

N° d'ordre 2257

THESE

Présentée pour obtenir

LE DIPLOME DE DOCTEUR  
DE L'INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

Spécialité : Agronomie

Par

Javier David Scheiner

**Spéciation du Carbone, de l'Azote et du Phosphore de différentes boues de stations d'épuration au cours de leurs incubations contrôlées dans deux types de sol**

Soutenue le 7 octobre 2005 devant le jury composé de :

<b>M. MOHAMED HAFIDI</b> Professeur Faculté des Sciences Semlalia, Marrakech, Maroc	Président
<b>M. REVEL J.-C.</b> Professeur INPT-ENSAT	Directeur de Thèse
<b>Mme. GUIRESSE M.</b> Maître de conférences INPT-ENSAT	Co-Directeur de Thèse
<b>M. MATEJKA G.</b> Professeur ENSIL	Rapporteur
<b>M. MARTINEZ J.</b> Directeur de Recherche Cemagref	Rapporteur
<b>M. MOREL J. L.</b> Professeur Directeur du Laboratoire Sols et Environnement INPL	Rapporteur
<b>M. DAYDÉ J.</b> Directeur de la recherche ESAP	Examineur



## **REMERCIEMENTS**

Ce travail a été effectué au sein du laboratoire Agronomie – Environnement – Ecotoxicologie de l'Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Toulouse sous la direction de Monsieur REVEL, Professeur à l'ENSAT et la co-direction de Madame GUIRESSE.

J'adresse toute ma gratitude à M. REVEL pour m'avoir accueilli dans son équipe, à Mme M. GUIRESSE et à M. KAEMMERER pour leur soutien et leur conseils dans des moments spécialement difficiles.

Je remercie également tous les membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail, mais aussi pour leurs remarques pertinentes et constructives.

Je tiens à remercier Messieurs PINELLI, MERLINA et SILVESTRE, pour leur disponibilité et pour leur contribution efficace à toutes les étapes de ce travail. Je ne peut pas oublier aux professeurs Raul LAVADO et Flavio GUTIERREZ de la Faculté d'Agronomie de l'Université de Buenos Aires, sans qui rien n'aurait été possible.

Je remercie aussi à Annick, Alexandra, Agnesse, Anne, Jeanne, Boris, Antoine, Freddo, Geoffrey, Patrick, Bernard, Victor et à tous ceux qui on fait la vie dans l'école beaucoup plus agréable.

Pour finir je ne pourrai jamais assez remercier mon épouse Alejandra, mon Frère Ernesto, et mes amis inconditionnelles Alejandro, Adriana, Gilles, Zulma, Andrés et Mordi, ainsi qu'à la direction et à mes collègues de l'ESAP pour leur soutien sans failles.

## RESUME

La caractérisation des particularités des boues de station d'épuration des eaux et la problématique agro - économique et environnementale liée à leur élimination, ont constitué les motivations principales de ce travail.

La première partie de ce travail est destinée à mesurer la qualité du carbone des boues, à évaluer sa vitesse de dégradation et à établir des relations entre la qualité de la matière organique et sa dégradation afin d'expliquer et de prévoir le comportement du carbone des boues dans deux sols fréquemment répandus dans la région du Midi-Pyrénées. Dans une seconde partie, la vitesse de minéralisation de l'azote des boues a été déterminée, ainsi que son potentiel de volatilisation. Afin de conclure l'étude sur le carbone et l'azote, l'effet de la taille des particules sur la dynamique de dégradation a été évalué.

Finalement, l'évolution des phosphates provenant des boues a été étudiée durant une expérience d'incubation et leur analyse a été effectuée. La spéciation chimique, l'extraction séquentielle, les analyses de routine (Olsen, Bray 1, Mehlich 3) et l'extraction par la plante ont été choisies comme méthodes de caractérisation du P.

La composition densimétrique de la matière organique a permis d'expliquer les différences observées dans le dégagement de CO<sub>2</sub>. L'émission du CO<sub>2</sub> a montré une relation étroite avec la quantité de carbone dans la fraction de densité intermédiaire du carbone exogène. La minéralisation de l'azote des boues est conditionnée par la proportion d'azote ammoniacal, la relation C:N de la boue et par la proportion de carbone dans la fraction intermédiaire. La volatilisation est en relation directe avec la proportion d'azote ammoniacal et inversement proportionnelle à la relation C : N de la boue.

Les expériences réalisées afin de déterminer l'effet de la taille des particules ont montré l'efficacité de ce paramètre en tant qu'outil pour déterminer la vitesse de décomposition d'une boue. Les sources de P testées ont montré des différences principalement en relation aux fractions de P du sol enrichi. Le phosphate et la boue chaulée sont les deux sources qui ont le plus enrichi la fraction la plus mobile. Parmi les analyses de routine, la méthode Mehlich-3 a été confirmée comme la plus adaptée à la détermination de changements dans la bio-disponibilité du phosphore dans des sols recevant des boues.

Mots clés : carbone, azote, phosphore, boues STEP, minéralisation, fractionnement densimétrique de la M.O.

## ABSTRACT

Behaviour of Carbon, Nitrogen and Phosphorus present in different biosolids in the soil. The aim of this work was the characterization of the biosolids and of the agricultural, economical and environmental problematic derived from their elimination.

The first part of this work is focused in measuring the quality of the organic carbon present in the biosolids, its degradation speed, as well as to establish the relationships between both of them in order to explain and predict the behaviour of the carbon of the biosolids in the two soils most frequent in the region. In the second part, the mineralization speed and the potential volatilization of the nitrogen of the biosolids were determined. In order to finish the study on carbon and nitrogen, the effect of particle size on the degradation dynamics was evaluated.

Finally, the evolution of phosphates of the biosolids was determined by means of an incubation experiment and the corresponding analyses. To characterize the P, the methods chosen were the chemical fractionation, sequential extraction, routine analyses (Olsen, Bray 1, Mehlich 3), and vegetal extractions. Organic matter densitometric composition explained the differences that were observed in the emission of C-CO<sub>2</sub>. This last aspect was tightly related to the quantity of carbon in the intermediate density fraction of exogenous carbon. The availability of the nitrogen in biosolids depends on the proportion of nitrogen in ammonium form, the ratio C:N of the biosolids and by the proportion of carbon in the intermediate fraction. The volatilization is directly proportional to the fraction of ammonia nitrogen and inversely proportional to the ratio C:N in the biosolids

The experiments carried out to ascertain the effect of the particle size showed the efficiency of this parameter to control the decomposition speed of a biosolid. The different sources of P that were tested showed differences, mainly in relation to how the different fractions of P in the soil increased. Phosphate and limed biosolids were the two sources that most augmented the most labile fraction. Among the different routine analyses, the Mehlich-3 method was confirmed as the best fit to ascertain the changes in the bioavailability of phosphorus in the soils receiving biosolids.

Keywords : carbon, phosphorus, biosolids, mineralization, organic matter density fractionation

## Table des matières

Chapitre 1 :Introduction.....	11
1.1Contexte:.....	12
1.2Pourquoi la valorisation agricole?.....	12
1.2.1Boues et amendements.....	13
1.2.2Boues : sources d'éléments fertilisants.....	14
1.2.3Fondement de l'étude.....	14
1.2.4Plan du Travail.....	15
1.3Etude bibliographique.....	17
1.3.1La matière organique et le carbone du sol.....	17
1.3.2L'azote du sol et sa biodisponibilité.....	19
1.3.2.1Formes de l'azote.....	19
1.3.2.1.1L'azote organique.....	19
1.3.2.1.2L'azote inorganique.....	19
1.3.2.2Le cycle de l'azote.....	20
1.3.2.2.1 Processus de gain d'azote .....	20
1.3.2.2.1.1La fixation biologique de l'azote.....	20
1.3.2.2.1.2Apports d'azote inorganique atmosphérique.....	21
1.3.2.2.1.3Fertilisation et amendements.....	21
1.3.2.2.2Processus des pertes d'azote.....	21
1.3.2.2.2.1Dénitrification .....	21
1.3.2.2.2.2Volatilisation .....	22
1.3.2.2.2.3Lixiviation.....	22
1.3.2.3Le cycle interne de l'azote du sol.....	22
1.3.2.3.1Ammonification .....	23
1.3.2.3.2Nitrification.....	23
1.3.2.4Évaluation de l'azote du sol.....	23
1.3.3Le phosphore du sol et sa biodisponibilité.....	24
1.3.3.1Le phosphore dans la nature.....	24
1.3.3.2Généralités sur le fractionnement des phosphates.....	26
1.3.3.3Le phosphore du sol.....	27
1.3.3.3.1Phosphore total .....	27
1.3.3.3.2Phosphore minéral .....	27
1.3.3.3.3Phosphore organique .....	27
1.3.3.3.4Phosphore assimilable .....	27
1.3.4Vers une nouvelle source d'amendements organiques .....	31
1.3.4.1La matière organique des boues.....	34
1.3.4.2L'azote des boues.....	37
1.3.4.3Le Phosphore des boues.....	39
Chapitre 2 :Matériel et méthodes.....	41
2.1Les sols.....	42
2.2Les Boues.....	43
2.2.1Boue urbaine chaulée.....	43
2.2.2Boue urbaine liquide.....	44
2.2.3Boue de lisier de porc.....	45
2.2.4Boue granulée .....	45
2.2.5Boue compostée.....	46

2.3	Expériences réalisées.....	47
2.3.1	Dynamique du carbone des boues.....	47
2.3.1.1	Suivi de la minéralisation du Carbone des boues ; mesure de CO2 dégagé.....	47
2.3.1.1.1	Protocole expérimental.....	47
2.3.1.1.2	Détermination des potentiels de minéralisation des différents types de boues.....	47
2.3.1.1.3	Évaluation de l'influence de la taille des particules sur la minéralisation du carbone des boues.....	49
2.3.1.1.4	Traitements des données.....	49
2.3.1.2	Fractionnement densimétrique du carbone.....	50
2.3.1.2.1	Protocole expérimental.....	50
2.3.1.2.2	Traitement des données.....	51
2.3.1.3	Effet de la taille des particules sur l'évolution de la matière organique exogène.....	52
2.3.1.3.1	Protocole expérimental.....	52
2.3.1.3.2	Traitements des données.....	53
2.3.2	Dynamique de la minéralisation de l'azote des boues.....	53
2.3.2.1	Comparaison de potentiels de minéralisation de l'azote des boues..	53
2.3.2.2	Comparaison de la volatilisation de l'azote des boues.....	54
2.3.2.3	Influence de la taille des particules.....	55
2.3.2.3.1	Traitements des résultats.....	55
2.3.3	Dynamique du phosphore des boues.....	55
2.3.3.1	Préparation des échantillons.....	56
2.3.3.1.1	Traitement des résultats.....	56
2.4	Méthodes Analytiques. ....	57
2.4.1	Mesures de C.....	57
2.4.1.1	Suivi de la minéralisation du Carbone des boues - Mesure de CO2 dégagé - Méthode respirométrique.....	57
2.4.1.2	Détermination du C Total par digestion humide et piégeage du CO2....	58
2.4.1.3	Fractionnement du carbone du sol .....	59
2.4.2	Mesures de N.....	59
2.4.2.1	Procédure d'extraction de l'azote minéral du sol .....	59
2.4.2.2	Détermination par colorimétrie de NH4+ .....	59
2.4.2.2.1	Principe.....	59
2.4.2.2.2	Matériel.....	60
2.4.2.2.3	Réactifs.....	60
2.4.2.2.4	Mode opératoire.....	61
2.4.2.3	Détermination de NO3- par colorimétrie.....	62
2.4.2.3.1	Principe.....	62
2.4.2.3.2	Matériel.....	62
2.4.2.3.3	Réactifs.....	62
2.4.2.3.4	Mode opératoire.....	63
2.4.2.4	N Total : méthode Kjeldahl.....	64
2.4.2.4.1	Principe.....	64
2.4.2.4.2	Matériel.....	64

2.4.2.4.3	Réactifs.....	64
2.4.2.4.4	Mode opératoire.....	64
2.4.3	Mesures de P.....	65
2.4.3.1	Détermination du P total.....	65
2.4.3.2	Détermination du phosphore assimilable.....	65
2.4.3.2.1	Méthode du phosphore assimilable Olsen.....	65
2.4.3.2.2	Méthode du phosphore assimilable Bray 1.....	65
2.4.3.2.3	Méthode du phosphore assimilable Mehlich-3.....	65
2.4.3.3	Méthodes analytiques de fractionnement du P du sol.....	66
2.4.3.3.1	Méthode de Chang et Jackson (1957).....	66
2.4.3.3.2	Méthode de Hedley (Tiessen et Moir, 1993a).....	68
2.4.3.3.3	Méthode colorimétrique de détermination du phosphore méthode sulfomolybdique et de l'acide ascorbique.....	69
Chapitre 3	:Dynamique du carbone des boues.....	71
3.1	Objectif.....	72
3.2	Suivi de la minéralisation du Carbone des boues. Mesure de CO <sub>2</sub> dégagé....	72
3.2.1	La cinétique de minéralisation du carbone des sols seuls.....	72
3.2.2	Emission de CO <sub>2</sub> . Comparaison de potentiels de minéralisation des boues. ....	79
3.3	Effet de la taille de particule sur l'évolution de la matière organique exogène.....	88
3.4	Fractionnement densimétrique du carbone.....	92
3.4.1	Considérations sur le carbone présent dans les différentes fractions des sols témoins.....	92
3.4.2	Considérations sur l'effet du carbone apporté par les boues dans les deux types de sol.....	94
3.4.2.1	Fluvisol.....	94
3.4.2.2	Sol Luvi-redoxisol. ....	97
3.4.2.3	Effet de la taille de particule sur l'évolution de la matière organique exogène.....	99
3.4.2.4	Résultats et discussion. ....	99
3.5	Conclusions préliminaires.....	103
Chapitre 4	:Dynamique de la minéralisation de l'azote des boues.....	105
4.1	Suivi de la minéralisation de l'azote des boues. Mesure de NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> et NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> libérés au long de l'incubation. ....	106
4.2	Résultats.....	107
4.2.1	L'azote des boues.....	107
4.2.1.1	Azote dans la matière sèche et proportion d'azote ammoniacal ....	107
4.2.1.2	La relation C : N.....	108
4.2.2	Suivi de la minéralisation de l'azote.....	110
4.2.2.1	Comportement des témoins.....	110
4.2.2.1.1	Nitrates.....	110
4.2.2.1.2	Ammonium.....	111
4.2.2.2	Comportements des traitements.....	114
4.2.2.2.1	Suivi de l'azote minéral.....	115
4.2.2.2.2	Composition de l'azote minéral : NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> et NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> .....	122



4.2.2.2.3	Estimation du potentiel de minéralisation de la fraction organique de l'azote des boues.....	124
4.2.3	Suivi de la volatilisation de l'azote.....	126
4.2.3.1	Comportement des témoins.....	126
4.2.3.2	Comportements des traitements.....	127
4.2.4	Effet de la taille de particule sur la dynamique de l'azote exogène.....	131
4.2.4.1	Effet de la taille de particule sur la minéralisation de l'azote.....	131
4.2.4.2	Effet de la taille de particule sur la volatilisation de l'azote.....	131
4.2.5	Conclusions préliminaires.....	132
4.2.5.1	Volatilisation de l'azote.....	133
4.2.5.2	Effet de la taille de particule.....	133
Chapitre 5	:Dynamique du P des boues.....	134
5.1	Objectif.....	135
5.2	Résultats et discussions.....	135
5.2.1	État initial du phosphore des sols et des boues.....	135
5.2.1.1	État initial du phosphore des sols.....	135
5.2.1.2	Le phosphore des Boues. Extraction séquentielle.....	138
5.2.1.2.1	P extrait avec NH <sub>4</sub> Cl.....	138
5.2.1.2.2	P extrait avec NH <sub>4</sub> F.....	139
5.2.1.2.3	P extrait avec NaOH.....	139
5.2.1.2.4	P extrait avec H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .....	139
5.2.1.2.5	P Récalcitrant + Organique.....	140
5.2.2	Effet de l'application de boues sur la composition chimique du P du sol.....	140
5.2.2.1	Fluvisol.....	140
5.2.2.1.1	Effet sur le P soluble + P Faiblement lié.....	140
5.2.2.1.2	Effet sur le P lié à l'aluminium (extrait avec NH <sub>4</sub> F 0,5 M).....	141
5.2.2.1.3	Effet sur le P lié au Fer (extrait avec NaOH 0,1 M).....	142
5.2.2.1.4	Effet sur le P réducteur soluble.....	143
5.2.2.1.5	Effet sur le P lié au Calcium.....	143
5.2.2.1.6	Effet sur le P Résiduel.....	145
5.2.2.2	Sol Luvi-redoxisol.....	146
5.2.2.2.1	Effet sur le P soluble + P faiblement lié.....	146
5.2.2.2.2	Effet sur le P lié à l'aluminium.....	147
5.2.2.2.3	Effet sur le P lié au Fer.....	148
5.2.2.2.4	Effet sur le P réducteur soluble.....	150
5.2.2.2.5	Effet sur le P lié au Calcium.....	150
5.2.2.2.6	Effet sur le P Résiduel.....	151
5.2.3	Mobilité du phosphore des sols traités.....	152
5.2.3.1	État initial.....	152
5.2.3.2	Fluvisol.....	152
5.2.3.2.1	P extrait dans la fraction P - Résine.....	152
5.2.3.2.2	P extrait dans la fraction P bicarbonate.....	153
5.2.3.2.2.1	P inorganique.....	153
5.2.3.2.2.2	P organique.....	154
5.2.3.2.3	P extrait dans la fraction P extraite avec NaOH.....	156
5.2.3.2.3.1	P inorganique.....	156

5.2.3.2.3.2P organique.....	156
5.2.3.2.4P extrait dans la fraction P extraite avec HCl.....	157
5.2.3.2.5P extrait dans la fraction P résiduelle.....	158
5.2.3.3Sol Luvi-redoxisol:.....	159
5.2.3.3.1P extrait dans la fraction P - Résine.....	159
5.2.3.3.2P extrait dans la fraction P bicarbonate.....	160
5.2.3.3.2.1P inorganique et P organique.....	160
5.2.3.3.3P extrait dans la fraction P extraite avec NaOH.....	162
5.2.3.3.3.1P inorganique.....	162
5.2.3.3.3.2P organique.....	163
5.2.3.3.4P extrait dans la fraction P extraite avec Hcl .....	164
5.2.3.3.5P extrait dans la fraction P résiduelle.....	165
5.2.4Analyse de P disponible (absorption par les plantes vs. méthodes de routine).....	166
5.2.5Absorption par la plante.....	170
5.3Analyses des données et discussion.....	172
5.3.1Analyse factorielle des donnés issues du fractionnement du phosphore du sol selon la méthode Chang & Jackson (Kuo, 1996).....	172
5.3.2Analyse factorielle des donnés issues du fractionnement du phosphore du sol selon la méthode Hedley et al, (1982).....	174
5.4Conclusions.....	179
Chapitre 6 :Conclusions générales.....	181
6.1Rappel de la problématique.....	182
6.2Synthèse des résultats.....	183
6.2.1Le Carbone et l'azote des boues.....	183
6.2.2Volatilisation de l'azote.....	185
6.2.3Effet de la taille de particule.....	185
6.2.4Le phosphore des boues.....	185
6.3Besoins supplémentaires de recherche.....	187
Références bibliographiques.....	188
Chapitre 7 :Annexes.....	197
7.1Suivi de la minéralisation du Carbone des boues. Mesure de CO2 dégagée (mg.pot-1).....	198
7.2Évaluation de la influence de la taille de particule sur la minéralisation du carbone des boues. Mesure de CO2 dégagée (mg.pot-1).....	200
7.3Fractionnement densimétrique du carbone. (mg de C. g sol-1).....	201
7.4Évaluation de la influence de la taille de particule. Fractionnement densimétrique du carbone. mg de C. g sol-1.....	202
7.5NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> et NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> libéré au long de l'incubation (mg.pot-1).....	203
7.6Volatilisation (cumulé) de l'azote (mg.pot-1).....	204
7.7P disponible (méthodes de routine, mg P.kg sol-1).....	205
7.8Fractionnement du P selon mobilité (Hedley, 1982) (mg P.kg sol-1).....	209
7.9Fractionnement chimique du P (Chang et Jackson 1957) (mg P.kg sol-1).....	213

# CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

## **1.1 Contexte:**

On ne peut pas commencer ce mémoire sans partir de l'acceptation du fait que les animaux et les hommes ne peuvent pas vivre sans rejeter dans l'environnement une fraction, parfois importante, des composés organiques qu'ils ont consommés et transformés par processus métaboliques. C'est un fait que dans les sociétés organisées, le retour au sol des déchets est pratiqué depuis toujours, tant pour la valeur fertilisante et amendante de ces déchets, que pour profiter de la capacité des sols à les épurer (Girard *et al.* 2005).

Aujourd'hui, s'ajoute une croissante prise de conscience des pouvoirs publics de la nécessité de protéger les ressources naturelles, par le développement d'une législation de plus en plus sévère sur le sujet, comme les lois sur l'eau, la "Directive Nitrates" européenne, mais aussi l'arrêté français du 8 janvier 1998 qui réglemente l'épandage des boues et le suivi de la qualité des sols.

## **1.2 Pourquoi la valorisation agricole?**

L'élimination des boues est à la charge du producteur de boue qui ne dispose que de deux possibilités : incinération et valorisation agricole, puisque la mise en décharge est interdite depuis la dernière loi sur l'eau. Vu les problèmes économiques, techniques et environnementaux que pose l'incinération, dans beaucoup de cas, le retour au sol de ces produits résiduels organiques est la voie la plus logique en raison de leur valeur agronomique mais aussi pour éviter des crises sanitaires et pour boucler le cycle biogéochimique des éléments. Cependant, l'innocuité de ces produits doit être garantie. L'appréciation des risques liés à des déchets épandus après traitement ne doit pas reposer uniquement sur la mesure des éléments en traces totaux, mais doit prendre en compte d'autres risques éventuels, comme par exemple les flux d'apport. Des informations sur la biodisponibilité de ces éléments permettraient aussi d'affiner l'appréciation des risques (Gavalda, 2001 ; Girard *et al.* 2005).

En conséquence, les épandages agricoles se heurtent aujourd'hui à trois obstacles.

- Le premier est d'origine humaine et culturelle car malgré les garanties d'innocuité, le recyclage de tels déchets n'est pas toujours bien accepté. Les crises

auxquelles a été confronté le monde agricole à partir des années '90 rendent les agriculteurs de plus en plus réticents à la mise en oeuvre de cette pratique (Lupton, 2000).

- Le second touche effectivement au contrôle de l'innocuité tant microbiologique que toxicologique.

- Le troisième, de nature technique, concerne la connaissance de la biodisponibilité de (ou des) l'élément(s) que l'on souhaite valoriser. Les différents déchets se présentent sous des natures et des formes physiques très diverses (liquides, matières en suspension, pâtes, solides). Cette hétérogénéité s'observe non seulement entre les différents déchets, mais aussi en fonction de la période de collecte pour une même filière. Ainsi la variabilité apparaît au niveau des effluents d'élevage (dont la composition est influencée par le stockage ou le changement de régime alimentaire), des effluents issus des usines agroalimentaires, des stations d'épuration ou des usines de traitement de déchets. Le type et la nature des produits traités dans ces dernières, ainsi que les procédés de production, de traitement, et de stockage, constituent également des sources d'hétérogénéité (Nicolardot *et al.*, 2003).

### **1.2.1 Boues et amendements**

Les sols agricoles présentent dans la plupart des cas des bilans négatifs en matière organique. La matière organique est un composant clé des sols car elle affecte de nombreuses caractéristiques physiques, chimiques et biologiques. Plus précisément il convient de mettre en avant le rôle de la matière organique sur la stabilité des agrégats, facteur étroitement liée à la porosité, à la capacité d'infiltration et à la résistance à l'érosion. De même, la capacité d'échange cationique et la rétention hydrique de la matière organique sont plusieurs fois supérieures à la fraction minérale du sol. En conséquence, la réserve utile d'eau et la provision des cations augmentent avec les apports organiques. Les boues sont des produits riches en carbone organique. Les résidus organiques pauvres en azote ou partiellement décomposés comme les boues compostées, sont plus stables et contribuent pendant des périodes plus longues à conférer ces caractéristiques au sols (Alvarez *et al.*, 1998). Comme l'apport de CaO est un moyen de stabilisation et de désinfection

des boues d'origine urbaine, certains déchets qui contiennent 20 à 30 % de leur poids en matière sèche en CaO peuvent être utilisés comme amendements basiques.

### **1.2.2 Boues : sources d'éléments fertilisants**

Le recyclage des déchets en agriculture se justifie d'abord par leur valeur agronomique. Ils sont sources d'éléments fertilisants nécessaires aux plantes (N, P, K, oligo-éléments). En fonction de leur composition chimique, les épandages de déchets apportent aux sols des quantités d'éléments fertilisants équivalentes à une fertilisation minérale classique. Ils sont alors utilisés, au moins en partie en substitution, d'engrais à prix en forte croissance comme les engrais azotés. Dans le cas du phosphore, le recyclage ajoute une valeur complémentaire, liée au fait que le phosphore est une ressource limitée et non renouvelable.

