contient environ 15% d'argile, 73% de limon et 12% de sable. Le second horizon est quant à lui caractérisé par un contenu en argile de 22%, de 72% de limon et de 6% de sable. Il y a donc plus d'argile dans ce second horizon et 2 fois moins de sable, le contenu en limon ne variant pas entre les 2 horizons. Ces résultats sont typiques des sols limoneux à horizon BT de la région.

V.1.1.2. Paramètres physico-chimiques

Les principaux paramètres physico-chimiques des parcelles sont repris dans le *tableau 4* pour le premier horizon et dans le *tableau 5* pour le second horizon.

Tableau 4: paramètres physico-chimiques premier horizon (0-25cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

		NPK	PK	NK	NP	O
pH KCl	moyenne	5,20	5,18	5,07	5,21	5,37
	écart-type	0,04	0,03	0,04	0,06	0,06
	groupe	b	b	c	b	a
Carbone organique [%]	moyenne	2,02	1,92	1,88	1,95	1,98
	écart-type	0,12	0,32	0,29	0,07	0,09
	groupe	a	a	a	a	a
C/N	moyenne	18,9	21,6	19,4	19,7	20,7
	écart-type	4,12	2,95	1,60	0,70	1,01
	groupe	a	a	a	a	a
N total [%]	moyenne	0,11	0,09	0,10	0,10	0,10
	écart-type	0,03	0,00	0,01	0,00	0,00
	groupe	a	a	a	a	a
CEC [cmolc/kg]	moyenne	7,37	6,98	7,74	9,96	10,28
	écart-type	0,11	0,27	0,72	1,18	0,06
	groupe	b	b	b	a	a

Pour le premier horizon, le **pH_{KCl}** présente des différences très hautement significatives (P-valeur = 0,000) entre les différentes parcelles. La parcelle O présente ainsi les valeurs les plus élevées alors que la parcelle NK présente les valeurs les plus faibles. La parcelle O présente un pH_{KCl} qualifié de légèrement acide tandis que les autres parcelles présentent un pH_{KCl} qualifié d'acide (Genot et al., 2007). Les valeurs plus élevées de la parcelle O peuvent être mises en relation avec le contenu en calcium (Ca) qui est plus élevé dans cette parcelle (voir point V.1.1.3.).

Le **carbone organique** (P-valeur = 0,929), l'**azote total** (P-valeur= 0,401) et le **ratio C/N** (P-valeur = 0,929), quant à eux, ne présentent pas de différences significatives entre les différentes parcelles. Le contenu en carbone organique est en moyenne de 1,95%, ce qui correspond à un contenu élevé (SCPA, 1986 cités par Genot et al., 2007). Le ratio C/N est en moyenne égal à 20, ce qui traduit une faible minéralisation des matières organiques (Genot et al., 2007).

Au niveau de l'azote total, il est étonnant de ne pas observer de différences significatives entre les différentes modalités de fertilisation alors que certaines parcelles ne reçoivent pas d'azote depuis plus de 100 ans. Il semble dès lors que pour toutes les parcelles un certain équilibre se soit installé entre les apports d'azote et le prélèvement par la végétation.

La **capacité d'échange cationique** (CEC), qui définit la capacité de rétention des éléments nutritifs du sol, présente des différences très hautement significatives (P-valeur = 0,000) entre les différentes parcelles pour le premier horizon. Les parcelles NP et O présentent les valeurs les plus élevées (10,1 en moyenne) et diffèrent significativement des parcelles NPK, PK et NK (7,4 en moyenne). Or, le contenu en argile et en carbone organique est statistiquement identique entre les différentes parcelles. Une partie de cette différence pourrait être expliquée par le pH_{KCl} , celui-ci étant légèrement supérieur pour les parcelles O et NP, bien que cette différence soit faible par rapport aux grandes variations de CEC observées. Le contenu en argile est également légèrement supérieur dans les parcelles O et NP par rapport aux parcelles PK et NPK. Les faibles variations combinées de pH_{KCl} et de contenu en argiles pourraient expliquer une certaine variation de la CEC.

Tableau 5: paramètres physico-chimiques second horizon (35-60cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

		NPK	PK	NK	NP	O
pH KCl	moyenne	5,04	5,30	4,84	5,42	5,15
	écart-type	0,04	0,64	0,04	0,81	0,02
	groupe	a	a	a	a	a
Carbone organique [%]	moyenne	0,61	0,59	0,47	0,44	0,47
	écart-type	0,14	0,13	0,13	0,07	0,02
	groupe	a	a	a	a	a
C/N	moyenne	12,1	12,5	9,6	9,6	10,2
	écart-type	1,62	2,25	1,21	0,66	0,46
	groupe	ab	a	b	b	ab
N total [%]	moyenne	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
	écart-type	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00
	groupe	a	a	a	a	a
CEC [cmolc/kg]	moyenne	8,62	9,17	10,90	13,34	13,28
	écart-type	0,70	1,38	0,48	0,07	0,10
	groupe	c	c	b	a	a

Au niveau du second horizon, aucune différence significative n'est observée entre les parcelles pour le pH_{KCl} (P-valeur = 0,601), le **carbone organique** (P-valeur= 0,280), l'**azote total** (P-valeur= 0,871) et le **ratio C/N** (P-valeur= 0,074). Pour ce dernier, le test LSD de Fisher a tout de même classé les moyennes des parcelles NK et NP comme étant inférieures à la moyenne de la parcelle PK. Le second horizon présente des valeurs de carbone organique et de ratio C/N nettement plus faibles que pour le premier horizon.

La **CEC** présente quant à elle des différences très hautement significatives (P-valeur = 0.000) entre les différentes parcelles. Comme pour le premier horizon, les parcelles NP et O présentent une CEC supérieure aux autres parcelles alors que le contenu en argile et en carbone organique ne varie pas entre

parcelles. La CEC est plus élevée dans le second horizon que dans le premier. Cela s'explique par le contenu plus élevé en argile dans le second horizon (en moyenne 7% plus d'argile).

V.1.1.3. Eléments biodisponibles

Les éléments biodisponibles définissent le statut nutritif des sols étudiés. La quantification des éléments biodisponibles est reprise en *tableau 6* pour le premier horizon et en *tableau 7* pour le second horizon.

Tableau 6: Nutriments biodisponibles dans le premier horizon (0 -25 cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

		NPK	PK	NK	NP	O
P [mg/100g]	moyenne	9,28	8,81	4,67	7,58	7,32
	écart-type	0,45	0,89	0,20	0,58	0,40
	groupe	a	a	c	b	b
K [mg/100g]	moyenne	24,31	25,66	21,60	11,57	12,95
	écart-type	0,70	0,38	1,83	1,28	0,40
	groupe	a	a	b	c	c
Mg [mg/100g]	moyenne	15,24	16,48	17,21	20,06	21,70
	écart-type	0,37	0,23	0,44	0,57	0,79
	groupe	d	c	c	b	a
Na [mg/100g]	moyenne	0,51	0,48	0,83	1,11	1,01
	écart-type	0,15	0,26	0,32	0,39	0,60
	groupe	a	a	a	a	a
Ca [mg/100g]	moyenne	130,56	126,12	134,70	165,16	170,84
	écart-type	4,46	2,14	6,09	6,07	2,90
	groupe	bc	c	b	a	a
Fe [mg/100g]	moyenne	290,56	326,77	267,98	312,76	369,85
	écart-type	9,63	15,38	7,00	8,21	17,82
	groupe	c	b	d	bc	a
Mn [mg/100g]	moyenne	110,69	126,02	102,00	115,98	136,80
	écart-type	5,54	6,17	3,72	6,34	8,36
	groupe	cd	ab	d	bc	a

Pour le premier horizon, des différences très hautement significatives sont observées entre les différentes parcelles pour le phosphore (P-valeur = 0.000), le potassium (P-valeur = 0.000), le magnésium (P-valeur = 0.000), le calcium (P-valeur = 0.000), le fer (P-valeur = 0.000) et le manganèse (P-valeur = 0.000). Au niveau du sodium (P-valeur = 0,213), les différences observées ne sont pas significatives.

Au niveau du **phosphore**, les valeurs observées sont toutes supérieures au seuil de carence de 4,6 mg/100g (Genot et al., 2007), bien que la parcelle NK soit très proche de ce seuil de carence. Il y a significativement plus de P dans les parcelles NPK et PK que dans les autres parcelles. La parcelle NK présente les quantités de P biodisponible les plus faibles. La parcelle O présente des valeurs bien plus

élevées que la parcelle NK alors que toutes 2 ne reçoivent aucun apport de P. Cela peut s'expliquer par la différence de rendement entre ces 2 parcelles. Il sera vu plus loin (*point V.4.*) que les rendements des parcelles ne recevant pas de fertilisation azotée sont bien inférieurs à ceux des parcelles en recevant. Dès lors, le rendement de la parcelle O étant plus faible que celui de la parcelle NK, les prélèvements de P y sont moins importants, ce qui pourrait expliquer le plus grand contenu en P biodisponible dans cette parcelle.

Le **potassium** présente également des valeurs plus élevées pour les parcelles NPK et PK, les parcelles les plus pauvres étant les parcelles qui ne reçoivent pas de fertilisation potassique, à savoir les parcelles NP et O. La parcelle PK présente le contenu en K biodisponible le plus élevé. Il semble donc qu'il y a un effet stimulant de l'azote sur l'absorption potassique par les végétaux. Les parcelles O et NP présentent des valeurs inférieures au seuil de 15,6 mg/100g sous lequel le sol présente un risque carence (Genot et al., 2007).

Au niveau du **calcium** et du **magnésium**, des valeurs plus élevées sont observées dans les parcelles O et NP par rapport aux autres parcelles. Une hypothèse est que cela résulterait de la CEC plus élevée dans ces 2 parcelles. Pour le magnésium, les valeurs observées sont largement supérieures au seuil de carence de 9,8 mg/100g (Genot et al., 2007). Le contenu en magnésium peut être qualifié d'élevé à très élevé en fonction des parcelles et le contenu en calcium est qualifié de bon (normes de la CSW pour l'évaluation des besoins en Ca, Mg et K des sols agricoles (1988), cité par Genot et al. (2007)).

Pour le **fer** et le **manganèse**, des valeurs plus élevées sont observées dans la parcelle O, suivi de la parcelle PK. Pour ces deux éléments, les valeurs les plus faibles sont observées dans la parcelle NK. Les valeurs plus élevées observées dans les parcelles O et PK peuvent être la conséquence des rendements moindres dans ces 2 parcelles, ce qui entraîne un prélèvement moindre de ces nutriments par la végétation.

Au niveau du second horizon (*tableau 7*), les différences observées ne sont pas significatives pour le **sodium** (P-valeur =0,468) et le **fer** (P-valeur =0,160). Pour ce dernier élément, le test LSD de Fisher a tout de même considéré des différences significatives entre la parcelle O qui présente les valeurs les plus grandes et la parcelle NK qui présente les valeurs les plus faibles. Pour le sodium, les valeurs sont légèrement supérieures par rapport au premier horizon et pour le fer, les valeurs sont deux fois plus grandes dans le second horizon.

Au niveau du **phosphore**, les différences observées sont hautement significatives (P-valeur = 0,012). La parcelle NK se démarque significativement des autres avec des valeurs en moyenne 2 fois plus faibles que les autres parcelles. Comparées au premier horizon, les valeurs de phosphore biodisponible sont environ 4 fois plus faibles.

Tableau 7: éléments biodisponibles dans le second horizon (35-60 cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

		NPK	PK	NK	NP	O
P [mg/100g]	moyenne	1,90	1,66	0,70	1,37	1,38
	écart-type	0,60	0,36	0,08	0,12	0,16
	groupe	a	a	b	a	a
K [mg/100g]	moyenne	19,21	20,37	14,56	10,77	11,34
	écart-type	5,58	6,02	1,61	0,64	0,23
	groupe	a	a	ab	b	b
Mg [mg/100g]	moyenne	16,48	17,33	19,54	19,50	21,61
	écart-type	0,79	2,13	0,78	0,87	0,29
	groupe	c	c	ab	b	a
Na [mg/100g]	moyenne	0,43	5,71	1,36	1,86	2,56
	écart-type	0,23	7,92	0,38	0,44	0,29
	groupe	a	a	a	a	a
Ca [mg/100g]	moyenne	147,66	179,80	189,22	244,44	219,96
	écart-type	17,29	54,27	7,61	50,64	8,63
	groupe	c	bc	abc	a	ab
Fe [mg/100g]	moyenne	169,17	172,84	152,47	163,60	179,69
	écart-type	15,94	14,36	6,20	8,02	14,10
	groupe	ab	ab	b	ab	a
Mn [mg/100g]	moyenne	70,53	82,81	70,71	88,27	130,12
	écart-type	12,78	4,72	4,40	21,69	14,27
	groupe	b	b	b	b	a

Pour le **potassium**, les différences observées sont significatives (P-valeur = 0.031). Les parcelles NP et O présentent les valeurs les plus faibles et les parcelles NPK et PK les valeurs les plus élevées, comme pour le premier horizon. Les valeurs observées dans le second horizon sont légèrement inférieures à celles du premier horizon.

Pour le **magnésium**, les différences sont hautement significatives (P-valeur = 0,002) alors qu'elles sont significatives pour le **calcium** (P-valeur = 0,049). Pour ces deux éléments, les valeurs les plus faibles sont observées dans les parcelles NPK et PK. Pour le magnésium, les valeurs sont sensiblement les mêmes entre le premier et le second horizon alors que pour le calcium, elles sont supérieures dans le second horizon.

Finalement, des différences hautement significatives sont observées pour le **manganèse** (P-valeur = 0,001). La parcelle O présente des valeurs significativement plus grandes que les autres parcelles. Les valeurs observées sont plus faibles dans le second horizon que dans le premier.

V.1.2. Comparaison aux résultats issus d'études antérieures

Les résultats obtenus en 2019 pour la granulométrie et les propriétés physico-chimiques vont être comparés aux résultats obtenus par Hanotiaux (1961) et Dethy (1981). Hanotiaux (1961) a travaillé sur les parcelles des séries 1, 2 et 4 alors que Dethy (1981) a travaillé sur les parcelles des séries 1, 2, 3 et 4 (dispositif expérimental en *figure 4*). Étant donné que les résultats de 2019 ne concernent que les parcelles des séries 3 et 4, seuls les résultats de la série 4 pour Hanotiaux (1961) et des séries 3 et 4 pour Dethy (1981) sont utilisés. De plus, Hanotiaux et Dethy ont principalement travaillé sur le premier horizon, défini de 0 à 28 cm pour Hanotiaux et de 0 à 25 cm pour Dethy. Dès lors, seuls les résultats de ce premier horizon seront abordés dans cette section.

V.1.2.1 Granulométrie

L'analyse de la fraction argileuse dans le premier horizon a été réalisée par Hanotiaux (1961). Par contre, Dethy (1981) n'a pas caractérisé la granulométrie des sols. Hanotiaux (1961) a caractérisé le contenu en argile du premier horizon comme étant homogène entre les différentes parcelles avec une moyenne de 11.6% pour la série 4. En 2019, le contenu en argile peut également être considéré comme étant homogène entre les différentes parcelles. La moyenne en 1961 de l'ensemble des parcelles pour le premier horizon est d'environ 15%, soit un peu plus de 3% de plus qu'en 2019, cet écart est compatible avec l'erreur analytique entre 2 séries de mesures dans des conditions très différentes.

V.1.2.2. Paramètres physico-chimiques

Dans la présentation des résultats de 2019, la présentation du pH_{KCl} a été préférée à celle du pH_{eau} car celui-ci, comme la granulométrie, n'a été mesuré que pour 1 réplicat par parcelle. Néanmoins, Hanotiaux (1961) n'a pas mesuré le pH_{KCl} et donc dans cette section, la présentation du pH_{eau} a été préférée à celle du pH_{KCl} . Ces valeurs sont reprises en *tableau 8*.

Tableau 8: évolution du pH_{eau} en 1961(Hanotiaux, 1961), 1980 (Dethy, 1981) et 2019 (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

pHeau		NPK	PK	NK	NP	O
1961	moyenne	6,16	5,80	5,88	5,84	6,73
	écart-type	0,16	0,21	0,19	0,23	0,19
	groupe	b	c	c	c	a
1980	moyenne	5,65	5,54	5,34	5,56	6,02
	écart-type	0,09	0,15	0,19	0,09	0,09
	groupe	b	b	c	b	a
2019	moyenne	6,52	6,49	6,47	6,61	6,76
	écart-type	---	---	---	---	---
	groupe	---	---	---	---	---

Les différences de pH_{eau} observées en 1961 et en 1980 sont très hautement significatives. Pour les 3 années étudiées, la parcelle O présente les valeurs les plus élevées de pH. Une diminution du pH_{eau} de 0,2 à 0,7 unité est observée entre 1961 et 1980, suivie d'une augmentation d'en moyenne 1 unité entre 1980 et 2019.

Les résultats se rapportant au contenu en **carbone organique** sont repris en *tableau 9*.

Tableau 9: évolution du carbone organique (%) en 1961 (Hanotiaux, 1961), 1980 (Dethy, 1981) et 2019 (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

carbone organique [%]		NPK	PK	NK	NP	O
1961	moyenne	1,05	0,86	1,03	1,00	1,24
	écart-type	0,07	0,21	0,08	0,31	0,15
	groupe	ab	b	ab	ab	a
1980	moyenne	1,80	1,76	2,26	1,51	1,56
	écart-type	0,28	0,33	1,51	0,43	0,33
	groupe	a	a	a	a	a
2019	moyenne	2,02	1,92	1,88	1,95	1,98
	écart-type	0,12	0,32	0,29	0,07	0,09
	groupe	a	a	a	a	a

Pour les 3 années considérées, les différences observées entre parcelles ne sont pas statistiquement significatives. Il semble que le carbone organique augmente au cours du temps excepté pour la parcelle NK où il y a une diminution de 1980 à 2019, bien que la tendance soit à la hausse entre 1961 et 2019. Entre 1961 et 2019, l'augmentation est d'environ 1%. Selon Dethy (1981), cette augmentation pourrait être liée à l'instauration de la culture de froment depuis 1975, les pailles ayant un ratio C/N élevé.

L'**azote total** a également été mesuré à la fois par Hanotiaux et Dethy. Les résultats sont repris en *tableau 10*.

Tableau 10: évolution de l'azote total (%) en 1961 (Hanotiaux, 1961), 1980 (Dethy, 1981) et 2019 (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

Azote total [%]		NPK	PK	NK	NP	O
1961	moyenne	0,12	0,11	0,13	0,11	0,13
	écart-type	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01
	groupe	a	a	a	a	a
1980	moyenne	0,11	0,10	0,10	0,10	0,10
	écart-type	0,01	0,01	0,00	0,00	0,01
	groupe	a	a	a	a	a
2019	moyenne	0,11	0,09	0,10	0,10	0,10
	écart-type	0,03	0,00	0,01	0,00	0,00
	groupe	a	a	a	a	a

Pour les 3 années étudiées, les différences observées ne sont pas statistiquement significatives. En plus d'être similaire entre les parcelles, le contenu en azote total est également similaire au niveau temporel. L'azote total ne semble donc pas impacté par le fait qu'il n'y a pas eu d'apport depuis plus de 100 années. Or, il sera vu plus loin que les rendements sont largement affectés par le non-apport d'azote. En effet, les parcelles PK et O présentent des rendements significativement plus faibles que les autres parcelles. Une hypothèse à cette stabilité du N total serait dès lors qu'il y a moins de prélèvements de N sur les parcelles ne recevant pas d'apport dû à la présence de végétation moindre et donc le contenu total s'équilibre avec les autres parcelles qui reçoivent du N mais subissent plus d'exportations par la végétation.

Au vu des résultats d'azote total, il peut être considéré que **le ratio C/N** suit la même tendance que le carbone organique et donc qu'il a augmenté au cours du temps. Dès lors, la minéralisation aurait également augmenté.

V.2. Étude de la dynamique du phosphore

IV.2.1. Le phosphore total

V.2.1.1. Résultats 2019

Les résultats obtenus pour le phosphore inorganique, organique et total sont présentés en *figure 7*. Les données relatives à ce graphe ainsi que les écarts-types et lettres des groupes obtenus par le test de Fisher sont repris en *annexe 4*. Le phosphore total est équivalent à la somme du P organique et du P inorganique.

Au niveau du **phosphore total**, pour le premier horizon (0-25 cm), les différences observées entre les différentes modalités de fertilisation sont hautement significatives (P-valeur=0,007). Selon le test de Fisher appliqué à ces données, la parcelle NPK est significativement différente des parcelles NK et O et les parcelles PK et NP sont significativement différentes de la parcelle NK. La parcelle NPK présente les plus grandes valeurs de P total tandis que la parcelle NK présente les valeurs les plus faibles. Au niveau du second horizon (35 -60 cm), les différences de P total observées entre les différentes modalités de fertilisation ne sont pas significatives (P-valeur=0,243).

Au niveau du phosphore **organique** et **inorganique**, pour le premier horizon, le P inorganique équivaut à en moyenne 80 % du P total, le P organique valant 20 % du P total. Il en est de même pour le second horizon.

D'un point de vue statistique, au niveau du premier horizon, les différences de P inorganique observées entre les différentes parcelles sont très hautement significatives (P-valeur = 0,000). En revanche, les différences de P organique observées entre les différentes parcelles ne sont pas significatives (P-valeur

= 0,764). Ces résultats portent à penser que les variations du P total induites par les différentes modalités de parcelles s'expliquent par les variations du P inorganique et non pas par la fraction organique du P. Le P inorganique sera ainsi plus attentivement étudié dans la section « répartition du phosphore inorganique ».

Au niveau du second horizon, les différences de P organique (P-valeur = 0,115) et inorganique (P-valeur = 0,058) observées entre les différentes parcelles ne sont pas significatives. Les résultats du test de Fisher classent néanmoins différentes parcelles dans des groupes différents.