### **1.2.3 Fondement de l'étude**

L'appréciation de la qualité des produits résiduaux épandus repose non seulement sur des données garantissant leur innocuité, mais également des données caractérisant leur valeur agronomique. Celle-ci reste encore mal connue, car l'introduction de ces produits organiques complique les calculs de doses fertilisantes essentiellement basées jusqu'ici sur des produits minéraux. En particulier la mise en place d'une typologie de ces produits résiduaux, sur la base de la connaissance du lien entre procédé de traitement et valeur agronomique, permettrait de mieux gérer leur intégration dans les itinéraires culturaux. Des critères mesurant cette valeur agronomique doivent être intégrés au même titre que les critères d'innocuité dans l'appréciation de la qualité des produits (Girard *et al.* 2005). **C'est dans ce but, qu'est bâti notre travail : établir au moyen d'expériences en conditions contrôlées, la dynamique d'évolution du carbone, de l'azote et phosphore provenant de boues de station d'épuration et identifier des paramètres susceptibles de servir d'outils de prédiction du comportement des boues dans le sol.** Pour atteindre cet objectif, les dynamiques de minéralisation du carbone et de l'azote dans des mélanges sol - boue ont été suivies. Les résultats, intégrés dans des modèles mathématiques, ont été expliqués par des paramètres de qualité tels que la composition densimétrique de la matière organique des boues, afin d'obtenir

à la fois des modèles explicatifs et prédictifs du comportement de la boue dans le sol. La dynamique du phosphore provenant des boues au long de la période d'incubation est suivie au moyen des spéciations. Ces données sont mises en relation avec des résultats d'absorption du phosphore par des plantes en pot. Finalement, tous ces résultats ont servi à comparer les méthodes utilisées en routine pour évaluer la disponibilité du phosphore. L'intégration de l'information doit permettre d'établir une typologie des boues selon leur contenu en éléments fertilisants ou selon leur utilité comme fertilisant ou amendement.

#### **1.2.4 Plan du Travail**

Dans un premier chapitre, le manuscrit présente le contexte de l'étude et une synthèse bibliographique sur le devenir du carbone, de l'azote et du phosphore lors de l'enfouissement des boues.

Le second chapitre décrit d'abord les deux sols (Fluvisol et Boulbènes) utilisés dans les expériences, les cinq boues urbaines ainsi que la boue de lisier de porc testée. Ensuite les dispositifs d'incubation sont présentés puis les méthodes d'analyse chimiques ainsi que le traitement statistique des données.

Les troisième chapitre présente la cinétique de minéralisation du carbone des sols et les potentiels de minéralisation des boues. Les différences entre sols et entre boues est évalué par la proportion de carbone potentiellement minéralisable et par l'estimation de la semi-vie du carbone des boues dans le sol. Dans une seconde partie, et après fractionnement densimétrique du carbone le potentiel de minéralisation est expliqué à partir des proportions présentes des fractions du carbone dans les boues. Finalement, dans la boulbène, l'effet de la taille de particule sur l'évolution de la matière organique exogène est évalué pour la boue granulée.

Le quatrième chapitre présente le suivi de la minéralisation du azote du sol et des boues. A partir des données obtenues, des relations entre la composition densimétrique de la matière organique et les taux de minéralisation d'azote ont été établis. La volatilisation d'azote des boues est étudiée dans un second expriment. Les différences en volatilisation observées sont ensuite expliquées par des caractéristiques du sol, et par les caractéristiques des boues, telles la proportion

d'azote ammoniacal, le rapport C/N et la composition densimétrique du carbone des boues.

Le cinquième chapitre comporte la détermination des diverses formes de P et la définition de leur bio-disponibilité dans les deux types de sols. Après l'ajout des boues dans les sols, l'évolution du P exogène dans le sol a été suivie pendant les périodes d'incubation. Cette étude a été effectuée par spéciation et par niveau de bio-disponibilité. Des relations entre les formes chimiques et la disponibilité ont finalement été établies.

Le dernier chapitre est consacré à une discussion générale des résultats et propose des perspectives d'utilisation de l'information obtenue pour la prévision du comportement des boues dans le sol en fonction de sa composition et forme physique.



## **1.3 Etude bibliographique**

### **1.3.1 La matière organique et le carbone du sol**

En dehors des sols très acides ou des sols des régions froides, la matière organique est la source d'énergie des premiers êtres vivants de la chaîne trophique de la pédofaune. La qualité de la matière organique influence donc directement la diversité, l'abondance et l'intensité de l'activité de la flore et de la faune du sol. Cette activité affecte directement sur les propriétés physiques et chimiques des sols (Alvarez *et al.*, 1998). Ainsi la faune joue-t-elle un rôle essentiel dans la formation des agrégats arrondis à toutes les échelles de l'organisation du sol (Tisdall et Oades, 1982 ; Robert et Chenu, 1991). Les processus d'agrégation et de séquestration du carbone sont fortement associés (Golchin *et al.*, 1994 ; Angers et Chenu, 1998, Alvarez *et al.*, 1998 ; Post et Kwon, 2000). Grâce aux liaisons chimiques créés entre matière minérale et matière organique, les taux d'agrégation et la stabilité structurale augmentent avec la teneur en matière organique (Balesdent *et al.*, 2000 ; Six *et al.*, 2002). Cela induit une forte porosité et accroît la dynamique des fluides du sol. L'eau de pluie pénètre alors plus facilement, augmentant la réserve en eau du sol et diminuant la sensibilité à l'érosion. Le carbone contenu dans la matière organique des sols représente la plus grande partie du carbone terrestre. Il constitue le principal indicateur de la qualité des sols tant pour les propriétés physiques et chimiques que biologiques des matières organiques qui le contiennent.

La matière organique du sol (principalement présente sous formes de substances humiques), est caractérisée par une capacité d'échange très importante (400 à 800  $\text{cmole}_{(+)}\text{kg}^{-1}$ ), due à la présence de groupements carboxyles fonctionnels et de phénols. Elle est donc un réservoir réel ou potentiel (suivant le taux de saturation) de cations nutritifs. La matière organique est capable de fixer et d'inhiber des composés (pesticides, xénobiotiques) ou des traces d'éléments minéraux (Al, Fe, Cu...) en formant des chélates (Robert, 1996).

Les sols sont soumis à un certain nombre de contraintes de nature physique, chimique et biologique qui peuvent conduire à des dégradations. Ces contraintes peuvent nuire à la production agricole ou à l'environnement global (Robert, 1996). D'un point de vue environnemental, la matière organique du sol augmente les

propriétés modératrices du sol. Ainsi, elle emmagasine ou même séquestre le carbone à partir du CO<sub>2</sub> (gaz à effet de serre) ; elle augmente le temps de conservation des réserves d'eau du sol et diminue donc les besoins d'irrigation ; elle limite le ruissellement et donc diminue les risques d'inondation par l'écrêtement des crues ; elle limite le transfert des polluants par effet de stockage (Robert, 1996, 2002).

D'un point de vue agronomique, la mise en culture des sols induit une chute de la teneur en carbone et matière organique (MO). La diminution du carbone et de la MO dans le sol est la conséquence soit de l'érosion avec exportation des agrégats, soit du travail du sol conduisant à la minéralisation (Balesdent *et al.* 2005). Il y a donc diminution de la fertilité chimique et une dégradation physique (taux d'agrégation, stabilité structurale, rétention en eau, perméabilité) et donc une augmentation de la compactation, des risques d'érosion, et de la sensibilité à la battance (Taboada *et al.*, 1998).

D'un point de vue chimique, la minéralisation de la matière organique du sol libère des éléments fertilisants N et P qui sont associés au carbone dans les composés organiques. En agriculture extensive (à faibles entrants), le recyclage des éléments nutritifs N, P et S, par la décomposition graduelle des résidus végétaux, est le principal facteur de durabilité (Mayumi Tokura *et al.*, 2002).

La matière organique du sol a une composition très complexe et hétérogène, et elle est le plus souvent mélangée ou associée aux constituants minéraux du sol. Elle est constituée par des organismes vivants (protozoaires, champignons, bactéries, etc.), les substances qu'ils synthétisent et majoritairement par des résidus organiques principalement d'origine végétale à différents stades de décomposition. Tout ceci montre que la MO est constituée d'une quantité très hétérogène de substances organiques associées aux composantes inorganiques du sol. Finalement, la teneur en MO des sols se définit sur la partie de l'échantillon de sol qui passe à travers un tamis à mailles de 2 mm, et réunit un ensemble de composants très variés. Dans l'échantillon considéré, le *turnover* des différents composants fluctue donc fortement avec l'hétérogénéité du matériel considéré et les interactions entre les processus physiques, chimiques et biologiques qui ont lieu dans le sol.

### **1.3.2 L'azote du sol et sa biodisponibilité**

L'atmosphère est la principale source d'azote. On le rencontre principalement sous sa forme diatomique ( $N_2$ ). Il s'agit d'une molécule très stable.

La plupart de l'azote du sol est constitué d'azote organique. Il est rendu disponible pour les plantes par minéralisation liée à l'activité des microorganismes.

La matière organique constitue la principale réserve d'azote du sol. On peut distinguer deux fractions en fonction de la vitesse de décomposition :

- une à décomposition rapide,
- une à décomposition plus lente, constituée de composants humifiés se minéralisant plus lentement.
- Seule une petite fraction se trouve sous des formes inorganiques ammoniacale ( $NH_4^+$ ) et nitrique ( $NO_3^-$ ) utilisables pour les cultures.

#### **1.3.2.1 Formes de l'azote**

##### **1.3.2.1.1 L'azote organique**

L'azote organique constitue 85 à 95 % de l'azote total du sol. Cette fraction peut être composée jusqu'au 50% d'acides aminés et d'une proportion réduite de sucres aminés. Le reste est constitué par des formes difficilement identifiables ou des composants de la partie des hétérocycles des molécules humiques qui sont stables et de dégradation lente.

Les réserves minéralisables à court terme sont issues de la matière organique fraîche, des fractions les plus labiles de la matière organique humifiée, de la biomasse morte et des chaînes peptidiques (Campbell, 1978).

La biomasse microbienne représente en moyenne entre 4% et 8% de l'azote total du sol. Elle constitue la fraction la plus labile de la matière organique. Elle est une des sources principales de d'azote disponible pour les plantes .

##### **1.3.2.1.2 L'azote inorganique**

L'azote inorganique du sol constitue la fraction disponible pour les cultures. Le sol en contient rarement plus de 10% d'azote inorganique total .

C'est sous la forme de nitrates ( $NO_3^-$ ) qu'il est principalement absorbé par les cultures, exception faite de certains cas où la culture se développe en conditions d'anoxie. C'est la cas des rizières où la forme prédominante est le  $NH_4^+$ .

### **1.3.2.2 Le cycle de l'azote**

Le cycle de l'azote intègre les diverses formes d'azote du sol et de l'atmosphère, et toutes les transformations entre ces différentes formes. Le passage du N<sub>2</sub> (gazeux) aux formes combinées se fait au moyen de la fixation biologique, et le passage des formes organiques à inorganiques se fait au travers de la minéralisation.

#### **1.3.2.2.1 Processus de gain d'azote**

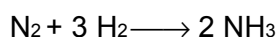
La majeure partie de l'azote atmosphérique que l'on retrouve dans les organismes supérieurs est due à la fixation biologique bactérienne. Elle représente environ 60 % de l'azote total. Le rayonnement ultraviolet et la foudre contribuent pour 15 %. Le reste provient de l'industrie des engrais (Mengel et Kirby, 2000).

##### **1.3.2.2.1.1 La fixation biologique de l'azote**

La fixation biologique de l'azote est le processus biochimique le plus important après l'assimilation du CO<sub>2</sub>. Elle assure la transformation de l'azote gazeux atmosphérique en ammoniac. Seuls quelques micro-organismes diazotrophes sont capables d'assurer ce processus, parmi lesquels on distingue :

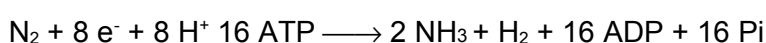
- les bactéries libres vivant dans le sol (*Klebsiella* et *Azotobacter*), les cyanobactéries ;
- les rhizobactéries, bactéries symbiotiques vivant en association avec les légumineuses dans des structures racinaires ou caulinaires organisées appelées nodosités.

Ces bactéries et certaines levures sont capables de réduire l'azote suivant la réaction globale :



La fixation biologique de l'azote est catalysée par un complexe enzymatique : la *Nitrogénase/Hydrogénase*. La réaction, réalisée par les fixateurs biologiques, exige 8 électrons et 8 protons pour la réduction, et 16 ATP pour la fourniture de l'énergie d'activation.

La réaction globale devient :



Dans le cas de la symbiose *Rhizobium*-légumineuse, l'activité symbiotique se met en place des structures racinaires ou caulinaires organisées, appelées nodosités, où sont hébergées les bactéries fixatrices. Dans les nodosités, se forme une protéine spécifique appelée leghémoglobine. La fonction de la leghémoglobine est de maintenir la pression de l'oxygène à un niveau assez bas dans l'environnement de la nitrogénase, compatible avec le fonctionnement de la fixation de l'azote, le complexe enzymatique Nitrogénase/Hydrogénase est en effet très sensible à l'oxygène.

#### **1.3.2.2.1.2 Apports d'azote inorganique atmosphérique**

L'azote atmosphérique peut également contenir certaines formes d'azote autres que du  $N_2$ . On trouve par exemple du NO et du  $NO_2$  issu de la combustion du pétrole, de la biomasse végétale ou des décharges électriques. On peut trouver du  $NO_3^-$  et du  $NH_4^+$  dans les poussières atmosphériques. Cet azote peut retourner au sol sous diverses formes. Les oxydes azotés ( $NO_x$ ) réagissent avec des  $OH^-$  et forment de l'acide nitrique, composant des pluies acides.

#### **1.3.2.2.1.3 Fertilisation et amendements**

Les ions  $NH_4^+$  et  $NO_3^-$  provenant de la fertilisation ont un comportement équivalent à celles provenant de la décomposition des résidus organiques. Leur concentration dans des zones localisées du sol tend à générer des conditions favorisant les processus de perte telles que la dénitrification ou la volatilisation.

#### **1.3.2.2.2 Processus des pertes d'azote**

##### **1.3.2.2.2.1 Dénitrification**

La dénitrification c'est le processus réductif résultant de l'action de microbes anaérobies et se traduisant par la transformation des nitrates en nitrites, puis en composés ammoniacaux et finalement en azote gazeux et oxydes d'azote perdus pour le sol. Elle se produit principalement en sol soumis à des conditions d'anaérobiose (Rodriguez, Giambiagi, 1995).

Les conditions que favorisent la dénitrification sont un pH du sol neutre à légèrement basique, une température autour de  $25^\circ$ , des conditions anaérobies, la présence de substrats azotés et de substrats carbonés.

#### **1.3.2.2.2 Volatilisation**

La volatilisation est la perte d'azote, à partir du sol ou d'une matière fertilisante, par dégagement direct dans l'atmosphère de  $N_2$ , d'oxyde d'azote ou d'ammoniac. Cette voie de perte est favorisée dans les sols alcalins, les sols de faible capacité d'échange cationique ou les sols secs (Hargrove, 1988). Bien que les pertes les plus importantes soient liées à l'application d'urée et des lisiers riches en  $NH_4^+$ , on en observe également sur des parcelles immédiatement après l'application de différents types d'amendements organiques. Dans un système de production la sous-estimation des pertes par volatilisation a pour conséquence la sous-estimation de la fertilisation. D'autre part, la surestimation entraîne une «sur-application» et par conséquent le risque d'augmenter les pertes par lixiviation (Eghball *et al.*, 1997 ; Palma *et al.*, 1998 ; Sommer et Hutchings, 2001 ; Chantigny *et al.*, 2004).

#### **1.3.2.2.3 Lixiviation**

L'azote sous forme  $NO_3^-$  est très vulnérable à la lixiviation. Les  $NO_3^-$  (issus de la minéralisation ou de la fertilisation) s'accumulant dans les horizons de surface, peuvent être entraînés en profondeur. Dans les sols agricoles ce risque de perte est dépendant de la présence de nitrates dans le profil et d'un volume d'eau capable de le transporter. L'agriculture agit au moyen de l'addition ou de la soustraction d'azote, de l'interférence dans la transformation de la matière organique du sol et, en général, par son influence dans les processus hydrologiques (Ramos et Kücke 1999 ; Rimski-Korsakov, *et al.*, 2000).

#### **1.3.2.3 Le cycle interne de l'azote du sol**

Dans le cycle global de l'azote, on peut différencier la partie propre au sol. La caractéristique principale de ce cycle interne est qu'il peut se résumer en deux processus biologiques opposés : la minéralisation et l'immobilisation.

La minéralisation comprend tous les processus au moyen desquels l'azote organique devient azote ammoniacal, comme résultat de l'activité de la microfaune hétérotrophe du sol. En revanche, l'immobilisation est la conversion de l'azote inorganique en formes organiques constitutives des microorganismes.

La relation entre ces deux processus est à la base de l'étroite relation entre les cycles du carbone et de l'azote.

La minéralisation est un processus qui se déroule en deux étapes. Dans un premier temps, différents microorganismes hydrolysent les protéines et les acides aminés de la matière organique en produisant de l'ammonium. Cet ammonium est ensuite oxydé en nitrite et immédiatement en nitrate par des microorganismes spécifiques.

#### **1.3.2.3.1 Ammonification**

Comme évoqué précédemment, c'est le processus par lequel les bactéries, les champignons et les actinomycètes peuvent libérer l'azote de leurs composants azotés. Par son manque de spécificité, ce processus peut avoir lieu dans une large gamme de température, d'humidité et de pH du sol.

#### **1.3.2.3.2 Nitrification**

La nitrification est le processus d'oxydation biologique de l'azote réalisé par des microorganismes du sol au cours duquel l'azote passe de la forme ammoniacale à la forme nitrique en deux stades successifs : la nitrification et la nitrification.

La nitrification est produite par des microorganismes hétérotrophes ou autotrophes ; ces derniers sont les plus importants. Les conditions optimales pour la nitrification sont plus restrictives que pour l'ammonification. Les sols neutres ou légèrement basiques favorisent la nitrification. La teneur en oxygène affectent la nitrification car il s'agit d'un processus aérobie. L'humidité constitue un autre facteur déterminant, l'optimum se situant autour de 60% de la capacité au champ (Bonde & Lindberg, 1988).

#### **1.3.2.4 Évaluation de l'azote du sol**

Les procédures utilisées en laboratoire pour quantifier l'azote du sol peuvent être groupées en trois catégories.

a. Les procédures qui déterminent l'azote total : méthode Kjeldahl, par exemple. L'inconvénient de ces méthodes est qu'en terme de dynamique, elles ne donnent pas d'information sur la disponibilité de l'azote (Archer & Thompson, 1993).

b. Les méthodes d'incubation : bien qu'il n'y ait pas encore une technique universellement acceptée, plusieurs auteurs s'accordent sur l'intérêt de ces méthodes pour fournir un indicateur de la capacité du sol à fournir de l'azote (Alvarez *et al.*, 1998).

c. La quantification de l'azote inorganique : extraction avec solution de KCl ou  $\text{CuSO}_4$ , méthodes traditionnellement utilisées, elle nécessite pour une bonne interprétation d'être accompagnée d'informations relatives à la date de prélèvement de l'échantillon (stade de la culture, conditions météorologiques), à la conservation des échantillons, etc. (Mathieu et Pieltain. 2003).

### **1.3.3 Le phosphore du sol et sa biodisponibilité**

#### **1.3.3.1 Le phosphore dans la nature**

Le phosphore est présent chez tous les organismes vivants. Chez les végétaux, il constitue un composant majeur et un élément minéral essentiel. Il joue un rôle important dans le métabolisme énergétique, la synthèse et le métabolisme des glucides, participe à la composition du noyau cellulaire et se concentre dans les organes reproducteurs du végétal. Dans le sol, il se trouve sous forme minérale et organique. Dans les sols des régions tempérées, la forme minérale est la plus abondante. Le phosphore minéral présent dans les sols a pour origine les apatites des roches éruptives et métamorphiques, d'une formule empirique globale :



où X peut être remplacé par  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{OH}^-$  ou  $\text{CO}_3^-$

Au cours du processus d'altération ou de développement des sols, les ions phosphate des apatites sont libérés par dissolution et peuvent être (cité par Mathieu et Peltain, 2003) :

- absorbés par les plantes ou par des micro-organismes, de cette façon, ils rentrent dans le cycle biochimique, ils sont recyclés ultérieurement, en passant de la forme organique à la forme minérale, et deviennent à nouveau assimilables ;
- incorporés à des composés organiques et/ou fixés sur des argiles ou dans les espaces inter-foliaires de celles-ci ;
- transformés en un nouveau phosphate d'aluminium, de fer ou de calcium très peu soluble.

Depuis la solution du sol, le phosphore est absorbé par les plantes sous forme de mono-orthophosphate ( $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ) et accessoirement sous forme  $\text{HPO}_4^-$ . D'autres formes comme les pyrophosphates, les métaphosphates et certains



phosphates organiques solubles peuvent être absorbés, mais leur altérabilité dans les milieux naturels les confine à un rôle secondaire (Tisdale et Nelson, 1975). Les phosphates de la solution du sol sont susceptibles d'être absorbés par les plantes ou d'être fixés sur les divers colloïdes du sol comme les argiles, la matière organique, et les hydroxydes de fer et d'alumine.

Dans les milieux dotés de conditions extrêmes de pH, soit très acides ou très calcaires, les phosphates évoluent vers des formes cristallisées insolubles et par conséquence, soustraites au cycle biologique ; ce processus est nommé rétrogradation. Dans les milieux acides et riches en oxy-hydroxydes, une partie considérable du phosphore lié à l'aluminium précipite de façon irréversible. En milieu calcaire, la rétrogradation du P, se produit par formation de phosphates tricalciques, associés au calcaire actif. Ces composés sont particulièrement insolubles.

La fixation de phosphore dans les différents types de sols est déterminée par le contenu d'argiles et d'oxy-hydroxydes. La capacité de fixation des phosphates est dépendante de la richesse des sols en composés amorphes (caractérisés par leur surface spécifique importante), en aluminium échangeable, et en matière organique (Fardeau et Conesa, 1994). En considérant cette capacité, une classification peut être effectuée. Ainsi, on trouve en ordre décroissant les oxy-hydroxydes amorphes, la goethite, la gibbsite, la kaolinite et finalement la montmorillonite.

Le problème de la nutrition en phosphore est souvent lié à celui de la mobilisation des réserves, qui s'avère toujours difficile quelle que soit la valeur de pH du sol (la valeur optimal se situe entre 5,5 et 6). On constate que les engrais phosphatés incorporés au sol, même s'ils sont solubles, s'immobilisent rapidement par interaction avec la phase solide (Tisdale et Nelson, 1975 ; Marschner, 1995).

Le manque de disponibilité de phosphates déclenche des carences chez les végétaux. Ainsi, une diminution de la croissance végétative et des altérations du développement (qui conduisent à des pertes de rendements) sont généralement considérées comme les symptômes de carence en phosphore (Tisdale et Nelson, 1975 ; Marschner, 1989). La présence de phosphates, en quantité suffisante et sous forme disponible pour les végétaux, est indispensable en début de végétation et pendant la croissance des organes jeunes. Chez le végétal, au fur et à mesure que

sa maturité avance, le phosphore migre des organes végétatifs vers les organes de réserve et en particulier s'accumule dans les graines (Scheiner *et al.*, 2000).

Pendant l'antiquité et sans avoir identifié le phosphore comme élément chimique, grâce à des expériences empiriques, les amendements organiques et les ossements ont été utilisés afin de supprimer les symptômes de carences chez les végétaux. Ainsi pendant le XVII<sup>e</sup> siècle, les os ont été recommandés comme engrais en France et en Angleterre (Gervy, 1970 ; Young *et al.*, 1985). Plus tard, au début du XIX<sup>e</sup> siècle le guano a également été utilisé. A partir de la diffusion des travaux scientifiques de Liebig 1839 (Gervy, 1970), les phosphates ont été utilisés comme des engrais. Liebig afin d'obtenir un phosphate soluble et par conséquent disponible, proposait l'ajout d'acide sulfurique aux phosphates de calcium d'origine animale. La découverte de gisements minéraux importants a supplanté l'utilisation des formes de phosphate organiques (Gervy, 1970).

A partir des années 70, les formes organiques de phosphate ont été réutilisées dans les agro-écosystèmes. Depuis plusieurs décennies les stations d'épuration génèrent les boues d'épuration riches en phosphore associé à la matière organique et à l'azote. Leur élimination fait partie des problèmes environnementaux actuels, ainsi l'épandage sur des sols agricoles constitue une alternative permettant de valoriser et de recycler ces éléments nutritifs.

Aussi voit-on l'importance de la connaissance de la quantité et de l'état du phosphore dans le sol. Les analyses du phosphore des sols sont presque toujours destinées à l'estimation des quantités disponibles pour les plantes et ont pour objectif la gestion d'une fertilisation phosphatée optimale.

### **1.3.3.2 Généralités sur le fractionnement des phosphates**

Les formes du phosphore dans le sol sont multiples et variées. La présence de chacune de ces formes dépend des conditions d'acidité, de basicité, d'alcalinité ainsi que de l'activité biologique du sol considéré. Une première approche, permet d'identifier les formes suivantes : phosphore total, phosphore minéral, phosphore organique et phosphore *assimilable*.

### **1.3.3.3 Le phosphore du sol**

#### **1.3.3.3.1 Phosphore total**

C'est l'ensemble de toutes les formes de phosphore présentes dans un échantillon de sol, qu'elles soient minérales ou organiques.

#### **1.3.3.3.2 Phosphore minéral**

C'est le phosphore inclut dans des minéraux comme les apatites, dans tous les composés d'oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium, ainsi que dans les phosphates tricalciques associés à un calcaire actif (très insolubles dans les milieux calcaires).

#### **1.3.3.3.3 Phosphore organique**

Le phosphore organique correspond à celui que l'on retrouve dans la matière organique fraîche et l'humus. Dans les sols cultivés de longue date, sa proportion varie entre 25 et 30 % du phosphore total, tandis que dans les zones dotées d'une couverture végétale permanente naturelle (forêts et prairies), elle oscille entre 75 et 80% (Fardeau et Conesa, 1994). Cette forme de phosphore est susceptible de devenir assimilable grâce à l'action des micro-organismes et à la minéralisation de l'humus.

#### **1.3.3.3.4 Phosphore assimilable**

Fardeau (1993) définit le phosphore assimilable ou biodisponible comme celui constitué par la quantité du phosphore présent dans le système «sol-solution», capable d'atteindre la solution sous forme d'ions phosphates à un rythme compatible avec la vitesse d'absorption végétale, en période de pleine croissance. Les végétaux absorbent le phosphore sous différentes formes anioniques :  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ . Certains de ces anions se trouvent dans la solution du sol, d'autres sont adsorbés sur les surfaces externes des minéraux argileux, et sur les surfaces des oxy-hydroxydes de fer et/ou d'aluminium. Les anions adsorbés sont rapidement mobilisables vers la solution du sol. Or, cette quantité de phosphore assimilable est très variable selon la période de temps considérée comme nécessaire pour alimenter la plante (un jour, un mois, trois mois, etc.).

Par conséquent, les phosphates biodisponibles sont facilement extractibles chimiquement en vue d'en estimer la quantité. Les méthodes utilisées doivent répondre en général aux exigences suivantes :

- assurer l'extraction de tout le phosphore disponible pour la culture ; dans d'autres cas, exprimer une corrélation entre le contenu en P de la plante, la croissance de la culture et les réponses à la fertilisation ;
- être exacte, reproductible et rapide ;
- détecter les différences en concentration de P dues à l'application de produits fertilisants.

Les méthodes utilisées sont nombreuses et très variées, parmi lesquelles se trouvent celle de «Truog», basée sur l'utilisation de  $H_2SO_4$ , celles de «Mehlich 3» et «Bray 1» qui utilisent le mélange  $HCl - NH_4F$ , celle de «Olsen» ( $NaHCO_3$ ) celle de «Bingham» ( $H_2CO_3$ ), etc. Toutefois et malgré leurs difficultés, les tests biologiques sont considérés comme les plus fiables. Les méthodes d'extraction peuvent aboutir à des différences importantes dans les évaluations de la fraction biodisponible et dans certains cas montrer une absence de proportionnalité. En effet, les réactifs utilisés pour les extractions permettent la détermination d'une partie des formes de phosphore. Grâce à des expériences agronomiques, les relations entre les proportions de phosphore extraites et le phosphore biodisponible sont établies. Il est donc possible de vérifier si les quantités présentes sont suffisantes ou déficientes pour une culture, et de cette façon remédier au manque par un apport exogène. Il est importante de considérer que seule une fraction de l'apport, variable selon les caractéristiques du sol, sera utilisée par la culture.

Dans cet ensemble de possibilités, les techniques les plus utilisées dans le monde agricole pour la détermination de la biodisponibilité de P sont celles d'Olsen, de Bray 1 et de Mehlich 3. La méthode Olsen détermine le phosphore alcalino-soluble extrait par  $NaHCO_3$  à  $pH = 8,5$ . Cette procédure permet d'extraire le phosphate en solution, le phosphate adsorbé sur le  $CaCO_3$  libre, le phosphate faiblement précipité et celui faiblement lié au fer et à l'aluminium. Cette technique a initialement été développée pour les déterminations dans les sols calcaires, mais des résultats de bonne qualité ont été obtenus pour les sols non calcaires (sols neutres ou légèrement acides) (Kuo, 1996 ; Sims, 2000b). Elle est très fréquemment

utilisée pour les contrôles de routine en France et en Angleterre sur ces derniers types de sols.

Pour les sols nettement acides et particulièrement pour les sols ferrallitiques, d'autres méthodes tels que Bray 1 et Mehlich 3 sont préférées. Bien que ces tests soient considérés comme de bons indicateurs afin de prédire la biodisponibilité de P pour les cultures, leur limitation principale est l'impossibilité de comparer la biodisponibilité entre sols qui présentent des différences dans la chimie du P (Schoenau et Karamanos, 1993 ; Sims, 2000a).

La méthode Bray 1 montre une très bonne corrélation avec la réponse à la fertilisation dans des sols neutres à légèrement acides. Dans cette méthode, le fluor déplace le phosphate et ainsi il évite sa ré-adsorption. L'acidité de l'extractif (pH  $\approx$  2) contribue aussi à la dissolution du P liée au Al, Fe et Ca dans la plupart des sols. Cette méthode n'est pas efficace pour les sols au pH alcalin, carbonatés ou calcaires (Kuo, 1996).

En 1984, Mehlich créa une méthode d'extraction afin de caractériser quantitativement plusieurs éléments nutritifs du sol. La méthode nommée Mehlich 3 permet d'extraire non seulement le phosphore, mais aussi les éléments minéraux échangeables suivants : le potassium (K), le calcium (Ca), le magnésium (Mg) et le sodium (Na). Elle sert également à déterminer des oligo-éléments comme l'aluminium (Al), le cuivre (Cu), le zinc (Zn), le manganèse (Mn) et le fer (Fe). Dans le cas spécifique du phosphore, le principe d'extraction est similaire à celui du test Bray 1. Le réactif d'extraction consiste en une dilution acide du fluorure d'ammonium. L'acidité plus élevée de ce réactif diminue l'effet de neutralisation dû aux carbonates, ce qui rend la procédure plus efficace dans des sols alcalins. (Sims, 2000a).

Ces méthodes ont été développées afin de répondre aux besoins des milieux agricoles. Leurs objectifs consistaient à effectuer une bonne évaluation du champ, en termes de nutriments, à partir d'une analyse de routine rapide et peu coûteuse. Bien qu'elles aient démontré leurs performances dans la pratique, elles ne permettent pas de comprendre la dynamique des formes de phosphore dans le sol. De plus, l'application de boues représente un apport quantitativement important de P organique et modifie la biodisponibilité du P de chaque compartiment du sol (Qian et

Schoenau, 2000). L'influence de l'utilisation des boues rend les déterminations effectuées par ces techniques moins fiables (Fardeau, 1993).

Pour mieux suivre la dynamique du P dans le sol, les analyses doivent permettre d'évaluer les changements non seulement quantitatifs aussi qualitatifs. Pour atteindre cet objectif, des fractionnements plus précis sont utilisés. La méthode utilisée par Chang et Jackson (Kuo, 1996), réalise le fractionnement du phosphore minéral du sol sur une même prise d'essai par une succession de traitements. Les différents traitements ont pour but de solubiliser sélectivement les diverses combinaisons du phosphore et de connaître ainsi les différentes formes existantes dans le sol. Tout d'abord, le phosphore soluble dans l'eau et les cations échangeables sont éliminés par un traitement au chlorure d'ammonium. Ensuite, le phosphate d'alumine est extrait avec le fluorure d'ammonium. Sur le résidu, le phosphate de fer est extrait par l'hydroxyde de sodium (le phosphate de fer est dosé après élimination du phosphore organique par floculation). Enfin, le phosphate de calcium est extrait par l'acide sulfurique dilué. Après ces différentes extractions, il reste encore dans le sol une fraction importante de phosphore insoluble, cette fraction atteint parfois 40 % du phosphore total. Cette dernière fraction est représentée, en grande partie, par des phosphates d'inclusion difficilement utilisables par les végétaux. Ceux-ci sont protégés par des revêtements d'oxyde de fer qui résistent aux traitements au fluorure et à l'hydroxyde de sodium. Une fois le phosphate de fer d'inclusion extrait par le citrate de sodium et l'hydrosulfite, l'extraction du phosphate d'aluminium d'inclusion est effectuée en utilisant le fluorure de sodium. Le phosphore organique n'est pas déterminé par cette méthode. Celle-ci apporte une bonne caractérisation chimique, mais renseigne peu sur la mobilité et la biodisponibilité (Kuo, 1996).

Une autre méthode a été créée par Hedley *et al.*, 1982. Ces auteurs ont développé un fractionnement dans lequel le P est initialement extrait par des résines échangeuses d'ions (jouant le rôle des racines). Ensuite, à l'aide d'extractants plus agressifs ( $\text{NaHCO}_3$ , HCl, NaOH), les fractions de moins en moins bio-disponibles sont extraites. Certains de ces pools sont sous-divisés en fractions de P organique et inorganique (Tiessen et Moir, 1993). Le fractionnement de Hedley a été utilisé afin de comparer les transformations du phosphore dans des sols développés sous des

environnements ou des origines différentes (Cross et Schlesinger, 1995 ; Da Silva *et al.*, 2003 ; Tiessen *et al.*, 1984, ), ainsi que sous différents (Hedley *et al.*, 1982). Cette technique a également été utilisée pour évaluer l'utilisation du phosphore dans la rhizosphère de différentes cultures (blé, colza et soja) (Zhang et MacKenzie, 1997 ; La Manna, 2000).

#### **1.3.4 Vers une nouvelle source d'amendements organiques**

Historiquement, l'apport de matière organique exogène a été un des outils principaux pour recomposer le stock de carbone du sol. Les amendements organiques, qui permettent de maintenir un taux d'humus suffisant dans les sols, ont été très fréquemment utilisés.

Les produits organiques proviennent traditionnellement du secteur agricole : résidus de récoltes, fumiers et déjections animales. Plus récemment, ils ont été complétés par des matières organiques du secteur agro-industriel, tels que les lisiers (bruts, traités, compostés ou co-compostés avec d'autres produits), les déchets des industries agro-alimentaires (féculerie, amidonnerie, sucrerie, conserverie, laiterie, distillerie...), et les boues de stations d'épuration (STEP), les fractions fermentescibles compostées des ordures ménagères, déchets verts compostés ou co-compostés... Ces trois derniers produits constituent une source croissante de carbone disponible pour l'agriculture. Dans les conditions actuelles, il est indispensable d'évaluer soigneusement les risques de pollution (Balesdent, 1996 ; Sadovnikova *et al.*, 1996 ; Hasselgren, 1999 ; Nicolardot *et al.*, 2003). Ainsi Alvarez *et al.*, (1999) ont montré que l'enfouissement des boues de STEP dans des sols très érodés, permet de retrouver un niveau denible pour l'ag fertilité suffisant préalable à toute revégétalisation.

Les eaux usées traitées dans les STEP sont principalement constituées des eaux domestiques, des eaux provenant des réseaux pluviaux et, dans les zones industrialisées, des eaux usées industrielles.

Les eaux usées doivent être épurées avant d'être rejetées dans l'environnement. Les principaux constituants des eaux usées ciblés par les traitements sont :

- les matières solides en suspension,

- l'azote,
- le phosphore,
- les matières organiques oxydables, caractérisées par une demande biochimique en oxygène élevée ,
- les pathogènes,
- les Eléments Traces Métalliques (ETM),
- les graisses et détergents.

Ces différents constituants sont distribués dans les différentes phases du produit entrant (comme déchet flottant, particulaire, colloïdal ou en solution), et leurs propriétés déterminent la mise en œuvre des procédés d'épuration.

Parmi ces procédés, on peut énumérer (Vanden Bossche, 1999):

- le **pré-traitement**, destiné à débarrasser l'eau des déchets flottants et des sables ;
- la **décantation primaire**, qui forme les boues primaires, caractérisées par leur contenu plus élevé en matières solides minérales et leur important besoin biologique d'oxygène ;
- le **traitement de floculation** des produits en suspension ou en solution, avant de clarifier les eaux ; il s'agit principalement de l'addition de sels métalliques de fer (comme  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{FeSO}_4$ ), d'aluminium (comme  $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), et de calcium ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{CaO}$ ) ;
- les **traitements biologiques**, destinés à éliminer les matières solubles biodégradables par digestion aérobie microbienne, cette technique a pour conséquence d'augmenter la biomasse microbienne et donc la quantité de résidus microbiens, le produit résultant constitue les boues secondaires ;
- la **réduction** des contenus azotés et phosphorés par voie biologique.

Afin de limiter ou d'éliminer les nuisances olfactives et les risques sanitaires, les boues sont soumises à des traitements divers. Ces traitements visent à les désodoriser, les stabiliser, les rendre transportables, emmagasinables et utilisables en agriculture. Parmi ces traitements, le chaulage (en élevant le pH au dessus de 12) réduit les agents pathogènes à un niveau non détectable. Le compostage (par l'élévation de la température jusqu'à 70°C) détruit les germes pathogènes et arrête l'action des micro-organismes saprophytes (Rynk *et al.*, 1992). Enfin, le séchage



thermique, grâce aux hautes températures et à l'augmentation de la siccité à plus de 95%, est considéré comme le traitement le plus sûr pour l'élimination des germes pathogènes.

Les boues se caractérisent par la présence d'importantes quantités de matière organique et de nutriments (azotés et phosphorés) (Hasselgren, 1988). Cette richesse, en matière organique et en nutriments, est à l'origine de la généralisation de l'application des boues d'épuration dans les sols agricoles, observée pendant les dernières décennies. Ces applications sont fréquemment complétées par l'ajout des fumures chimiques (Hasselgren, 1998).

A la différence des apports d'engrais minéraux où la disponibilité des éléments fertilisants est relativement bien connue, l'application de boues d'épuration exige de prendre en compte plusieurs facteurs, comme la proportion de chaque nutriment apporté, et le moment où ils seront mis à disposition de la culture. Ces paramètres sont différents selon les types de boues, et doivent être estimés en relation avec la minéralisation du produit et la qualité de la matière organique apportée au sol.

Ainsi, l'hétérogénéité des boues d'épuration est une caractéristique notable qui les différencie des matières fertilisantes normalisées ou homologuées. Ces dernières constituent des produits certifiés homogènes, stables en composition et en production, réputés efficaces et présentant des garanties d'innocuité.

La variabilité dans la composition des boues explique le manque de références sur le devenir de leurs éléments fertilisants, après l'épandage des déchets et des effluents, et également la difficulté à proposer des outils de prédiction générique (Girard *et al.*, 2005).

A l'heure actuelle, il existe une demande croissante, de la part des professionnels agricoles et des producteurs de déchets, en ce qui concerne la détermination de la valeur fertilisante de ces types de produits. Ainsi, la conception des outils adaptés, favorisant une utilisation rationnelle des déchets et des effluents en agriculture, permettra de concilier la valorisation agricole de ces produits tout en limitant ses impacts négatif sur l'environnement.

#### **1.3.4.1 La matière organique des boues**

Comme on peut aisément le comprendre, le comportement de la matière organique du sol est dépendant de ses caractéristiques. Du point de vue agronomique, il est important de connaître la valeur de la fraction la plus labile. Cette fraction joue un rôle essentiel dans le cycle des nutriments à court terme et également dans la stabilité structurelle et la résilience du sol. Des relations entre cette fraction instable, la biomasse microbienne et la minéralisation ont été démontrées *in vitro* (Alvarez *et al.*, 1995, 1998).

Différentes méthodes de caractérisation de la matière organique ont été créées et développées, parmi lesquelles la méthode densimétrique s'avère une des plus efficaces. Celle-ci est basée sur le fractionnement, par différence de densité, du carbone contenu dans la matière organique. La comparaison entre la méthode de fractionnement densimétrique du carbone et celle utilisant le carbone total comme paramètre mesuré, permet d'affirmer que la méthode densimétrique est la plus précise pour l'identification des modifications que suit le carbone (Gerzabeck *et al.*, 2001). Ainsi, la matière organique du sol est-elle divisée en trois fractions : une fraction légère, une fraction intermédiaire et une fraction lourde. Les premières, légère et intermédiaire, de cycle plus court, sont constituées par la matière organique provenant de résidus partiellement décomposés et non associés aux composantes minérales du sol. Alvarez et Alvarez (2000), en travaillant avec des sols sud-américains, ont démontré que les fractions légère et intermédiaire sont en relation avec la respiration du sol, par contre aucune relation avec la minéralisation de l'azote n'a pu être démontrée. La fraction lourde est constituée de MO décomposée et associée aux argiles, son cycle est beaucoup plus lent et sa densité plus importante en raison de son association avec certains minéraux du sol.

La qualité de la matière organique peut être déterminée par les fractionnements physiques ou par les fractionnements chimiques. Les fractionnements physiques sont considérés moins destructifs, en conséquence leurs résultats sont plus représentatifs de la structure et du fonctionnement de la MO. Le fractionnement physique inclut des séparations par taille ou par densité. Le fractionnement selon la taille des particules s'appuie sur la corrélation existante entre la taille et la structure et/ou la fonction de la MO (Barrios *et al.*, 1996 ; McLauchlan et

Hobbie 2004 ; Wander, 2004). Les diverses fractions jouent des rôles différents dans le *turnover* de la MO. Face à la difficulté qui résulte de la complexité de la matière organique, un ensemble de méthodes a été développé afin d'identifier des *pools* cinétiques parmi les différents constituants de la matière organique. Ces *pools* cinétiques sont définis par un temps de permanence du carbone (Robert, 2002). La séparation traditionnelle de la matière organique en fractions humique et fulvique ne distingue pas ces *pools* cinétiques qui subissent des cycles différents (Balesdent, 1996). Parmi les méthodes physiques permettant de séparer des «fractions cinétiques» on trouve : le fractionnement en fonction de la dimension des agrégats, et le fractionnement densimétrique (Balesdent, 1996 ; Barrios *et al.*, 1996 ; Gerzabeck, 2001 ; Wander, 2004). Parmi ces fractions cinétiques, la matière organique particulaire (celle qui a suivi le moins de transformations) a été identifiée comme la plus sensible à des changements dus à l'assolement des terres (Cambardella, 1998 ; Puget *et al.*, 2000.).

Pour fractionner la matière organique physiquement, en raison de sa densité, la technique choisie consiste à mélanger l'échantillon de sol dans des liquides organiques de haute densité ou dans des solutions salines de densités comprises entre 1,6 et 2,2. Une fois la séparation produite, la reconnaissance et l'analyse des différentes fractions sont effectuées. Ainsi, les fractions les plus légères sont constituées de résidus partiellement décomposés, et les plus lourdes des complexes organo-minéraux. La caractéristique remarquable de cette fraction est la présence de MO très évoluée.

Le fractionnement densimétrique est basé sur le principe de division de la MO en *pools* diverses, avec des structures et des fonctions différentes. La fraction nommée "lourde" est constituée par la MO associée aux complexes organo-minéraux. Dans cette fraction, la MO présente un état avancé de décomposition, son rapport C/N est bas, son taux de renouvellement lent, et sa densité élevée. Cela s'explique par leur forte association avec les minéraux du sol. Les fractions plus légères (ou la MO est libre ou non complexée) constituent des *pools* de MO transitoire. Celle-ci est composée de résidus d'origine végétale ou animale semi-décomposés, présente un rapport C/N relativement élevé, un taux de renouvellement rapide et une densité basse. La biomasse microbienne et la micro-

faune constituent également une proportion notable de cette fraction. Son bilan de carbone est peu stable, tous les changements de produits dans le sol auront comme résultat l'altération du bilan carboné de la fraction. La distribution de la fraction légère dans le profil du sol est hétérogène et stratifiée. Son contenu diminue selon la profondeur considérée et sa proportion par rapport à la matière organique totale (Christensen, 1992 ; Wander, 2004). Selon les auteurs, le contenu de cette fraction oscille entre 0,01% et 8,3 % du poids sec du sol. Alvarez et Alvarez (2000) et Alvarez *et al.*, (1998) signalent que les différentes perturbations ou pratiques agricoles provoquent dans la fraction légère des changements très significatifs. En ce sens, la mise en culture des sols provoque une diminution presque immédiate de cette fraction. Une variation saisonnière de cette fraction a également été observée, elle est due à sa composition dépendante de résidus divers. De plus, la fraction légère de la MO montre la corrélation la plus forte avec les cycles minéraux (Haynes. 2005).

La proportion d'azote minéral est plus importante dans les fractions de densité inférieure à 2 que dans la MO totale ou dans les fractions dites lourdes (Alvarez et Alvarez, 2000 ; Alvarez *et al.*, 1998). Le rapport C/N de la fraction détermine la capacité de minéralisation de l'azote. Ainsi, un rapport C/N élevé détermine une basse minéralisation de l'azote. Ce phénomène est expliqué par une plus grande disponibilité de carbone capable d'immobiliser de l'azote. Dans les écosystèmes naturels et dans les agro-écosystèmes, l'azote minéral incorporé par les plantes est libéré dans les sols par la minéralisation de la matière organique, pendant ce processus il y a également libération de CO<sub>2</sub>. A ce stade, les cycles de C et N sont en étroite relation (Haynes. 2005). Il est important de noter que la minéralisation de la MO apporte de considérables quantités de nutriments. Ces nutriments sont mis à disposition de la culture en différents moments de la période végétative selon la durée et les caractéristiques du processus de minéralisation. La nature du matériel apporté définit la vitesse de minéralisation, Ainsi si le matériel est riche en protéines le taux de minéralisation sera élevé (le carbone présent dans les protéines est labile, rapidement disponible). Au contraire, les taux bas de minéralisation indiquent une prédominance dans le matériel de substances moins biodégradables comme par exemple la lignine.

La capacité de stockage de l'azote organique est liée à la vitesse de minéralisation du carbone et aux conditions physico-chimiques du sol (Iakimenko *et al.*, 1996). Les schémas de décomposition et de minéralisation nette de l'azote sont fortement dépendants de la nature chimique du substrat (Rowell *et al.*, 2001). Ainsi seules les boues de STEP sont capables de minéraliser rapidement. Le contenu en azote et la proportion du C phénolique ont été signalés comme paramètres indicateurs de la minéralisation des résidus végétaux dans certains bio-solides (Rowell *et al.*, 2001). En effet, l'ajout de composés ligno-cellulosiques diminue la vitesse de minéralisation. Dans les cas des minéralisations rapides, une production excessive de nitrates peut être observée, cela entraîne des risques de lixiviation (Lord et Mitchel, 1998). Parmi d'autres facteurs, ce risque dépend de la quantité absolue de nitrates. Un décalage entre les besoins d'azote des cultures et la disponibilité en azote (sous forme de nitrate) peut, également, conduire à un excès de nitrates et ses pertes par lixiviation (Rimski-Korsakov *et al.*, 2000 ; Scheiner *et al.*, 2000). Malgré leurs solubilité et mobilité élevées, la détection de nitrates dans les nappes phréatiques s'effectue tardivement par rapport à l'apport initial d'azote. Ce fait explique que l'impact environnemental des nitrates ne soit pas détecté précocement. La contamination des eaux phréatiques par les nitrates constitue une contamination diffuse grave, son origine peut être agricole, urbaine ou industrielle. Ce type de contamination est provoqué, dans le premier cas, par l'utilisation intensive de fertilisants (inorganiques ou organiques) ainsi que d'amendements organiques exogènes (boues) (Keeney et Follet, 1991 ; Archer et Thompson, 1993 ; Stone *et al.*, 1998).

#### **1.3.4.2 L'azote des boues**

L'azote des déchets et des effluents organiques épandus sur les sols s'intègre dans les différentes phases du cycle de l'azote. Ainsi, la valeur fertilisante des produits utilisés dépend de la disponibilité de l'azote pour la nutrition végétale. Cette disponibilité est déterminée par le bilan entre les apports (sous forme ammoniacale, rendue rapidement disponible après nitrification et sous forme nitrique dans certains composts) et les flux sortants (la lixiviation des nitrates, la volatilisation d'ammoniaque et la dénitrification). L'azote organique contenu dans les effluents est

quant à lui rendu disponible après la minéralisation des produits selon des dynamiques très variables (Amlinger, 2003 ; Chantigny *et al.*, 2004).