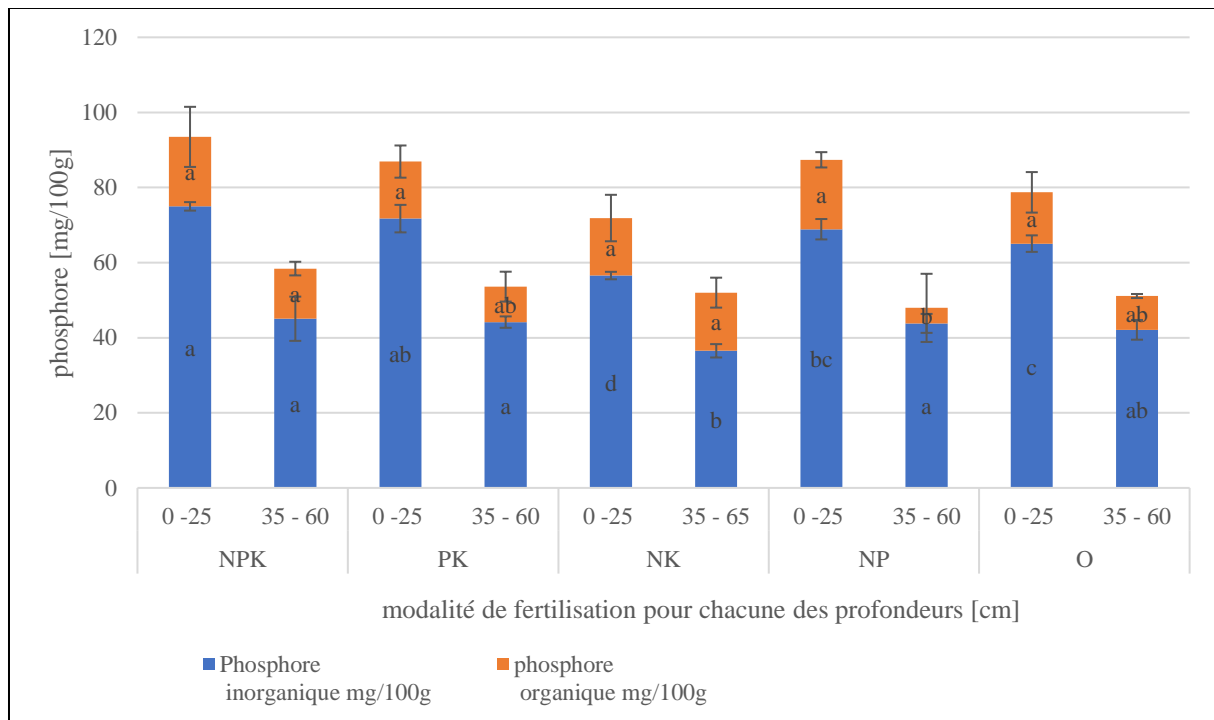


Figure 7: Répartition du phosphore total en phosphore organique et inorganique en fonction de la modalité de fertilisation, pour les 2 horizons d'échantillonnage (0-25 cm et 35-60 cm) (les lettres présentent les groupes de moyennes égales selon le test LSD de Fisher)

V.2.1.2. Comparaison aux résultats issus d'études antérieures

Le phosphore total, inorganique et organique ont été dosés en 1961 par Hanotiaux pour le premier horizon (0–28 cm) et en 1980 par Dethy pour le premier horizon également (0-25 cm). Les résultats obtenus en 1961 et en 1980 sont mis en relation avec les résultats obtenus pour le premier horizon en 2019 en *figure 8* et sont repris en *annexe 5*. Il est important de mentionner que contrairement au présent travail, Dethy (1981) et Hanotiaux (1961) n'ont pas déterminé le P inorganique par une manipulation indépendante de l'extraction séquentielle. En effet, ils ont considéré que le P inorganique était équivalent à la somme du P échangeable, du P-Al, du P-Fe et du P-Ca. Le P organique est ensuite déterminé par la différence entre le P total et le P inorganique calculé. Cette méthode entraîne une surestimation du P organique et à une sous-estimation du P inorganique par rapport à la méthode de 2019 car tout le P inorganique n'est pas extrait dans l'extraction séquentielle. Dès lors, afin de pouvoir comparer les

données obtenues en 2019 à celles de 1961 et 1980, le P inorganique et organique pour l'année 2019 ont été recalculés selon la même méthode que Hanotiaux (1961) et Dethy (1980). Cela explique que les valeurs reprises dans cette section diffèrent quelque peu des valeurs présentées en *point V.2.1.1.*

La première observation est que les valeurs de **P total** diminuent au cours du temps, excepté pour la parcelle NK où il y a une augmentation en 1980.

Il y a également une diminution du **P organique** au cours du temps, et ce, pour toutes les parcelles, indiquant une forte minéralisation du P organique. Entre 1961 et 1980, la diminution moyenne est de 18 mg/100g et de 1961 à 2019, la diminution moyenne est de 26 mg/100g. Ainsi, alors qu'en moyenne, en 1961, le P organique représentait environ 50 % du P total, il n'en représente qu'environ 37 % en 1980 et environ 34 % en 2019. La diminution du P organique en fonction du temps est représentée en *figure 9* pour chacune des parcelles. Il peut être observé que la diminution est plus abrupte entre 1961 et 1980 qu'entre 1980 et 2019. Il semble donc que la diminution du P organique se soit principalement faite au début et que cette diminution est de moins en moins importante. Aussi, la parcelle NK présente des valeurs bien plus faibles que les autres parcelles, et ce, dès 1960. Pour toutes les parcelles, la diminution relative du P organique (par rapport au P organique présent initialement) est assez similaire.

Au niveau du **P inorganique**, la tendance est moins homogène. Pour la parcelle NPK, il y a une augmentation du P inorganique de 1961 à 2019. En revanche, pour toutes les autres parcelles, il y a une augmentation du P inorganique de 1961 à 1980 puis une diminution de 1980 à 2019. Pour les parcelles PK et NK, les valeurs de P inorganique sont plus grandes en 2019 qu'en 1961 alors que pour les parcelles NP et O, les valeurs sont supérieures en 1961.

Ces résultats peuvent être mis en relation avec d'autres essais de fertilisation à long terme. Ainsi, selon Motavalli et al. (2002), les études à long terme montrent généralement une diminution du P organique sous culture continue sans apport de P. Beck et al. (1978) ont montré, sur un essai de 18 ans mené au Pérou, que le P organique constituait la source primaire de P disponible pour les plantes dans les systèmes où il n'y a aucun apport de fertilisants. Ils ont montré que les *pools* de P organique pouvaient diminuer de plus de 50% par rapport à leur niveau initial après 18 années sans fertilisation. Lee et al. (2004) ont pour leur part montré, sur un essai de 31 ans en culture de riz, que le P organique diminuait sur des sols avec des apports de fertilisants minéraux NPK et de compost. En revanche, le P organique augmente sur des sols avec uniquement des apports de fertilisants minéraux NPK. Les auteurs ont expliqué cette différence par la promotion de l'activité microbienne dans le cas du traitement NPK + compost.

Ces études peuvent donc expliquer la diminution du P organique dans les parcelles NK et O, qui ne reçoivent pas de fertilisants P, mais n'expliquent pas la diminution du P organique dans les parcelles NPK, PK et NP.

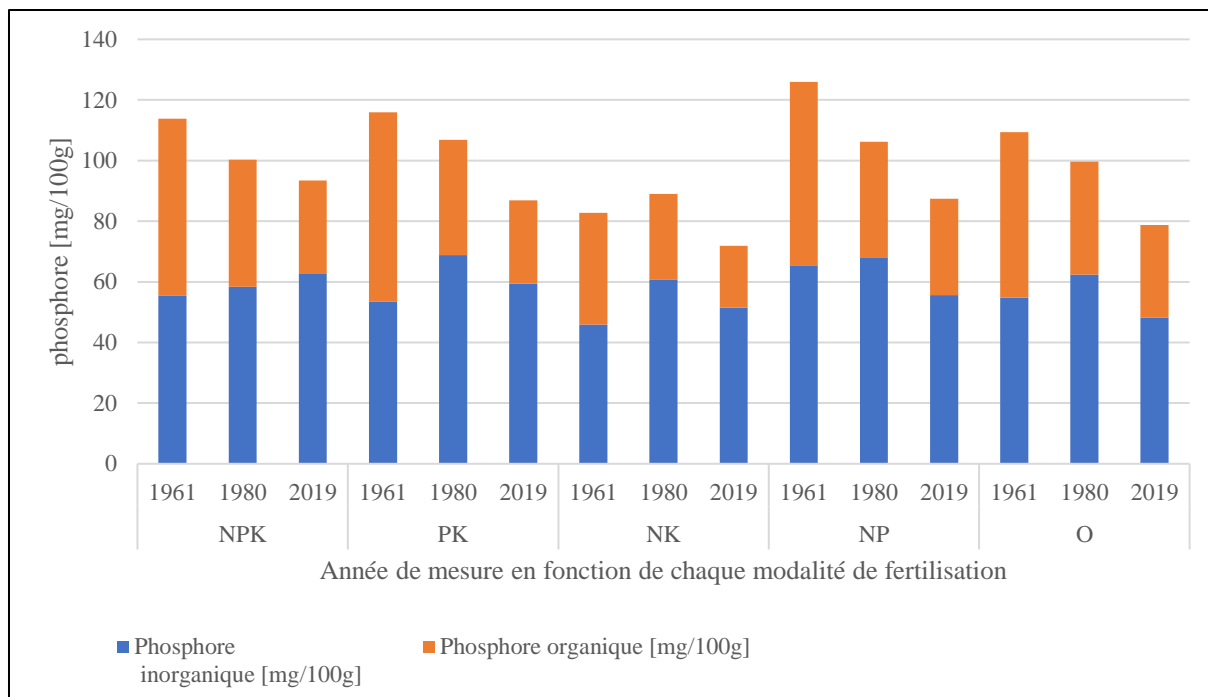


Figure 8: Comparaison du phosphore organique, inorganique et total (somme du phosphore organique et inorganique) entre 1961 (Hanotiaux, 1961), 1980 (Dethy, 1981) et 2019

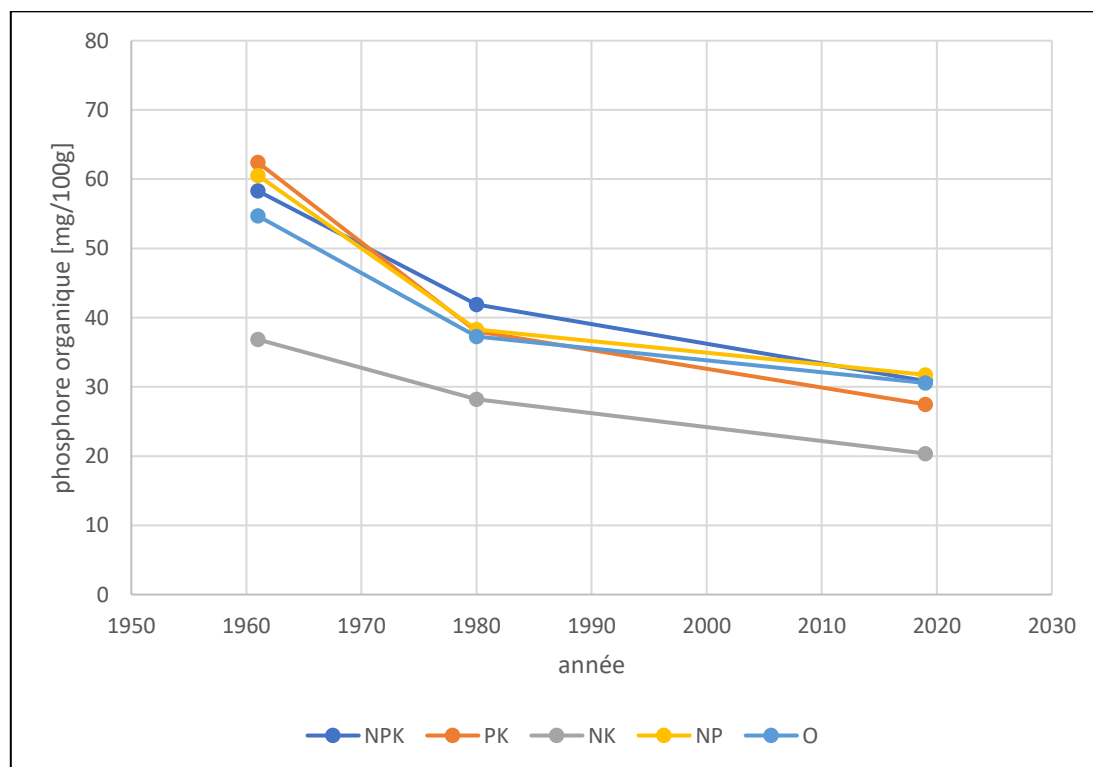


Figure 9: évolution du P organique en fonction du temps (1961 (Hanotiaux), 1980 (Dethy), 2019)

En conclusion, en 2019, l'apport d'une fertilisation minérale contrastée pendant plus de 100 ans a différencié les parcelles entre elles au niveau du P inorganique. En revanche, au cours du temps, c'est le P organique qui a été impacté.

V.2.2. Répartition du phosphore inorganique

Cette section reprend les résultats obtenus pour la quantification des différentes fractions de phosphore inorganique du sol.

V.2.2.1. Evaluation de la précision de la méthode d'extraction séquentielle utilisée

Afin d'évaluer la précision de la méthode d'extraction séquentielle utilisée, le P inorganique mesuré (attaque à l'acide sulfurique) est comparé au P inorganique calculé, c'est-à-dire à la somme des différentes fractions extraites. Ces valeurs sont reprises en *tableau 11* avec la différence entre le P mesuré et calculé. Il peut être observé que la différence entre ces 2 méthodes d'évaluation du P inorganique total est inférieure à 10 mg/100g excepté pour la parcelle O. En moyenne, 93% du P inorganique total est couvert par l'extraction séquentielle pour le premier horizon et 82% pour le second horizon. Il peut dès lors être considéré que l'extraction séquentielle utilisée estime correctement le contenu en P inorganique du sol.

Tableau 11: comparaison des valeurs de P inorganique calculé (P-soluble + P-Ca + P-Al + P-Fe + P-Fe occlus) et mesuré pour les différentes parcelles et les deux horizons considérés

		NPK	PK	NK	NP	O
P inorganique calculé [mg/100g]	0-25 cm	68,6	66,0	58,0	62,8	57,4
	35-60 cm	35,7	39,4	31,8	35,6	30,2
P inorganique mesuré [mg/100g]	0-25 cm	75,0	71,7	56,6	68,9	65,1
	35-60 cm	45,1	44,2	36,5	43,8	42,1
Différence (mesuré - calculé) [mg/100g]	0-25 cm	6,4	5,7	-1,5	6,1	7,7
	35-60 cm	9,4	4,8	4,7	8,2	11,9

V.2.2.2. Résultats de 2019

La quantification des différentes fractions de phosphore inorganique du sol permet de voir si l'apport d'une fertilisation minérale contrastée pendant plus de 100 ans a engendré des différences significatives au niveau de ces différentes fractions.

Les résultats des différentes fractions sont repris en *figure 10* pour le premier horizon (0-25 cm) et en *figure 11* pour le second horizon. Les moyennes, les écarts-types correspondants et les lettres attribuées à la suite du test de Fisher sont reprises en *annexe 6*.

Pour le **premier horizon** (0-25cm), les différences observées sont hautement significatives pour le **P soluble et facilement échangeable** (P-valeur = 0,007), très hautement significatives pour les **phosphates d'aluminium** (P-valeur = 0,001) et hautement significatives pour les **phosphates de calcium** (P-valeur = 0,009). Cependant, les différences observées ne sont pas significatives pour les **phosphates de fer** (P-valeur = 0,264) et les **phosphates de fer occlus** (P-valeur = 0,334).

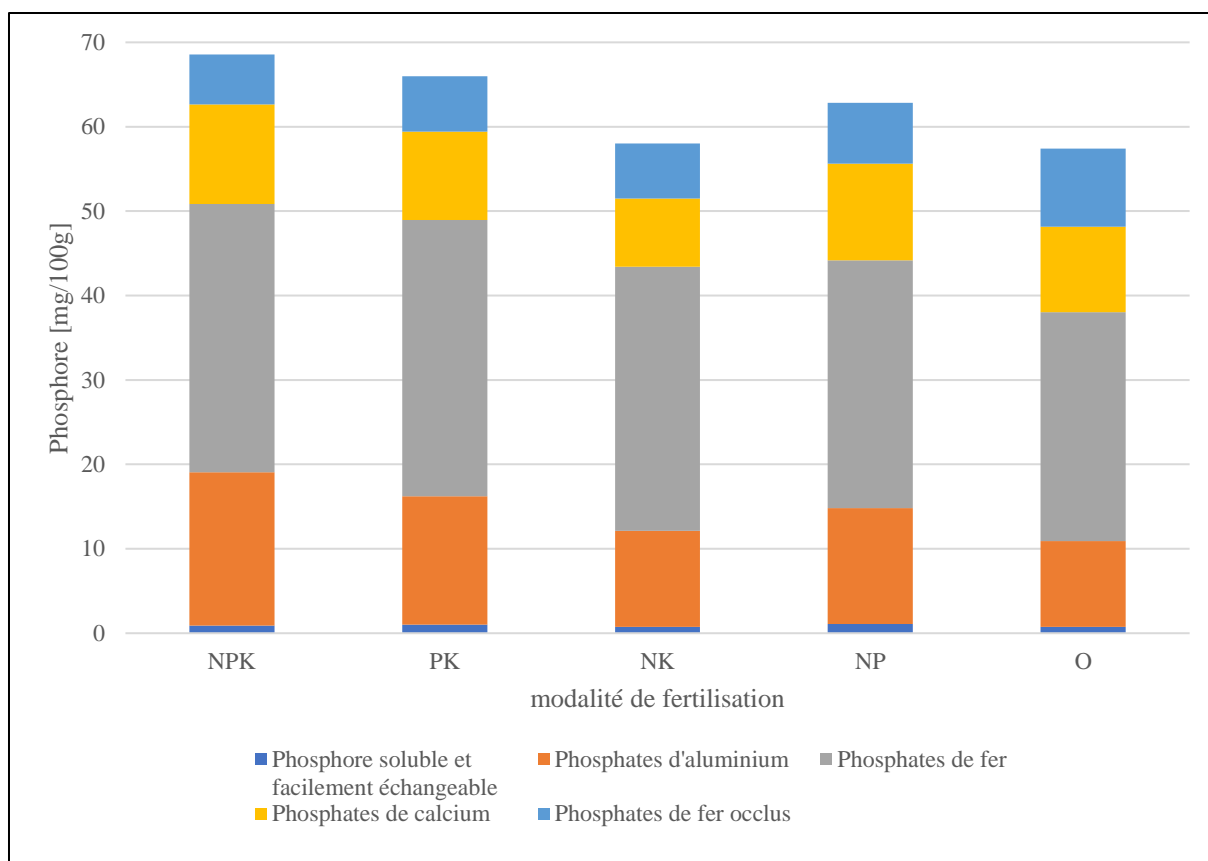


Figure 10: quantification des différentes fractions de phosphore organique pour le premier horizon (0-25 cm) en fonction des différentes modalités de fertilisation

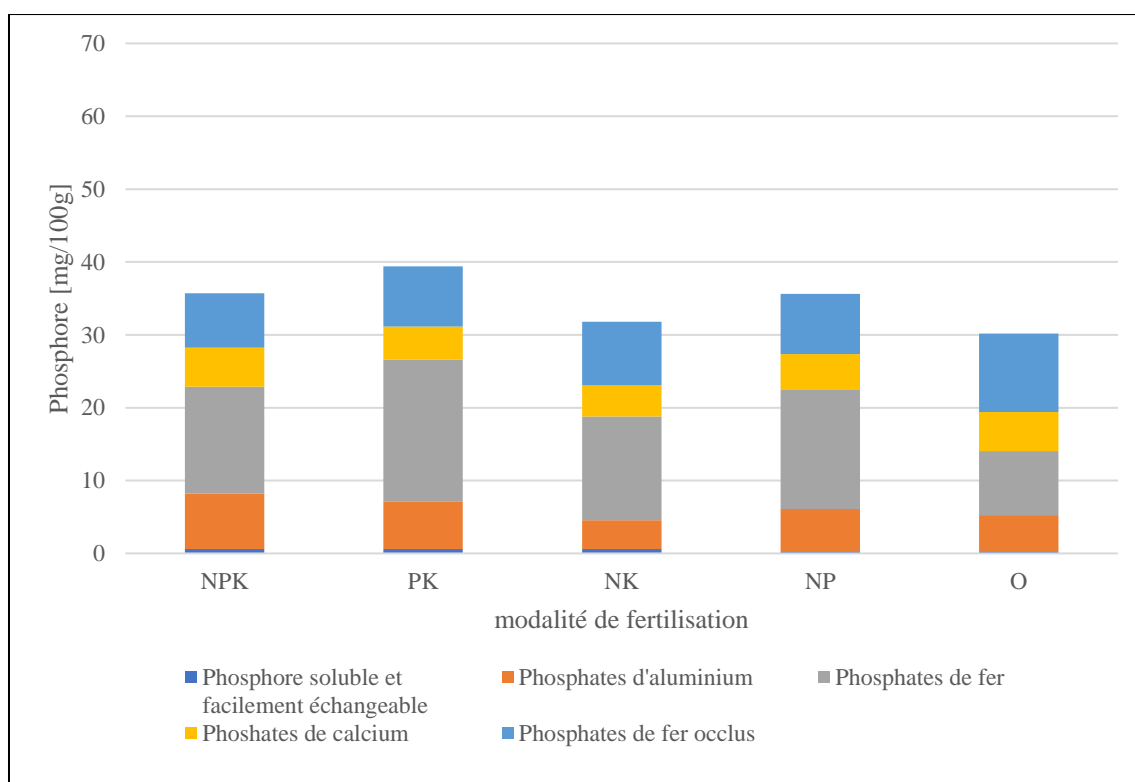


Figure 11: quantification des différentes fractions de phosphore organique pour le second horizon (35-60cm) en fonction des différentes modalités de fertilisation

Pour le **P soluble et facilement échangeable**, les valeurs les plus élevées sont observées dans les parcelles NP et PK alors que les valeurs les plus faibles sont observées dans les parcelles O et NP. Pour les **phosphates d'aluminium**, la parcelle NPK présente les valeurs les plus élevées tandis que la parcelle O présente les valeurs les plus faibles.

Au niveau des **phosphates de calcium**, seule la parcelle NK diffère significativement des autres en présentant des valeurs inférieures à toutes les autres parcelles.

Pour le **deuxième horizon**, les différences observées ne sont pas significatives pour les **phosphates de fer** (P-valeur = 0,179), de **calcium** (P-valeur= 0,757) et les **phosphates de fer occlus** (P-Valeur= 0,688). Au niveau du **phosphore soluble et échangeable**, à l'exception de la parcelle NPK, toutes les parcelles présentent des valeurs inférieures à la limite de détection. Il n'a dès lors pas été possible de déterminer la significativité de ces résultats.

Dès lors, pour le deuxième horizon, seuls les **phosphates d'aluminium** présentent des différences hautement significatives (P-valeur= 0,003) en fonction de la modalité de fertilisation.

À la suite des analyses statistiques réalisées pour les deux horizons, il semble que ce sont les formes de P soluble et facilement échangeable ainsi que les phosphates d'aluminium qui ont été affectées significativement par la modalité de fertilisation.

Les résultats des différentes fractions de phosphore inorganique ont également permis de déterminer la contribution de chaque forme de P inorganique au P total. Ces résultats sont repris dans le *tableau 12*.

Tableau 12: pourcentage de chaque fraction de phosphore inorganique exprimé en fonction du phosphore total de chaque parcelle

	NPK		PK		NK		NP		O	
	0 - 25 cm	35 - 60 cm	0 - 25 cm	35 - 60 cm	0 - 25 cm	35 - 60 cm	0 - 25 cm	35 - 60 cm	0 - 25 cm	35 - 60 cm
Phosphore soluble [%]	1,0	1,1	1,2	1,2	1,1	1,2	1,3	0,7	1,0	0,6
Phosphates d'aluminium [%]	19,4	13,0	17,5	12,2	15,8	7,6	15,7	12,1	12,9	9,6
Phosphates de fer [%]	34,0	25,2	37,7	36,3	43,5	27,4	33,6	34,1	34,4	17,2
Phosphates de calcium [%]	12,6	9,2	12,1	8,5	11,3	8,2	13,1	10,3	12,9	10,5
Phosphates de fer occlus [%]	6,3	12,7	7,5	15,4	9,1	16,8	8,2	17,2	11,7	21,1

Ces résultats montrent, en moyenne, que le phosphore soluble et facilement échangeable représente environ 1 % du phosphore total, les phosphates d'aluminium en représentent environ 14 %, les phosphates de fer 32 %, les phosphates de calcium 11 % et les phosphates de fer occlus 13 %. Les phosphates de fer représentent ainsi près de 1/3 du phosphore total et constituent donc la fraction de phosphore du sol la plus importante.

V.2.2.3. Comparaison aux résultats issus d'études antérieures

Hanotiaux (1961) et Dethy (1980) ont également réalisé des extractions séquentielles du P sur le premier horizon qui a été défini de 0 à 28 cm par Hanotiaux et de 0 à 25 cm par Dethy. Les résultats ont été portés en graphique en *figure 12*. Les résultats bruts sont quant à eux repris en *annexe 7*. L'évolution de chaque fraction au cours du temps, pour chaque parcelle, a également été représentée, en *annexe 8*, pour une meilleure visualisation des données.