La part de l'azote organique qui n'est pas minéralisée est incorporée dans la matière organique du sol et contribue ainsi à son stockage. Toutefois, les processus de pertes d'azote du sol vers l'atmosphère ou les eaux souterraines peuvent réduire la valeur fertilisante des effluents et induire des biais dans les bilans azotés des cultures, et par conséquent constituer une contrainte à l'utilisation de différents boues. Certains travaux montrent que les applications de boues résiduaire des station d'épuration ou industrielles ont conduit à des pertes substantielles d'azote par volatilisation : entre 25 et 90 % selon les conditions (Christianson, 1988 ; Jayaweera et Mikkelsen, 1990 ; Jensen *et al.*, 1999 ; Potter et Krauter ; 1999 ; Rochette *et al.*, 2001).

Néanmoins ces pertes sont très variables en fonction des caractéristiques et conditions du sol comme pH, capacité d'échange de cations couverture végétale (Ferguson *et al.*, 1984), des facteurs climatiques comme la température, la vitesse du vent et l'humidité (Jayaweera et Mikkelsen, 1990), des caractéristiques des effluents (composition, caractéristiques physiques...) et des techniques culturales (conditions d'épandage, travail du sol...). En France, dans 97% des cas les émissions d'ammoniaque proviennent du secteur agricole (Balesdent, 1996).

Les émissions d'ammoniaque atmosphérique ont des conséquences négatives sur l'environnement (eutrophisation, acidification des sols et diminution de la biodiversité). Après dépôt, il est impliqué dans l'acidification des sols, le dépérissement forestier et l'eutrophisation des eaux de surface. De plus, l'émission d'ammoniaque constitue une nuisance olfactive considérable. Bien que la volatilisation de l'ammoniaque à partir des engrais minéraux et des déchets animaux liquides ait été relativement bien caractérisée (Palma, 1998 ; Zubillaga *et al.*, 2002), il reste encore beaucoup des doutes sur les déchets urbains ou agro-industriels (Sharpley, 1999).

Les pertes d'azote par dénitrification et au cours de la nitrification sont généralement moins importantes quantitativement (quelques kg par hectare) ; par contre, elles ne doivent pas être négligées dans les bilans. Ces pertes peuvent conduire au dégagement de protoxyde d'azote (N<sub>2</sub>O) dans l'atmosphère. Il est

important de noter que le N<sub>2</sub>O constitue un gaz à effet de serre et son potentiel de réchauffement atmosphérique est 210 fois supérieur à celui du CO<sub>2</sub> sur une base massique (IPPC, 1996). L'azote organique présent dans les effluents peut se transformer par minéralisation en ammonium. Celui-ci peut subir un processus de nitrification qui conduit à la formation d'azote nitrique. Enfin, pendant les périodes de pluies qui provoquent des drainages très importants, l'azote nitrique peut être entraîné dans les eaux par lixiviation (Rimski-Korsakov *et al.*, 2000).

#### **1.3.4.3 Le Phosphore des boues**

Le phosphore présent dans les boues est la conséquence de la présence du phosphore dans les eaux qui les constituent.

Ce phosphore provient de diverses sources.

- La source d'origine humaine : en effet, l'excrétion de P par l'homme oscille entre 1 et 2 grammes par jour.
- Les produits lessiviels et de nettoyage : ces produits contiennent des tensioactifs tel le tripolyphosphate de sodium ou des anticorrosifs comme l'hexametaphosphate de sodium (CEEP, 2003).
- Les rejets industriels : les effluents d'industries agro-alimentaires, d'abattoirs, de laverie industrielle, d'industries de traitement de surface et d'industries chimiques en général.
- Éventuellement les rejets agricoles ou d'origine naturelle (Barroin, 2004).

Par conséquent le phosphore des boues sera présent sous forme :

- inorganique : principalement des polyphosphates et des orthophosphates, des phosphates de sodium et de potassium solubles, les phosphates monocalciques et les phosphates de magnésium moins solubles ;
- organique : phospholipides, esters, polynucléotides, ATP, produits principalement par l'assimilation de phosphore soluble par la biomasse microbienne pendant la production de la boue.

Les phosphates allochtones, intrants obligatoires pour le développement durable des agroécosystèmes, sont apportés dans le cycle de « culture – alimentation – déchet ». Un déroulement normal voudrait que cet élément (comme les autres : N, Ca, etc.) soit recyclé et permette un meilleur bouclage du cycle bio-

géochimique. Dans le cas du phosphore, ce recyclage est particulièrement important puisque le P, qui provient des gisements géologiques d'origine sédimentaire, est une ressource limitée et non renouvelable du globe.



## **CHAPITRE 2 : MATÉRIEL ET MÉTHODES**

## 2.1 Les sols

La terre utilisée pour les expériences provient de sols du domaine expérimental de l'ENSAT, installé dans la vallée secondaire du Touch (31, France) sur la Commune de Poucharramet , 43° 24' N, 1° 11' O. La température moyenne de la région est de 13,2°C et les précipitations annuelles atteignent 800 mm. Cette région est soumise aux influences climatiques de l'Atlantique et de la Méditerranée. L'altitude moyenne du site est de 100m. Les caractéristiques principales de ces sols sont présentées dans le Tableau 2.1.

L'un des sols utilisés dans les expériences constitue la couche superficielle d'un alluvion récent, acide et argileux. Ce sol provient de l'érosion des sols bruns et de marnes du bassin versant du Touch. Selon les diverses écoles de taxonomie des sols, il est considéré comme *Distric Fluvisol* (ISSS, 1998), ou *Fluvent* (*Soil Taxonomy*, 1999), plus spécifiquement *Typic udifluent*. Comme le montre le Tableau 2.1, sa texture est argileuse, son pH est neutre et sa teneur en matière organique basse.

L'autre sol utilisé constitue l'horizon de surface d'un *Luvi-rédoxisol* (ISSS, 1998), un *Epiqualfs* selon *Soil Taxonomy* (1999), il est appelé localement « boubène ». Ce sol acide et très limoneux (Tableau 2.1), se caractérise par un fort lessivage des argiles en surface et leur accumulation à 60 cm de profondeur, ainsi que par sa faible conductibilité hydrique et par l'engorgement auquel il est soumis pendant l'hiver. Les contraintes agronomiques principales liées aux luvi-rédoxisols, sont principalement d'ordre physique (battance, engorgement, instabilité structurale). De plus, ce type de sol présente des contraintes liées aux conditions climatiques telles qu'un excès d'eau en hiver et un déficit hydrique en été, accentuées par la faible réserve d'eau utile du sol.

Le choix des sols est la conséquence de l'intérêt à étudier des interactions autres que le pH entre les sols et les différents produits testés. En effet, les effets du pH sur le cycle, la solubilité et la biodisponibilité des éléments sont connus. A faible pH, le cycle du carbone et, directement, celui de l'azote, sont ralentis en suivant la diminution de l'activité biologique (Dalal, 2001). La volatilisation de l'azote est aussi influencée par le pH du sol. Les conditions d'alcalinité favorisent la volatilisation (Sommer et Hutchings, 2001). Quant au phosphore, l'optimum d'absorption se trouve

dans le rang de pH entre 6 et 7,5 (Mathieu et Peltain, 2003). La précipitation du phosphore en phosphate de calcium peu soluble s'observe dans des sols calcaires à partir des pH autour de 8. Dans des conditions acides le phosphore précipite sous forme de phosphate de fer ou aluminium, également peu solubles (Mayumi Tokura *et al.*, 2002).

Tableau 2.1. Caractéristiques principales de la terre utilisée pendant les expériences.

	Fluvisol	Luvi-redoxisol	
Granulométrie (%)	- argile (<2 $\mu$ )	34,5	10,5
	- limon fin (2 - 20 $\mu$ )	29,7	21,2
	- limon grossier (20 - 50 $\mu$ )	22,1	25,4
	- sable fin (50 - 200 $\mu$ )	9,5	20,7
	- sable grossier (200-2000 $\mu$ )	2,2	20,9
C Total (%)	1,14	0,75	
N total (%)	0,11	0,07	
C/N	10,6	9,33	
pH (eau)	7,4	7	
pH (KCl)	6,7	6,3	
C.E.C. (me.kg <sup>-1</sup> )	190	65	
CaO (mg Kg <sup>-1</sup> )	4222	1294	
Fe (mg Kg <sup>-1</sup> )	106	198	
Mg échangeable (mg Kg <sup>-1</sup> )	6,2	10,8	
Mg réductible (mg Kg <sup>-1</sup> )	2,1	32,4	

## 2.2 Les Boues

Les boues résiduelles testées sont : une boue urbaine chaulée, une boue urbaine liquide, une boue de lisier de porc liquide, une boue urbaine granulée par déshydratation thermique (broyée ou pas), une boue urbaine compostée avec des écorces variées. Un témoin négatif (sans traitement) et un témoin positif (glucose ou urée selon l'expérience) ont été utilisés comme références.

### 2.2.1 Boue urbaine chaulée

La boue urbaine chaulée (Tableau 2.2) provient de la station de la Saudrune qui traite les eaux résiduelles des communes de Cugnaux, Villeneuve Tolosane, Frouzins et Seysse. Construite en 1996, cette station est dimensionnée pour 40 000 équivalents habitant. La boue traitée à la chaux est stockée sur une aire bétonnée, mais les boues testées dans ce travail sont prélevées immédiatement en sortie de station après l'ajout de la chaux. Un échantillon composé est prélevé et conservé en flacons plastique de 1l. à -18° jusqu'aux utilisations.

Tableau 2.2. Caractéristiques principales de la Boue Chaulée.

Matière sèche (%)	25
pH	12,7
Matière Organique (dans MS)%	47,70
Carbone Organique (dans MS)%	23,91
Azote Total (N%MS)	3,8
Azote Ammoniacal (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> %MS)	0,98
Phosphore Total (P) (%)	2,32
Calcium Total (CaO%MS)	25,4
Magnésium Total (MgO%MS)	0,63
Potassium Total (K <sub>2</sub> O%MS)	0,24
Soufre Total (S %MS)	0,04

### 2.2.2 Boue urbaine liquide

La boue urbaine liquide (Tableau 2.3) provient d'un mélange de 4 stations rurales d'épuration, appartenant aux communes de Fonsorbes et Fontenilles. Chaque commune possède 2 petites stations rurales. Les 4 stations produisent des boues biologiques : celles de Fontenille produisent des boues activées par aération prolongée ; celles de Fonsorbes sont équipées de filtres bactériens et traitent aussi l'azote dans les eaux résiduaires. Ce dernier traitement explique la richesse en azote de ces boues. La station de Fonsorbes la plus importante est équipée d'une centrifugeuse. Ces communes se sont organisées pour stocker leurs boues dans un silo, l'ensemble représente 6850 Eq Hab. Le SIVOM de Saint-Lys est en charge de la gestion de ces boues. Un échantillon composé est prélevé au moment de la réception des boues et conservé en flacons plastique de 1l. à -18° jusqu'aux utilisations.

Tableau 2.3. Caractéristiques principales de la Boue urbaine liquide.

Matière sèche	3,8
pH	7,4
Matière Organique (dans MS) %	59,04
Carbone Organique (dans MS)%	29,47
Azote Total (N%MS)	5,87
Azote Ammoniacal (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> %MS)	2,8
Phosphore Total (P) (%)	4,76
Calcium Total (CaO%MS)	4,71
Magnésium Total (MgO%MS)	1,05
Potassium Total (K <sub>2</sub> O%MS)	0,689
Soufre Total (S %MS)	0,40

### 2.2.3 Boue de lisier de porc

La boue de lisier de porc (Tableau 2.4) provient de l'élevage porcin de M. Capdebosc près de Morlaàs, dans les Pyrénées Atlantiques. Cet élevage porcin est équipé d'une station de traitement de lisier (le plus proche de Poucharramet), et disposait de boue au début de l'expérimentation. Des échantillons de boue ont été prélevés après homogénéisation à la station de production et conservés à -18°.

Tableau 2.4. Caractéristiques principales de la Boue de lisier de porc.

Matière sèche	2,15
pH	7,5
Matière Organique (dans MS)%	30,70
Carbone Organique (dans MS)%	15,32
Azote Total	6,1
Azote Ammoniacal (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> %MS)	1,2
Phosphore Total (P) (%)	5,99
Calcium Total (CaO%MS)	7,5
Magnésium Total(MgO%MS)	2
Potassium Total (K <sub>2</sub> O%MS)	12,8
Soufre Total (S %MS)	0,28

### 2.2.4 Boue granulée

La boue granulée (Tableau 2.5) provient de la station d'épuration d'eaux de Ginestous, cette station traite les eaux résiduaires de Toulouse. La boue urbaine est obtenue par séchage à 105°C pendant 10 minutes et contient 90 % de matière sèche. Cette boue, se présente en granules irréguliers des tailles diverses. Pour

éviter des erreurs conséquentes, la boue a été broyée au mortier et forcée à passer au tamis à 1mm.

Tableau 2.5. Caractéristiques principales de la Boue granulée.

Matière sèche	90,48
pH	7
Matière Organique (dans MS)%	82,92
Carbone Organique (dans MS)%	46,07
Azote Total (N%MS)	4,95
Azote Ammoniacal (N-NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> %MS)	0,9
P Total (%) [P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> %MS]	1,923
Calcium Total (CaO%MS)	
Magnésium Total(MgO%MS)	
Potassium Total (K <sub>2</sub> O%MS)	
Soufre Total (S %MS)	0,2163

### 2.2.5 Boue compostée

La boue compostée (Tableau 2.6) provient également de la station d'épuration d'eaux de Ginestous. Cette boue présente comme caractéristique la présence d'écorces variées (pin et feuillus en mélange). Pour les expérimentations, elle a été criblée (2 mm) afin d'améliorer son homogénéité.

Tableau 2.6. Caractéristiques principales de la Boue compostée.

Matière sèche	25
pH	6,5
Matière Organique (dans MS)%	74,85
Carbone Organique (dans MS)%	40,45
Azote Total	4,0385
Azote Ammoniacal	1,2
Phosphore Total (P) (%)	2
Calcium Total	-
Magnésium Total	-
Potassium Total	-
Soufre Total	0,12

## **2.3 Expériences réalisées**

### **2.3.1 Dynamique du carbone des boues**

#### **2.3.1.1 Suivi de la minéralisation du Carbone des boues ; mesure de CO<sub>2</sub> dégagé**

##### **2.3.1.1.1 Protocole expérimental**

Deux séries d'expériences ont été réalisées. La première a consisté à déterminer les potentiels de minéralisation des cinq types de boues en utilisant les deux sols le Fluvisol et le Luvi-rédoxisol. La deuxième, complémentaire, permettait d'évaluer les effets de la taille de la particule sur la minéralisation du carbone des boues. Cette dernière a été réalisée en utilisant le Luvi-rédoxisol. Les procédures expérimentales sont décrites en détail dans ce qui suit.

##### **2.3.1.1.2 Détermination des potentiels de minéralisation des différents types de boues**

La quantité de sol et de boue dans les essais a été calculée afin d'éviter des altérations dans les conditions de sol, telles des conditions d'anoxie localisée, qui altèrent la minéralisation normale des boues. En considérant une couche arable hypothétique de 3000 T ha<sup>-1</sup>, l'apport de carbone peut être assimilé à un apport d'environ 3000 kg de C, ou 6000 kg de matière organique (matière sèche) ou bien, autour de 30 tonnes de matière humide par hectare. Cette quantité est de l'ordre de grandeur de ce qui est épandu par les agriculteurs, soit en fumier, soit en boues de STEP, tous les 2 ans.

Compte tenu de ces calculs, 25 g de sol ont été utilisés dans chacun des essais. Les échantillons de sol ont été broyés au mortier et ensuite tamisés à 1 mm. Une quantité équivalente à 25 mg de carbone provenant des produits à tester (différents types de boues) a été additionnée de manière indépendante à chacun des échantillons de sol (Tableau 2.7).

Le mélange sol-produit à tester a été placé dans un flacon de 75 mL, et l'humidité a été corrigée afin d'atteindre les 2/3 de la capacité au champ. Ensuite, les flacons ont été placés dans des enceintes étanches de 500 ml. A l'intérieur de ces enceintes, deux flacons de 20 ml ont été placés. L'un contenant 10 ml d'eau déminéralisé, afin d'assurer la saturation en H<sub>2</sub>O de l'atmosphère, et l'autre contenant 10 mL de NaOH 0,25N. La température de l'ensemble est maintenue à 25°.

Le CO<sub>2</sub> libéré par la minéralisation est capté par la soude. A des intervalles de temps fixes, les enceintes sont ouvertes afin de renouveler l'oxygène (O<sub>2</sub>). A ce moment, les flacons contenant de la soude sont retirés et remplacés par des flacons contenant du réactif neuf.

Lors de ces expériences, deux types de témoins ont été utilisés. Le glucose, étant un produit totalement minéralisable, a été utilisé (à la dose de 25 mg d'équivalent carbone) comme témoin positif. Le témoin négatif consistait en un échantillon de sol sans boue additionnée.

Afin de déterminer le CO<sub>2</sub> absorbé, la technique proposée par Öhlinger (1996) a été choisie. Selon ce protocole, le carbonate de Na formé est précipité par BaCl<sub>2</sub>, et la soude restante est dosée par HCl 0,125 N. Les déterminations ont été effectuées à des intervalles de 3, 9, 16, 22, 29, 54 et 82 jours.

La différence des valeurs observée entre chacun des traitements (mélange *sol-boue*) et le témoin négatif (sol sans produit à tester) est considérée comme la quantité de CO<sub>2</sub> provenant de la boue.



Tableau 2.7. Quantité de Boue apporté dans chaque traitement

Type de traitement	Matière Humide (mg)	Matière Sèche (mg)
B. chaulée	418,4	104,6
B. urbaine	2232	84,8
B. porcine	7590	163,2
B. granulée	59,97	54,26
B. compostée	247,2	61,8
Glucose	62,5	62,5

### 2.3.1.1.3 Évaluation de l'influence de la taille des particules sur la minéralisation du carbone des boues

Afin de vérifier l'influence de la granulométrie des boues sur la vitesse de minéralisation, une deuxième série d'expériences a été effectuée dans des conditions semblables. Cette deuxième expérience a été effectuée sur un Luvi-rédoxisol. Ce choix est basé sur la l'idée que la texture plus grossière du Luvi-rédoxisol permettra de refléter les changements avec plus de sensibilité que le Fluvisol plus argileux (Krull *et al.*, 2001).

Deux traitements ont été définis afin d'évaluer les effets de la taille de la particule sur la vitesse de minéralisation du carbone des boues. Le premier traitement consistait en l'ajout d'une granule de 100 mg et d'environ 4,5 mm de diamètre de boue déshydratée à l'échantillon de sol (25 g). Le deuxième consistait en l'ajout de 100mg de la même boue déshydratée granulée, broyée au mortier et tamisée à 2mm.

Comme dans l'expérience précédente, le mélange a été placé dans un flacon de 75 ml de capacité, ouvert et amené à humidité équivalente à 2/3 de la capacité au champ. Les flacons placés dans les enceintes étanches de 500 ml ont été utilisés pour la détermination du CO<sub>2</sub> dégagé à 3, 10, 18, 24, 49 et 77 jours, selon la méthode décrite plus haut.

#### 2.3.1.1.4 Traitements des données

Le plan expérimental des expériences décrites correspond à un dispositif factoriel 7 x 2 (sept traitements et deux sols) avec 4 répétitions, en blocs totalement

aléatoires. Les données d'émission cumulée du C-CO<sub>2</sub> ont été ajustées au modèle mathématique.

La valeur moyenne de chaque traitement, ainsi que la variance et l'écart type correspondants, ont été calculés pour chacune des dates considérées en tenant compte des quatre répétitions. Les données ainsi obtenues ont fait l'objet des analyses statistiques (ANOVA). Dans les cas où des différences significatives ont été trouvées ( $p < 0,05$ ), les moyennes ont été séparées en utilisant le test de la plus petite différence significative (L.S.D.). Les relations entre les différentes variables ont été évaluées par des analyses de régressions et testées par sa valeur F.

### **2.3.1.2 Fractionnement densimétrique du carbone**

#### **2.3.1.2.1 Protocole expérimental**

Afin d'effectuer le fractionnement de la matière organique du sol, ce dernier est séché à l'air, broyé au mortier et tamisé à 2mm. Le choix de la quantité de carbone sous forme des boues utilisées, cinq fois supérieure a celle utilisé pour l'expérience précédente, était contraint par la plus faible sensibilité de la méthode appliquée. La quantité de carbone provenant des boues utilisées devait permettre d'identifier des changements liés aux traitements.

Les boues ont été mélangées avec 100g de sol dans des flacons de 200 ml. La quantité de boue ajoutée représentait un apport de 0,5 g de carbone pour chaque échantillon de sol (Tableau 2.8). Selon ce calcul, l'apport de C est d'environ 15 T pour 3000 T de couche arable. En estimant que le carbone constitue la moitié de la matière organique (exprimé en matière sèche), l'application représente environ 30 T ha<sup>-1</sup> (le maximum autorisé pour 10 ans) et en terme de pourcentage entre 40 et 70 % du C présent dans le sol. Les échantillons amenés à une humidité proche du 70% de la capacité au champ, ont été incubés, ouverts, à 25°C, pendant 0, 15 et 60 jours. L'humidité était contrôlée pour gravimétrie chaque 48 h, et le déficit compensé avec de l'eau déminéralisé.

Tableau 2.8. Quantité de Boue apportée dans chaque traitement correspondant à 0,5 g de carbone.

Type de traitement	Matière Humide (g)	Matière Sèche (g)
B. chaulée	8,368	2,092
B. urbaine	64,9	2,466
B. porcine	151,8	3,264
B. granulée	1,1994	1,0852
B. compostée	4,944	1,236

Après incubation, les échantillons sont séchés à l'air et le carbone total est déterminé par oxydation humide et détermination de CO<sub>2</sub> par piégeage avec du NaOH (Tiessen et Moir, 1993b). Parallèlement une aliquote de 5 g de chaque échantillon est mis dans un tube de centrifugeuse de 50 ml et mélangés avec 30 ml de liquide de séparation correspondent a la fraction de matière organique à obtenir.. Les tubes sont placés dans un cube d'ultrasons pendant 10 min et ensuite ils sont agités pendant 10 min. Le mélange obtenu est centrifugé 10 min à 3500 tours par minute. Le surnageant est filtré sous vide en utilisant des filtres en fibre de verre. Le carbone provenant de chaque fraction est dosé par oxydation humide ; la récupération du CO<sub>2</sub> s'effectue dans un piège à soude (Tiessen et Moir, 1993b).

Le carbone de la fraction légère est récupéré comme surnageant du mélange sol et tétrachlorure ( $\delta = 1,59$ ). Le carbone de la fraction moyenne est celui présent dans le mélange sol/bromoforme : éthanol ( $\delta = 2$ ). Le carbone organique contenu dans la fraction lourde est estimé comme la différence entre le C total et celui quantifié dans les fractions de densité inférieure à 2.

#### 2.3.1.2.2 Traitement des données

La valeur moyenne de chaque traitement, ainsi que la variance et l'écart type correspondant, ont été calculés pour chacune des dates considérées en tenant compte des trois répétitions réalisées. Les données ainsi obtenues ont fait l'objet des analyses statistiques (ANOVA). Dans les cas où des différences significatives ont été trouvées ( $p < 0,05$ ), les moyennes ont été séparées en utilisant le test de la plus petite différence significative (L.S.D.). Etant donné que l'on ne dispose que de trois

points pour estimer la cinétique d'évolution des fractions, il est illusoire de rechercher des équations mathématiques décrivant cette évolution.

Le plan expérimental de cette expérience correspond à un système factoriel 7 x 2 (sept traitements et deux sols), avec 3 répétitions et 3 dates, en blocs totalement aléatoires. Les effets principaux sont ceux des sols et des types de boues.

### **2.3.1.3 Effet de la taille des particules sur l'évolution de la matière organique exogène**

#### **2.3.1.3.1 Protocole expérimental**

L'expérience a consisté en comparer dans le Luvi-rédoxisol l'effet de l'application de la boue granulée moulue (évaluée dans l'expérience précédente) et l'effet de la application de la même quantité de boue granulée, mais en granules entiers. En partant de cette prémisse, un granule de boue apportant 0,5 g de carbone a été mélangé avec 100g de sol dans un flacon de 200 ml. Les échantillons amenés à une humidité du 70% de la capacité au champ, ont été incubés, ouverts, à 25°C pendant 0, 15 et 60 jours. L'humidité était contrôlée par gravimétrie toutes les 48 h, et le déficit compensé avec de l'eau déminéralisé.

Comme dans l'expérience précédente, après l'incubation, les échantillons sont séchés à l'air et le carbone total est déterminé. Après cette opération, 5 g de chaque échantillon sont mis dans un tube de centrifugeuse de 50 ml et mélangés avec 30 ml de liquide de séparation, mélange sol et tétrachlorure ( $\delta = 1,59$ ) pour la fraction légère et mélange sol + bromoforme : éthanol ( $\delta = 2$ ) pour le carbone de la fraction moyenne. Le carbone organique contenu dans la fraction lourde est estimé comme la différence entre le C total et celui quantifié dans les fractions de densité inférieure a 2. Les tubes sont placés dans un cube d'ultrasons pendant 10 min et ensuite ils sont agités pendant 10 min. Le mélange obtenu est centrifugé 10 min à 3500 RPM. Le surnageant est filtré sous vide en utilisant des filtres en fibre de verre. Le carbone provenant de chaque fraction est dosé par oxydation humide ; la récupération du CO<sub>2</sub> s'effectue dans un piège à soude (Tiessen et Moir, 1993b).

### **2.3.1.3.2 Traitements des données**

Le plan expérimental de cette expérience correspond à 2 traitements avec 3 répétitions, en blocs aléatoires. La valeur moyenne de chaque traitement, ainsi que la variance et l'écart type correspondants, ont été calculés pour chacune des dates considérées en tenant compte des trois répétitions. Les données ainsi obtenues ont fait l'objet des analyses statistiques (ANOVA). Lorsque des différences significatives ont été mises en évidence ( $p < 0,05$ ), les moyennes ont été comparées en utilisant le test de la plus petite différence significative (L.S.D.). Étant donné que l'on ne dispose que de trois points pour estimer la cinétique d'évolution des fractions, aucun modèle mathématique n'a été utilisé pour décrire l'évolution des fractions.

## **2.3.2 Dynamique de la minéralisation de l'azote des boues**

### ***2.3.2.1 Comparaison de potentiels de minéralisation de l'azote des boues***

Les expériences effectuées pour établir la dynamique de l'azote ont été réalisées avec l'addition au sol de 0,2 ‰ de N. Ce dosage équivaut à un épandage de 600 kg N ha<sup>-1</sup>, en considérant un poids de l'horizon labourable égal à 3000 T. Si l'on considère des boues avec un contenu d'azote de 6 ou 4%, la quantité estimée est obtenue à partir de l'épandage de 10 ou 15 tonnes de matière sèche/ha.

Dans les essais effectués afin de déterminer l'azote sous forme de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> et NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, 20 g de sol broyé au mortier et tamisé à 1 mm, ont été mélangés avec les produits à tester (différents types de boues), en quantité telle que chacun apportait 4 mg d'azote total. Ce mélange a été placé dans des flacons de 200 ml ouverts (Tableau 2.9). Afin d'amener les échantillons à 2/3 de la capacité au champ, de l'eau déminéralisée a été apportée dans certains cas. Les échantillons ainsi préparés ont été mis à incuber à 25°C.

Tableau 2.9. Suivi de la Minéralisation de l'azote. Quantité de Boue apporté dans chaque traitement.

Type de traitement	Matière Humide (mg)	Matière Sèche (mg)
B. chaulée	421,05	105,26
B. urbaine	1793,24	68,14
B. porcine	3049,94	65,57
B. granulée	89,31	80,81
B. compostée	396,19	99,05
Urée	8,70	8,70

A intervalles de temps fixes (0, 7, 15 et 30 jours), 100 ml de KCl 2M sont ajoutés dans les flacons prévus pour les déterminations. Les flacons sont ensuite fermés et soumis à agitation pendant 30 min. Après filtration, nitrates et ammonium sont déterminés sur l'extrait par colorimétrie. Pour cette expérience, trois répétitions ont été effectuées.

### **2.3.2.2 Comparaison de la volatilisation de l'azote des boues**

La volatilisation d'azote des boues de STEP déposées sur des échantillons de terre, en conditions contrôlées de température et d'humidité, a été déterminée en mesurant le dégagement de  $\text{NH}_3$  au cours de temps. Cette expérience visait à établir des paramètres permettant de prévoir la volatilisation.

Afin de comparer la potentialité de dégagement de  $\text{NH}_3$ , 25 g de sol séché à l'air, broyé et tamisé sont placés dans un flacon de 75 ml ouvert. Une quantité de produit à tester (différents types de boues) (Tableau 2.10) contenant 5 mg d'azote est mélangée à l'eau déminéralisée. Le volume total d'eau obtenu (eau du produit + eau ajoutée) est égal à 5 ml. Le mélange est versé dans le flacon de 75 ml, sur le sol sans mélanger, et ensuite est placé dans une enceinte étanche de 500 ml. Dans l'enceinte est placé un récipient de 20 ml contenant 10 ml d'acide sulfurique à 0,5 M afin de fixer l'ammoniac volatilisé. L'ensemble du dispositif est placé à 25°C. Le récipient d'acide est renouvelé à 7, 15 et 30 jours. Le  $\text{NH}_3$  capté par l'acide est ensuite mesuré par colorimétrie. Trois répétitions de cette expérience ont été réalisées.

Tableau 2.10. Suivi du dégagement du NH<sub>3</sub>. Quantité de Boue apporté dans chaque traitement.

Type de traitement	Matière Humide (mg)	Matière Sèche (mg)
B. chaulée	526,3	131,6
B. urbaine	2241,5	85,2
B. porcine	3812,4	82,0
B. granulée	111,6	101,0
B. compostée	495,2	123,8
Urée	10,9	10,9

### **2.3.2.3 Influence de la taille des particules**

Afin de caractériser les changements liés à la taille des la particules, sur la boulbène, des expériences complémentaires de minéralisation et de volatilisation de l'azote, ont été réalisées avec la boue granulée en utilisant terre. Les traitement consistent à comparer l'évolution d'une même quantité de boue moulue et sous la forme d'une seule granule.

#### **2.3.2.3.1 Traitements des résultats**

Le plan expérimental correspond à un dispositif factoriel 7 x 2 avec répétitions, en blocs complètement aléatoires. Les effets principaux sont ceux du sol et du type de boue. La valeur moyenne de chaque traitement, ainsi que la variance et l'écart type correspondants, ont été calculés pour chacune des dates considérées en tenant compte des trois répétitions. Les données ainsi obtenues ont fait l'objet des analyses statistiques (ANOVA). Dans les cas où des différences significatives ont été trouvées ( $p < 0,05$ ), les moyennes ont été séparées en utilisant le test de la différence minimale significative (L.S.D.). La relation entre les différentes variables a été évaluée par des analyses de régressions et testée par sa valeur F. Les modèles de régression ont été testés avec le logiciel "Statistix, Analytical Software (V.6)".

### 2.3.3 Dynamique du phosphore des boues

Les expériences réalisées ont par but d'identifier et de suivre l'évolution des formes de phosphore (P) au cours d'une incubation dans un mélange sol – boues. Deux types de sols et cinq types de boues différentes, plus un traitement phosphate et un témoin sont étudiés.

#### 2.3.3.1 Préparation des échantillons

La quantité de boue utilisée dans l'expérience est calculée en considérant, une couche arable de 3000 T. ha<sup>-1</sup>, et un apport de phosphore permettant de détecter les différences après fractionnement. A tel effet, 6 mg de P par 100 g de sol représentent un apport de 60 ppm de P total, c'est-à-dire 180 Kg de P. ha<sup>-1</sup>. Cette quantité est apportée approximativement par 1 à 3 tonnes de matière sèche de boue.

Dans un flacon de 200 cm<sup>3</sup>, à 100 g de sol séché à l'air et tamisé à 2 mm, est ajoutée une quantité de boue afin d'atteindre un apport de 6 mg de P total. L'apport de P est réalisé soit sous forme de boue, soit sous forme de CaHPO<sub>4</sub>. Ce produit est utilisé comme témoin positif (+), un témoin sans P (-) permet de vérifier l'évolution du sol sans traitement (Tableau 2.11).

A ce mélange, on ajoute de l'eau pour avoir une teneur finale (eau ajouté + eau de la boue) représentant 70% de la capacité au champ.

Les échantillons, avec trois répétitions, sont placés en incubation à 28°C pour des durées de 0, 7, 30 et 180 jours (T0, T7 T30 et T180). Après l'incubation chaque échantillon sert aux déterminations suivantes :

- P total (digestion à l'acide perchlorique) ;
- P Organique ;
- P extractible selon les méthodes de Bray 1, Olsen et Mehlich-3 ;
- P par spéciation *via* une extraction chimique séquentielle, méthode de Chang & Jackson, (Kuo, 1996) ;
- P selon le fractionnement par mobilité de Hedley *et al.*, (1982).

Afin d'établir avec précision le niveau de biodisponibilité du phosphore, les échantillons de sol correspondant au temps d'incubation T0 sont utilisés pour des



essais en pot en utilisant la chicorée (*Cichorium intybus* L.). Le matériel végétal est soumis à des analyses de biomasse et P total.

#### **2.3.3.1.1 Traitement des résultats**

La valeur moyenne de chaque traitement, ainsi que la variance et l'écart type correspondants, sont calculés pour chacune des dates considérées en tenant compte des trois répétitions. Les données ainsi obtenues font l'objet des analyses statistiques (ANOVA). Dans les cas où des différences significatives sont trouvées ( $p < 0,05$ ), les moyennes sont séparées en utilisant le test de la différence minimale significative (L.S.D.). Lorsque l'hypothèse d'égalité de moyennes est rejetée ( $p < 0,05$ ) ou une tendance vers l'effet du traitement ( $p < 0,10$ ) a été constatée, des contrastes orthogonaux entre traitements sont réalisés.

L'analyse de régression multiple est utilisée pour la construction des modèles explicatifs. « Statistix, Analytical Software » (V.6) est utilisé comme logiciel pour les calculs.

### **2.4 Méthodes Analytiques.**

#### **2.4.1 Mesures de C**

##### **2.4.1.1 Suivi de la minéralisation du Carbone des boues - Mesure de CO<sub>2</sub> dégagé - Méthode respirométrique**

La respiration du sol est définie comme la consommation d'oxygène et l'émission de CO<sub>2</sub> par des microorganismes du sol comme conséquences de leur métabolisme. La respiration du sol résulte de la dégradation de la matière organique sous toutes ses formes. Sa mesure a été utilisée afin de déterminer les changements liés au labourage (Alvarez *et al.*, 1995) ou se produisent au long d'une cycle de culture (Alvarez *et al.*, 1998). Cette détermination présente comme principale contrainte une grande variabilité spatiale ; de plus, elle ne permet pas de différencier la respiration de microorganismes de celle de la végétation ou des racines. La procédure la plus utilisée, pour la mesure de la respiration du sol en conditions contrôlées (avec des sols homogénéisés), consiste en l'utilisation d'un système fermé. Ainsi, le CO<sub>2</sub> est retenu dans une enceinte hermétique et absorbé par une solution alcaline. Ensuite, le CO<sub>2</sub> est quantifié au début et à fin de

l'incubation. L'accumulation du CO<sub>2</sub>, peut être exprimée en taux de production (Öhlinger, 1996).

Dans ce travail, les vitesses de minéralisation de diverses boues de STEP en conditions optimales de température et d'humidité, dans deux sols différents, ont été déterminées. La méthode choisie pour arriver à un tel but a consisté en la mesure du dégagement de CO<sub>2</sub> au cours de temps.

Le matériel et les solutions chimiques pour la mise en plan du protocole sont les, suivantes :

- Récipient hermétique 500 mL.
- Récipient 50 mL pour recevoir la mélange sol – produit à tester
- Récipients 25 mL pour pièges alcalines à CO<sub>2</sub> et pour H<sub>2</sub>O
- Solution Hydroxyde de sodium (0,05 M)
- Acide chlorhydrique (0,1 M)
- Chlorure de baryum (0,5 M)
- Indicateur de Phénophtaléine

La procédure consiste à placer le sol et le produit à tester dans le récipient de 50 mL, avec 20 mL de solution Na OH et 20 mL de H<sub>2</sub>O déminéralisée dans des flacons de 25 mL. Les trois récipients sont alors placés dans le récipient étanche de 500 mL et incubés à 25°C. Aux dates d'échantillonnage prévues, le récipient de Na(OH) est ouvert et remplacé par un autre contenant du réactif neuf. Le CO<sub>2</sub> est déterminé à l'aide de 2 mL de solution du chlorure de baryum (formation de carbonate de baryum). Ensuite, l'ajout de 2-3 gouttes d'indicateur de phénophtaléine est effectué et le titrage du NaOH en excès s'effectue avec la solution de HCl. Afin d'obtenir un contrôle (blanc), l'expérience est réalisée sans ajout de sol dans le récipient correspondant.

Calcul de résultats, selon Tiessen et Moir (1993b) :

$$((a - b) \times 2,2 \times 100) / x \% \text{ dm} = \text{mg CO}_2$$

a : volume de HCl consommé par le contrôle (blanc)

b : volume de HCl consommé par l'échantillon

La respiration est fortement influencée par le contenu en eau du sol. Afin d'éviter des biais, il est nécessaire de conserver les échantillons à humidité constant, environ 60-70 % de la capacité au champ.

#### **2.4.1.2 Détermination du C Total par digestion humide et piégeage du CO<sub>2</sub>**

La digestion humide utilisée est basé sur la technique décrite par Tiessen et Moir (1993b)

L'échantillon, placé sur un filtre en microfibre de verre (Whatman GF/C) est digéré avec le mélange «dichromate de potassium – acide sulfurique», dans un tube a 50 mL fermé hermétiquement. Le CO<sub>2</sub> dégagé est piégé par un récipient contenant du NaOH 0,25 M. Afin de déterminer le carbonate de sodium formé, une précipitation par BaCl<sub>2</sub> est réalisée. La soude restante est dosée par HCl 0,125 N en utilisant comme indicateur de la phénophtaléine.

#### **2.4.1.3 Fractionnement du carbone du sol**

5 g de chaque échantillon sont mis dans un tube à centrifuger de 50 mL et mélangés avec 30 mL de liquide de séparation ( $\delta$  1,59 = tétrachlorure de carbone ;  $\delta$  2 = bromoforme : éthanol). Les tubes sont placés dans une cuve à ultrasons pendant 10 min et ensuite ils sont agités pendant 10 min. Le mélange obtenu est centrifugé 10 min à 3500 rpm. Le surnageant est filtré sous vide en utilisant des filtres en fibre de verre. Le carbone provenant de chaque fraction est dosé par oxydation humide ; la récupération du CO<sub>2</sub> s'effectue dans un piège à soude (Tiessen et Moir, 1993b). Le carbone de la fraction légère ( $\delta$  = 1,59) est récupéré comme surnageant du mélange sol - tétrachlorure . Le carbone de la fraction moyenne ( $\delta$  = 2) est celui présent dans le mélange sol + bromoforme : éthanol. Le carbone organique contenu dans la fraction lourde est estimé comme la différence entre le C total et celui quantifié dans les fractions de densité inférieure à 2.

### **2.4.2 Mesures de N**

#### **2.4.2.1 Procédure d'extraction de l'azote minéral du sol**

L'extraction s'effectue avec une solution de KCl 1 M (rapport terre / solution égale à 1 / 2 ; agitation durant 30 minutes à 20°C). Les ions NO<sub>3</sub><sup>-</sup> et NH<sub>4</sub><sup>+</sup> sont ensuite dosés par colorimétrie à 520 nm et 660 nm

## **2.4.2.2 Détermination par colorimétrie de $\text{NH}_4^+$**

### **2.4.2.2.1 Principe**

En présence d'un oxydant et à pH élevé, les ions  $\text{NH}_4^+$  réagissent avec du phénol pour développer une intense couleur bleue. L'intensité de la couleur est proportionnelle à la concentration en ammoniac. En présence d'un catalyseur, la couleur se développe rapidement à température ambiante. Néanmoins, il est préférable de porter la solution à 40 °C pour améliorer la réaction. Il a été aussi démontré qu'un pH supérieur à 11 donne un maximum de sensibilité à la méthode.

Les cations  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^+$  et  $\text{Fe}^{3+}$  précipitent en condition alcaline. La turbidité résultante donne une interférence positive dans la détermination de l'ammoniac. Afin d'éliminer cette interférence une solution d'EDTA (acide éthylènediaminotétraacétique) est ajoutée avant le développement de la couleur. L'EDTA complexe les cations di et trivalents et, dès lors, prévient leur précipitation.

### **2.4.2.2.2 Matériel**

- bouteilles à agitation de 250 mL, 1 par échantillon (+ bouchon) ;
- entonnoirs, 1 par échantillon ;
- fioles coniques de 250 mL, 1 par échantillon ;
- balance analytique à 0,1 mg ;
- agitateur à mouvement de va-et-vient ;
- bac thermostaté ;
- pH-mètre ;
- spectrophotomètre réglé à 636 nm, assurant une précision de 0,001 d'absorbance, équipé de cuves de 10 mm de trajet optique ;
- fioles jaugées de 25, 100, 200, 1000 et 2000 mL ;
- pipettes à 1 trait de 1,2 et 5 mL ;
- bouteille colorée de 100 mL ;
- papier filtre Whatman n° 42 (ou équivalent).

### **2.4.2.2.3 Réactifs**

- Eau déminéralisée ayant une conductivité inférieure à 0,2 mS.  $\text{m}^{-1}$
- Solution de phénol – nitroprussiate. Dans une fiole jaugée de 100 mL contenant environ 90 mL d'eau déminéralisée, dissoudre 7 g de phénol en cristaux p.a.

(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>O) et 0,034 g de nitroprussiate de sodium p.a. (C<sub>5</sub>FeN<sub>6</sub>Na<sub>2</sub>O, 2H<sub>2</sub>O). Ajuster au volume. Transvaser dans une bouteille colorée et conserver au réfrigérateur.

- Solution de chlorure de potassium 2 M. Dans une fiole jaugée de 1000 mL, dissoudre 149 g de chlorure de potassium dans de l'eau déminéralisée. Ajuster au volume. Homogénéiser.
- Tampon hypochlorite. Dans une fiole jaugée de 100 mL contenant environ 70 mL d'eau déminéralisée, dissoudre 1,480 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) en pastilles p.a. Ajouter 4,98 g d'hydrogènephosphate di-sodium (NH<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>) p.a. et 20 mL d'hypochlorite de sodium (NaOCl) à 5 %. Vérifier que le pH soit compris entre 11,4 et 12,2. Ajouter un peu d'hydroxyde de sodium (NaOH) en solution aqueuse à 30 % pour élever le pH si nécessaire. Ajuster à 100 mL avec de l'eau déminéralisée.
- Solution d'EDTA. Dans une fiole jaugée de 100 mL d'eau déminéralisée, dissoudre 6 g d'EDTA disodium (C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, 2H<sub>2</sub>O). Porter à pH = 7. Ajuster au volume. Homogénéiser.
- Solution mère d'ammoniac (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) 100µg.ml<sup>-1</sup>. Dans une fiole jaugée de 1000 mL contenant environ 800 mL d'eau déminéralisée, dissoudre 0,4717 g de sulfate d'ammonium p.a. ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Ajuster au volume. Homogénéiser.
- Solution fille d'ammoniac (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)100µg.ml<sup>-1</sup>. Dans une fiole jaugée de 200 mL, verser 4 mL de solution mère et ajuster au volume avec de l'eau déminéralisée.
- Solution étalon d'ammoniac (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>). Dans une série de fioles jaugées de 25 mL, verser 5 mL de solution de chlorure de potassium (ou moins si l'aliquote prélevée pour l'échantillon est de moins de 5 mL) ajouter 0, 1, 2, 3, 4, 5 et 6 mL de la solution fille. Les solutions étalons contiennent ainsi 0, 2, 4, 6, 8, 10 et 12µg. de N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> et seront traitées par la suite de la même manière que les échantillons avant d'être portées au volume.

#### **2.4.2.2.4 Mode opératoire**

- Peser 10g de sol frais et les verser dans une bouteille à agitation de 250 mL. Ajouter 100 mL de solution de chlorure de potassium. Boucher correctement la bouteille et agiter pendant une heure. Filtrer le mélange et conserver le filtrat dans un réfrigérateur s'il n'est pas analysé immédiatement.

- Pipeter une aliquote de 5 mL du filtrat et transvaser dans une fiole jaugée de 25mL.
- Ajouter 1 mL de la solution d'EDTA et agiter. Laisser reposer 1 minute.
- Ajouter 2 mL de la solution de phénol nitroprussiate et 4 mL de tampon hypochlorite .
- Ajuster immédiatement à 25 mL avec de l'eau déminéralisée et agiter énergiquement.
- Placer les fioles jaugées dans un bac thermostaté à 40°C pendant 30 minutes puis laisser refroidir à température ambiante pendant 10 minutes.
- Mesurer au spectrophotomètre réglé à 636 nm l'intensité de la coloration bleue.
- Calculer le taux d'humidité du sol sur une prise de sol identique.

#### **2.4.2.3 Détermination de $\text{NO}_3^-$ par colorimétrie**

##### **2.4.2.3.1 Principe**

La détermination des nitrates se fait après une extraction au sulfate de potassium 0,5 mol. L<sup>-1</sup>. Le chlorure de potassium ne peut être utilisé avec cette méthode car l'ion chlorure Cl<sup>-</sup> provoque des interférences avec le développement de la couleur. Comme pour l'ammoniac, il est préférable d'utiliser la terre fraîchement prélevée, autrement on risque d'avoir une augmentation des nitrates due à la minéralisation après prélèvement.

##### **2.4.2.3.2 Matériel**

- bouteilles à agitation de 100mL, 1 par échantillon (+ bouchon) ;
- entonnoirs, 1 par échantillon ;
- fioles coniques de 25 mL, 1 par échantillon ;
- balance analytique à 0,1 mg ;
- spectrophotomètre réglé à 410 nm, assurant une précision de 0,001 d'absorbance, équipé de cuves de 10 mm de trajet optique ;
- fioles jaugées de 50,500 et 1000 mL ;
- pipettes à 1 trait de 0,5, 1, 2, 5, 10 et 25 mL ;
- dessiccateur ;
- étuve à 105°C ;
- tubes à essai ;

- papier filtre Whatman n°42 (ou équivalent) ;
- agitateur Vortex.

#### **2.4.2.3.3 Réactifs**

- Eau déminéralisée ayant une conductivité inférieure à  $0,2 \text{ mS.m}^{-1}$  ;
- Solution de sulfate de potassium ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )  $0,5 \text{ mol.M}^{-1}$  ;
- Dans une fiole jaugée de 1000mL contenant environ 800 mL d'eau déminéralisée dissoudre 87 g d'hydroxyde de sulfate de potassium p.a. Ajuster au volume. Homogénéiser.
- Solution d'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ) à  $4 \text{ mol.L}^{-1}$ . Dans une fiole jaugée de 1000mL contenant environ 800 mL d'eau déminéralisée, dissoudre 160 g d'hydroxyde de sodium p.a. Ajuster au volume. Homogénéiser.
- Acide salicylique ( $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$ ) 5%. Dans une fiole de 200 mL, verser 95 mL d'acide sulfurique (95%,  $d = 1,84$ ) ; dissoudre 5 g d'acide salicylique. Cette solution doit être conservée au noir, dans un endroit frais et durant 7 jours maximum.
- Solution mère de nitrates ( $\text{N-NO}_3$ )  $1000 \text{ ug.mL}^{-1}$ . Mettre +/- 10g de nitrate de potassium p.a. ( $\text{KNO}_3$ ) pendant 2 heures dans une étuve à  $105^\circ\text{C}$ . Puis laisser refroidir dans un dessiccateur. Dans une fiole jaugée de 1000mL contenant environ 800 mL d'eau déminéralisée, dissoudre 7,223g de nitrate de potassium séché. Ajuster au volume. Homogénéiser.
- Solution fille de nitrates ( $\text{N-NO}_3$ )  $50\text{ug.mL}^{-1}$ . Dans une fiole jaugée de 500mL contenant environ 400 mL d'eau déminéralisée, verser 25 mL de la solution mère. Ajuster au volume. Homogénéiser.
- Solutions étalons de nitrates ( $\text{N-NO}_3$ ) 1 à  $50\text{ug.mL}^{-1}$ .

#### **2.4.2.3.4 Mode opératoire**

- Placer 10 g de sol frais dans une bouteille à agitation de 100mL. Ajouter 20mL de solution de sulfate de potassium. boucher correctement la bouteille et agiter pendant 30 minutes. Filtrer et conserver le filtrat dans un réfrigérateur s'il n'est pas analysé immédiatement.
- Pipeter respectivement 0,5mL de chaque standard de la gamme étalon et de chaque échantillon dans des tubes à essai.

- Ajouter 1 mL de la solution d'acide salicylique et agiter immédiatement (avec un agitateur vibrant en faisant très attention) et laisser reposer 30 minutes.
- Ajouter 10 mL de solution d'hydroxyde de sodium, agiter et laisser la couleur se développer pendant 1 heure. La couleur reste stable pendant 12 heures.
- Mesurer au spectrophotomètre réglé à 410 nm l'intensité de la coloration.
- Calculer le taux d'humidité du sol sur une prise de sol identique.