Au niveau du **phosphore soluble et facilement échangeable**, une diminution est observée de 1961 à 2019, excepté pour la parcelle NK. Ces diminutions sont de maximum 0,3 mg/100g, ce maximum étant observé dans les parcelles NPK et NP. En moyenne, le P soluble et facilement échangeable de toutes les parcelles est de 1,06 en 1961, 1,01 en 1980 et 0,91 en 2019. Pour les parcelles NPK et PK, une légère augmentation est observée de 1961 à 1980.

Pour les **phosphates d'aluminium**, la tendance est à l'augmentation. En effet, entre 1961 et 2019, il y a une augmentation de minimum 6 mg/100g pour la parcelle O et de maximum 13 mg/100g pour la parcelle NPK, faisant passer le contenu moyen en P-Al d'environ 5 mg/100g en 1961 à environ 13 mg/100g en 1980 et environ 14 mg/100g en 2019. Dans la parcelle NPK, il y a une augmentation de 1961 à 1980 et de 1980 à 2019. En revanche, pour toutes les autres parcelles, il y a une augmentation assez conséquente de 1961 à 1980 et une stagnation voir une légère diminution de 1980 à 2019.

Pour les **phosphates de fer**, une augmentation d'environ 6 mg/100g est observée pour les parcelles NPK, PK et NK. Pour la parcelle NP, une diminution au cours du temps est observée et pour la parcelle O, une augmentation est observée de 1961 à 1980 mais elle est suivie d'une diminution de 1980 à 2019. Ainsi, en moyenne de toutes les parcelles, le contenu en P-Fe est passé de 28 mg/100g en 1961 à 31 mg/100g en 1980 et 30 mg/100g en 2019. Cette augmentation est très légère et il peut donc être considéré que la fraction P-Fe est restée relativement stable au cours du temps.

Pour les **phosphates de calcium**, une diminution générale est observée dans toutes les parcelles au cours du temps. De 1961 à 2019, les diminutions sont d'environ 10 mg/100g. Ces diminutions ont fait passer le contenu moyen en P-Ca de 21 mg/100g en 1961 à 18 mg/100g en 1980 et 10 mg/100g en 2019. La diminution semble donc constante au cours du temps.

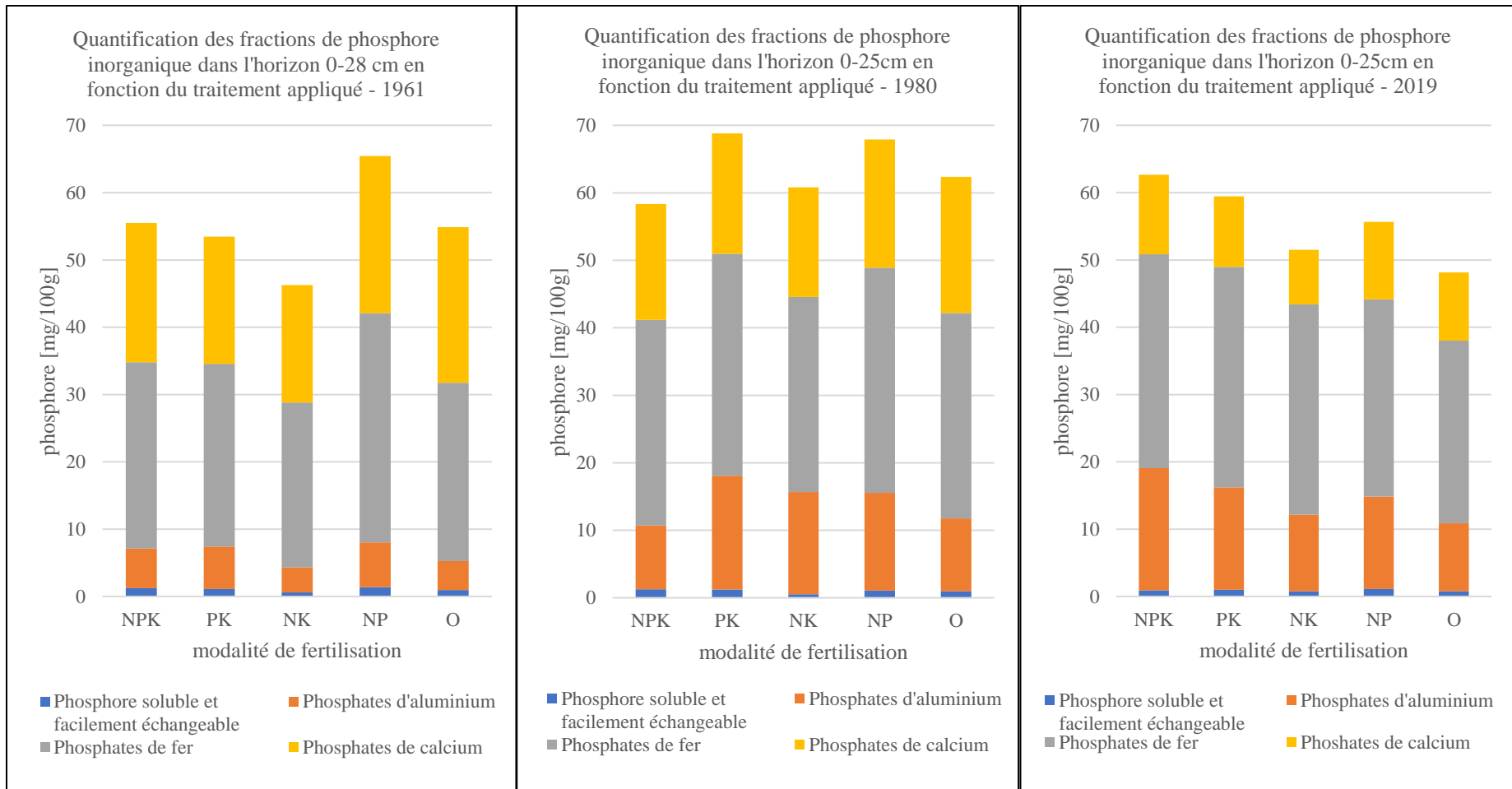


Figure 12: Quantification des fractions de phosphore inorganique dans le premier horizon en fonction du traitement appliqué en 1961, 1980 et 2019.

Au niveau de ces 3 dernières formes (P-Al, P-Fe et P-Ca), les augmentations et diminutions, au cours du temps, apparaissent dans toutes les parcelles de manière assez similaire. Cela mène à penser qu'elles ne sont pas une conséquence de la modalité de fertilisation. Ces formes sont liées au pH, les formes P-Al et P-Fe étant favorisées par un pH acide et le P-Ca étant favorisé en pH basique. Néanmoins, bien que le pH diminue de 1961 à 1980, expliquant ainsi l'augmentation de la forme P-Al et la tendance à l'augmentation de la forme P-Fe, le pH augmente de 1980 à 2019 et n'explique donc pas pourquoi la forme P-Al continue d'augmenter.

L'ensemble des résultats commentés dans cette section sont résumés en *figure 13* qui reprend les variations de chaque *pool* de P dans le sol entre 1961 et 2019.

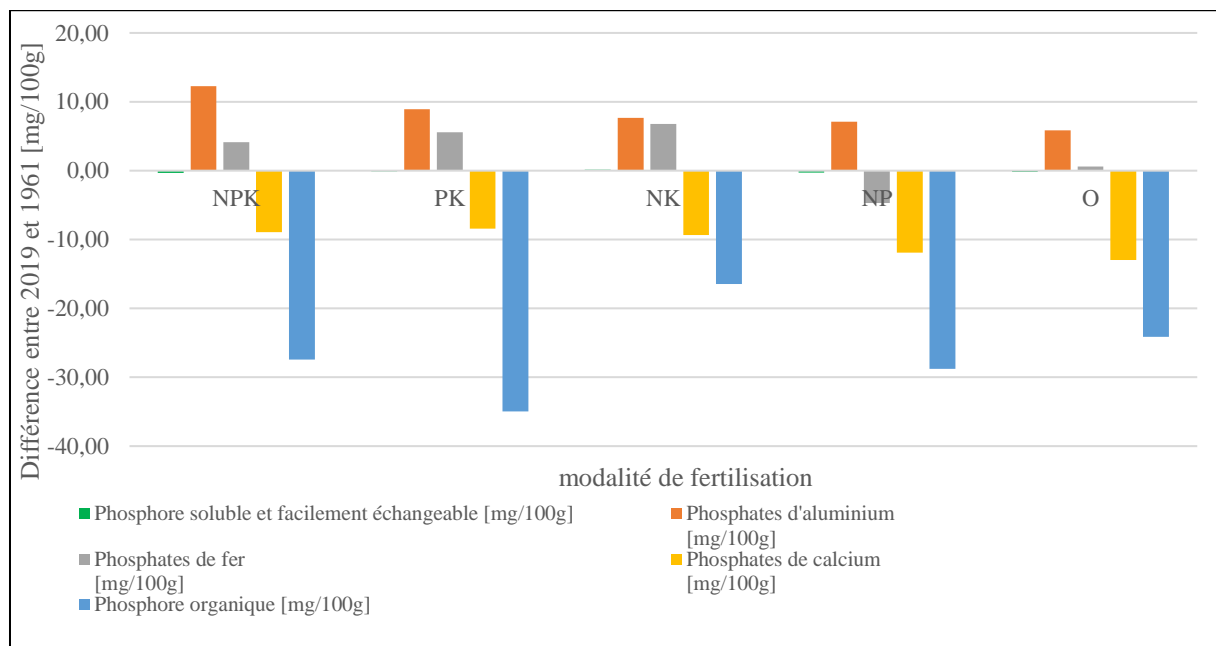


Figure 13: variations (en mg/100g) du phosphore soluble et facilement échangeable, des phosphates de fer, des phosphates d'aluminium, des phosphates de calcium et du phosphore organique entre 1961 et 2019 en fonction de la modalité de fertilisation

V.3. Etude de la dynamique du potassium

Cette section reprend l'ensemble des résultats obtenus pour le potassium. Ces résultats seront comparés à ceux obtenus par Hanotiaux (1961) pour le premier horizon. Il est à noter que, contrairement au phosphore, Dethy (1980) n'a pas travaillé sur le potassium.

V.3.1. Le potassium total

V.3.1.1. Résultats 2019

Les résultats obtenus pour le potassium total sont présentés en *figure 14*. Les moyennes, écarts-types et groupes attribués à la suite du test de Fisher sont repris en *annexe 9*.

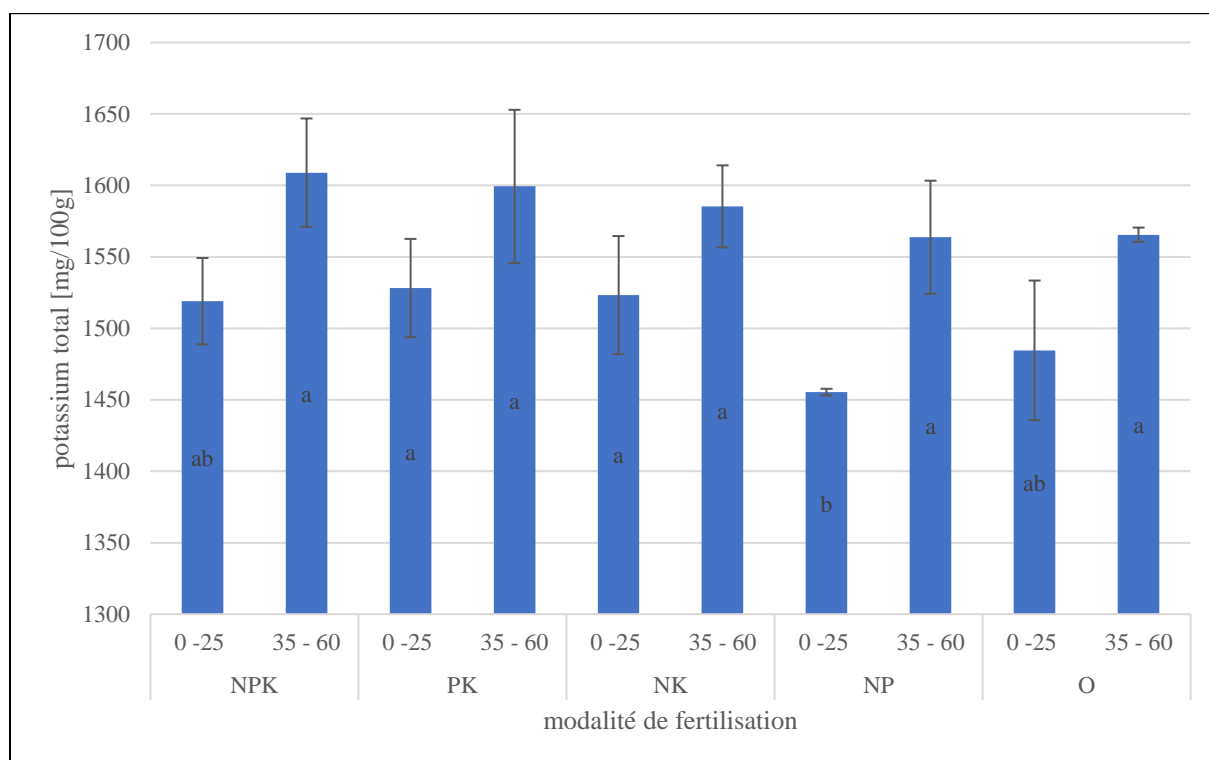


Figure 14: Représentation du potassium total en fonction de la modalité de fertilisation et de la profondeur

D'un point de vue statistique, les différences observées ne sont pas significatives quel que soit l'horizon (premier horizon : P-valeur = 0,123 ; second horizon : P-valeur = 0,501). Toutefois, pour le premier horizon, le test LSD de Fisher considère les parcelles PK et NK significativement différentes de la parcelle NP. En revanche, le test HSD de Tukey, qui est plus restrictif, ne considère aucune différence significative. Pour les 2 horizons, les valeurs les plus faibles sont observées dans les parcelles NP et O.

Pour le potassium, contrairement au phosphore, une plus grande quantité de potassium est retrouvée dans le second horizon (35 -60 cm). Cette plus grande quantité peut être expliquée par le contenu en argile plus grand dans le second horizon, et par conséquent, une CEC plus grande. Malgré le fait que les différences observées ne soient pas statistiquement significatives, les parcelles ne recevant pas de fertilisation potassique présentent des valeurs inférieures aux parcelles en recevant.

V.3.1.2. Comparaison aux résultats issus d'études antérieures

Hanotiaux (1961) a également dosé le potassium total dans la couche arable (0-28 cm). Ces résultats, comparés à ceux de 2019 pour le premier horizon (0-25 cm) sont repris en *figure 15* et les données brutes sont reprises en *annexe 10*.

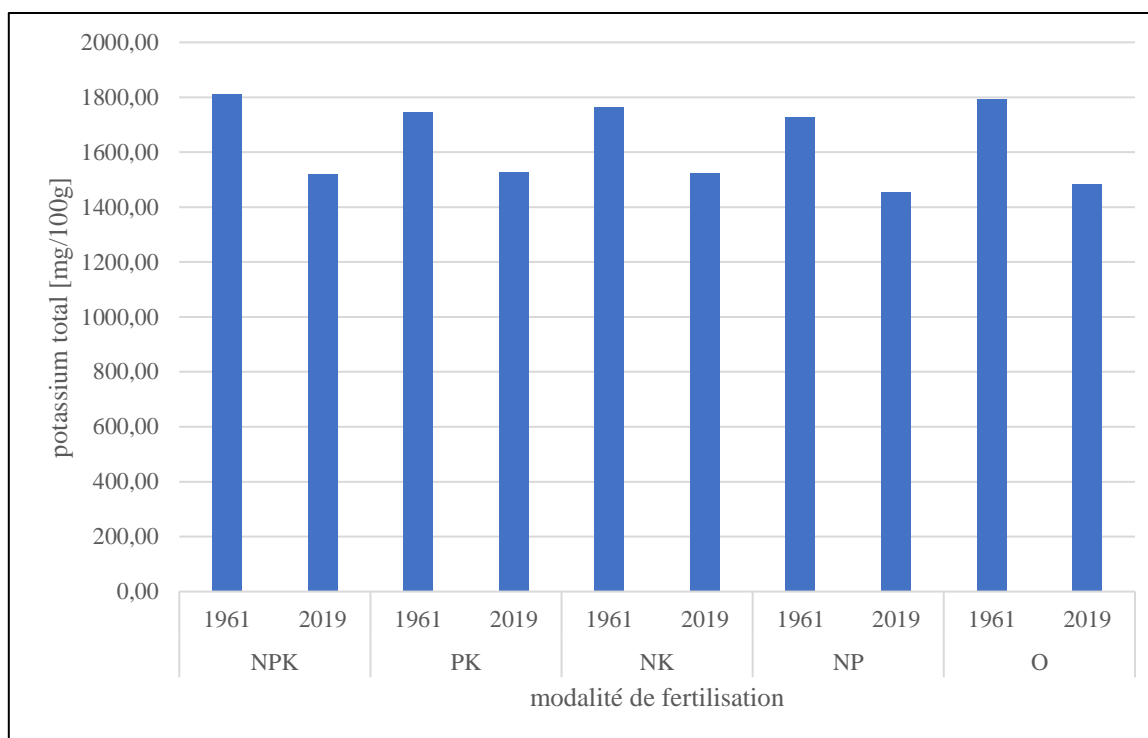


Figure 15: comparaison des résultats pour le potassium total entre 1961 et 2019 pour le premier horizon (1961: 0-28 cm ; 2019: 0-25 cm)

Il peut être déduit de la *figure 14* que les quantités de K total ont diminué de 1961 à 2019 et ce, pour toutes les modalités de fertilisation. La diminution de 1961 à 2019 est en moyenne de 266 mg/100g, soit environ 15 % de diminution. La section suivante aura pour but d'identifier les formes de K qui ont conduit à cette diminution.

V.3.2. Les différentes fractions de potassium

V.3.2.1. Résultats 2019

La quantification des différentes formes de K en fonction de l'horizon et de la modalité est représentée en *figure 14* et *figure 15*. Les données relatives à ces résultats sont reprises en *annexe 11*.

D'un point de vue statistique, au niveau du premier horizon, les différences observées entre parcelles sont très hautement significatives pour le **K soluble** (P-valeur = 0,000) et le **K échangeable** (P-valeur = 0,000). Pour ces 2 formes, les parcelles NPK et PK présentent des valeurs significativement plus grandes que les parcelles ne recevant pas de fertilisation potassique, les parcelles NP et O. Pour le **K fixé** (P-valeur = 0,092) et le **K résiduel** (P-valeur = 0,341), les différences observées ne sont pas significatives (bien que le test LSD de Fisher considère des différences significatives entre la parcelle PK et les parcelles NP et O pour le K fixé).

Au niveau du second horizon, seules les différences observées entre les parcelles pour le K échangeable sont significatives (P-valeur = 0,017). Le K soluble (P-valeur = 0,366), fixé (P-valeur= 0,106) et résiduel (P-valeur = 0,67) ne présentent pas de différences significatives entre les parcelles.

Il peut donc être conclu que l'application d'une fertilisation minérale contrastée pendant plus de 100 ans a différencié significativement les parcelles entre elles au niveau du K soluble et du K échangeable pour le premier horizon et au niveau du K échangeable pour le second horizon.

Les *figures 16 et 17* confirment (comme il a été vu en *point II.4.1*) que le K résiduel représente une grande partie du K du sol. Ainsi, en moyenne de toutes les parcelles et pour les deux horizons, le **K résiduel** représente environ 95 % du K total alors que le **K fixé** en représente environ 4 %, le **K échangeable** 0,5 % et le **K soluble** 0,2 %. Le K soluble, qui représente le K en solution, immédiatement disponible pour les plantes, représente donc la plus petite fraction du K dans les sols. Afin de mieux visualiser ces 3 dernières formes, les mêmes graphiques ont été construits sans le K résiduel en *figures 18 et 19*. Ces 2 figures permettent de rapidement visualiser que la différenciation entre parcelles se fait principalement au niveau du K échangeable.

La section sur le K total a démontré qu'il y avait un plus grand contenu en potassium dans le second horizon. La quantification des différentes formes met ici en évidence qu'il y a plus de K soluble et échangeable dans le premier horizon. C'est donc au niveau du K fixé et surtout au niveau du K résiduel qu'il y a plus de K dans le second horizon.