#### **2.4.2.4 N Total : méthode Kjeldahl**

##### **2.4.2.4.1 Principe**

La méthode Kjeldahl consiste en la digestion de l'échantillon à analyser dans de l'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), avec un catalyseur à base de cuivre et de titane jusqu'à conversion de tout l'azote en ammoniacque ( $NH_3$ ). Dans une deuxième temps l'ammoniacque est distillé et titré à l'acide. La teneur en azote de l'échantillon est proportionnelle à la quantité d'acide nécessaire au titrage de l'ammoniacque.

##### **2.4.2.4.2 Matériel**

La méthode Kjeldahl nécessite :

- Unité de digestion ;
- Ballons Kjeldahl ;
- Unité de distillation ;
- Burette ;
- Hydroxyde d'ammonium.

##### **2.4.2.4.3 Réactifs**

- Catalyseur Kjeldahl : contenant 10 g de  $K_2SO_4$  plus 0,30 g de  $CuSO_4$  ;
- Acide sulfurique concentré  $H_2SO_4$  ;
- Mélange solution tampon ;
- Solution d'acide borique ;
- Zinc en poudre ou granulés ;
- Hydroxyde de sodium : 50 % poids/vol ;
- Solution standard 0,1 N HCl.



#### **2.4.2.4.4 Mode opératoire**

- Peser 1 g d'échantillon que l'on transfère dans un papier filtre.
- Introduire le catalyseur dans le ballon Kjeldahl.
- Ajouter 25 ml d'acide sulfurique concentré H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- Digestion à 370°C (3 heures).
- Refroidir et ajouter 400 ml d'eau déminéralisée.
- Placer sur la plate-forme de distillation en ajoutant 75 ml de solution d'acide borique.
- Préparer l'échantillon pour la distillation en ajoutant approximativement 0,5 g de zinc en poudre dans la fiole.
- Alcaliniser avec le NaOH.
- Insérer la fiole dans l'ensemble de distillation.
- Continuer la distillation jusqu'à ce que 250 ml de distillat aient été collectés dans les fioles de réception.
- Titrer jusqu'à la couleur pourpre initiale en utilisant l'acide chlorhydrique 0.1N.

### **2.4.3 Mesures de P**

#### **2.4.3.1 Détermination du P total**

Le phosphore de l'échantillon est mis en solution en utilisant une solution acide nitrique sulfurique et perchlorique. Le dosage des ions P en solution s'effectue par spectrophotométrie (longueur d'onde : 825 nm) d'un complexe phosphomolybdique selon la méthode Murphy-Riley (Carter, 1993).

#### **2.4.3.2 Détermination du phosphore assimilable**

##### **2.4.3.2.1 Méthode du phosphore assimilable Olsen**

Le phosphore est extrait avec une solution d'hydrogénocarbonate de sodium à pH = 8,5. La solution alcaline d'hydrogénocarbonate peut diminuer la concentration des ions calcium par précipitation de carbonate de calcium, et celle des ions aluminium et ferriques par précipitation d'hydroxydes. La concentration des ions phosphate augmente en conséquence, et le phosphore "assimilable" est extrait de l'échantillon de sol par la solution d'hydrogénocarbonate de sodium, ensuite une filtration est effectuée.

#### **2.4.3.2.2 Méthode du phosphore assimilable Bray 1**

La méthode combine l'extraction du phosphore assimilable en milieu acide et la complexation, par le fluorure d'ammonium, de l'aluminium lié au phosphore. Le dosage du phosphore est réalisé par spectrophotométrie par la méthode bleue de phospho-molybdène.

#### **2.4.3.2.3 Méthode du phosphore assimilable Mehlich-3**

L'extractif Mehlich-3 (Mehlich, 1984) a été développé comme un extractif multiéléments pendant les années 80.

La solution extractive Mehlich-3 est composée de :

- Acide Acétique 0,2 M
- $\text{NH}_4\text{NO}_3$  0,25 M
- $\text{NH}_4\text{F}$  0,015 M
- $\text{HNO}_3$  0,013 M
- M EDTA 0,001
- Matériel nécessaire :
- Papier filtre N° 2
- Récipients d'extraction, entonnoirs, agitateur.

Protocole :

- Mélanger l'échantillon de sol et l'extractif en proportion 1:10
- Agiter 5 minutes à température ambiante ( $\approx$  200 cycles par minute).
- Filtrer avec le papier filtre N° 2 (répéter l'opération si nécessaire).
- Déterminer la concentration par colorimétrie.

Calcul de résultats :

$$P \text{ (mgP/kg)} = \text{Concentration dans l'extrait [mg P/l} \times \text{ratio (sol : extractif) ]}$$

#### **2.4.3.3 Méthodes analytiques de fractionnement du P du sol**

##### **2.4.3.3.1 Méthode de Chang et Jackson (1957)**

Cette méthode de fractionnement est basée sur le principe de dissolution différentielle (différentes formes minérales du phosphore seront solubilisées par différents solvants). Le chlorure d'ammonium extrait les formes les plus solubles de phosphore. Le fluorure d'ammonium est actif vis-à-vis des phosphates d'aluminium (fraction dite P-Al). La soude est destinée à faire passer en solution les phosphates

ferriques (fraction dite P-Fe). L'acide sulfurique dissout les phosphates calciques (fraction dite P-Ca). Le citrate de sodium additionné d'hydrosulfite de sodium, attaque et solubilise les phosphates ferriques enrobés dans des précipités d'hydroxydes de fer et/ou d'alumine (fraction dite P-Fe soluble dans les réducteurs). Le fluorure d'ammonium agit aussi sur les phosphates aluminiques libérés par le traitement précédent (fraction dite P-Al occlus).

La mise en pratique du fractionnement demande, les produits chimiques et le matériel suivant :

- chlorure d'ammonium 1 M ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )
- fluorure ammonium 0,5 M ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) pH 8.2
- hydroxyde sodium 2 M et 0,1 M ( $\text{NaOH}$ )
- $\text{NaOH}$  0,1 M +  $\text{NaCl}$  1 M
- solution saturée de  $\text{NaCl}$  (400 g de  $\text{NaCl}$  dans 1 L  $\text{H}_2\text{O}$  déminéralisée)
- acide sulfurique 0,25 M
- acide chlorhydrique 2 M
- citrate de sodium 0,3 M
- bicarbonate de sodium 1 M
- acide borique 0,8 M
- dithionite de sodium
- p-nitrophenol 0,25%
- Agitateur
- Centrifugeuse, Flaçons de 50 mL
- Bain Marie
- Spectrophotomètre

La procédure se déroule sur 4 jours ; elle est la suivante :

1- Ajouter 0,5 g de sol à 25 mL de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  à 1 M dans un tube Falcon de 50 mL, agiter pendant 30 minutes. Centrifuger. Puis prélever le surnageant, celui-ci constitue l'extrait "A", où l'on trouve le phosphore soluble à l'eau et les cations échangeables.

2- Ajouter 25 mL de  $\text{NH}_4\text{F}$  (pH=8.2) au résidu de sol. Agiter la suspension pendant 1 heure. Centrifuger, prélever le surnageant. Il constitue l'extrait "B". Laver

l'échantillon de sol avec 10 mL de NaCl saturé. Cet extrait B contient les phosphates d'aluminium.

3- Ajouter au sol 25 mL de NaOH 0,1 M. Agiter pendant 17 heures. Centrifuger et prélever le surnageant : c'est l'extrait "C". Laver une nouvelle fois le sol avec 10 mL de NaCl. Centrifuger. Les phosphates de fer seront prélevés par cette solution.

4- Ajouter 20 mL de citrate de sodium à 0,3 M avec 2,5 mL de NaHCO<sub>3</sub> 1 M au résidu du sol. Chauffer le tout dans un bain-marie à 85°C.

5- Ajouter 0,5 g de dithionate de sodium, puis remuer rapidement. Continuer de chauffer pendant 15 minutes, centrifuger, prélever le surnageant : c'est l'extrait "D". Enfin, exposer l'extrait à l'air afin d'oxyder le dithionate de sodium. C'est dans cette fraction que se trouvent solubilisés les phosphates ferriques enrobés dans des précipités d'hydroxydes de fer et/ou d'alumine. C'est la fraction dite "P-Fe soluble dans les réducteurs".

6- Ajouter au résidu de sol 25 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,25 M et agiter pendant une heure. Centrifuger pendant 10 minutes, prélever le surnageant qui sera l'extrait "E", où on trouve le P sous forme de phosphate de calcium.

Dans tous les cas, le dosage du phosphore inorganique contenu dans les extraits est dosé par spectrophotométrie, méthode bleue de Phospho-molybdène.

#### **2.4.3.3.2 Méthode de Hedley (Tiessen et Moir, 1993a)**

La mise en pratique du fractionnement demande les réactifs suivants :

- HCl 0,5 M
- HCl 1 M
- NaHCO<sub>3</sub> 0,5 M
- NaOH 0,1 M

La procédure d'extraction se déroule sur cinq jours.

JOUR 1 : on pèse 0,5 g de sol dans un tube à centrifuger de 50 mL et on ajoute 2 bandes de résine d'échange anionique et 30 mL d'eau distillée, puis agitation, 16h.

JOUR 2 : On récupère les bandes de résine que l'on rince à l'eau distillée, puis on les met dans des tubes de 50 mL, on ajoute 20 mL de HCl à 0,5 M. On

laisse les tubes ouverts durant 1h pour laisser les gaz s'échapper. On referme et on met en agitation pendant 16 h. On récupère la solution que l'on met à centrifuger à 0°C durant 1h, puis on décante l'eau et on conserve le sol, on ajoute 30 mL de NaHCO<sub>3</sub> (bicarbonate) 0,5 M et on met la suspension en agitation durant 16h. A ce stade, la résine a adsorbé presque la totalité du P inorganique le plus labile et la suspension contient le reste de P inorganique mais surtout tout le P organique contenu dans la matière organique.

JOUR 3 : On centrifuge la suspension durant 1h, puis on décante le bicarbonate que l'on conserve. On détermine P inorganique avec 10 mL de la solution bicarbonate grâce à la méthode de Murphy- Riley (1962) : on utilise un bleu acide ascorbique + sulfomolybdique, dont l'intensité dépend de la concentration de P, puis on utilise un colorimètre lecture à la longueur d'onde de 660 nm. Cette méthode est manuelle, une autre méthode peut être utilisée, elle correspond à peu près à celle de Murphy-Riley (1962), mais est entièrement effectuée par une chaîne de phosphore. On détermine P total avec 10 mL de suspension (solution bicarbonate) que l'on met à digérer dans un milieu acide et à haute température afin de libérer le P contenu dans la matière organique. Donc après digestion, la suspension contient P inorganique + P organique = P total ; on détermine P total avec la méthode de Murphy-Riley puis on déduit : P organique = P total – P inorganique.

On récupère le sol qu'on lave avec NaOH 0,1 M, puis on ajoute de la soude jusqu'à un volume de 30 mL, on met en agitation durant 16h.

JOUR 4 : On centrifuge la suspension durant 1h, puis on décante l'extraction au NaOH. On détermine ensuite P inorganique et P total avec l'extraction au NaOH. On lave le sol au fond du tube avec une solution de HCl 1 M, puis on en ajoute jusqu'à un volume de 30 mL. Enfin on met en agitation durant 16h.

JOUR 5 : On centrifuge la suspension puis on décante le surnageant (extraction au HCl), et on détermine P.

#### **2.4.3.3.3 Méthode colorimétrique de détermination du phosphore méthode sulfomolybdique et de l'acide ascorbique**

1. Dans une flacon jaugée de 1 litre, 38g d'heptamolybdate d'ammonium sont dissouts dans 500 à 600 mL d'eau déminéralisée. 282 mL d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sont ajoutés à l'éprouvette et un ajustement est effectué (jusqu'au trait de jauge) avec de l'eau déminéralisée.

2. Dans une flacon jaugée de 500 mL, 5,0g d'acide ascorbique sont dissouts dans de l'eau déminéralisée. Ce mélange est mis au froid et à l'abri de la lumière pour le conserver un maximum de 24 heures.

Les 2 premières étapes permettent d'obtenir les 2 réactifs.

3. Une solution mère de phosphore est préparée en dissolvant 4,3928g de K<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dans une flacon jaugée de 1 litre avec de l'eau déminéralisée. Ajustement jusqu'à trait de jauge et conservation au froid et à l'obscurité. On effectue d'autres solutions étalons de phosphore afin d'établir une droite sur lequel on pourra s'appuyer pour déterminer, après mesure par colorimétrie, la teneur en phosphore.

4. La solution à doser est mise dans une capsule 0,25 mL

5. Un système automatisé permet l'ajout des 2 réactifs.

6. Lecture sur le graphique de la valeur correspondant à l'échantillon.

#### **2.4.3.3.4 Détermination de la biodisponibilité du phosphore en utilisant chicorée (*Cichorium Intibus L.*) comme plante indicatrice.**

Les méthodes biologiques sont usuellement utilisées pour déterminer la biodisponibilité du phosphore (Bidegain et al, 2000 ; Hafidi et al 1990). Dans le présent travail, l'objectif est de simplifier au maximum la démarche pour acquérir des données complémentaires à celles obtenues par les méthodes extractives.

Les échantillons utilisés proviennent du t = 0 des expériences d'incubations des mélanges boues - terre servant à déterminer la mobilité du phosphore selon les sources et temps d'incubation. 20 g d'échantillon, sont mélangés avec 50 g de sable lavé à HCl 0,1 M et rincé avec de l'eau déminéralisé. Le mélange est placé dans de récipients plats de 10 cm de diamètre. 45 graines de chicorée sont semées de façon uniformément distribuées. Afin de limiter des éventuelles interférences avec des déficits en azote, 0,65 mg de N - NH<sub>4</sub> est apporté au milieu de culture.

Les pots sont placés à 25° et arrosés deux fois par jour avec de l'eau déminéralisée. Au quinzième jour de l'expérience la biomasse aérienne est prélevée, séchée à 60°C 48 hs et pesée. Après pesée, et pour déterminer la concentration en phosphore dans les tissus, la biomasse est minéralisée à 180-200°C par un mélange de 5 ml d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>), 2 ml d'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) et 4 ml d'acide perchlorique (HClO<sub>4</sub>) par mg de biomasse sèche.

Le produit de la minéralisation est amené à volume et la concentration en phosphore est déterminée par la méthode colorimétrique (§ 2.4.3.3.3). La teneur en phosphore est calculée en rapport à la biomasse.

Le plan expérimental correspond à un système factoriel 7 x 2 (sept traitements et deux sols), avec 3 répétitions, en blocs totalement aléatoires. Les effets principaux correspondent aux sols et aux types de boues utilisées.

La valeur moyenne de chaque traitement, ainsi que la variance et l'écart type correspondants, ont été calculés avec les trois répétitions. Les données ont fait l'objet d'analyses statistiques (ANOVA). Quand des différences significatives ont été trouvées ( $p < 0,05$ ), les moyennes ont été séparées en utilisant le test de la différence minimale significative (L.S.D.).

## **CHAPITRE 3 : DYNAMIQUE DU CARBONE DES BOUES**



### **3.1 Objectif**

L'objectif de cette étude est d'évaluer les différences d'aptitude à la minéralisation du carbone provenant de types distincts de boues utilisées dans la région Midi Pyrénées (France), et d'établir des relations entre le carbone, dans les différentes fractions densimétriques de la matière organique, et son comportement dans le sol.

Ainsi, afin de caractériser le comportement des boues, quatre expériences ont été successivement menées en conditions contrôlées.

Les résultats et les conclusions partielles de ces expériences sont présentés dans ce chapitre.

### **3.2 Suivi de la minéralisation du Carbone des boues. Mesure de CO<sub>2</sub> dégagé.**

Les vitesses de minéralisation du carbone, en conditions optimales de température et d'humidité, de boues de STEP de différentes natures ont été évaluées dans deux sols différents, en mesurant le dégagement de CO<sub>2</sub> au cours du temps.

#### **3.2.1 La cinétique de minéralisation du carbone des sols seuls.**

La description mathématique de la dynamique de la minéralisation du carbone du sol en conditions contrôlées, constitue un outil essentiel pour la caractérisation de la matière organique du sol et la compréhension de l'évolution du carbone dans le sol.

Dans le cas du carbone ou de l'azote du sol, les modèles peuvent présumer l'existence d'une ou plusieurs formes minéralisables avec un taux spécifique de décomposition. Par exemple, le modèle exponentiel proposé par Stanford et Smith (1972) considère l'existence d'une unique forme minéralisable. Ce modèle, à été utilisé pour décrire la minéralisation du carbone et de l'azote (Riffaldi *et al.* 1996, Alvarez et Alvarez, 2002, Camargo *et al.*, 2002 et 2004). Ce modèle permet d'estimer la proportion de carbone potentiellement minéralisable, en acceptant l'hypothèse que la fraction de carbone labile se minéralise au taux constant et proportionnel à sa concentration.

Le modèle exponentiel, suppose que la quantité de carbone potentiellement minéralisable (CPM) peut être estimée en considérant un taux constant de minéralisation (Thuriès *et al.* 2000). Dans l'équation  $y = a \cdot (1 - e^{-b \cdot x})$  la constante "a" = CPM représente la fraction du carbone potentiellement minéralisable, et la constante exponentielle "b" le taux de minéralisation relative (Riffaldi *et al.* 1996 ; Ellert et Bettany, 1998). La minéralisation "y" est en conséquence, proportionnelle à la quantité de carbone présente dans le compartiment CPM (Alvarez et Alvarez 2000). En isolant le temps=t dans l'équation, et en estimant la période de temps dans laquelle se minéralise 50% carbone minéralisable du sol on obtient le temps de semi-décomposition qui est un paramètre indicateur de la stabilité du carbone. Ainsi, plus le carbone est protégé (physiquement ou chimiquement) dans le sol, plus long sera la durée du cycle. Dans les sols soumis à différents systèmes de labourage, les relations entre la magnitude des composantes densimétriques de la matière organique du sol et la potentialité de minéralisation du carbone, ont été trouvées (Thornley et Cannell, 1992, Alvarez *et al.* 1998). L'importance de ces paramètres dans la détermination des propriétés du carbone du sol, a motivé le choix effectué.

Au cours de l'incubation et pour les deux types de sol, l'émission journalière atteint une valeur maximale au cours des trois premiers jours. Ce paramètre diminue progressivement avec le temps traduisant une diminution de l'activité microbienne (Figure 3.1). Cette caractéristique est attribuée à la diminution des fractions plus labiles du carbone du sol au cours de l'incubation (Torri *et al.* 2003).

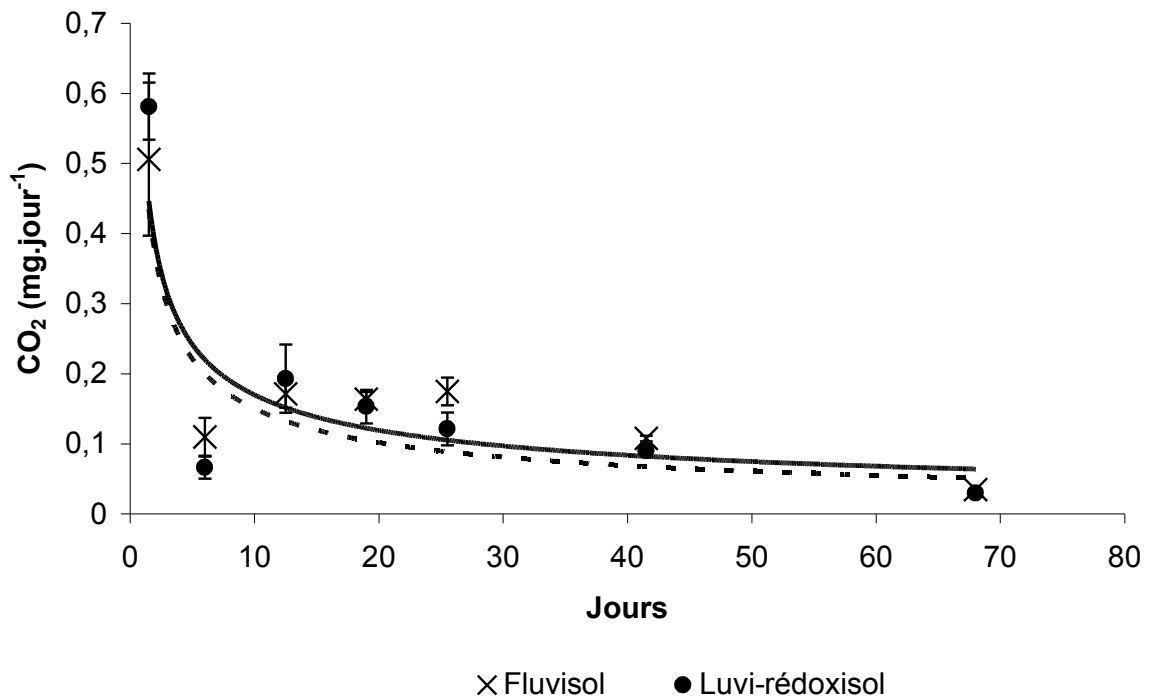


Figure 3.1: Emission Journalière du C-CO<sub>2</sub> des sols seuls durant l'incubation.

L'évolution de l'incubation est signalée dans les figures 3.1 et 3.2, dans lesquelles les quantités du C-CO<sub>2</sub> émises par les deux types de sols durant l'incubation sont indiquées. Au début de l'expérience, l'émission du C-CO<sub>2</sub> est égale à zéro, ce qui est dû aux caractéristiques du dispositif expérimental : la présence du sol sec au début de l'expérience et humidifié au moment d'être mis en incubation. Au troisième jour (Figure 3.2, "a") s'observe un fort flux du C – CO<sub>2</sub>. Ce flux observé fréquemment au début des incubations (Bonde et Lindberg, 1988), correspond à l'utilisation par la population bactérienne des formes de carbone organique soluble et très facilement disponible (Marstorp, 1996).

Les résultats obtenus montrent que malgré la différence en quantité de carbone, il n'existe pas de différence significative dans la quantité de C-CO<sub>2</sub> émise par les deux sols étudiés après 82 jours d'incubation (Figure 3.2).

La description mathématique de la minéralisation du carbone nous permet d'approfondir l'analyse des données et de mieux comprendre les résultats obtenus.

En analysant les données de quantités de C-CO<sub>2</sub> (Figure 3.2 et Tableau 3.1), en utilisant le modèle exponentiel, on observe que les valeurs de Carbone Potentiellement Minéralisable (CPM) de deux sols, ne présentent pas de différences significatives. Ces valeurs sont représentées dans la figure 3.2 par la quantité de C-CO<sub>2</sub> ou par la pente de la courbe  $\approx 0$ . Le temps nécessaire pour réduire à la moitié le contenu de carbone du sol ( $t_{1/2}$ ), atteint une valeur de plus de  $\approx 27$  j dans le Fluvisol et seulement de  $\approx 23$  j dans le Luvi-rédoxisol. Si l'estimation se réalise pour estimer le temps demandé pour minéraliser 90% du contenu de carbone, les valeurs atteignent 90 j dans le cas du Fluvisol et  $\approx 76$  jour dans le cas du Fluvi-redoxisol (Tableau 3.5).

La quantité initiale de carbone dans le Luvi-rédoxisol représentait 65 % de celle présente dans le fluvisol. Les résultats montrent que la proportion de carbone respiré dans le Luvi-rédoxisol est égale à 4,5 % du carbone total. Cette proportion atteint 3,26 % dans le fluvisol (Figure 3.3). En tenant compte de ces valeurs, nous pouvons affirmer que la proportion du carbone respiré est proportionnellement plus importante dans le Luvi-rédoxisol même si la quantité totale de carbone est similaire dans les deux sols.

Le modèle exponentiel permet aussi l'analyse des données de C-CO<sub>2</sub> dégagé en termes de pourcentage de carbone exogène. Le Pourcentage de Carbone Potentiellement Minéralisable (PCPM), représente le point où la continuation de l'incubation, ne permet pas d'augmenter significativement le pourcentage de carbone total émis par le sol (Figure 3.3). Ainsi, ce paramètre donne une estimation de la qualité du carbone présente dans les sols. Les pourcentages de carbone potentiellement minéralisable, correspondant aux deux sols étudiés, sont exposés dans le tableau 3.2. Le PCPM du Luvi-redoxisol montre une valeur d'environ 30 % supérieure à celle du Fluvisol. La texture plus fine du Fluvisol et l'action protectrice des argiles par rapport aux molécules organiques pourraient expliquer les différences observées dans la proportion du carbone minéralisé (Oades, 1988; van Veen et Kuikman, 1990 Christensen, 1988). Les résultats de la minéralisation de C du sol, exprimées en pourcentage, correspondent environ à deux ans de minéralisation sur le terrain, selon les observations réalisées sur les mêmes sols pour Guiresse *et al.* (2004).