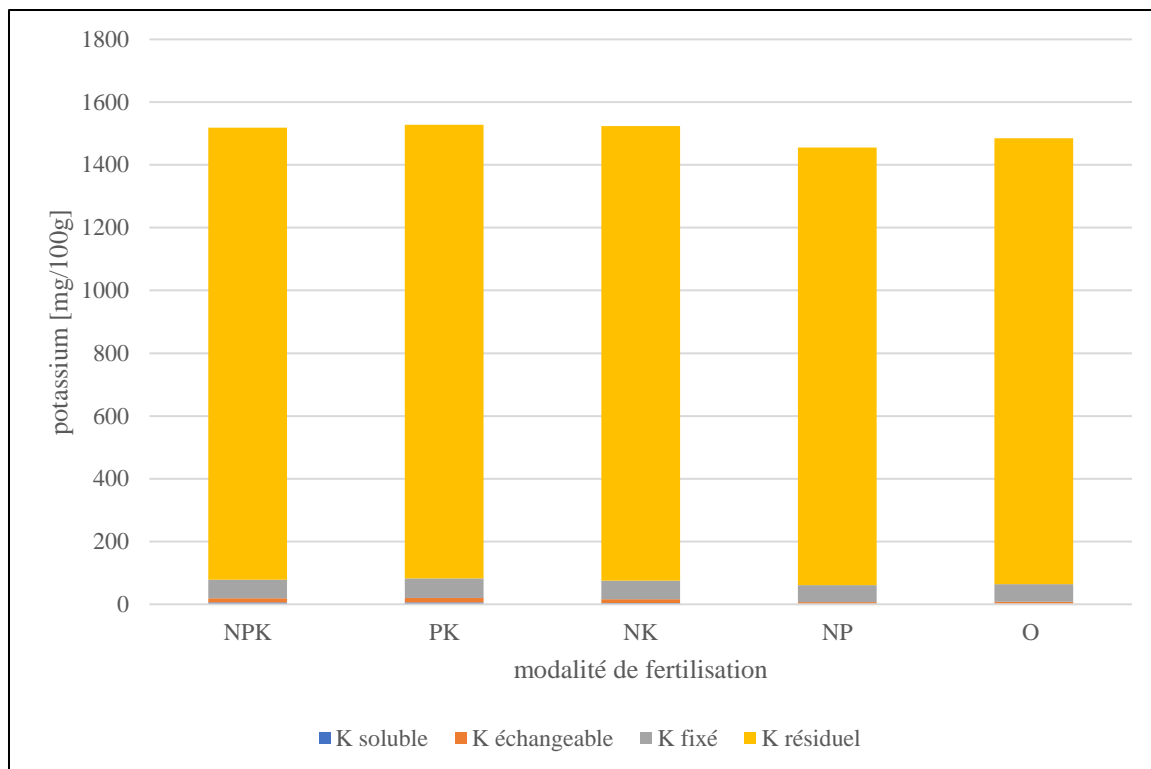


Figure 16: représentation des différentes formes de potassium en fonction de la modalité de fertilisation pour le premier horizon (0 - 25 cm)

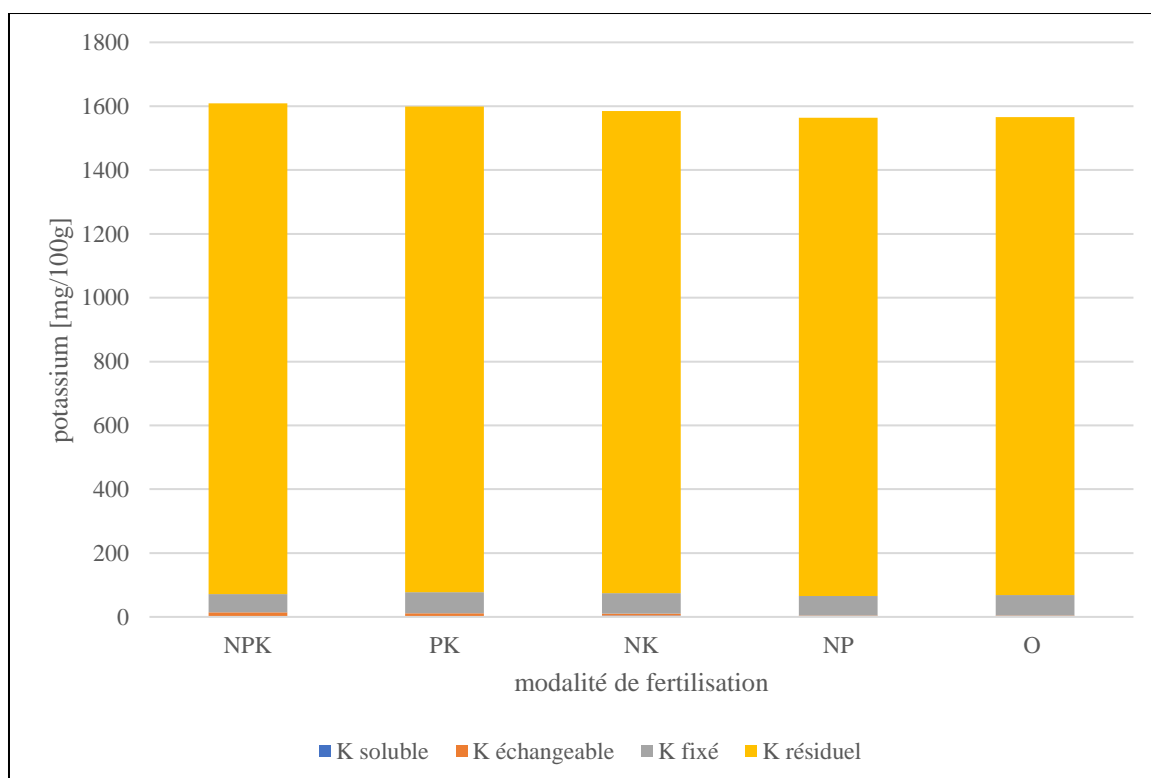


Figure 17: représentation des différentes formes de potassium en fonction de la modalité de fertilisation pour le second horizon (35-60 cm)

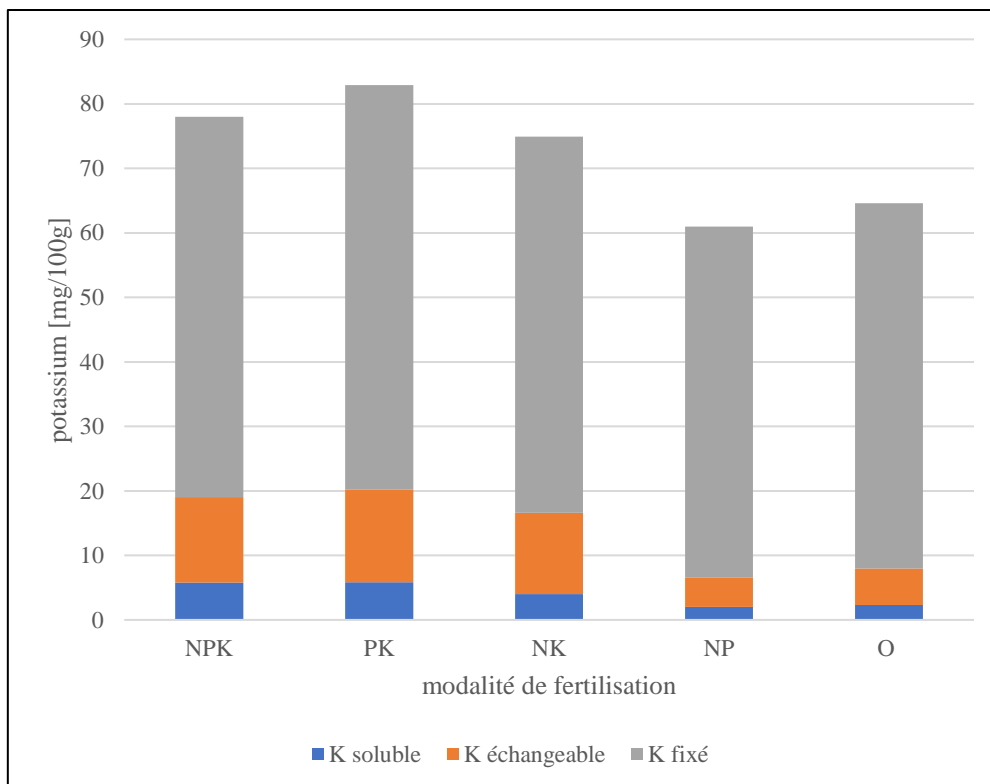


Figure 18: représentation du potassium soluble, échangeable et fixé en fonction du traitement appliqué pour le premier horizon (0-25 cm)

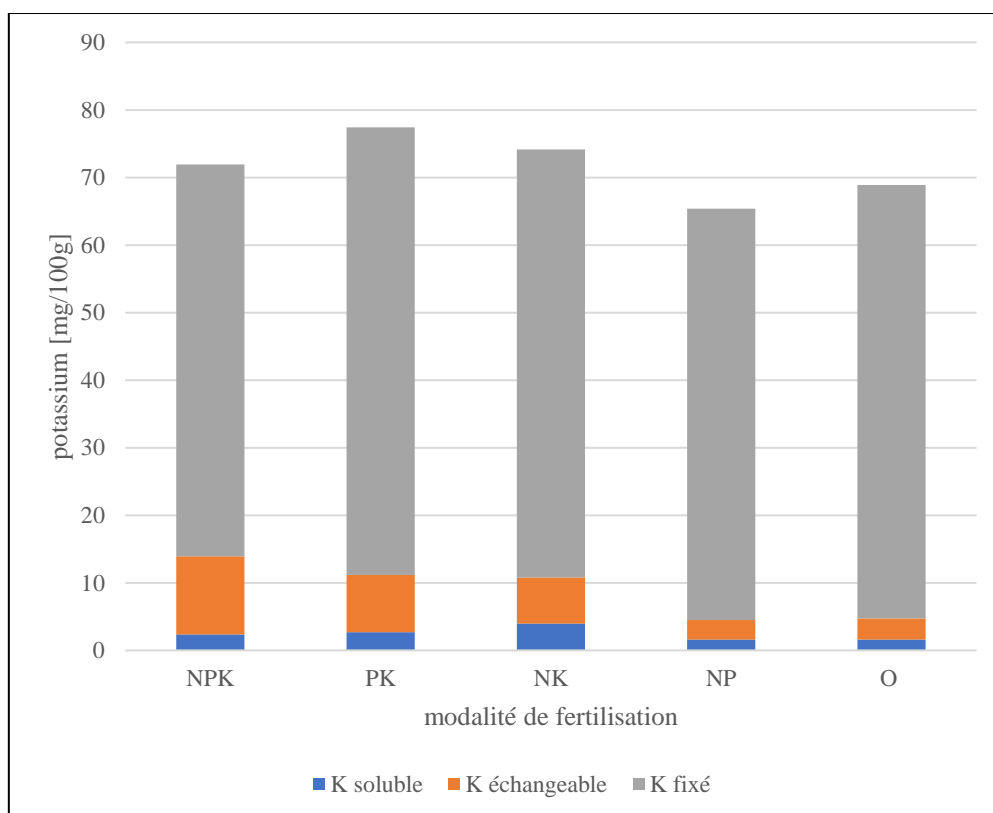


Figure 19: représentation du potassium soluble, échangeable et fixé en fonction du traitement appliqué pour le premier horizon (35-60 cm)

V.3.2.1. Comparaison aux résultats issus d'études antérieures

Les différentes fractions de potassium ont été dosées en 1961 par Hanotiaux pour le premier horizon (0–28 cm). Les résultats obtenus en 1961 sont mis en relation avec les résultats obtenus pour le premier horizon en 2019 en *figures 20* (pour le K échangeable), *21* (pour le K fixé) et *22* (pour le K résiduel). Les valeurs associées à ces graphiques sont reprises en *annexe 12*. Au niveau des résultats de 2019, les valeurs de K soluble ne sont pas présentées car Hanotiaux n'avait pas dosé cette forme de K en 1961.

Le graphique en *figure 20* montre qu'il y a une plus grande quantité de **K échangeable** en 2019 qu'en 1961. En effet, il y a environ 5mg/100g de K en plus en 2019 qu'en 1961. Les variations entre parcelles sont identiques à celles de 2019 : une plus faible quantité de K échangeable est présente dans les parcelles NP et O et la plus grande quantité est retrouvée dans la parcelle PK. Aussi, les variations entre les différentes parcelles sont assez conséquentes.

Au niveau du **K fixé** (*figure 21*), il y a également une plus grande quantité de K en 2019 qu'en 1961. Pour les parcelles NP et O, il y a environ 10 mg/100g de K en plus en 2019 alors que pour les parcelles NPK, PK et NK, il y a moins de 5 mg/100g de K en plus en 2019. L'augmentation relative est donc moins importante que dans le cas du K échangeable.

Le K échangeable et fixé ont augmenté de 1961 à 2019. Or, il a été vu dans les sections précédentes qu'une quantité plus grande de K total était présente en 1961 par rapport à 2019. Cela s'explique par la quantité de **K résiduel** (*figure 22*). En effet, en moyenne, il y avait 280 mg/100g de K résiduel en plus en 1961 par rapport à 2019. Toute la diminution du K total est donc entièrement issue de la diminution du K résiduel. Ces résultats suggèrent qu'il y a eu un transfert du K contenu dans le *pool* résiduel vers les *pools* fixés et échangeables pour permettre la nutrition minérale des plantes.

L'ensemble de ces observations est résumé en *figure 23*.

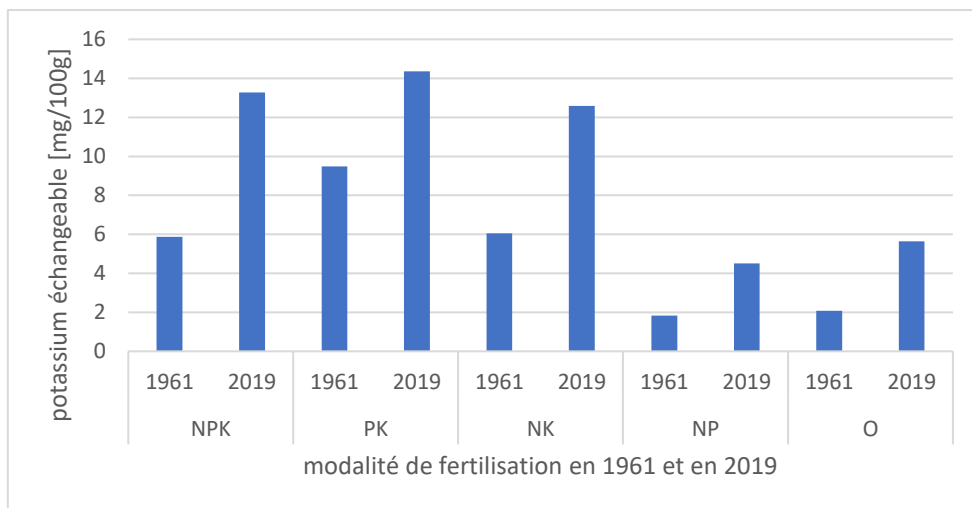


Figure 20 : évolution du potassium échangeable en fonction de la modalité de fertilisation et de l'année de mesure dans le premier horizon (1961 : 0-28cm ; 2019 : 0-25 cm)

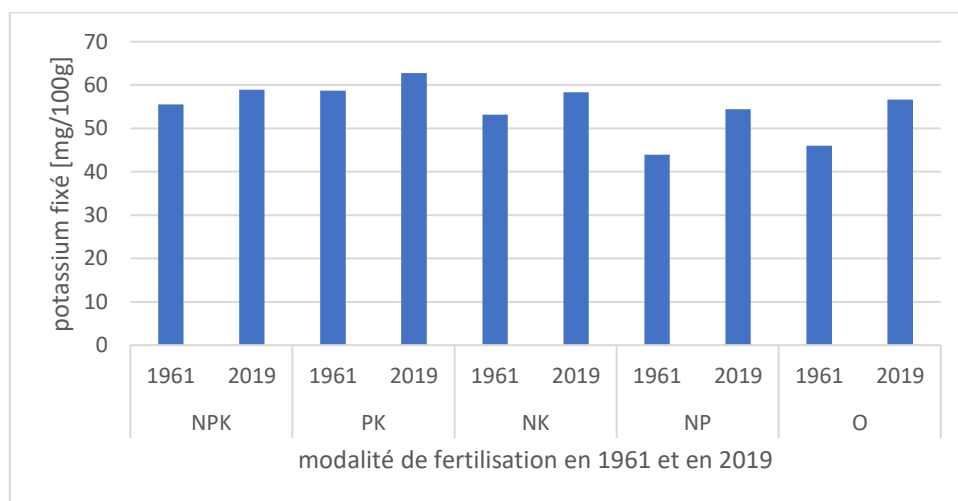


Figure 21 : évolution du potassium fixé en fonction de la modalité de fertilisation et de l'année de mesure dans le premier horizon (1961 : 0-28cm ; 2019 : 0-25 cm)

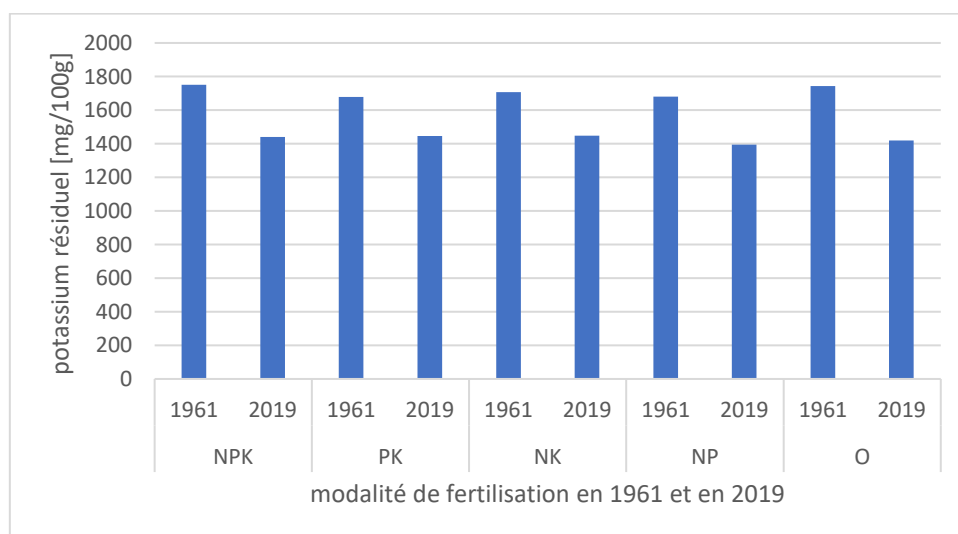


Figure 22 : évolution du potassium résiduel en fonction de la modalité de fertilisation et de l'année de mesure dans le premier horizon (1961 : 0-28cm ; 2019 : 0-25 cm)

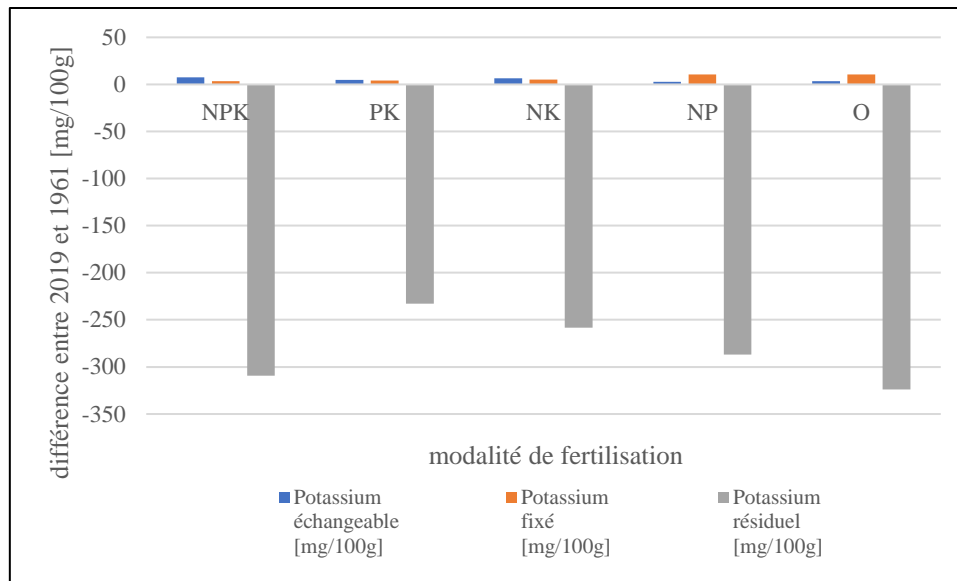


Figure 23: variations (en mg/100g) du potassium échangeable, fixé et résiduel entre 1961 et 2019 en fonction de la modalité de fertilisation

V.4. Résultats obtenus pour les plantes

V.4.1. Données de rendement

Les données de rendement mesurées depuis 1989 sont illustrées en *figure 24*. Chaque année, le rendement est exprimé en différence par rapport au rendement de la parcelle NPK de l'année correspondante. Les parcelles étant cultivées sous froment d'hiver depuis 1975, tous les rendements illustrés ont été mesurés sur du froment mais pas toujours sur la même variété.

Les données de rendement ont différencié deux groupes de parcelles : les parcelles NPK, NP et NK dans le premier groupe et les parcelles O et PK dans le second groupe. Ces données suggèrent que seule une absence de fertilisation azotée impacte significativement les rendements. Ainsi, une absence de fertilisation phosphatée et potassique n'a pas d'influence sur les rendements. Cette absence d'influence de la fertilisation phosphatée et potassique sur le rendement peut être expliquée par le fait que, comme il a été vu au *point V.1.1.3.*, les *pools* disponibles pour les plantes de ces 2 nutriments présentent des valeurs supérieures à la valeur seuil à laquelle le sol présente un risque de carence (Genot et al., 2007), excepté pour les parcelles O et NP dans le cas du K.

Il peut également être observé que lorsqu'il y a des pics de rendement, la différence entre ces 2 groupes de parcelles est plus grande (exemple : entre 1992 et 1993) alors que lorsqu'il y a des baisses de rendement, l'écart entre les 2 groupes de parcelles diminue (exemple : en 1999 et en 2011).

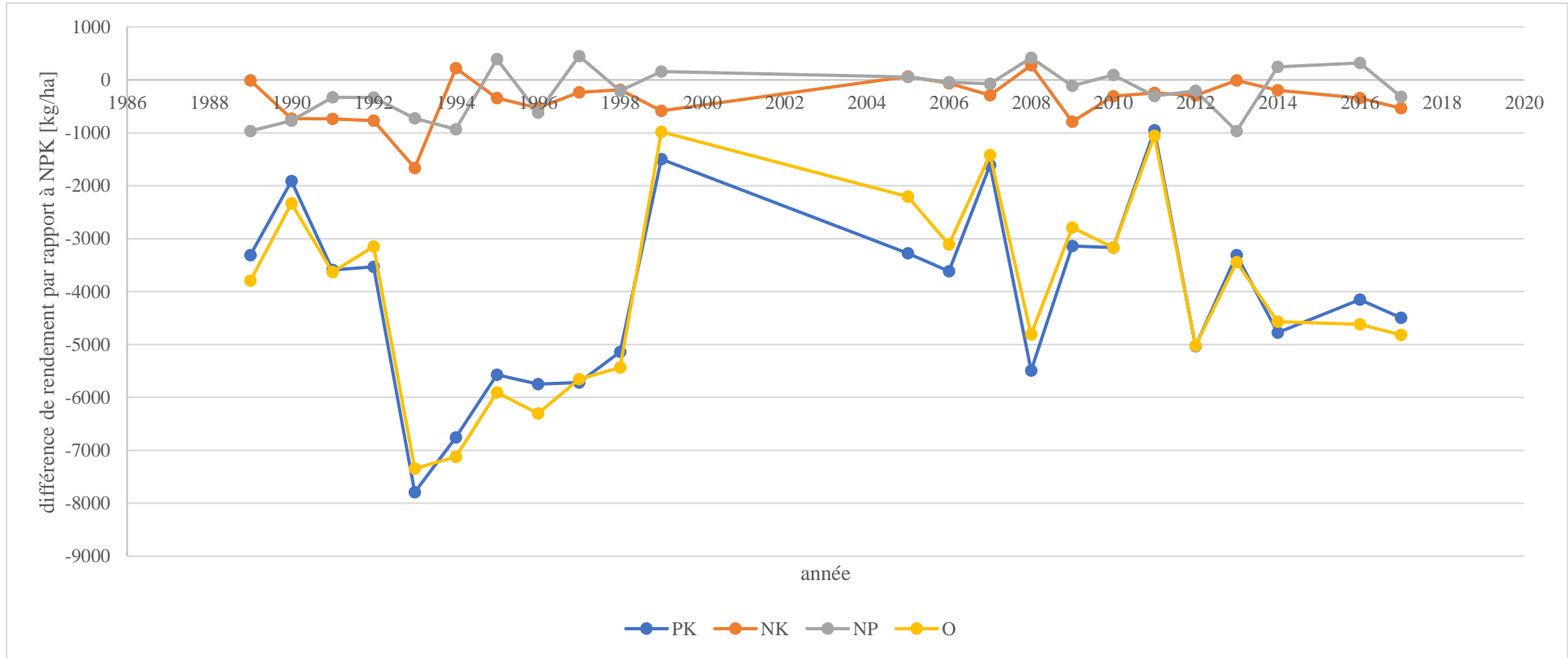


Figure 24: évolution des rendements exprimés en différence par rapport au rendement de la parcelle NPK (kg/ha) depuis 1989

En moyenne, depuis 1989, la parcelle NPK présente un rendement moyen d'environ 6100 kg/ha, contre 5900 kg/ha pour la parcelle NP, 5700 kg/ha pour la parcelle NK et 2000 kg/ha pour les parcelles O et PK. Les rendements sont donc 3 fois moindres dans ces 2 dernières parcelles. En considérant que la parcelle NPK équivaut à un rendement de 100 %, la parcelle NP a un rendement de 97 %, la parcelle NK de 93 % et les parcelles O et PK un rendement de 33 %. A titre de comparaison, selon le Service Public de Wallonie (SPW), les rendements moyens en froment d'hiver pour la Wallonie, de 2015 à 2017, étaient de 8270 kg/ha (SPW, 2019). Aussi, selon STATBEL, l'office belge de statistiques, les rendements moyens en Belgique pour le froment d'hiver sont de 8580 kg/ha (STATBEL, 2018). Les valeurs observées dans les parcelles étudiées sont donc toutes inférieures à la moyenne belge et wallonne.

Les données de rendement mesurées avant 1989 ne sont pas disponibles. Néanmoins, d'une part, les données de 1900 sont disponibles. Celles-ci sont très similaires aux données obtenues à partir de 1989 avec 2 groupes de parcelles qui se distinguent.

D'autre part, Hanotiaux (1961) a reporté dans sa thèse les rendements en pomme de terre de 1910 à 1959. En 1910, les rendements des différentes parcelles étaient tous très proches de ceux mesurés dans les parcelles NPK, avec les rendements des parcelles O et PK qui étaient équivalents à 86 % du rendement dans la parcelle NPK. Ensuite, de 1911 à 1920, les rendements ont drastiquement chuté dans les parcelles O et NP, ces 2 parcelles atteignant seulement 50 % du rendement de la parcelle NPK. De 1951 à 1959, les rendements en pomme de terre étaient équivalents à 28 % du rendement de la parcelle NPK pour la parcelle O, 40 % pour la parcelle NP, 93 % pour la parcelle NK et 44 % pour la parcelle PK. Hanotiaux (1961) avait donc déjà montré l'influence de l'absence de fertilisation azotée sur les rendements. Néanmoins, sur la période étudiée par Hanotiaux (1961), les rendements des parcelles sans fertilisation potassique étaient également amoindris.

En 1981, Dethy a mesuré que, en considérant un rendement de 100 % dans la parcelle NPK, le rendement de la parcelle NK équivalait à 93,4 %, celui de la parcelle NP à 86 %, celui de la parcelle PK à 43 % et celui de la parcelle O à 31.3%.

De plus, Dethy (1981) a étudié les différentes composantes du rendement. Selon Dethy (1981), le rendement est défini par le nombre d'épis par mètre carré (1), le nombre de grains par épis (2) et le poids de 1000 grains (3). Il a observé que le nombre de grains par épis et le poids de 1000 grains étaient relativement homogènes entre les différentes parcelles. Dès lors, les différences de rendement sont conditionnées par le nombre d'épis par mètre carré dans chacune des parcelles. Dethy (1981) a ainsi déterminé le nombre de plantules par mètre carré au stade de germination, le nombre de talles par mètre carré au stade de tallage du froment et le nombre d'épis par mètre carré au stade d'épiaison. Il a ainsi pu montrer qu'au stade de germination, il n'y a pas de différence significative du nombre de plantules par mètre carré en fonction des parcelles. Cependant, à partir du stade de tallage, le nombre de talles par

mètre carré est significativement différent en fonction des parcelles. En effet, dès le stade de tallage, les parcelles O et PK présentent un nombre de talles par mètre carré inférieur à ceux des parcelles NP, NK et NPK. Les tendances sont identiques au stade d'épiaison. Dès lors, l'absence de fertilisation azotée marque les rendements dès le stade de tallage.

Ces différences de rendements avec les parcelles ne recevant pas de fertilisation azotée peuvent être directement visibles sur le terrain comme illustré en *figure 25*.

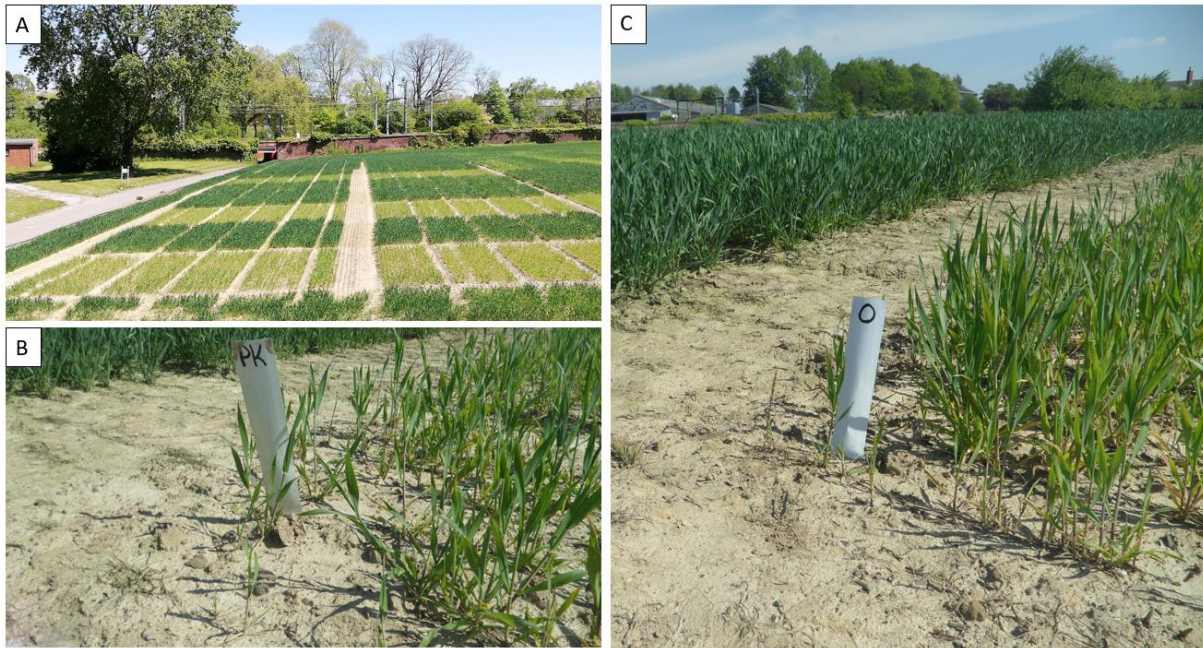


Figure 25: illustration de l'hétérogénéité dans l'apparence de la végétation sur base de photos prises le 14/05/19. A) dispositif expérimental entier avec les parcelles NPK et PK des séries 1 et 2 en avant plan, B) parcelle PK, C) parcelle O

Sur l'image A de la *figure 25*, les parcelles à coloration plus claire correspondent, en allant de l'avant-plan à l'arrière-plan, à la parcelle PK des séries 1 et 2, à la parcelle O des séries 3 et 4 et à la parcelle PK des séries 3 et 4. Les parcelles à coloration plus claire correspondent donc aux parcelles sans fertilisation azotée. Les images B et C (*figure 25*) montrent que pour les parcelles sans fertilisation azotée, la hauteur du froment est inférieure à celle des autres parcelles et que la végétation est moins dense.

V.4.2. Quantification de l'azote, phosphore et potassium dans les grains, les tiges et les feuilles à différents stades de développement

Les résultats obtenus pour la quantification de l'azote, du phosphore et du potassium à 3 stades différents de développement du froment sont repris en *tableaux 13, 14 et 15* ci-dessous. Au premier stade, les tiges et les feuilles ont dû être regroupées pour atteindre un poids suffisant pour les analyses. Pour les 2 autres stades, les tiges et feuilles ont été séparées. En revanche, le nombre de répétitions est différent entre les

parcelles. Dès lors, pour les parcelles PK et O, il n'y a qu'une seule répétition pour chacun des stades de développement. Aucune analyse statistique n'a donc été faite dû à ce manque de réplicat dans certaines de ces parcelles.

Au niveau de l'**azote** (tableau 13), il peut être observé qu'il y a toujours moins d'azote dans les tiges et dans les feuilles du froment des parcelles ne recevant pas de fertilisation azotée (PK et O). La parcelle O présente le contenu en azote dans les végétaux le moins important. Dès lors, sur ces parcelles, 2 éléments favorisent les moindres prélèvements d'azote dans le sol. D'abord, au niveau global, comme il a été vu au *point V.4.1.*, il y a moins de végétation sur ces parcelles et donc le prélèvement est moindre. De plus, au niveau de l'individu, cette végétation contient moins d'azote que la végétation présente sur les autres parcelles. Les exportations de N dans ces parcelles en sont dès lors amoindries, expliquant en partie la teneur homogène en azote du sol entre les différentes parcelles. Une autre observation est que la quantité de N présente dans les tiges et dans les feuilles diminue au cours du développement du froment et ce, pour toutes les parcelles.

Tableau 13: quantification de l'azote (%) dans les tiges et les feuilles du froment des différentes parcelles en fonction du stade de développement

Date de prélèvement	partie prélevée	Azote [%]				
		NPK	PK	NK	NP	O
23/04/2019	tige/feuille	2,97	2,18	3,06	2,98	1,95
14/05/2019	tige	1,72	0,93	1,74	1,69	0,84
	feuille	3,94	1,98	3,70	3,70	1,91
27/05/2019	tige	0,92	0,69	1,01	1,02	0,67
	feuille	3,19	2,01	3,16	3,22	1,96

Au niveau du **potassium** (tableau 14), il y a également des différences entre les parcelles. En effet, le froment des parcelles O, NP et PK présente un contenu en K inférieur au froment des parcelles NPK et NK. Les parcelles PK, NPK et NK reçoivent la même quantité de fertilisants K. Néanmoins le froment de la parcelle PK présente des concentrations en K inférieures à celles des parcelles NPK et NK. Cette différence suggère une interaction entre le prélèvement de N et de K par la végétation.

Tableau 14: quantification du potassium (g/kg MS) dans les tiges et les feuilles du froment des différentes parcelles en fonction du stade de développement

Date de prélèvement	partie prélevée	Potassium [g/kg MS]				
		NPK	PK	NK	NP	O
23/04/2019	tige/feuille	33,32	24,93	30,99	22,77	23,87
14/05/2019	tige	29,16	16,20	20,58	17,99	15,15
	feuille	27,87	19,48	22,23	19,06	19,27
27/05/2019	tige	22,39	13,30	17,14	14,77	12,27
	feuille	42,86	22,74	35,03	27,46	22,50

Dans les tiges, le contenu en K diminue au cours du développement. Dans les feuilles, le contenu en K diminue au cours du développement dans les parcelles NPK, NK et NP mais augmente très légèrement dans les parcelles PK et O.

Au niveau du **phosphore** (*tableau 15*), les différences de contenu en P dans les végétaux en fonction de la modalité de fertilisation sont moins prononcées. Pour le premier stade, les valeurs sont assez homogènes. Au niveau des tiges, des valeurs légèrement supérieures sont observées au deuxième stade dans les parcelles NPK et NP et dans les parcelles NPK et O pour le troisième stade. Au niveau des feuilles, le froment de la parcelle O présente les valeurs les plus grandes et le froment de la parcelle NK les valeurs les plus faibles. Il semble donc, qu'au niveau du P, il n'y a pas de réelle tendance liée à la différence de fertilisation appliquée. Au niveau des tiges et des feuilles, une diminution au cours du temps est observée, excepté pour la parcelle O qui présente une légère augmentation du contenu foliaire.

Tableau 15: quantification du phosphore (g/kg MS) dans les tiges et les feuilles du froment des différentes parcelles en fonction du stade de développement

Date de prélèvement	partie prélevée	Phosphore [g/kg MS]				
		NPK	PK	NK	NP	O
23/04/2019	tige/feuille	4,47	4,24	4,00	4,37	4,51
14/05/2019	tige	3,59	2,97	2,63	3,33	2,98
	feuille	4,07	3,55	3,25	3,80	4,30
27/05/2019	tige	2,62	2,32	2,07	2,44	2,50
	feuille	3,68	3,46	2,95	3,51	4,76

Les résultats obtenus pour la quantification de l'azote, du phosphore et du potassium dans les grains, au stade de récolte, sont repris dans le *tableau 16* ci-dessous.

Tableau 16: résultats de la quantification de l'azote, du phosphore et du potassium sur les grains de 2014 en moyenne avec les écarts-types correspondants et les lettres attribuées suite au test LSD de Fisher

		NPK	PK	NK	NP	O
N [%]	moyenne	1,73	1,53	1,80	1,72	1,53
	écart-type	0,01	0,01	0,04	0,03	0,02
	groupe	b	c	a	b	c
P [g/kg MS]	moyenne	3,79	3,86	3,40	3,69	3,89
	écart-type	0,02	0,03	0,05	0,20	0,07
	groupe	ab	ab	c	b	a
K [g/kg MS]	moyenne	4,55	4,66	4,36	4,38	4,37
	écart-type	0,03	0,03	0,11	0,19	0,06
	groupe	ab	a	b	b	b

Les différences observées sont très hautement significatives pour le N et le P et significatives pour le K. Au niveau de l'azote, un contenu en N plus faible est observé pour les grains des parcelles O et PK. Pour

le phosphore, il y a plus de phosphore dans les grains pour la parcelle O que pour toutes les autres parcelles. Les différences observées au niveau du phosphore dans les grains des différentes parcelles sont de maximum 0,49g/kg MS. Pour le potassium, les grains des parcelles PK et NPK présentent un contenu plus grand en K que ceux des autres parcelles.

Au niveau des grains, bien que les différences observées soient toutes significatives, les différences entre les parcelles sont toujours inférieures à 0,5% pour le N et 0,5 g/kg MS pour le P et le K. Les différences observées sont donc moins grandes que celles observées pour les tiges et les feuilles.

V.5. Bilan sol/ plante

Cette section vise à approcher un bilan sol/plante en définissant l'efficacité de l'utilisation du P, du K et du N du sol ou des fertilisants. Il s'agit de définir la part de fertilisants appliqués qui va être utilisée par les cultures.

V.5.1. Détermination de l'équilibre en nutriments

L'équilibre en nutriments peut être défini par la différence entre la quantité de nutriments apportés au sol et la quantité de nutriments prélevées par la végétation. Ces équilibres ont été calculés pour l'année 2014. Les résultats obtenus sont repris en *tableau 17* ci-dessous.

Tableau 17: valeurs obtenues pour la différence entre la quantité de N, P et K apportée au sol et la quantité de N, P et K exportée par la végétation

	équilibre en P [kg/ha]	équilibre en K [kg/ha]	équilibre en N [kg/ha]
NPK	30,8	107,0	51,8
PK	46,1	125,3	-24,6
NK	-18,7	108,8	51,0
NP	30,6	-25,7	48,8
O	-7,0	-7,8	-27,4

Les résultats repris en *tableau 15* montrent un équilibre négatif (c'est-à-dire qu'il y a plus d'exportation que d'apport de nutriments) uniquement pour les parcelles ne recevant pas le nutriment étudié. Pour le P et le K, les plus grandes valeurs observées dans la parcelle PK sont dues aux rendements plus faibles dans ces parcelles. Au niveau du N, l'équilibre est assez homogène entre les parcelles qui reçoivent de l'azote d'une part et les parcelles qui n'en reçoivent pas d'autre part.

V.5.2. Détermination du pourcentage de récupération des nutriments appliqués

Dans cette section, la méthode des différences a été appliquée entre les parcelles NPK et les parcelles NK pour le phosphore, NP pour le potassium et PK pour l'azote. Les résultats sont repris en *tableau 18*.

Tableau 18: résultats de la méthode des différences appliquée à la parcelle NPK en fonction de la parcelle NK pour le phosphore, NP pour le potassium et PK pour l'azote

Parcelle NPK	
Pourcentage de récupération du P [%]	5,3
Pourcentage de récupération du K [%]	0,1
Pourcentage de récupération du N [%]	49,0

Les résultats montrent un pourcentage de récupération faible pour le P et surtout pour le K. En effet, les différences d'exportation par les récoltes sont très faibles entre les parcelles NPK et NK pour le phosphore et entre NPK et NP pour l'azote. Cela peut s'expliquer par un rendement presque similaire entre les 2 parcelles considérées et une concentration de P et K dans les grains similaires aussi entre les parcelles étudiées. Pour le N, la récupération est de près de 50%, indiquant une bonne utilisation des fertilisants appliqués. Cette valeur peut être expliquée par un rendement plus faible dans la parcelle PK par rapport à la parcelle NPK.

V.5.3. Détermination de l'efficacité d'utilisation des nutriments appliqués par fertilisants

L'efficacité de l'utilisation des nutriments appliqués en fertilisation a été déterminée par la *balance method* proposée par Syers et al. (2008). Cette méthode n'a pas été appliquée à l'azote car ce nutriment ne présente pas de caractéristiques d'accumulation comme le K et le P. Les résultats sont présentés en *tableau 19*. Des valeurs nulles ont été attribuées aux parcelles ne recevant pas de K ou de P.

Ces résultats montrent une efficacité de l'utilisation du P élevée pour les parcelles NPK et NP. En revanche, l'efficacité de l'utilisation du P dans la parcelle PK n'est pas élevée, cela étant dû à la moindre végétation sur ces parcelles. Pour le K, les tendances sont similaires à celles du P avec une plus grande efficacité dans les parcelles NPK et NK et une efficacité moindre dans la parcelle PK. Les efficacités calculées sont toutes inférieures à 50 %. Ces valeurs, relativement faibles en comparaison aux valeurs reportées par Syers et al. (2008), montrent que la quantité de fertilisants appliqués est élevée par rapport

à la quantité réellement utilisée par les plantes et, dès lors, les apports en fertilisants P et K pourraient être plus faibles.

Tableau 19: pourcentages d'efficacité de l'utilisation du P et K définis par la balance method

	efficacité de l'utilisation du P [%]	efficacité de l'utilisation du K[%]
NPK	41,1	19,4
PK	11,9	5,7
NK	0	18,1
NP	41,4	0
O	0	0

V.5.4. Détermination du pourcentage de récupération d'un nutriment du sol résiduel

Finalement, le pourcentage de récupération de chaque nutriment du sol considéré comme étant sous forme résiduelle a été calculé pour la parcelle NPK en fonction de la parcelle NK pour le P, NP pour le K et PK pour le N. Les résultats obtenus sont repris en *tableau 20*.

Tableau 20: résultats du pourcentage d'utilisation du pool résiduel de chaque nutriment pour la parcelle NPK en fonction de la parcelle NK pour le phosphore, NP pour le potassium et PK pour l'azote

Parcelle NPK	
Pourcentage de récupération du P résiduel [%]	87,2
Pourcentage de récupération du K résiduel [%]	99,7
Pourcentage de récupération du N résiduel [%]	25,1

Les résultats montrent que pour le P et surtout pour le K, il y a une forte récupération du P et du K résiduel du sol pour permettre la nutrition minérale du froment. Cela peut être mis en relation avec le fait que les parcelles ne recevant pas de fertilisation phosphatée et potassique ne montrent pas de diminution du rendement marquée par rapport à la parcelle NPK. Pour l'azote, le pourcentage de récupération du N résiduel est plus faible, indiquant que le N ne reste pas sous forme résiduelle dans le

sol. Ce faible pourcentage est lié à la forte différence de rendements entre les parcelles recevant une fertilisation azotée et celles n'en recevant pas.

V.5.5. Bilan des importations et des exportations de 1980 à 2019

Le bilan des importations et des exportations de P et de K a été calculé de 1980 à 2019 pour chacune des parcelles. Les résultats obtenus sont repris en *tableau 21*.

Tableau 21: bilan des importations et des exportations entre 1980 et 2019

	Parcelle				
	NPK	PK	NK	NP	O
Phosphore [mg/100g]	39,8	54,5	-19,9	40,6	-8,1
Potassium [mg/100g]	131,7	149,3	133,9	-26,3	-8,1

Ce bilan est négatif pour les parcelles ne recevant pas de fertilisation phosphatée pour le P et pour celles ne recevant pas de fertilisation potassique pour le K. Les valeurs positives dans les parcelles NPK, PK et NP pour le P et dans les parcelles NPK, PK et NK pour le K montrent qu'une plus grande quantité de P et de K est appliquée par rapport à ce qui est vraiment utilisé par la végétation. Or, les résultats précédents ont montré une diminution du P et du K total au cours du temps, quelle que soit la parcelle. Cette différence entre le bilan calculé et l'évolution de la quantité de P et de K réellement mesurée dans les sols pourrait avoir 3 origines. D'abord, il peut y avoir eu une surestimation des apports. Ensuite, les pertes en P et K du sol par exportation et par lixiviation peuvent avoir été sous-estimées. Finalement, les mesures ont pu être biaisées.

VI. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'objectif de ce travail était de déterminer si l'impact d'une fertilisation minérale contrastée pendant plus de 100 ans a différencié significativement des parcelles d'essai entre elles et dans l'affirmative, sur base de quelles propriétés du sol les parcelles ont été différenciées. L'hypothèse de départ était que pour les nutriments P et K, sur les parcelles où il n'y a pas d'application de ces nutriments, les *pools* résiduels ont rechargé les *pools* disponibles pour les plantes. L'objectif était également de déterminer l'impact de ces différenciations sur la végétation.

D'un point de vue général, il a été montré que l'application d'une fertilisation minérale contrastée a différencié significativement les parcelles entre elles au niveau du P biodisponible et du K biodisponible mais pas au niveau du N total. Pour le P biodisponible, toutes les parcelles présentent des valeurs supérieures au seuil en dessous duquel le sol présente un risque de carence pour les cultures alors que pour le K, les parcelles ne recevant pas de fertilisants K présentent des valeurs légèrement inférieures au seuil en dessous duquel le sol présente un risque de carence pour les cultures.

L'étude de la dynamique du **phosphore** a montré que, après 100 ans, le contenu en P total s'est différencié significativement entre les parcelles. Alors que le contenu en P organique est relativement similaire entre les parcelles, le contenu en P inorganique diffère significativement. Cela indique que les apports en engrais minéraux ont alimenté les différents *pools* de P inorganique du sol. Au sein du P inorganique, les différenciations entre parcelles sont issues de la différenciation du P soluble et facilement échangeable et des phosphates d'aluminium, et ce, pour les 2 horizons. Il a également été montré que les phosphates de fer représentent le *pool* principal de P inorganique dans les sols étudiés. Les phosphates de fer caractériseraient ainsi une forme d'accumulation stable dans les sols. Au niveau temporel, entre 1961 et 2019, le P total a diminué. Cette diminution est principalement expliquée par la diminution du P organique au cours du temps, cette diminution se faisant de manière relativement similaire dans toutes les parcelles. Ainsi, alors que le P organique représentait en moyenne 50 % du P total en 1961, il n'en représente plus que 34 % en moyenne en 2019. Ces résultats soulignent que le *pool* de P organique est fortement sollicité par les cultures. Le P inorganique est quant à lui relativement constant au cours du temps. Néanmoins, au cours du temps, le P soluble et facilement échangeable a diminué, tout comme les phosphates de calcium alors que les phosphates d'aluminium ont augmenté. Les phosphates de fer présentent des valeurs relativement constantes au cours du temps.

L'étude du **potassium** a montré qu'il n'y a pas eu de différenciation des parcelles après 100 ans de fertilisation contrastée au niveau du K total et ce, pour les 2 horizons. Au niveau des formes de K, les parcelles se sont différenciées en termes de K soluble et échangeable. Le K fixé et le K résiduel n'ont pas montré de différences significatives entre les parcelles. D'un point de vue temporel, le K total a diminué. Cette diminution est liée à la diminution du K résiduel. Les formes de K échangeable et fixée

ont augmenté au cours du temps, suggérant que ces formes ont été réapprovisionnées par le K résiduel. Il semble donc que les fractions solubles et échangeables constituent les *pools* réactifs de K dans le sol et que ces 2 *pools* sont réalimentés par le K résiduel.

L'étude de l'évolution du **rendement** de chaque parcelle au cours du temps a montré que les rendements n'étaient, pour l'instant, pas impactés par une absence d'apport en P et en K. En revanche, l'absence d'apports en N s'est répercutée sur les rendements avec des rendements 3 fois plus faibles dans les parcelles ne recevant pas d'apport en azote par rapport aux autres parcelles. Cette observation confirme que les niveaux en P et K du sol disponibles pour les plantes sont supérieurs au seuil agronomique critique auquel le rendement diminue, ces 2 nutriments n'impactent donc pas pour l'instant, le rendement.

Le **bilan des apports et des exportations** de chacun des nutriments est négatif pour les parcelles ne recevant pas le nutriment étudié et positif pour toutes les autres. En moyenne, environ 60 % du P appliqué n'est pas exporté dans les grains et environ 85 % du K appliqué n'est pas exporté dans les grains. Ces résultats ne semblent pas en accord avec la diminution des teneurs totales en P et en K dans les sols des différentes parcelles.