Tableau 3.1. Carbone Potentiellement Minéralisable (CPM). Modèle utilisé pour décrire la dynamique de minéralisation des témoins sans traitements (mg). Les valeurs "a" expriment la valeur du CPM ou les valeurs "a" expriment la valeur du CPM

	Exponentielle
	$y = a \cdot (1 - e^{-b \cdot x})$
Fluvisol	a = 10,7213 b = 0,0257 r <sup>2</sup> = 0,9272 p < 0,05
Luvi-rédoxisol	a = 9,2276 b = 0,0304 r <sup>2</sup> = 0,9062 p < 0,05

Tableau 3.2. Pourcentage du Carbone Potentiellement Minéralisable (PCPM). Modèles utilisés pour décrire la dynamique de minéralisation des témoins sans traitements (% du C total). Les valeurs "a" expriment la valeur du PCPM

	Exponentielle
	$y = a \cdot (1 - e^{-b \cdot x})$
Fluvisol	a = 3,7620 b = 0,0257 r <sup>2</sup> = 0,9272 p < 0,05
Luvi-rédoxisol	a = 4,9214 b = 0,0304 r <sup>2</sup> = 0,9062 p < 0,05

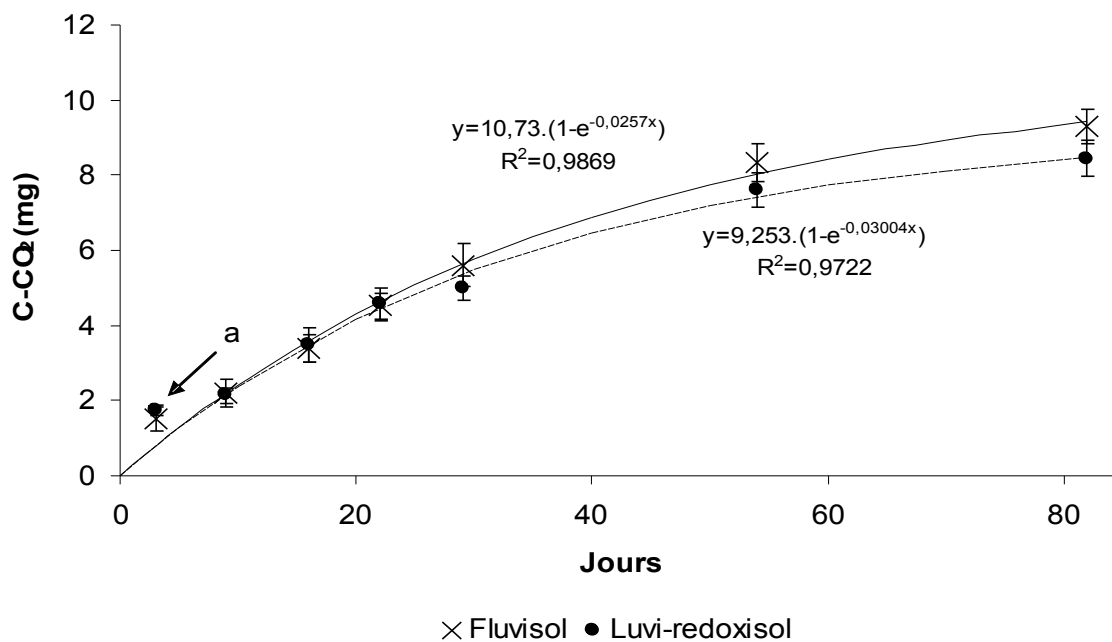


Figure 3.2: Emission accumulée du C-CO<sub>2</sub> des sols seuls durant l'incubation.

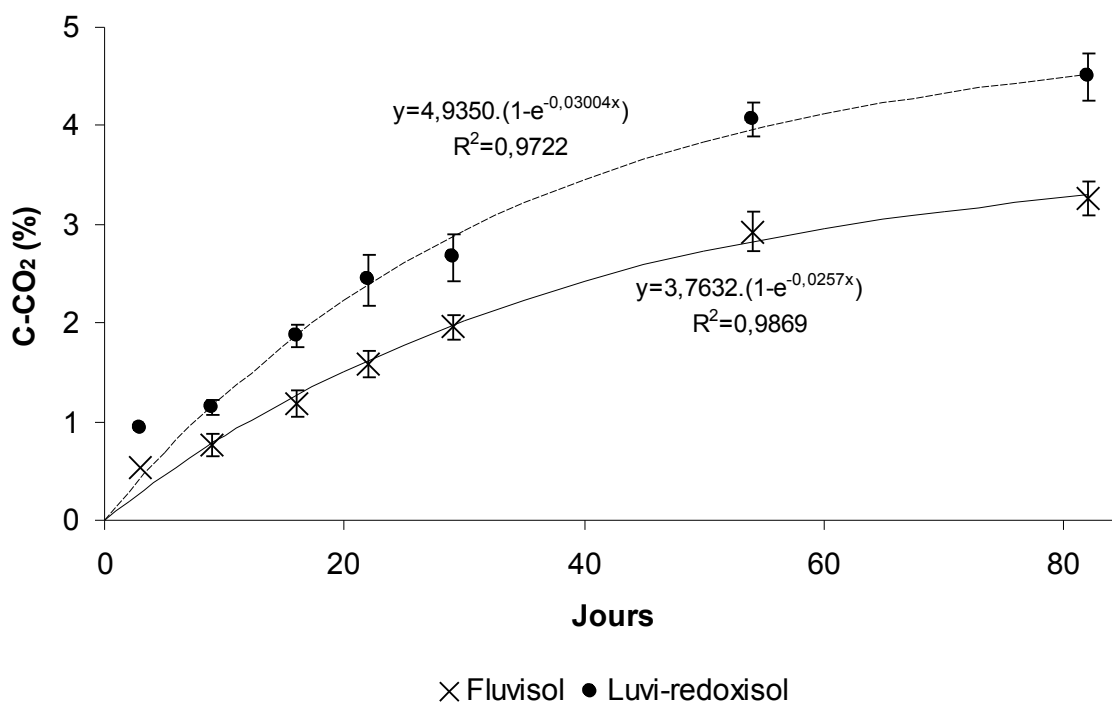


Figure 3.3: Pourcentage du carbone total des sols émis (C-CO<sub>2</sub>) par les témoins négatif durant l'incubation.

Les sols étudiés présentent des différences en qualité du carbone. Le Luvi-rédoxisol, a émis au long de l'incubation une quantité de C-CO<sub>2</sub> similaire à celle du Fluvisol, en dépit de son plus faible contenu de matière organique. La quantité émise s'explique par sa valeur de PCPM plus importante. L'analyse de t<sup>1/2</sup> montre que les valeurs du Luvi-rédoxisol sont 20 % inférieures. Cela met en évidence une certaine fragilité de la matière organique et, signale des besoins plus importants de retournement des pailles et d'autres résidus de récolte dans les terrains, afin d'obtenir une meilleure conservation de la matière organique.

### 3.2.2 Emission de CO<sub>2</sub>. Comparaison de potentiels de minéralisation des boues.

Il est possible d'estimer les émissions de C-CO<sub>2</sub> provenant exclusivement de la source de C exogène (boue). Ce paramètre peut être obtenu selon l'expression suivante:

$$C-CO_2 \text{ Provenant de la boue} = C-CO_2 \text{ Provenant de (sol + boue)} - C-CO_2 \text{ Provenant de témoins}$$

Afin de faciliter la compréhension et l'interprétation des valeurs, l'expression de l'émission du C-CO<sub>2</sub> est effectuée en pourcentage de C-CO<sub>2</sub> dégagé par rapport au carbone exogène apporté.



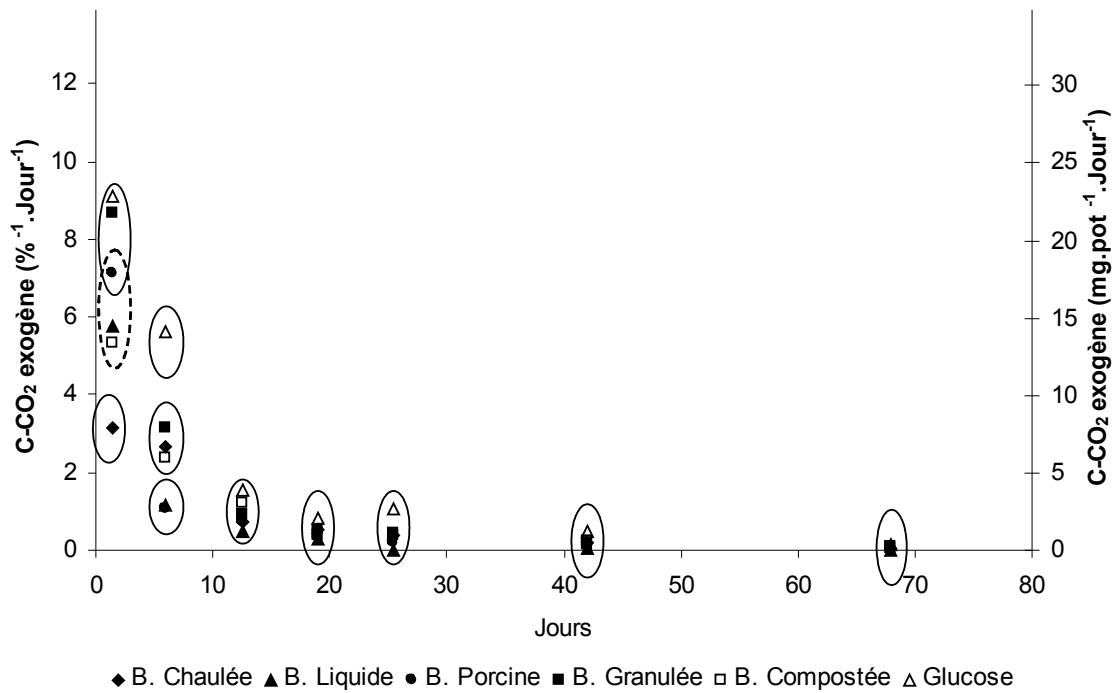


Figure 3.4. Fluvisol. Emission journalière de C-CO<sub>2</sub> exprimée en pourcentage et en mg (les valeurs regroupées dans un même ovale sont similaires)

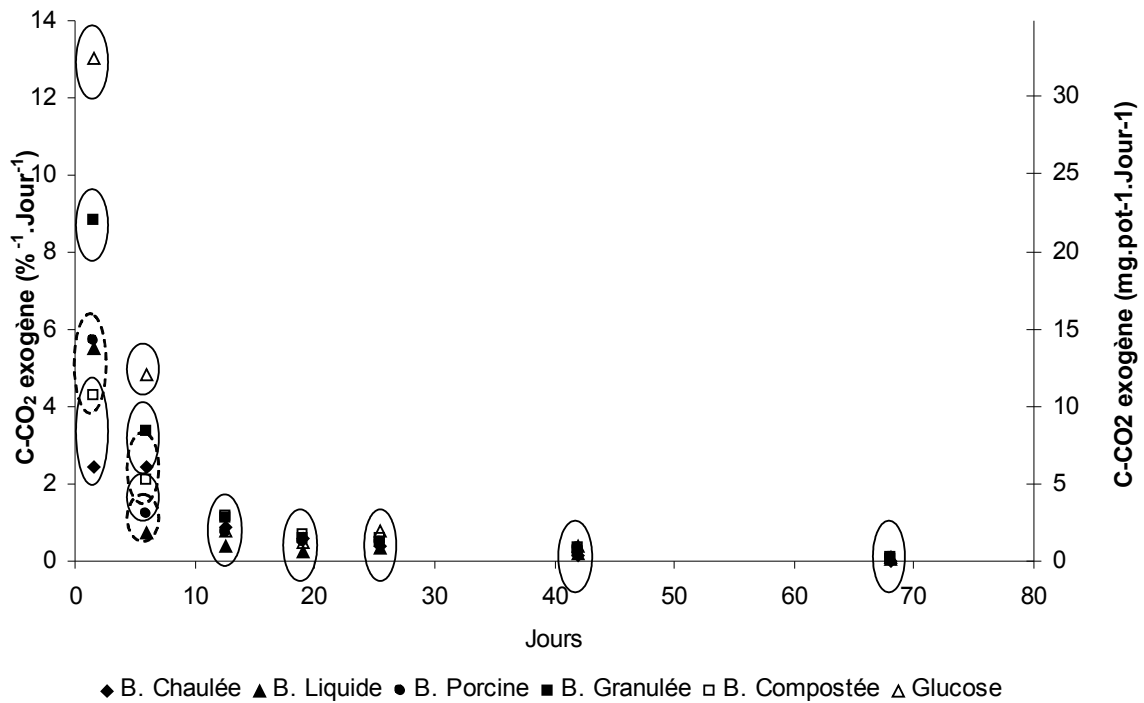


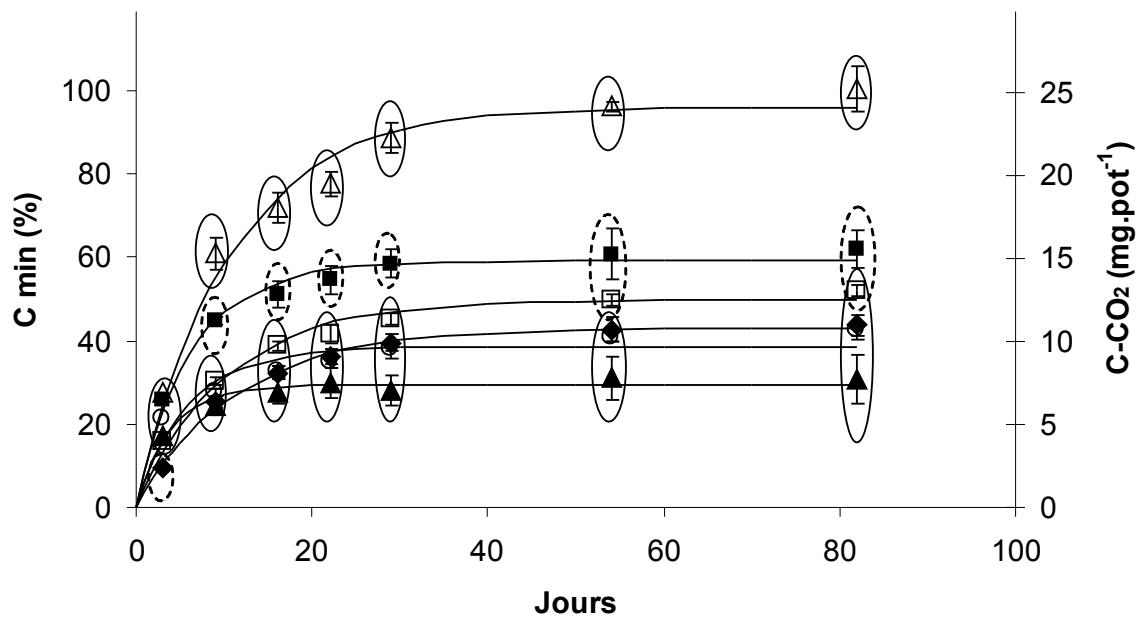
Figure 3.5. Luvi-rédoxisol. Emission journalière de C-CO<sub>2</sub> exprimée en pourcentage et en mg (les valeurs regroupées dans un même ovale sont similaires)

Pendant la première phase l'émission journalière de C-CO<sub>2</sub>, estimée comme le total émis entre deux mesures divisé par le nombre de jours entre mesures, a présenté des différences significatives entre traitements. Dans les deux sols, les valeurs les plus élevées d'émission correspondent au glucose, suivie de la boue granulée moulue, la boue porcine, la compostée et la boue chaulée. Bien que le comportement soit similaire dans les deux sols, les différences entre traitements sont plus marquées dans le Luvi-redoxisol (Figures 3.4 et 3.5).

Après 15 jours d'incubation, les différences en émission journalière entre traitements (mg C-CO<sub>2</sub> émis par jour) diminuent et deviennent insignifiantes à la fin de l'expérience. Ce fait est dû à l'utilisation et à l'épuisement, par la biomasse microbienne du sol, des plus labiles composantes de carbone (Torri et al. 2002).

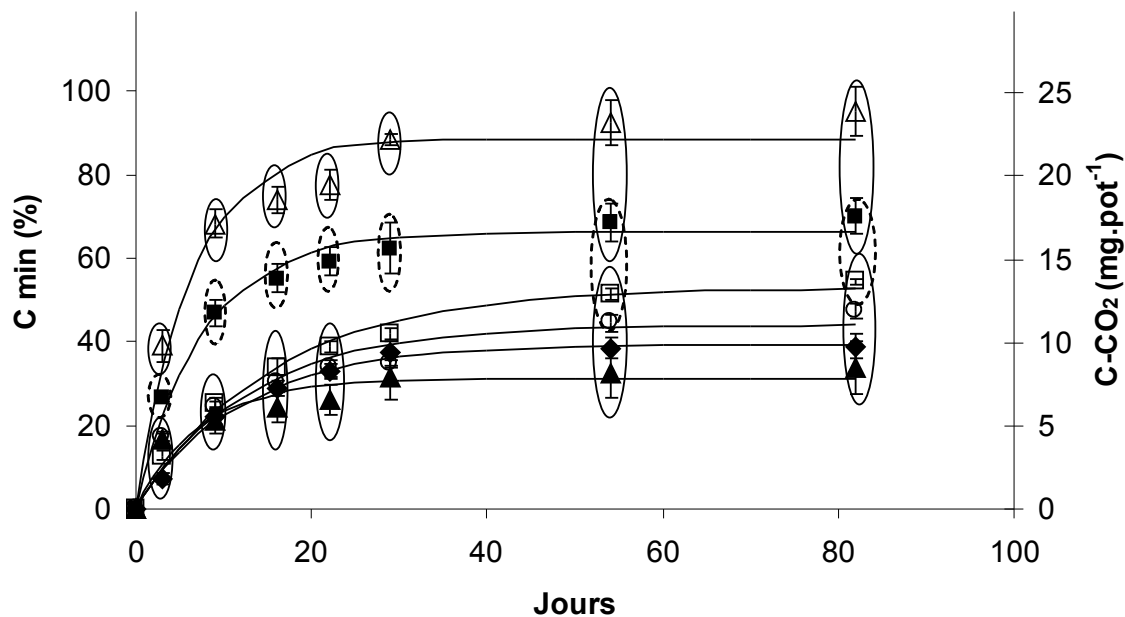
Parmi les boues étudiées, la boue granulée présente les valeurs les plus élevées d'émission du C-CO<sub>2</sub>, suivie de la boue compostée. Les boues, chaulées, urbaines liquides et porcines présentent les valeurs les plus basses et similaires entre elles. La boue granulée, conserve une grande quantité de C rapidement métabolisable car elle est déshydratée immédiatement après sa production. Ce carbone est utilisé rapidement par la biomasse microbienne lorsqu'il est mis en contact avec le sol humide. Le traitement boue granulée a dégagé une quantité équivalente à 60 % du carbone contenu dans la boue. La quantité de carbone libérée par cette boue est similaire dans le Fluvisol et le Luvi-redoxisol.

Dans l'essai, la boue compostée a libéré très lentement le CO<sub>2</sub>. Ce résultat est en accord avec les affirmations de Iakimenko et al. (1996). Ces auteurs signalent que la vitesse de minéralisation est inversement corrélée à la teneur en lignines dans le compost. La matière organique riche en lignines n'évolue donc que très lentement, ce qui explique la lente libération du CO<sub>2</sub> observée dans la boue compostée. Dans le Fluvisol et le Luvi-redoxisol, les émissions initiales du CO<sub>2</sub> des boues compostées étaient les plus basses. Après la troisième semaine, elles augmentent et dépassent les émissions de CO<sub>2</sub> de la boue liquide et des boues porcines.



◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée Moulue □ B. Compostée △ Glucose

Figure 3.6: Fluvisol : Emission cumulée en C-CO<sub>2</sub> exprimée en pourcentage et en mg du carbone exogène (les valeurs regroupées dans un même ovale sont similaires  $p < 0,05$ )



◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée Moulue □ B. Compostée △ Glucose

Figure 3.7: Luvi-rédoxisol: Emission cumulée en C-CO<sub>2</sub> exprimée en pourcentage et en mg du carbone exogène (les valeurs regroupées dans un même ovale sont similaires  $p < 0,05$ )

Nos résultats confirment ceux trouvés par Iakimenko et al. (1996) concernant la relation inverse entre les taux de minéralisation des boues et le contenu de lignine, constituant présent dans les écorces de la boue compostée. La boue urbaine liquide et la boue de lisier, ayant subi des digestions aérobies et anaérobies, ne contiennent que des composés relativement biorésistants. Leur vitesse de minéralisation reste assez faible.

La stabilité des boues urbaines liquides et de lisier de porc, est expliquée par l'intensive digestion aérobie et anaérobie à laquelle a été soumise la matière organique, en laissant seulement des fractions récalcitrantes de carbone. Par contre, la vitesse élevée de décomposition de la boue granulée, semble démontrer que la déshydratation thermique n'a pas d'effet sur les fractions labiles de carbone.

Tableau 3.3. Sol Fluvisol. Modèle utilisé pour décrire la dynamique de minéralisation des boues.

	Exponentielle
	$y = a \cdot (1 - e^{-b \cdot x})$
Boue Chaulée	a = 41,3507 b = 0,0914 r <sup>2</sup> = 0,8133
Boue Liquide	a = 33,6268 b = 0,1661 r <sup>2</sup> = 0,4718
Boue Porcine	a = 38,5424 b = 0,1723 r <sup>2</sup> = 0,6536
Boue Granulée	a = 59,0750 b = 0,1589 r <sup>2</sup> = 0,7409
Boue Compostée	a = 49,8015 b = 0,0987 r <sup>2</sup> = 0,9393
Glucose	a = 96,1442 b = 0,0947 r <sup>2</sup> = 0,8873

Tableau 3.4. Sol Luvi -rédoxisol. Modèle utilisé pour décrire la dynamique de minéralisation des boues.

	Exponentielle
	$y = a \cdot (1 - e^{-b \cdot x})$
Boue Chaulée	a = 38,7632 b = 0,0861 r <sup>2</sup> = 0,8863
Boue Liquide	a = 35,2526 b = 0,0883 r <sup>2</sup> = 0,4083
Boue Porcine	a = 41,5360 b = 0,1172 r <sup>2</sup> = 0,4811
Boue Granulée	a = 65,8736 b = 0,1332 r <sup>2</sup> = 0,9054
Boue Compostée	a = 52,4523 b = 0,065 r <sup>2</sup> = 0,8264
Glucose	a = 92,1849 b = 0,1442 r <sup>2</sup> = 0,7968

L'analyse des modèles mathématiques des courbes (tableaux 3.4 et 3.5) indique que le modèle étudié, avec des coefficients de corrélation comprises entre 0,47 et 0,94, ajuste significativement aux données obtenues ( $p < 0,05$ ). L'émission maximale correspond à la minéralisation du glucose (témoin positif). Le glucose est le substrat carboné le plus labile et très rapidement métabolisable par la biomasse microbienne du sol. Dans un ordre décroissant les valeurs de PCPM sont celles de la glucose, suivie de la boue granulée moulu, la boue chaulée et la boue porcine et finalement la boue urbaine liquide. Ces observations sont identiques dans les deux types de sol. Ces résultats coïncident avec ceux du C-CO<sub>2</sub> accumulé obtenus après 82 jours d'incubation (Figure 3.8). Les deux expériences démontrent que la minéralisation du C dépend exclusivement du type de boue ajoutée. Le type de sol n'a pas d'effet dans les processus de minéralisation du C.

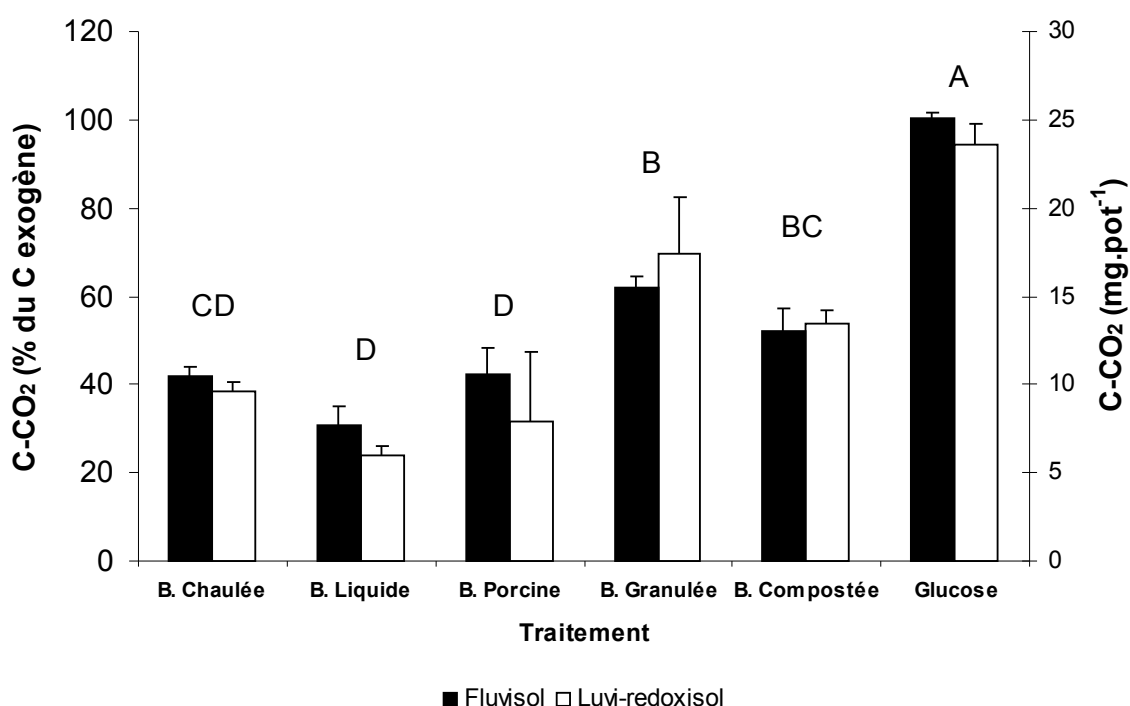


Figure 3.8: Quantité du carbone émis comme C-CO<sub>2</sub> par les traitements après 82 jours d'incubation. Les lettres différentes indiquent une différence significative entre types de boues ( $p < 0,05$ ).