Il découle donc de ces résultats qu'en l'absence d'apport des nutriments P et K, les *pools* résiduels semblent avoir rechargé les *pools* plus disponibles pour les plantes et avoir ainsi permis de conserver un rendement équivalent à celui des parcelles recevant ces nutriments, même après plus de 100 années sans apports. Il semble donc, a priori, que le P et le K du sol peuvent maintenir un bon niveau de fertilité du sol pour les plantes pendant plus de 100 ans, sous les conditions étudiées. Les *pools* résiduels de ces 2 éléments auraient donc un potentiel certain à maintenir un niveau de fertilité correct dans les sols. Les *pools* totaux de ces 2 nutriments ont néanmoins diminué dans toutes les parcelles. De plus au niveau du K, les valeurs de K biodisponible sont inférieures au seuil sous lequel les sols présentent un risque de carence. La réduction des apports en engrais phosphaté et potassique pourrait être, dans le contexte étudié, une approche durable en réponse au contexte actuel de dommages pour l'environnement et de pénurie possible de certains nutriments. Mais, bien que ce système paraisse durable pour le moment, la diminution des *pools* totaux indique que la fertilité du sol en termes d'éléments totaux est en baisse. La question de la durabilité de cette réduction sur une plus longue période de temps que celle considérée ici reste en suspens.

VII. RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Ashraf M., Ashfaq M. & Ashraf M.Y., 2002. Effects of increased supply of potassium on growth and nutrient content in pearl millet under water stress. *Biol. Plant.*
- Beck M.A. & Sanchez P.A., 1978. Soil Phosphorus Fraction Dynamics during 18 Years of Cultivation on a Typic Paleudult 1424–1431.
- Benlloch-González M., Romera J., Cristescu S., Harren F., Fournier J.M. & Benlloch M., 2010. K+ starvation inhibits water-stress-induced stomatal closure via ethylene synthesis in sunflower plants. *J. Exp. Bot.* **61**(4), 1139–1145.
- Blake L., Johnston A.E., Poulton P.R. & Goulding K.W.T., 2003. Changes in soil phosphorus fractions following positive and negative phosphorus balances for long periods 245–261.
- Bolland M.D.A. & Gilkes R.J., 1998. The Chemistry and Agronomic Effectiveness of Phosphate Fertilizers. *J. Crop Prod.* **1**(2), 139–163.
- Carte des sols de la Belgique, 1957. Carte des sols de la Belgique: Texte explicatif de la planchette de Gembloux 130 E.
- Chang S.C. & Jackson M.L., 1957. Fractionation of soil phosphorus. *Soil Sci.* **84**, 133–144.
- Chien S.H., Prochnow L.I., Tu S. & Snyder C.S., 2011. Agronomic and environmental aspects of phosphate fertilizers varying in source and solubility: An update review. *Nutr. Cycl. Agroecosystems* **89**(2), 229–255.
- Chien S.H., Sikora F.J., Gilkes R.J. & McLaughlin M.J., 2012. Comparing of the difference and balance methods to calculate percent recovery of fertilizer phosphorus applied to soils: A critical discussion. *Nutr. Cycl. Agroecosystems* **92**(1), 1–8.
- Cordell D., Drangert J.O. & White S., 2009. The story of phosphorus: Global food security and food for thought. *Glob. Environ. Chang.* **19**(2), 292–305.
- Das D., Kumar A., Chatterjee D., Shahid M., Lal B., Nayak A.K., Tripathi R., Mohanty S., Panda B.B., Biswas S.S., Gautam P., Thilagam V.K. & Das D., 2018. Measuring potassium fractions is not sufficient to assess the long-term impact of fertilization and manuring on soil's potassium supplying capacity. *J. Soils Sediments* **18**(5), 1806–1820.
- Destain M., 2013. La compaction des sols agricoles en Wallonie, 53.
- Dethy C., 1981. La loi du minimum dans un essai de longue durée: Analyses des éléments nutritifs et influences sur la croissance et le rendement du froment.
- Edmeades D.C., 2003. The long-term effects of manures and fertilisers on soil productivity and quality : a review 165–180.
- Etat de l'Environnement Wallon, 2019. Consommation d'engrais en agriculture. http://etat.environnement.wallonie.be/contents/indicatorsheets/AGRI_5.html
- FAO, 2017. World fertilizer trends and outlook to 2020, Rome.
- Genot V., Colinet G. & Bock L., 2007. La fertilité des sols en Région Wallonne - Dossier scientifique réalisé dans le cadre de l'élaboration du Rapport analytique 2006 sur l'Etat de l'Environnement wallon. 1–77.
- Gransee A., Merbach W. & Halle P., 2000. Phosphorus dynamics in a long-term P fertilization trial on Luvic Phaeozem at Halle 353–357.
- Hanotiaux G., 1961. Contribution à l'étude de la dynamique du phosphore et du potassium dans le sol.

- Harvey H.P. & Van Den Driessche R., 1999. Nitrogen and potassium effects on xylem cavitation and water-use efficiency in poplars. *Tree Physiol.* **19**(14), 943–950.
- Havlin J.L., Tisdale S.L., Nelson W.L. & Beaton J.D., 2014. *Soil fertility and fertilizers: An introduction to nutrient management*. Pearson ed., 516.
- Hedley M.J., Stewart J.W.B. & Chauhan B.S., 1982. Changes in Inorganic and Organic Soil Phosphorus Fractions Induced by Cultivation Practices and by Laboratory Incubations 1. *Soil Sci. Soc. Am. J.* **46**, 970–976.
- Helmke P. & Sparks D., 1996. Lithium, sodium, potassium, rubidium and cesium. In: Agronomy, S. science society of A.S. of ed. *Method of Soil Analysis. Part3. Chemical Methods*. Madison, 551–573.
- Homsy S., 2004. Influence des conditions physico-chimiques et biologiques sur les mécanismes de transformation et de distribution du phosphore minérale et organique dans des agrosystèmes de régions tempérées.
- Johnston A.E., 1989. The Value of Long-Term Experiments in Agricultural Research. *Sanborn F. Centen. A Celebr. 100 years Agric. Res.* 2–20.
- Johnston A.E., 2001. Principles of Crop Nutrition for Sustainable Food Production. *Proc. Int. Fertil. Society* **450**, 39.
- Johnston A.E. & Poulton P.R., 2018. The importance of long-term experiments in agriculture : their management to ensure continued crop production and soil fertility ; the Rothamsted experience. *Eur. J. Soil Sci.* **69**(January), 113–125.
- Johnston A.E., Poulton P.R., Fixen P.E. & Curtin D., 2014. Phosphorus : Its Efficient Use in Agriculture. In: *Advances in Agronomy*. Elsevier Inc., 177–228.
- Johnston A.E., Poulton P.R., White R.P. & Macdonald A.J., 2016. Determining the longer term decline in plant-available soil phosphorus from short-term measured values. *Soil Use Manag.* **32**, 151–161.
- Jouany C., Colomb B. & Bosc M., 1996. Long-term effects of potassium fertilization on yields and fertility status of calcareous soils of south-west France. *Eur. J. Agron.* **5**(3–4), 287–294.
- Kleinman P.J.A., Sharpley A.N., McDowell R.W., Flaten D.N., Buda A.R., Tao L., Bergstrom L. & Zhu Q., 2011. Managing agricultural phosphorus for water quality protection: Principles for progress. *Plant Soil* **349**(1–2), 169–182.
- Körschens M., 2006. The importance of long-term field experiments for soil science and environmental research – a review. *Plant Soil Environ.* **52**, 1–8.
- Lakanen E. & Erviö R., 1971. A comparison of eight extractants for the determination of plant available micronutrients in soils. *Acta Agral. Fenn.* **123**, 223–232.
- Lavelle P., Dugdale R., Scholes R., Berhe A.A., Carpenter E., Codispoti L., Izac A.-M., Lemoalle J., Luizao F., Scholes M., Tréguer P. & Ward B., 2005. Nutrient Cycling. In: Hassan, R., Scholes, R., Ash, N. eds. *Ecosystems and Humans Well-Being: Current State and Trends*. 331–353.
- Lee C.H., Park C.Y., Park K. Do, Jeon W.T. & Kim P.J., 2004. Long-term effects of fertilization on the forms and availability of soil phosphorus in rice paddy **56**, 299–304.
- MacDonald G.K., Bennett E.M., Potter P.A. & Ramankutty N., 2011. Agronomic phosphorus imbalances across the world's croplands. *Proc. Natl. Acad. Sci.* **108**(7), 3086–3091.
- Mathieu C. & Pieltain F., 2003. *Analyse chimique des sols: Méthodes choisies*.
- Menezes-blackburn D., Giles C., Darch T., George T.S., Blackwell M., Stutter M., Shand C., Lumsdon

- D., Cooper P. & Haygarth P.M., 2018. Opportunities for mobilizing recalcitrant phosphorus from agricultural soils : a review. *Plant Soil* 4275 5–16.
- Merbach W. & Deubel A., 2008. Long-term field experiments - Museum relics or scientific challenge? *Plant Soil Environ.* (March 2017).
- Motavalli P.P. & Miles R.J., 2002. Soil phosphorus fractions after 111 years of animal manure and fertilizer applications. *Biol. Fertil. Soils* **36**(1), 35–42.
- Murphy J. & Riley J.P., 1962. A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. *Anal. Chem.* **27**, 31–36.
- Perrott K.W., Maher F.M. & Thorrold B.S., 1989. Accumulation of phosphorus fractions in yellow-brown pumice soils with development. *New Zeal. J. Agric. Reserach* **32:1**, 53–62.
- Pinay G. (OSUR), Gascuel C. (Inra), Souchon Y. (Irstea), Ménesguen A. (Ifremer) & Le Moal M. (CNRS I. et O., 2017. Rapport de l'expertise scientifique collective (ESCo) sur l'eutrophisation - Manifestations, causes, conséquences et prédictibilité.
- Renneson M., Barbieux S. & Colinet G., 2016. Indicators of phosphorus status in soils: Significance and relevance for crop soils in Southern Belgium. A review. *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* **20**(S1), 257–272.
- Sample E.C., Soper R.J. & Racz G.J., 1980. Chapter 11 Reactions of Phosphate Fertilizers in Soils. *In: The Role of Phosphorus in Agriculture.* 263–310.
- Sardans J. & Peñuelas J., 2015. Potassium: A neglected nutrient in global change. *Glob. Ecol. Biogeogr.* **24**(3), 261–275.
- Sattari S.Z., Bouwman A.F., Giller K.E. & Ittersum M.K. Van, 2012. Residual soil phosphorus as the missing piece in the global phosphorus crisis puzzle **109**(16), 6348–6353.
- Schröder J.J., Cordell D., Smit A.L. & Rosemarin A., 2010. Sustainable use of phosphorus. *Wageningen Plant Res. Int.* (October), 140.
- Schroeder D., 1978. Structure and Weathering of Potassium Containing Minerals. *Proc. 11th Congr. Int. Potash Inst.* 43–108.
- Sharpley A. & Tunney H., 2000. Phosphorus Research Strategies to Meet Agricultural and Environmental Challenges of the 21st Century **181**, 176–181.
- Smil V., 2000. PHOSPHORUS IN THE ENVIRONMENT : Natural Flows and Human Interferences 53–88.
- Solomon, S., 2007. Fourth assessment report of the intergovernmental panel of climate change: the physical science basis. 996.
- SPW, 2019. L'agriculture wallonne en chiffres, 2019.
- STATBEL service public fédéral belge, 2018. No Title. <https://statbel.fgov.be/fr/themes/agriculture-peche/exploitations-agricoles-et-horticoles#figures>, (12/08/2019).
- Steen I., 1998. Phosphorus availability in the 21st century : Management of a non-renewable resource. *Phosphorus Potassium* **217**(Cl), 25–31.
- Syers J.K., Johnston A.E. & Curtin D., 2008. Efficiency of Soil and Fertilizer Phosphorus Use: Reconciling Changing Concepts of Soil Phosphorus Behaviour with Agronomic Information. By J. K. Syers, A. E. Johnston and D. Curtin. Rome: Food and Agricultural Organization of the United Nations (2008), p, FAO Fertilizer and Plant Nutrition Bulletin, 128.
- Syers K., Johnston A.E. & C D.C., 2010. A new perspective on the efficiency of phosphorus fertilizer use (August).

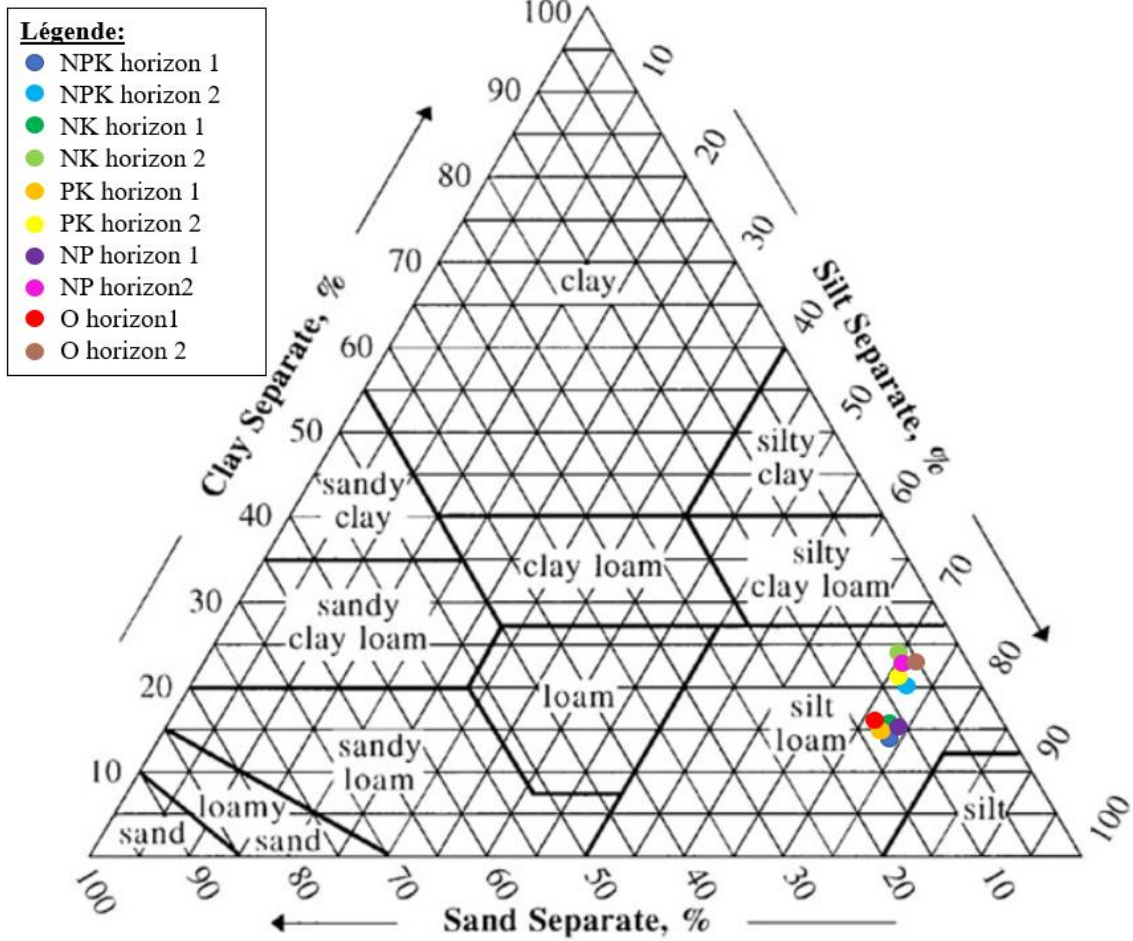
- Taiz L., Zeiger E., Moller I.M. & Murphy A., 2015. *Plant Physiology and Development*. Associates, S. ed.
- Tiessen H. & Moir J.O., 1993. Characterization of Available P by Sequential Extraction. In: Carter, M.R., Gregorich, E.G. eds. *Soil Sampling and Methods of Analysis*. 75–86.
- United Nations, 2019. *World Population Prospects 2019: Highlights*, New York.
- Van Vuuren D.P., Bouwman A.F. & Beusen A.H.W., 2010. Phosphorus demand for the 1970-2100 period: A scenario analysis of resource depletion. *Glob. Environ. Chang.* **20**(3), 428–439.
- Wang H.Y., Zhou J.M., Du C.W. & Chen X.Q., 2010. Potassium Fractions in Soils as Affected by Monocalcium Phosphate, Ammonium Sulfate, and Potassium Chloride Application. *Pedosphere* **20**(3), 368–377.
- Weil R.R. & Brady N.C., 2017. *The Nature and Properties of Soils*. Pearson ed., 1104.
- Wood L.K. & DeTurk E.E., 1941. The absorption of potassium in soils in non-replaceable forms. *Int. J. Am. Linguist.* **16**(4), 211–213.
- WRB I.W.G., 2015. World Reference Base for Soil Resources 2014, International soil classification system for naming soils and creating legends for soil maps. *World Soil Resour. Reports* (106).
- Zhao S., He P., Qiu S., Jia L., Liu M., Jin J. & Johnston A.M., 2014. Long-term effects of potassium fertilization and straw return on soil potassium levels and crop yields in north-central China. *F. Crop. Res.* **169**, 116–122.

ANNEXES

Annexe 1 : Succession de cultures de 1932 à 1975 des différentes séries de parcelles de l'essai longue durée.

Année	Série 1	Série 2	Série 3	Série 4
1932	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre	seigle
1933	pomme de terre	betterave sucrière	pomme de terre	pomme de terre
1934	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre	betterave sucrière
1935	pomme de terre	avoine	betterave sucrière	féverole
1936	pomme de terre	trèfle violet	maïs fourrager	pomme de terre
1937	pomme de terre	maïs grain	trèfle violet	betterave sucrière
1938	pomme de terre	betterave sucrière	trèfle violet	maïs fourrager
1939	pomme de terre	feverole	betterave sucrière	tabac
1940	pomme de terre	betterave sucrière	betterave sucrière	tabac
1941	pomme de terre	pomme de terre	pois	pois
1942	pomme de terre	pois	maïs grain	soja
1943	pomme de terre	maïs grain	pois	soja
1944	pomme de terre	pois	maïs grain	soja
1945	pomme de terre	pomme de terre	maïs grain	soja
1946	pomme de terre	betterave fourragère	maïs grain	soja
1947	pomme de terre	maïs grain	féverole	soja
1948	pomme de terre	pois	féverole	soja
1949	pomme de terre	pavot	féverole	betterave fourragère
1950	pomme de terre	betterave fourragère	féverole	pavot
1951	pomme de terre	pavot	féverole	betterave fourragère
1952	pomme de terre	pavot	féverole	betterave fourragère
1953	pomme de terre	betterave fourragère	féverole	maïs grain
1954	pomme de terre	maïs grain	féverole	betterave fourragère
1955	pomme de terre	betterave sucrière	féverole	maïs grain
1956	pomme de terre	maïs grain	féverole	betterave sucrière
1957	pomme de terre	betterave sucrière	féverole	maïs grain
1958	pomme de terre	maïs	féverole	betterave sucrière
1959	pomme de terre	betterave sucrière	féverole	maïs grain
1960	pomme de terre	maïs grain	prairie	betterave sucrière
1961	pomme de terre	chou fourrager	prairie	maïs grain
1962	pomme de terre	pomme de terre	prairie	pomme de terre
1963	pomme de terre	maïs fourrager	prairie	tournesol
1964	pomme de terre	tournesol	prairie	maïs grain
1965	pomme de terre	pomme de terre	prairie	pomme de terre
1966	pomme de terre	pomme de terre	prairie	pomme de terre
1967	pomme de terre	pomme de terre	prairie	pomme de terre
1968	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre
1969	orge de printemps	orge de printemps	orge de printemps	orge de printemps
1970	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre
1971	pomme de terre	haricot	pomme de terre	haricot
1972	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre
1973	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre
1974	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre	pomme de terre
1975	pomme de terre	haricot	pomme de terre	pomme de terre

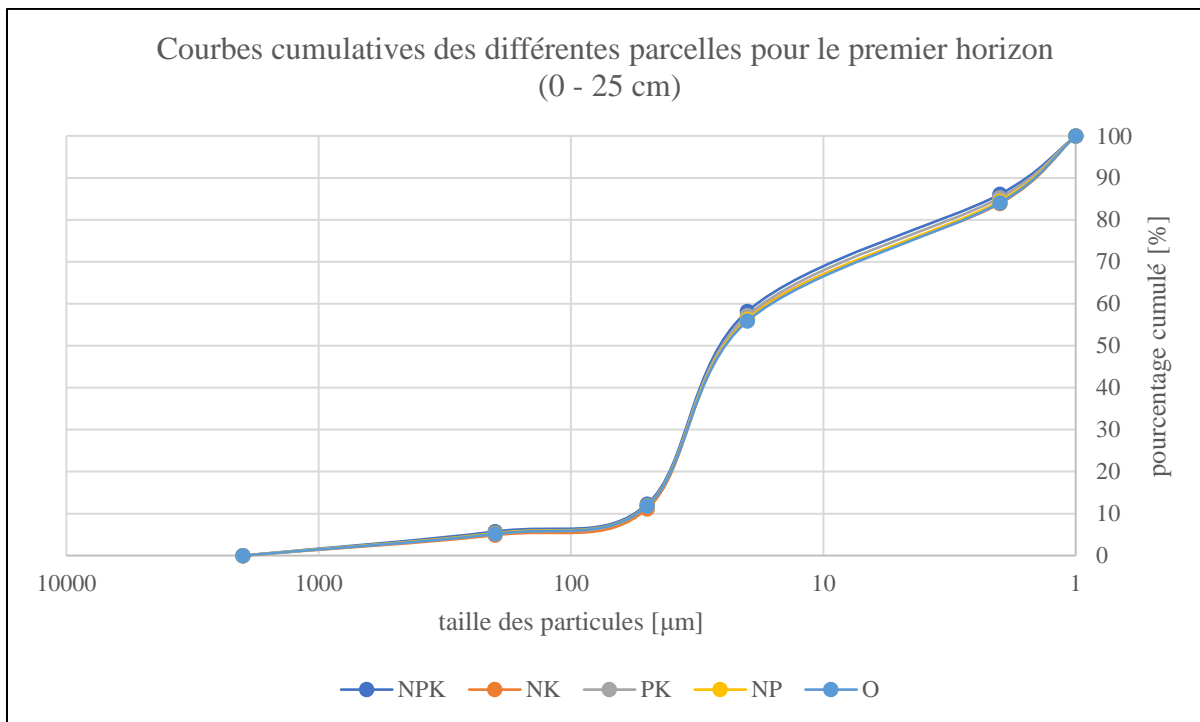
Annexe 2 : triangle textural



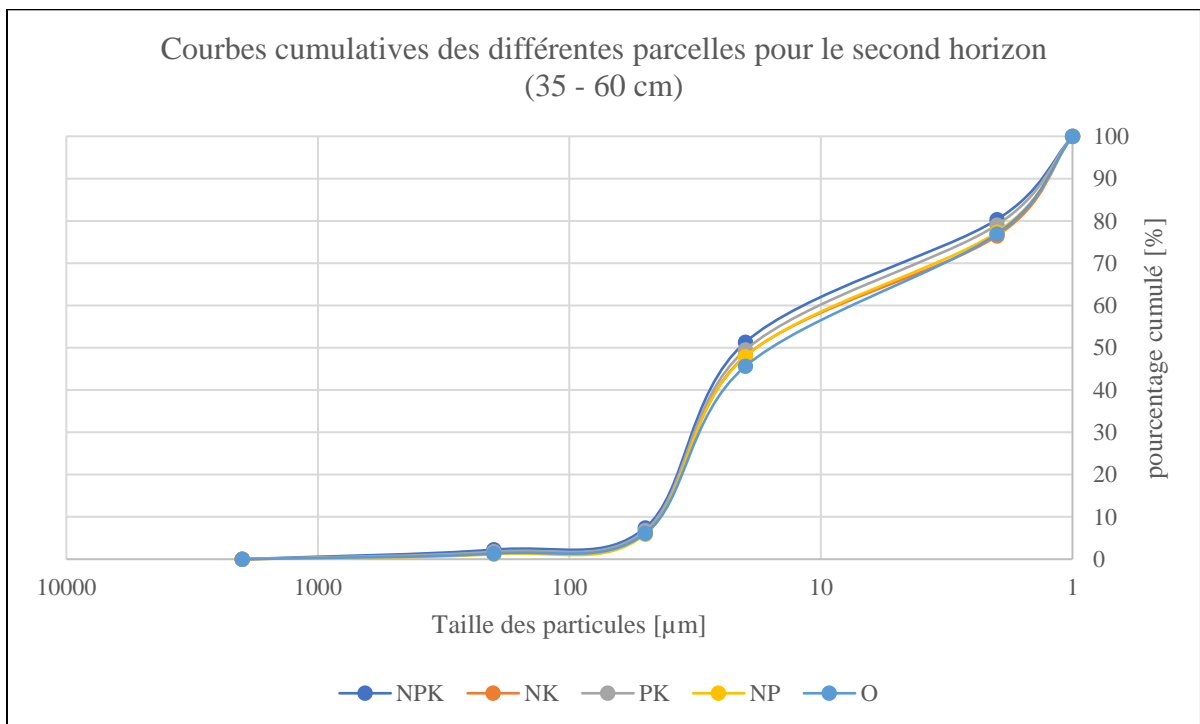
Source : https://www.nrcs.usda.gov/wps/portal/nrcs/detail/soils/survey/?cid=nrcs142p2_054167, consulté le 16/07/19

Annexe 3 : Courbes cumulatives pour les granulométries de toutes les parcelles pour les 2 horizons.

Premier horizon :



Second horizon :



Annexe 4 : moyennes obtenues pour le P total, le P inorganique et le P organique, écarts-types correspondants et lettre attribuée suite au test de Fisher

Premier horizon (0-25 cm) :

		NPK	PK	NK	NP	O
P organique [mg/100g]	moyenne	18,51	15,20	15,32	18,49	13,65
	écart-type	8,00	4,29	6,19	2,04	5,40
	groupe	a	a	a	a	a
P inorganique [mg/100g]	moyenne	74,98	71,72	56,56	68,89	65,07
	écart-type	1,13	3,66	0,99	2,72	2,20
	groupe	a	ab	d	bc	c
P total [mg/100g]	moyenne	93,49	86,91	71,87	87,38	78,72
	écart-type	7,79	0,67	7,17	3,81	5,66
	groupe	a	ab	c	ab	bc

Deuxième horizon (35-60 cm) :

		NPK	PK	NK	NP	O
P organique [mg/100g]	moyenne	13,36	9,44	15,49	4,13	9,01
	écart-type	1,82	3,98	3,99	9,08	0,54
	groupe	a	ab	a	b	ab
P inorganique [mg/100g]	moyenne	45,05	44,16	36,52	43,82	42,10
	écart-type	5,89	1,52	1,78	2,53	2,63
	groupe	a	a	b	a	ab
P total [mg/100g]	moyenne	58,41	53,60	52,01	47,95	51,11
	écart-type	5,08	3,31	4,45	8,53	2,64
	groupe	a	ab	ab	b	ab

Rem : pour le second horizon, la valeur du P organique pour la parcelle NP est inférieure à l'écart-type. Cela est dû au fait que lors des manipulations, une valeur de P inorganique plus grande que le P total a été obtenue pour une des répétitions. Cela a induit une valeur négative de P organique, expliquant l'important écart-type. Cela explique également que le P total de la parcelle NP est faible.

Annexe 5 : moyennes obtenues pour le P total, le P inorganique et le P organique en 1961 (Hanotiaux), 1980 (Dethy) et 2019 (Hanotiaux)

		NPK	PK	NK	NP	O
Phosphore inorganique [mg/100g]	1961	55,52	53,47	45,97	65,45	54,74
	1980	58,36	68,82	60,79	67,93	62,36
	2019	62,64	59,44	51,50	55,64	48,16
Phosphore organique [mg/100g]	1961	58,29	62,41	36,84	60,54	54,70
	1980	41,90	38,01	28,23	38,27	37,29
	2019	30,85	27,47	20,37	31,75	30,56
Phosphore total [mg/100g]	1961	113,81	115,88	82,82	125,99	109,44
	1980	100,27	106,83	89,02	106,20	99,64
	2019	93,49	86,91	71,87	87,38	78,72

Annexe 6 : moyennes obtenues pour les différentes fractions de P inorganique, écarts-types correspondant et lettre attribuée à la suite du test de Fisher

Premier horizon :

		NPK	PK	NK	NP	O
P soluble et facilement échangeable [mg/100g]	moyenne	0,91	1,00	0,76	1,10	0,76
	écart-type	0,07	0,14	0,03	0,15	0,05
	groupe	bc	ab	c	a	c
Phosphates d'aluminium [mg/100g]	moyenne	18,16	15,22	11,38	13,73	10,14
	écart-type	2,03	2,30	0,20	1,80	0,63
	groupe	a	ab	cd	bc	d
Phosphates de fer [mg/100g]	moyenne	31,78	32,74	31,26	29,34	27,11
	écart-type	3,00	1,19	3,63	3,50	3,60
	groupe	a	a	a	a	a
Phosphates de calcium [mg/100g]	moyenne	11,80	10,47	8,09	11,47	10,14
	écart-type	0,38	0,07	1,05	0,63	1,87
	groupe	a	a	b	a	a
Phosphates de fer occlus [mg/100g]	moyenne	5,93	6,55	6,51	7,18	9,25
	écart-type	2,11	1,11	1,45	3,18	1,11
	groupe	a	a	a	a	a

Deuxième horizon :

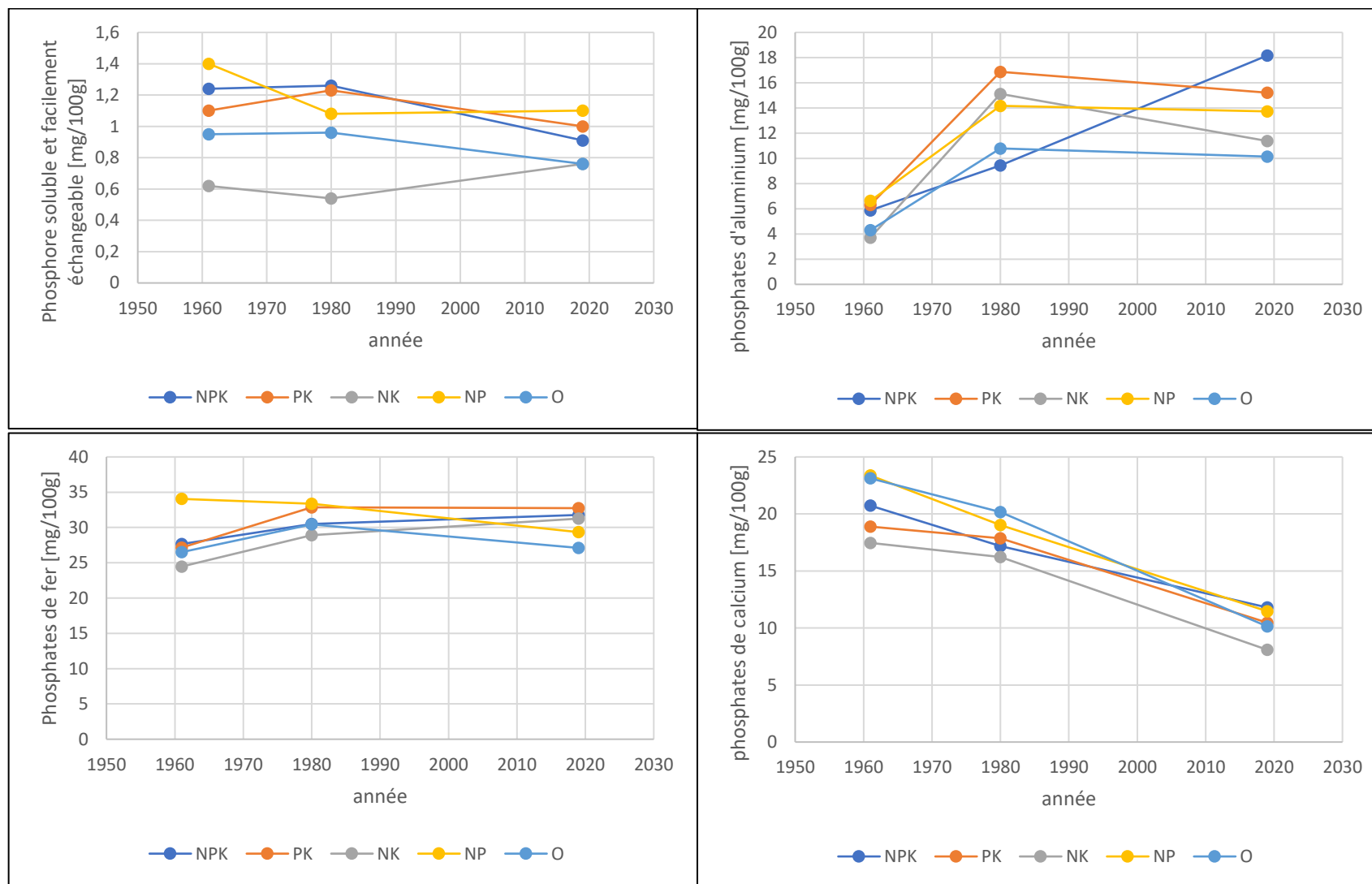
		NPK	PK	NK	NP	O
P soluble et facilement échangeable [mg/100g]	moyenne	0,33	0,31	0,31	0,31	0,31
	écart-type	0,07	0,00	0,00	0,00	0,00
	groupe	---	---	---	---	---
Phosphates d'aluminium [mg/100g]	moyenne	7,57	6,52	3,94	5,79	4,93
	écart-type	1,52	0,29	0,67	0,69	0,41
	groupe	a	ab	d	bc	cd
Phosphates de fer [mg/100g]	moyenne	14,69	19,46	14,23	16,35	8,79
	écart-type	8,24	3,46	1,69	2,48	6,22
	groupe	ab	a	ab	ab	b
Phosphates de calcium [mg/100g]	moyenne	5,36	4,53	4,26	4,92	5,36
	écart-type	0,85	1,71	1,13	1,50	0,77
	groupe	a	a	a	a	a
Phosphates de fer occlus [mg/100g]	moyenne	7,44	8,27	8,74	8,26	10,78
	écart-type	2,15	1,21	2,18	5,36	1,25
	groupe	a	a	a	a	a

Rem : P soluble et facilement échangeable du second horizon : mis à part le NPK, les autres étaient tous sous la limite de détection qui est de 0,3125. Cela explique pourquoi les écarts-types sont égaux à 0,00.

Annexe 7 : données obtenues pour la quantification des différentes fractions de P inorganique pour le premier horizon en 1961 (Hanotiaux), 1980 (Dethy) et 2019.

	NPK			PK			NK			NP			O		
	1961	1980	2019	1961	1980	2019	1961	1980	2019	1961	1980	2019	1961	1980	2019
Phosphore soluble et facilement échangeable [mg/100g]	1,24	1,26	0,91	1,10	1,23	1,00	0,62	0,54	0,76	1,40	1,08	1,10	0,95	0,96	0,76
Phosphates d'aluminium [mg/100g]	5,88	9,45	18,16	6,31	16,87	15,22	3,71	15,12	11,38	6,63	14,47	13,73	4,30	10,79	10,14
Phosphates de fer [mg/100g]	27,66	30,49	31,78	27,15	32,86	32,74	24,47	28,91	31,26	34,05	33,36	29,34	26,51	30,44	27,11
Phosphates de calcium [mg/100g]	20,73	17,17	11,80	18,89	17,87	10,47	17,46	16,22	8,09	23,37	19,02	11,47	23,12	20,17	10,14

Annexe 8 : Représentation des données obtenues pour la quantification des différentes fractions (P soluble et facilement échangeable, phosphates d'aluminium, phosphates de fer et phosphates de calcium) de P inorganique pour le premier horizon au cours du temps (1961 (Hanotiaux), 1980 (Dethy) et 2019).



Annexe 9 : Données associées aux résultats du potassium total

Parcelle	Profondeur [cm]	potassium total [mg/100g]		
		moyenne	écart-type	groupe
NPK	0 - 25	1519,00	30,22	ab
	35 - 60	1608,93	37,95	a
PK	0 - 25	1528,20	34,38	a
	35 - 60	1599,33	53,61	a
NK	0 - 25	1523,23	41,35	a
	35 - 60	1585,37	28,69	a
NP	0 - 25	1455,37	2,34	b
	35 - 60	1563,75	39,57	a
O	0 - 25	1484,59	48,87	ab
	35 - 60	1565,50	5,03	a

Annexe 10 : Données associées aux résultats du potassium total en 1961 et en 2019 pour le premier horizon

Parcelle	année	Potassium total mg/100g
NPK	1961	1811,63
	2019	1519,00
PK	1961	1746,46
	2019	1528,20
NK	1961	1766,01
	2019	1523,23
NP	1961	1726,91
	2019	1455,37
O	1961	1792,08
	2019	1484,59

Annexe 11 : moyennes obtenues pour les différentes fractions de potassium, écarts-types correspondant et lettre attribuée à la suite du test de Fisher

Premier horizon :

		NPK	PK	NK	NP	O
K soluble [mg/100g]	moyenne	5,78	5,81	4,02	2,02	2,31
	écart-type	0,30	0,10	0,57	0,33	0,21
	groupe	a	a	b	c	c
K échangeable [mg/100g]	moyenne	13,28	14,36	12,58	4,51	5,64
	écart-type	0,43	0,35	0,82	1,60	0,30
	groupe	ab	a	b	c	c
K échangeable & une partie du K fixé [mg/100g]	moyenne	19,35	18,64	17,61	7,96	7,00
	écart-type	1,78	0,42	1,85	1,14	0,07
	groupe	a	a	a	b	b
K fixé [mg/100g]	moyenne	58,95	62,74	58,34	54,45	56,65
	écart-type	3,04	1,42	4,08	1,32	4,75
	groupe	ab	a	ab	b	b
Krésiduel [mg/100g]	moyenne	1440,99	1445,28	1448,29	1394,39	1419,99
	écart-type	32,70	33,45	38,45	4,14	48,41
	groupe	a	a	a	a	a

Second horizon :

		NPK	PK	NK	NP	O
K soluble [mg/100g]	moyenne	2,38	2,70	3,98	< 1,6	< 1,6
	écart-type	0,32	0,66	4,28	0,10	0,11
	groupe	a	a	a	a	a
K échangeable [mg/100g]	moyenne	11,53	8,47	6,83	2,89	3,12
	écart-type	6,04	0,10	0,58	1,16	1,25
	groupe	a	a	ab	b	b
K échangeable & une partie du K fixé [mg/100g]	moyenne	11,14	14,58	8,93	8,43	10,05
	écart-type	2,43	0,69	3,90	2,44	0,23
	groupe	ab	a	b	b	b
K fixé [mg/100g]	moyenne	58,01	66,23	63,35	60,88	64,16
	écart-type	5,08	4,83	0,99	2,88	0,91
	groupe	b	a	ab	ab	ab
Krésiduel [mg/100g]	moyenne	1537,01	1521,93	1511,21	1498,94	1497,15
	écart-type	37,00	58,96	23,94	38,23	5,37
	groupe	a	a	a	a	a

Annexe 12 : résultats relatifs à la quantification des différentes formes de potassium pour le premier horizon en 1961 et en 2019

	NPK		PK		NK		NP		O	
	1961	2019	1961	2019	1961	2019	1961	2019	1961	2019
Potassium échangeable [mg/100g]	5,87	13,28	9,49	14,36	6,06	12,58	1,83	4,51	2,08	5,64
Potassium fixé [mg/100g]	55,51	58,95	58,74	62,74	53,18	58,34	43,96	54,45	46,02	56,65
Potassium résiduel [mg/100g]	1750,25	1440,99	1678,25	1445,28	1706,71	1448,29	1681,16	1394,39	1744,00	1419,99

Annexe 13 : Résultats des tests statistiques réalisés sur Minitab. Analyse de la variance à 1 facteur de classification (AV1). Chaque élément est testé en fonction de la modalité de fertilisation, c'est-à-dire en fonction des différentes parcelles. La mention H1 pour désigne le premier horizon et la mention H2 désigne le second horizon.

Paramètres physico-chimiques :

Elément analysé	Test d'égalité des variances	Tableau d'analyse de la variance																																	
Azote total (H1)	<p>Tests</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Method</th> <th>Test Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,10</td> <td>0,407</td> </tr> </tbody> </table>	Method	Test Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,000	Levene	1,10	0,407	<p>Analysis of Variance</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>0,000782</td> <td>0,000196</td> <td>1,12</td> <td>0,401</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>0,001748</td> <td>0,000175</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>0,002531</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	0,000782	0,000196	1,12	0,401	Error	10	0,001748	0,000175			Total	14	0,002531			
Method	Test Statistic	P-Value																																	
Multiple comparisons	-	0,000																																	
Levene	1,10	0,407																																	
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																														
modalité	4	0,000782	0,000196	1,12	0,401																														
Error	10	0,001748	0,000175																																
Total	14	0,002531																																	
Azote total (H2)	<p>Tests</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Method</th> <th>Test Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,229</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,44</td> <td>0,779</td> </tr> </tbody> </table>	Method	Test Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,229	Levene	0,44	0,779	<p>Analysis of Variance</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>0,000026</td> <td>0,000007</td> <td>0,30</td> <td>0,871</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>0,000218</td> <td>0,000022</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>0,000244</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	0,000026	0,000007	0,30	0,871	Error	10	0,000218	0,000022			Total	14	0,000244			
Method	Test Statistic	P-Value																																	
Multiple comparisons	-	0,229																																	
Levene	0,44	0,779																																	
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																														
modalité	4	0,000026	0,000007	0,30	0,871																														
Error	10	0,000218	0,000022																																
Total	14	0,000244																																	
pH _{KCl} (H1)	<p>Tests</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Method</th> <th>Test Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,751</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,32</td> <td>0,861</td> </tr> </tbody> </table>	Method	Test Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,751	Levene	0,32	0,861	<p>Analysis of Variance</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>0,13784</td> <td>0,034460</td> <td>16,95</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>0,02033</td> <td>0,002033</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>0,15817</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	0,13784	0,034460	16,95	0,000	Error	10	0,02033	0,002033			Total	14	0,15817			
Method	Test Statistic	P-Value																																	
Multiple comparisons	-	0,751																																	
Levene	0,32	0,861																																	
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																														
modalité	4	0,13784	0,034460	16,95	0,000																														
Error	10	0,02033	0,002033																																
Total	14	0,15817																																	
pH _{KCl} (H2)	<p>Tests</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Method</th> <th>Test Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,75</td> <td>0,582</td> </tr> </tbody> </table>	Method	Test Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,000	Levene	0,75	0,582	<p>Analysis of Variance</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>0,6123</td> <td>0,1531</td> <td>0,71</td> <td>0,601</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>2,1454</td> <td>0,2145</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>2,7577</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	0,6123	0,1531	0,71	0,601	Error	10	2,1454	0,2145			Total	14	2,7577			
Method	Test Statistic	P-Value																																	
Multiple comparisons	-	0,000																																	
Levene	0,75	0,582																																	
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																														
modalité	4	0,6123	0,1531	0,71	0,601																														
Error	10	2,1454	0,2145																																
Total	14	2,7577																																	
Carbone organique (H1)	<p>Tests</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Method</th> <th>Test Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,295</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,50</td> <td>0,735</td> </tr> </tbody> </table>	Method	Test Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,295	Levene	0,50	0,735	<p>Analysis of Variance</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>3,610</td> <td>0,9026</td> <td>0,21</td> <td>0,929</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>43,649</td> <td>4,3649</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>47,260</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	3,610	0,9026	0,21	0,929	Error	10	43,649	4,3649			Total	14	47,260			
Method	Test Statistic	P-Value																																	
Multiple comparisons	-	0,295																																	
Levene	0,50	0,735																																	
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																														
modalité	4	3,610	0,9026	0,21	0,929																														
Error	10	43,649	4,3649																																
Total	14	47,260																																	
Carbone organique (H2)	<p>Tests</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Method</th> <th>Test Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,176</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,52</td> <td>0,723</td> </tr> </tbody> </table>	Method	Test Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,176	Levene	0,52	0,723	<p>Analysis of Variance</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>6,871</td> <td>1,718</td> <td>1,48</td> <td>0,280</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>11,630</td> <td>1,163</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>18,501</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	6,871	1,718	1,48	0,280	Error	10	11,630	1,163			Total	14	18,501			
Method	Test Statistic	P-Value																																	
Multiple comparisons	-	0,176																																	
Levene	0,52	0,723																																	
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																														
modalité	4	6,871	1,718	1,48	0,280																														
Error	10	11,630	1,163																																
Total	14	18,501																																	

Ratio C/N (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Method</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td></td> <td>0,179</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,58</td> <td></td> <td>0,685</td> </tr> </tbody> </table>		Test	Statistic	P-Value	Method				Multiple comparisons	-		0,179	Levene	0,58		0,685	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>13,79</td> <td>3,447</td> <td>0,58</td> <td>0,684</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>59,43</td> <td>5,943</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>73,21</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	13,79	3,447	0,58	0,684	Error	10	59,43	5,943			Total	14	73,21			
	Test	Statistic	P-Value																																							
Method																																										
Multiple comparisons	-		0,179																																							
Levene	0,58		0,685																																							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	13,79	3,447	0,58	0,684																																					
Error	10	59,43	5,943																																							
Total	14	73,21																																								
Ratio C/N (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Method</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td></td> <td>0,266</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,99</td> <td></td> <td>0,457</td> </tr> </tbody> </table>		Test	Statistic	P-Value	Method				Multiple comparisons	-		0,266	Levene	0,99		0,457	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>23,33</td> <td>5,832</td> <td>2,97</td> <td>0,074</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>19,62</td> <td>1,962</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>42,95</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	23,33	5,832	2,97	0,074	Error	10	19,62	1,962			Total	14	42,95			
	Test	Statistic	P-Value																																							
Method																																										
Multiple comparisons	-		0,266																																							
Levene	0,99		0,457																																							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	23,33	5,832	2,97	0,074																																					
Error	10	19,62	1,962																																							
Total	14	42,95																																								
CEC (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Method</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td></td> <td>0,004</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>2,02</td> <td></td> <td>0,167</td> </tr> </tbody> </table>		Test	Statistic	P-Value	Method				Multiple comparisons	-		0,004	Levene	2,02		0,167	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>28,374</td> <td>7,0934</td> <td>17,78</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>3,990</td> <td>0,3990</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>32,364</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	28,374	7,0934	17,78	0,000	Error	10	3,990	0,3990			Total	14	32,364			
	Test	Statistic	P-Value																																							
Method																																										
Multiple comparisons	-		0,004																																							
Levene	2,02		0,167																																							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	28,374	7,0934	17,78	0,000																																					
Error	10	3,990	0,3990																																							
Total	14	32,364																																								
CEC (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Method</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td></td> <td>0,003</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,66</td> <td></td> <td>0,236</td> </tr> </tbody> </table>		Test	Statistic	P-Value	Method				Multiple comparisons	-		0,003	Levene	1,66		0,236	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>59,085</td> <td>14,7713</td> <td>27,99</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>5,277</td> <td>0,5277</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>64,363</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	59,085	14,7713	27,99	0,000	Error	10	5,277	0,5277			Total	14	64,363			
	Test	Statistic	P-Value																																							
Method																																										
Multiple comparisons	-		0,003																																							
Levene	1,66		0,236																																							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	59,085	14,7713	27,99	0,000																																					
Error	10	5,277	0,5277																																							
Total	14	64,363																																								

Eléments biodisponibles :

Elément analysé	Test d'égalité des variances	Tableau d'analyse de la variance																																								
P biodisponible (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Method</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td></td> <td>0,352</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,32</td> <td></td> <td>0,857</td> </tr> </tbody> </table>		Test	Statistic	P-Value	Method				Multiple comparisons	-		0,352	Levene	0,32		0,857	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>38,761</td> <td>9,6902</td> <td>31,62</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>3,064</td> <td>0,3064</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>41,825</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	38,761	9,6902	31,62	0,000	Error	10	3,064	0,3064			Total	14	41,825			
	Test	Statistic	P-Value																																							
Method																																										
Multiple comparisons	-		0,352																																							
Levene	0,32		0,857																																							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	38,761	9,6902	31,62	0,000																																					
Error	10	3,064	0,3064																																							
Total	14	41,825																																								
P biodisponible (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Method</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td></td> <td>0,106</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,98</td> <td></td> <td>0,460</td> </tr> </tbody> </table>		Test	Statistic	P-Value	Method				Multiple comparisons	-		0,106	Levene	0,98		0,460	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>2,454</td> <td>0,6135</td> <td>5,66</td> <td>0,012</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>1,084</td> <td>0,1084</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>3,538</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	2,454	0,6135	5,66	0,012	Error	10	1,084	0,1084			Total	14	3,538			
	Test	Statistic	P-Value																																							
Method																																										
Multiple comparisons	-		0,106																																							
Levene	0,98		0,460																																							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	2,454	0,6135	5,66	0,012																																					
Error	10	1,084	0,1084																																							
Total	14	3,538																																								
K biodisponible (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Method</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td></td> <td>0,261</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,77</td> <td></td> <td>0,571</td> </tr> </tbody> </table>		Test	Statistic	P-Value	Method				Multiple comparisons	-		0,261	Levene	0,77		0,571	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>512,62</td> <td>128,155</td> <td>110,91</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>11,56</td> <td>1,156</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>524,17</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	512,62	128,155	110,91	0,000	Error	10	11,56	1,156			Total	14	524,17			
	Test	Statistic	P-Value																																							
Method																																										
Multiple comparisons	-		0,261																																							
Levene	0,77		0,571																																							
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	512,62	128,155	110,91	0,000																																					
Error	10	11,56	1,156																																							
Total	14	524,17																																								

K biodisponible (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th colspan="2">Test</th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,001</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,63</td> <td>0,654</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,001	Levene	0,63	0,654	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>233,1</td> <td>58,27</td> <td>4,14</td> <td>0,031</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>140,8</td> <td>14,08</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>373,9</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	233,1	58,27	4,14	0,031	Error	10	140,8	14,08			Total	14	373,9			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,001																																				
Levene	0,63	0,654																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	233,1	58,27	4,14	0,031																																	
Error	10	140,8	14,08																																			
Total	14	373,9																																				
Mg biodisponible (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th colspan="2">Test</th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,511</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,56</td> <td>0,698</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,511	Levene	0,56	0,698	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>85,299</td> <td>21,3247</td> <td>79,72</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>2,675</td> <td>0,2675</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>87,974</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	85,299	21,3247	79,72	0,000	Error	10	2,675	0,2675			Total	14	87,974			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,511																																				
Levene	0,56	0,698																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	85,299	21,3247	79,72	0,000																																	
Error	10	2,675	0,2675																																			
Total	14	87,974																																				
Mg biodisponible (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th colspan="2">Test</th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,167</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,76</td> <td>0,574</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,167	Levene	0,76	0,574	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>49,31</td> <td>12,328</td> <td>9,35</td> <td>0,002</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>13,19</td> <td>1,319</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>62,50</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	49,31	12,328	9,35	0,002	Error	10	13,19	1,319			Total	14	62,50			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,167																																				
Levene	0,76	0,574																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	49,31	12,328	9,35	0,002																																	
Error	10	13,19	1,319																																			
Total	14	62,50																																				
Na biodisponible (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th colspan="2">Test</th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,421</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,30</td> <td>0,870</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,421	Levene	0,30	0,870	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>0,9934</td> <td>0,2484</td> <td>1,76</td> <td>0,213</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>1,4096</td> <td>0,1410</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>2,4031</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	0,9934	0,2484	1,76	0,213	Error	10	1,4096	0,1410			Total	14	2,4031			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,421																																				
Levene	0,30	0,870																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	0,9934	0,2484	1,76	0,213																																	
Error	10	1,4096	0,1410																																			
Total	14	2,4031																																				
Na biodisponible (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th colspan="2">Test</th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,001</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,98</td> <td>0,461</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,001	Levene	0,98	0,461	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>48,73</td> <td>12,18</td> <td>0,96</td> <td>0,468</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>126,36</td> <td>12,64</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>175,09</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	48,73	12,18	0,96	0,468	Error	10	126,36	12,64			Total	14	175,09			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,001																																				
Levene	0,98	0,461																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	48,73	12,18	0,96	0,468																																	
Error	10	126,36	12,64																																			
Total	14	175,09																																				
Ca biodisponible (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th colspan="2">Test</th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,614</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,34</td> <td>0,843</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,614	Levene	0,34	0,843	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>5232,1</td> <td>1308,03</td> <td>61,20</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>213,7</td> <td>21,37</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>5445,8</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	5232,1	1308,03	61,20	0,000	Error	10	213,7	21,37			Total	14	5445,8			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,614																																				
Levene	0,34	0,843																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	5232,1	1308,03	61,20	0,000																																	
Error	10	213,7	21,37																																			
Total	14	5445,8																																				
Ca biodisponible (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th colspan="2">Test</th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,084</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,73</td> <td>0,591</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,084	Levene	0,73	0,591	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>16696</td> <td>4174</td> <td>3,51</td> <td>0,049</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>11882</td> <td>1188</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>28578</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	16696	4174	3,51	0,049	Error	10	11882	1188			Total	14	28578			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,084																																				
Levene	0,73	0,591																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	16696	4174	3,51	0,049																																	
Error	10	11882	1188																																			
Total	14	28578																																				

Fe biodisponible (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,695</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,22</td> <td>0,921</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,695	Levene	0,22	0,921	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>17849</td> <td>4462,3</td> <td>29,23</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>1527</td> <td>152,7</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>19376</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	17849	4462,3	29,23	0,000	Error	10	1527	152,7			Total	14	19376			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,695																																				
Levene	0,22	0,921																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	17849	4462,3	29,23	0,000																																	
Error	10	1527	152,7																																			
Total	14	19376																																				
Fe biodisponible (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,690</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,38</td> <td>0,817</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,690	Levene	0,38	0,817	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>1264</td> <td>315,9</td> <td>2,07</td> <td>0,160</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>1524</td> <td>152,4</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>2788</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	1264	315,9	2,07	0,160	Error	10	1524	152,4			Total	14	2788			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,690																																				
Levene	0,38	0,817																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	1264	315,9	2,07	0,160																																	
Error	10	1524	152,4																																			
Total	14	2788																																				
Mn biodisponible (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,792</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,17</td> <td>0,950</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,792	Levene	0,17	0,950	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>2192,6</td> <td>548,15</td> <td>14,22</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>385,5</td> <td>38,55</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>2578,1</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	2192,6	548,15	14,22	0,000	Error	10	385,5	38,55			Total	14	2578,1			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,792																																				
Levene	0,17	0,950																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	2192,6	548,15	14,22	0,000																																	
Error	10	385,5	38,55																																			
Total	14	2578,1																																				
Mn biodisponible(H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,245</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,39</td> <td>0,811</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,245	Levene	0,39	0,811	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>7211</td> <td>1802,8</td> <td>10,25</td> <td>0,001</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>1758</td> <td>175,8</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>8969</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	7211	1802,8	10,25	0,001	Error	10	1758	175,8			Total	14	8969			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,245																																				
Levene	0,39	0,811																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	7211	1802,8	10,25	0,001																																	
Error	10	1758	175,8																																			
Total	14	8969																																				

Etude de la dynamique du phosphore :

Elément analysé	Test d'égalité des variances	Tableau d'analyse de la variance																																				
P total (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,033</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,35</td> <td>0,838</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,033	Levene	0,35	0,838	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>853,4</td> <td>213,34</td> <td>6,70</td> <td>0,00</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>318,6</td> <td>31,86</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>1171,9</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	853,4	213,34	6,70	0,00	Error	10	318,6	31,86			Total	14	1171,9			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,033																																				
Levene	0,35	0,838																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	853,4	213,34	6,70	0,00																																	
Error	10	318,6	31,86																																			
Total	14	1171,9																																				
P total (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,549</td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,51</td> <td>0,732</td> </tr> </tbody> </table>		Test		Method	Statistic	P-Value	Multiple comparisons	-	0,549	Levene	0,51	0,732	<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>177,1</td> <td>44,26</td> <td>1,62</td> <td>0,243</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>272,5</td> <td>27,25</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>449,6</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	177,1	44,26	1,62	0,243	Error	10	272,5	27,25			Total	14	449,6			
	Test																																					
Method	Statistic	P-Value																																				
Multiple comparisons	-	0,549																																				
Levene	0,51	0,732																																				
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																	
modalité	4	177,1	44,26	1,62	0,243																																	
Error	10	272,5	27,25																																			
Total	14	449,6																																				

P inorga- nique (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,425</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,77</td> <td>0,568</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,425		Levene	0,77	0,568		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>604,23</td> <td>151,059</td> <td>27,06</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>55,83</td> <td>5,583</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>660,06</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	604,23	151,059	27,06	0,000	Error	10	55,83	5,583			Total	14	660,06			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,425																																								
Levene	0,77	0,568																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	604,23	151,059	27,06	0,000																																					
Error	10	55,83	5,583																																							
Total	14	660,06																																								
P inorga- nique (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,434</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,47</td> <td>0,754</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,434		Levene	0,47	0,754		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>140,5</td> <td>35,12</td> <td>3,28</td> <td>0,058</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>107,0</td> <td>10,70</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>247,5</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	140,5	35,12	3,28	0,058	Error	10	107,0	10,70			Total	14	247,5			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,434																																								
Levene	0,47	0,754																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	140,5	35,12	3,28	0,058																																					
Error	10	107,0	10,70																																							
Total	14	247,5																																								
P orga- nique (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,432</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,36</td> <td>0,833</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,432		Levene	0,36	0,833		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>56,53</td> <td>14,13</td> <td>0,46</td> <td>0,764</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>307,97</td> <td>30,80</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>364,50</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	56,53	14,13	0,46	0,764	Error	10	307,97	30,80			Total	14	364,50			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,432																																								
Levene	0,36	0,833																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	56,53	14,13	0,46	0,764																																					
Error	10	307,97	30,80																																							
Total	14	364,50																																								
P orga- nique (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,013</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,53</td> <td>0,715</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,013		Levene	0,53	0,715		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>230,4</td> <td>57,59</td> <td>2,45</td> <td>0,115</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>235,5</td> <td>23,55</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>465,9</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	230,4	57,59	2,45	0,115	Error	10	235,5	23,55			Total	14	465,9			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,013																																								
Levene	0,53	0,715																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	230,4	57,59	2,45	0,115																																					
Error	10	235,5	23,55																																							
Total	14	465,9																																								
P so- luble (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,246</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,69</td> <td>0,616</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,246		Levene	0,69	0,616		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>0,26532</td> <td>0,066329</td> <td>6,69</td> <td>0,007</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>0,09919</td> <td>0,009919</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>0,36451</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	0,26532	0,066329	6,69	0,007	Error	10	0,09919	0,009919			Total	14	0,36451			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,246																																								
Levene	0,69	0,616																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	0,26532	0,066329	6,69	0,007																																					
Error	10	0,09919	0,009919																																							
Total	14	0,36451																																								
P so- luble (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,000</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,33</td> <td>0,324</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,000		Levene	1,33	0,324		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>0,11313</td> <td>0,028282</td> <td>5,69</td> <td>0,012</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>0,04973</td> <td>0,004973</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>0,16286</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	0,11313	0,028282	5,69	0,012	Error	10	0,04973	0,004973			Total	14	0,16286			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,000																																								
Levene	1,33	0,324																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	0,11313	0,028282	5,69	0,012																																					
Error	10	0,04973	0,004973																																							
Total	14	0,16286																																								
P-AI (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,027</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,58</td> <td>0,686</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,027		Levene	0,58	0,686		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>120,76</td> <td>30,190</td> <td>11,50</td> <td>0,001</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>26,25</td> <td>2,625</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>147,01</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	120,76	30,190	11,50	0,001	Error	10	26,25	2,625			Total	14	147,01			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,027																																								
Levene	0,58	0,686																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	120,76	30,190	11,50	0,001																																					
Error	10	26,25	2,625																																							
Total	14	147,01																																								
P-AI (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,272</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,43</td> <td>0,783</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,272		Levene	0,43	0,783		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>23,622</td> <td>5,9055</td> <td>8,50</td> <td>0,003</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>6,950</td> <td>0,6950</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>30,572</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	23,622	5,9055	8,50	0,003	Error	10	6,950	0,6950			Total	14	30,572			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,272																																								
Levene	0,43	0,783																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	23,622	5,9055	8,50	0,003																																					
Error	10	6,950	0,6950																																							
Total	14	30,572																																								
P-Fe (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>—</td> <td>0,607</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,23</td> <td>0,916</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	—	0,607		Levene	0,23	0,916		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>60,11</td> <td>15,028</td> <td>1,54</td> <td>0,264</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>97,56</td> <td>9,756</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>157,68</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	60,11	15,028	1,54	0,264	Error	10	97,56	9,756			Total	14	157,68			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	—	0,607																																								
Levene	0,23	0,916																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	60,11	15,028	1,54	0,264																																					
Error	10	97,56	9,756																																							
Total	14	157,68																																								

P-Fe (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,130</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,44</td> <td>0,777</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,130		Levene	0,44	0,777		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>363,2</td> <td>90,79</td> <td>1,95</td> <td>0,179</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>465,6</td> <td>46,56</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>828,8</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	363,2	90,79	1,95	0,179	Error	10	465,6	46,56			Total	14	828,8			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,130																																								
Levene	0,44	0,777																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	363,2	90,79	1,95	0,179																																					
Error	10	465,6	46,56																																							
Total	14	828,8																																								
P-Ca (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,002</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,34</td> <td>0,321</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,002		Levene	1,34	0,321		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>25,47</td> <td>6,368</td> <td>6,19</td> <td>0,009</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>10,30</td> <td>1,030</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>35,77</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	25,47	6,368	6,19	0,009	Error	10	10,30	1,030			Total	14	35,77			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,002																																								
Levene	1,34	0,321																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	25,47	6,368	6,19	0,009																																					
Error	10	10,30	1,030																																							
Total	14	35,77																																								
P-Ca (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,786</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,21</td> <td>0,926</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,786		Levene	0,21	0,926		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>2,911</td> <td>0,7278</td> <td>0,47</td> <td>0,757</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>15,480</td> <td>1,5480</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>18,391</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	2,911	0,7278	0,47	0,757	Error	10	15,480	1,5480			Total	14	18,391			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,786																																								
Levene	0,21	0,926																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	2,911	0,7278	0,47	0,757																																					
Error	10	15,480	1,5480																																							
Total	14	18,391																																								
P-Fe occlus (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,614</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,45</td> <td>0,768</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,614		Levene	0,45	0,768		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>19,91</td> <td>4,979</td> <td>1,30</td> <td>0,334</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>38,31</td> <td>3,831</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>58,23</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	19,91	4,979	1,30	0,334	Error	10	38,31	3,831			Total	14	58,23			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,614																																								
Levene	0,45	0,768																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	19,91	4,979	1,30	0,334																																					
Error	10	38,31	3,831																																							
Total	14	58,23																																								
P-Fe occlus (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,342</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,20</td> <td>0,369</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,342		Levene	1,20	0,369		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>18,91</td> <td>4,727</td> <td>0,57</td> <td>0,688</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>82,31</td> <td>8,231</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>101,22</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	18,91	4,727	0,57	0,688	Error	10	82,31	8,231			Total	14	101,22			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,342																																								
Levene	1,20	0,369																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	18,91	4,727	0,57	0,688																																					
Error	10	82,31	8,231																																							
Total	14	101,22																																								

Etude de la dynamique du potassium :

Elément analysé	Test d'égalité des variances	Tableau d'analyse de la variance																																								
K total (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,005</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,93</td> <td>0,483</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,005		Levene	0,93	0,483		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>11711</td> <td>2928</td> <td>2,36</td> <td>0,12</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>12399</td> <td>1240</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>24111</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	11711	2928	2,36	0,12	Error	10	12399	1240			Total	14	24111			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,005																																								
Levene	0,93	0,483																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	11711	2928	2,36	0,12																																					
Error	10	12399	1240																																							
Total	14	24111																																								
K total (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,051</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,46</td> <td>0,763</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,051		Levene	0,46	0,763		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>4828</td> <td>1207</td> <td>0,90</td> <td>0,50</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>13455</td> <td>1346</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>18283</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	4828	1207	0,90	0,50	Error	10	13455	1346			Total	14	18283			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,051																																								
Levene	0,46	0,763																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	4828	1207	0,90	0,50																																					
Error	10	13455	1346																																							
Total	14	18283																																								
K soluble (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,246</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,77</td> <td>0,571</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,246		Levene	0,77	0,571		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>39,714</td> <td>9,9284</td> <td>86,10</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>1,153</td> <td>0,1153</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>40,867</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	39,714	9,9284	86,10	0,000	Error	10	1,153	0,1153			Total	14	40,867			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,246																																								
Levene	0,77	0,571																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	39,714	9,9284	86,10	0,000																																					
Error	10	1,153	0,1153																																							
Total	14	40,867																																								

K soluble (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,000</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,93</td> <td>0,482</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,000		Levene	0,93	0,482		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalite</td> <td>4</td> <td>18,25</td> <td>4,562</td> <td>1,21</td> <td>0,366</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>37,78</td> <td>3,778</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>56,03</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalite	4	18,25	4,562	1,21	0,366	Error	10	37,78	3,778			Total	14	56,03			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,000																																								
Levene	0,93	0,482																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalite	4	18,25	4,562	1,21	0,366																																					
Error	10	37,78	3,778																																							
Total	14	56,03																																								
K échangeable (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,232</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,45</td> <td>0,289</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,232		Levene	1,45	0,289		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>256,620</td> <td>64,1549</td> <td>88,63</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>7,239</td> <td>0,7239</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>263,858</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	256,620	64,1549	88,63	0,000	Error	10	7,239	0,7239			Total	14	263,858			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,232																																								
Levene	1,45	0,289																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	256,620	64,1549	88,63	0,000																																					
Error	10	7,239	0,7239																																							
Total	14	263,858																																								
K échangeable (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,000</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,07</td> <td>0,420</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,000		Levene	1,07	0,420		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalite</td> <td>4</td> <td>161,00</td> <td>40,250</td> <td>5,06</td> <td>0,017</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>79,50</td> <td>7,950</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>240,50</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalite	4	161,00	40,250	5,06	0,017	Error	10	79,50	7,950			Total	14	240,50			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,000																																								
Levene	1,07	0,420																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalite	4	161,00	40,250	5,06	0,017																																					
Error	10	79,50	7,950																																							
Total	14	240,50																																								
K échangeable + partie du K fixé (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,001</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,80</td> <td>0,554</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,001		Levene	0,80	0,554		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>445,81</td> <td>111,451</td> <td>68,83</td> <td>0,000</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>16,19</td> <td>1,619</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>462,00</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	445,81	111,451	68,83	0,000	Error	10	16,19	1,619			Total	14	462,00			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,001																																								
Levene	0,80	0,554																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	445,81	111,451	68,83	0,000																																					
Error	10	16,19	1,619																																							
Total	14	462,00																																								
K échangeable + partie du K fixé (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,007</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,68</td> <td>0,618</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,007		Levene	0,68	0,618		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalite</td> <td>4</td> <td>71,66</td> <td>17,914</td> <td>3,24</td> <td>0,060</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>55,24</td> <td>5,524</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>126,90</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalite	4	71,66	17,914	3,24	0,060	Error	10	55,24	5,524			Total	14	126,90			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,007																																								
Levene	0,68	0,618																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalite	4	71,66	17,914	3,24	0,060																																					
Error	10	55,24	5,524																																							
Total	14	126,90																																								
K fixé (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,429</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,41</td> <td>0,800</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,429		Levene	0,41	0,800		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>113,1</td> <td>28,28</td> <td>2,71</td> <td>0,092</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>104,4</td> <td>10,44</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>217,6</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	113,1	28,28	2,71	0,092	Error	10	104,4	10,44			Total	14	217,6			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,429																																								
Levene	0,41	0,800																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	113,1	28,28	2,71	0,092																																					
Error	10	104,4	10,44																																							
Total	14	217,6																																								
K fixé (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,167</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>1,07</td> <td>0,422</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,167		Levene	1,07	0,422		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalite</td> <td>4</td> <td>120,4</td> <td>30,11</td> <td>2,54</td> <td>0,106</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>118,5</td> <td>11,85</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>239,0</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalite	4	120,4	30,11	2,54	0,106	Error	10	118,5	11,85			Total	14	239,0			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,167																																								
Levene	1,07	0,422																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalite	4	120,4	30,11	2,54	0,106																																					
Error	10	118,5	11,85																																							
Total	14	239,0																																								
K résiduel (H1)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,038</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,86</td> <td>0,518</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,038		Levene	0,86	0,518		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalité</td> <td>4</td> <td>6171</td> <td>1543</td> <td>1,28</td> <td>0,341</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>12054</td> <td>1205</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>18225</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalité	4	6171	1543	1,28	0,341	Error	10	12054	1205			Total	14	18225			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,038																																								
Levene	0,86	0,518																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalité	4	6171	1543	1,28	0,341																																					
Error	10	12054	1205																																							
Total	14	18225																																								
K résiduel (H2)	<p>Tests</p> <table> <thead> <tr> <th></th> <th>Test</th> <th></th> <th></th> </tr> <tr> <th>Method</th> <th>Statistic</th> <th>P-Value</th> <th></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Multiple comparisons</td> <td>-</td> <td>0,048</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Levene</td> <td>0,61</td> <td>0,666</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>		Test			Method	Statistic	P-Value		Multiple comparisons	-	0,048		Levene	0,61	0,666		<p>Analysis of Variance</p> <table> <thead> <tr> <th>Source</th> <th>DF</th> <th>Adj SS</th> <th>Adj MS</th> <th>F-Value</th> <th>P-Value</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>modalite</td> <td>4</td> <td>3325</td> <td>831,2</td> <td>0,60</td> <td>0,670</td> </tr> <tr> <td>Error</td> <td>10</td> <td>13816</td> <td>1381,6</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>Total</td> <td>14</td> <td>17141</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value	modalite	4	3325	831,2	0,60	0,670	Error	10	13816	1381,6			Total	14	17141			
	Test																																									
Method	Statistic	P-Value																																								
Multiple comparisons	-	0,048																																								
Levene	0,61	0,666																																								
Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value																																					
modalite	4	3325	831,2	0,60	0,670																																					
Error	10	13816	1381,6																																							
Total	14	17141																																								