La valeur de carbone potentiellement minéralisable, montre une relation linéaire étroite (pente de 0,9534) avec le carbone minéralisé au 82<sup>ième</sup> jour (Figure 3.9). Dans ce dernier cas, la fraction considérée "labile" est augmentée

significativement dans le Luvi-rédoxisol. Des résultats similaires concernant les substrats qui minéralisent plus rapidement dans des sols à bas contenu d'argile ont été expliqués par la stabilisation des produits carbonés. Cette stabilisation est atteinte par adsorption dans les minéraux ou bien par l'incorporation aux agrégats du sol, ce qui les rend physiquement inaccessibles à la biomasse microbienne (Merckx *et al.*, 1985; Franzluebbers, 1999).

Le paramètre de durée de vie du carbone dans le sol ( $t_{1/2}$ ), nous permet d'observer que le carbone présent dans la boue compostée montre une durée de vie plus importante dans le sol, suivi du carbone de la boue chaulée.

L'application des modèles mathématiques permet aussi d'obtenir des éléments d'analyse pour comparer la qualité du carbone d'origines diverses. Dans ce travail, il est particulièrement intéressant de comparer la qualité du carbone exogène avec celle du carbone présent dans le sol. Ainsi, on observe que le PCPM ne dépasse pas le 5% dans les sols étudiés tandis que ce paramètre oscille entre 40 et 50 % dans les boues. Le  $T_{1/2}$  correspondant au carbone du sol est un ordre de magnitude plus important (Tableau 3.5). Ce paramètre représente le *turnover* du carbone dans le sol.

Tableau 3.5. Résumé des principaux paramètres du carbone des sols et des boues obtenus par l'application du modèle mathématique.

		Sol	Boue Chaulée	Boue Liquide	Boue Porcine	Boue Granulée	Boue Compostée	Glucose
Fluvisol	<b>PCP</b>	3,76	41,35	33,63	38,54	59,08	49,80	96,14
	<b>M</b>							
	$t_{1/2}$	26,97	7,78	2,72	4,01	4,36	7,02	7,31
	$t_{0,9}$	89,59	25,84	9,03	13,33	14,49	23,31	24,29
Luvi-rédoxisol	<b>PCP</b>	4,92	38,76	35,25	41,54	65,87	52,45	92,18
	<b>M</b>							
	$t_{1/2}$	22,80	8,11	5,04	8,86	5,24	10,73	4,48
	$t_{0,9}$	75,74	26,93	16,75	29,44	17,39	35,64	14,87

Finalement, la figure 3.9 montre la relation entre le PCPM et le C-CO<sub>2</sub> dégagé au long de la expérience. Le bon ajustement entre les valeurs considérées ajoute un élément de plus pour valider le PCPM comme valeur représentative de la potentialité de minéralisation. Compte tenu des résultats, l'utilisation du modèle exponentiel est justifié pour expliquer la dynamique de la minéralisation du carbone des boues par sa justesse, sa bonne représentativité et sa simplicité.

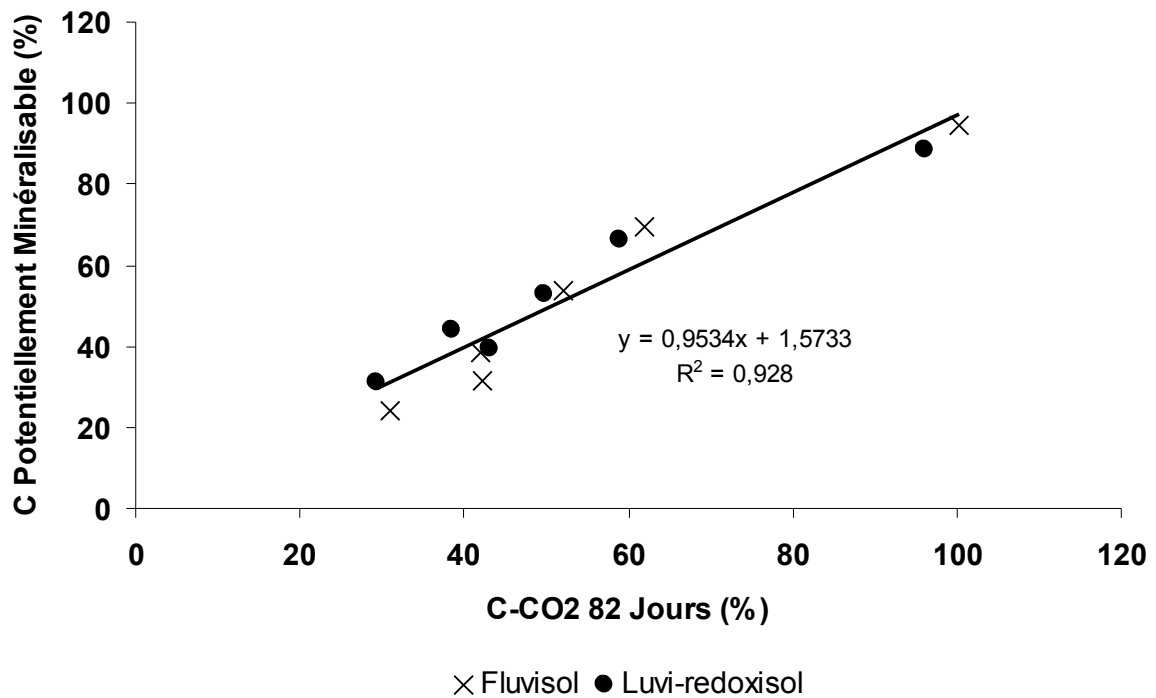


Figure 3.9: Relation entre Carbone Potentiellement Minéralisable, et quantité de C-CO<sub>2</sub> émise au long de l'incubation

Le carbone exogène présente des différences de qualité selon son origine. En conséquence, cette caractéristique provoque des différences dans la capacité de minéralisation des boues et dans la durée du cycle dans le sol. Ces différences doivent être considérées au moment de faire des bilans de carbone du sol. Concernant la qualité du carbone des remarques doivent être faites. D'une part, le carbone exogène présente un PCPM plusieurs fois plus élevé que le carbone du sol et d'autre part, le  $t_{1/2}$  du carbone exogène est beaucoup plus bas. Ces facteurs sont à considérer dans la conception de bilans de carbone du sol afin de rétablir les taux de matière organique.



### **3.3 Effet de la taille de particule sur l'évolution de la matière organique exogène.**

L'expérience a été réalisée sur le Luvi-rédoxisol. Compte tenu du fait que la boue granulée a été broyée et tamisée pour éviter des erreurs liées à la taille des particules de la Boue Granulée, une expérience destinée à évaluer l'effet de la taille des particules sur l'évolution de la matière organique des boues s'impose. L'incubation d'une même quantité de boue sous forme de granule entier et sous forme broyée a été effectuée. Pour cette expérience, les granules de boue testées ont été sélectionnées par leur poids et forme ajustée à l'expérience.

Tout au long de l'expérience, la taille des particules a modifié significativement l'émission de CO<sub>2</sub>. La figure 3.10 permet de suivre l'évolution journalière de l'émission de C-CO<sub>2</sub>. Le traitement boue granulée moulue montre une évolution exponentielle : l'émission est initialement élevée, suivie d'une réduction importante dans les 5 jours, puis une décroissance lente jusqu'au 65<sup>ème</sup> jour (émission dans les limites de détection de la méthode). Le traitement boue granulée entière offre un profil différent. L'émission initiale est plus basse que pour le traitement précédent mais présente la même décroissance rapide. Au cinquième jour, la courbe s'inverse et l'émission de C-CO<sub>2</sub> augmente pour atteindre un point culminant vers le 15<sup>ème</sup> jour. L'émission reprend alors une courbe en décroissance douce et finit d'évoluer de la même manière que dans le cas du traitement boue moulue.

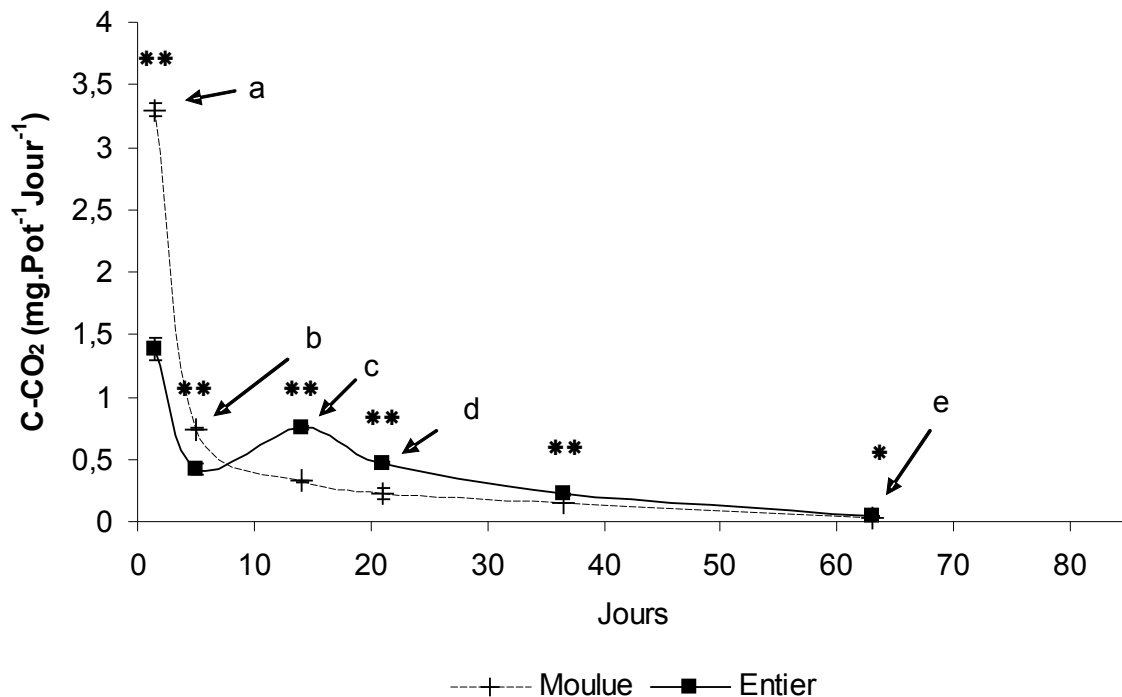


Figure 3.10: Emission journalière C-CO<sub>2</sub> durant l'incubation. \* Indique différence significative  $p < 0,05$ . \*\* Indique différence très significative  $p < 0,01$ .

Si l'on considère la surface d'échange entre la boue et son environnement, on constate qu'une taille importante de particule (granule entier) est associée à une surface d'échange réduite par rapport à une taille de particule plus petite (granule moulu). Par conséquent dans le cas d'une surface de contact réduite, le produit prend plus de temps à s'humidifier et limite la surface de contact à l'attaque bactérienne. A l'inverse, la boue broyée maximise la surface d'échange ce qui permet un dégagement de CO<sub>2</sub> double à celui constaté dans le cas de boues en granulé entier. Entre les 13<sup>ème</sup> et 19<sup>ème</sup> jours, le taux d'émission de la boue granulé entière augmente, dépassant même celui de la boue moulue. Ce pic correspond à l'effondrement des granulés qui voient alors leur surface d'échange se rapprocher de celle de la boue moulue.

Le taux de dégagement initial de CO<sub>2</sub> de la boue granulée (Figure 3.10, point b) est significativement plus bas que celui de la boue moulue (Point a). On constate d'abord une réduction du taux d'émission, puis une augmentation de celui-ci, qui se traduit par un changement du signe de la pente (point d'inflexion aux alentours du 5<sup>ème</sup> jour) jusqu'au moment où l'émission journalière devient maximale (Point c). Le

taux d'émission commence ensuite à descendre et après une nouvelle inflexion (point d), le taux de décroissance est constant jusqu'à la fin de l'expérience point e).

La figure 3.11 reprend les quantités cumulées de dégagement de C-CO<sub>2</sub>. Malgré le dégagement tardif du traitement boue granulé entière, la quantité de CO<sub>2</sub> cumulée émise par le traitement moulu reste supérieure entre les premiers jours et le 45<sup>ième</sup> jour où les deux traitements se rejoignent.

Le modèle mathématique exponentiel (Tableau 3.6) montre avec clarté cette différence. La constante linéaire, qui représente le pourcentage de carbone potentiellement minéralisable reste pratiquement inchangée face au changement de forme physique de la boue. La proportion de carbone minéralisé n'est pas affectée par la taille de particule, par contre la vitesse à laquelle le produit se dégrade est fortement influencée par ce paramètre. La différence de cinétique de dégradation se traduit dans le terme exponentiel qui double de valeur dans le cas où le granule est mis à incuber moulu (Tableau 3.6).

L'augmentation de la taille de particule détermine aussi une augmentation du  $t_{1/2}$ . La valeur de ce temps est de 5,8 j pour la boue granulée moulue et de 15,9 j pour la boue granulée entière. Pour  $t_{0,9}$  les valeurs sont de 19,3 pour la boue moulue et de 52,9 jours pour le granule entier.

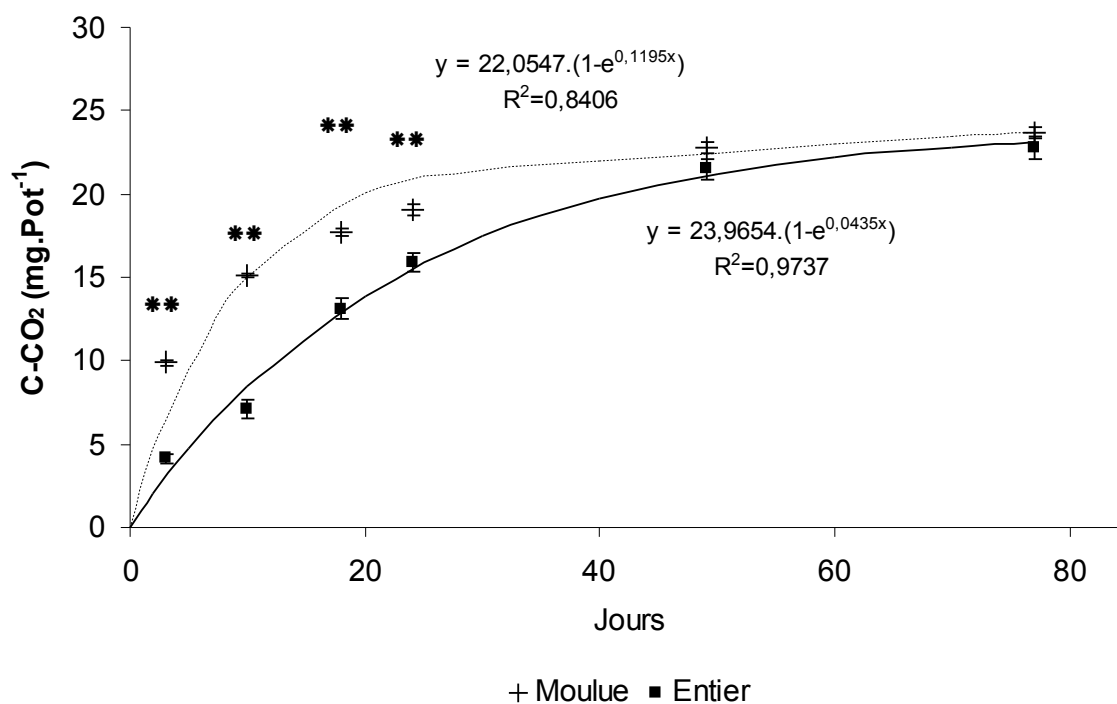


Figure 3.11: Emission accumulée du C-CO<sub>2</sub> de boues granulées moulue et entière durant l'incubation. \*\* Indique différence très significative p<0,01.

Tableau 3.6. Modèle utilisé pour décrire la dynamique de minéralisation de Boue Granulée Moulue et entière.

	Exponentielle
	$y = a . (1 - e^{(-b . x)})$
Boue Granulée Moulue	A = 22,0547 b = 0,1195 r <sup>2</sup> = 0,8406 t <sub>1/2</sub> = 5,8 j t <sub>0,9</sub> = 19,3 j
Boue Granulée Entière	A = 23,9655 b = 0,0435 r <sup>2</sup> = 0,9737 t <sub>1/2</sub> = 15,9 j t <sub>0,9</sub> = 52,9 j

La taille de particule a un effet direct sur la vitesse de minéralisation, sans affecter le PCPM (valeur "a" du modèle). Dans les conditions expérimentales, le retardement obtenu par la forme granulée a été de 15 jours en comparaison avec la forme moulue.

Les résultats mettent en évidence la possibilité de régler la vitesse de décomposition en choisissant la taille de la particule. En conséquence, le choix de la taille du granule constitue un outil de régulation de la mise en disponibilité des nutriments.

### **3.4 Fractionnement densimétrique du carbone**

Cette expérience est destinée à déterminer l'effet des applications de boues sur la composition densimétrique de la matière organique du sol.

Afin d'étudier le comportement du carbone exogène provenant des boues, chaque fraction de carbone est estimée comme la quantité de carbone dans le traitement, moins la quantité de carbone présente dans la même fraction du témoin.

#### **3.4.1 Considérations sur le carbone présent dans les différentes fractions des sols témoins.**

État initial du carbone des sols : dans les deux sols étudiés (Fluvisol et Luvi-redoxisol) des différences dans la quantité de carbone initial ont été observées. Ces différences s'expliquent par la présence de quantités distinctes de C dans chacune des fractions du carbone du sol (Figure 3.12).

Le contenu de C total du Fluvisol est 75% supérieur à celui du Luvi-redoxisol (Tableau 2.1). Le contenu de carbone dans la fraction intermédiaire du Fluvisol dépasse 40 % celui du Luvi-redoxisol tandis que le contenu de la fraction lourde est 95% supérieur dans le Fluvisol.

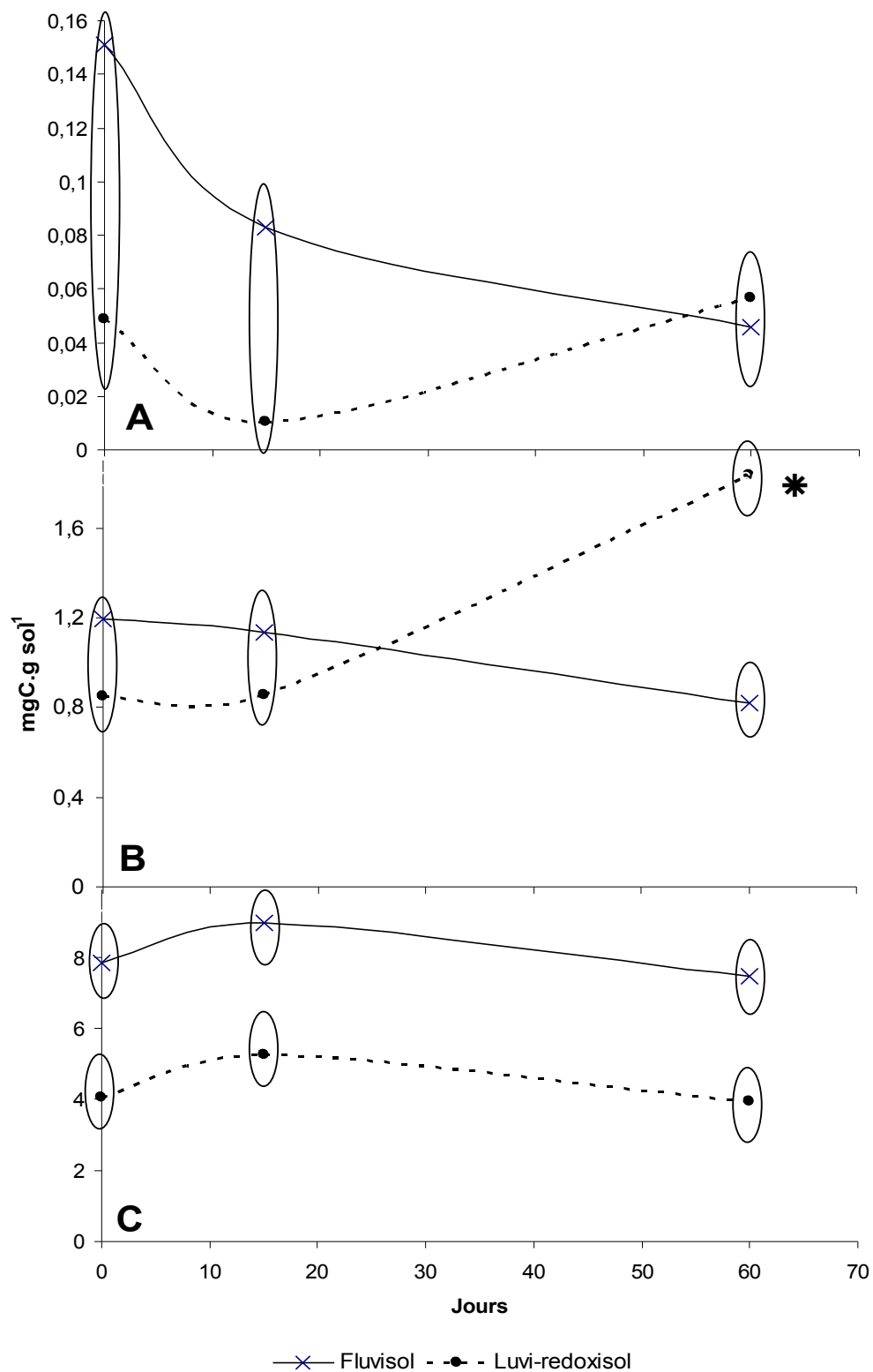


Figure 3.12: Sols Témoin. Carbone exogène dans la Fraction Légère (A) Intermediaire (B) et Lourde (C) au long de l'incubation. Les valeurs regroupées dans un même cercle sont similaires. \* indique variation statistiquement significative entre les dates pour le traitement considéré.

La faible quantité de carbone dans la fraction légère, proche à la sensibilité de détection de la méthode empêche de réaliser des comparaisons dans cette fraction. Compte tenu des déterminations effectuées, les différences observées entre les deux types de sols ne se limitent pas au contenu de matière organique. L'importance relative des différentes fractions dans la composition de la matière organique varie selon le type de sol considéré (Figure 3.12).

Dans le sol, les différentes fractions peuvent être considérées comme labiles quand son facilement dégradés par la biomasse microbienne, et en conséquence, complètent son cycle en forme rapide. Contrairement, les fractions récalcitrantes sont celles qui complètent son cycle lentement. Les fractions moins denses, qui correspondent à des débris non humifiés et peu ou pas liées à la matière minérale, sont considérées comme composantes de la fraction labile. Au contraire, le carbone que constitue la fraction lourde, très humifié, stabilisé, et associé aux minéraux du sol est récalcitrant (McLauchlan et Hobbie, 2004). Les composants moins lourds sont associés à la biodisponibilité de nutriments dans le sol (Alvarez *et al.* 1996, 1998) mais sont aussi les plus sensibles au changement dans le bilan du carbone du sol (Bremer, 1994). Une majeure proportion des fractions légères indique à la fois, une majeure disponibilité des nutriments et une majeure fragilité du sol.

### **3.4.2 Considérations sur l'effet du carbone apporté par les boues dans les deux types de sol.**

Afin d'analyser l'effet du carbone apporté exclusivement par les boues, les valeurs de contenu total de carbone obtenues à partir des échantillons traités (ajout de boues) ont été corrigées en utilisant les déterminations effectuées sur les sols témoins "négatifs" (cf. § 2.2.1). Ainsi, la valeur du contenu total de carbone exogène (provenant de la boue exclusivement) est obtenue par différence entre la valeur du carbone total de l'échantillon traité et celle du témoin négatif correspondant. Au jour 0 de l'expérience, tous les traitements avaient reçu 5 mg C. g<sup>-1</sup> sol.

#### **3.4.2.1 Fluvisol**

Du moment initial, des différences significatives dans le comportement du carbone organique provenant des différentes boues ont été observées.

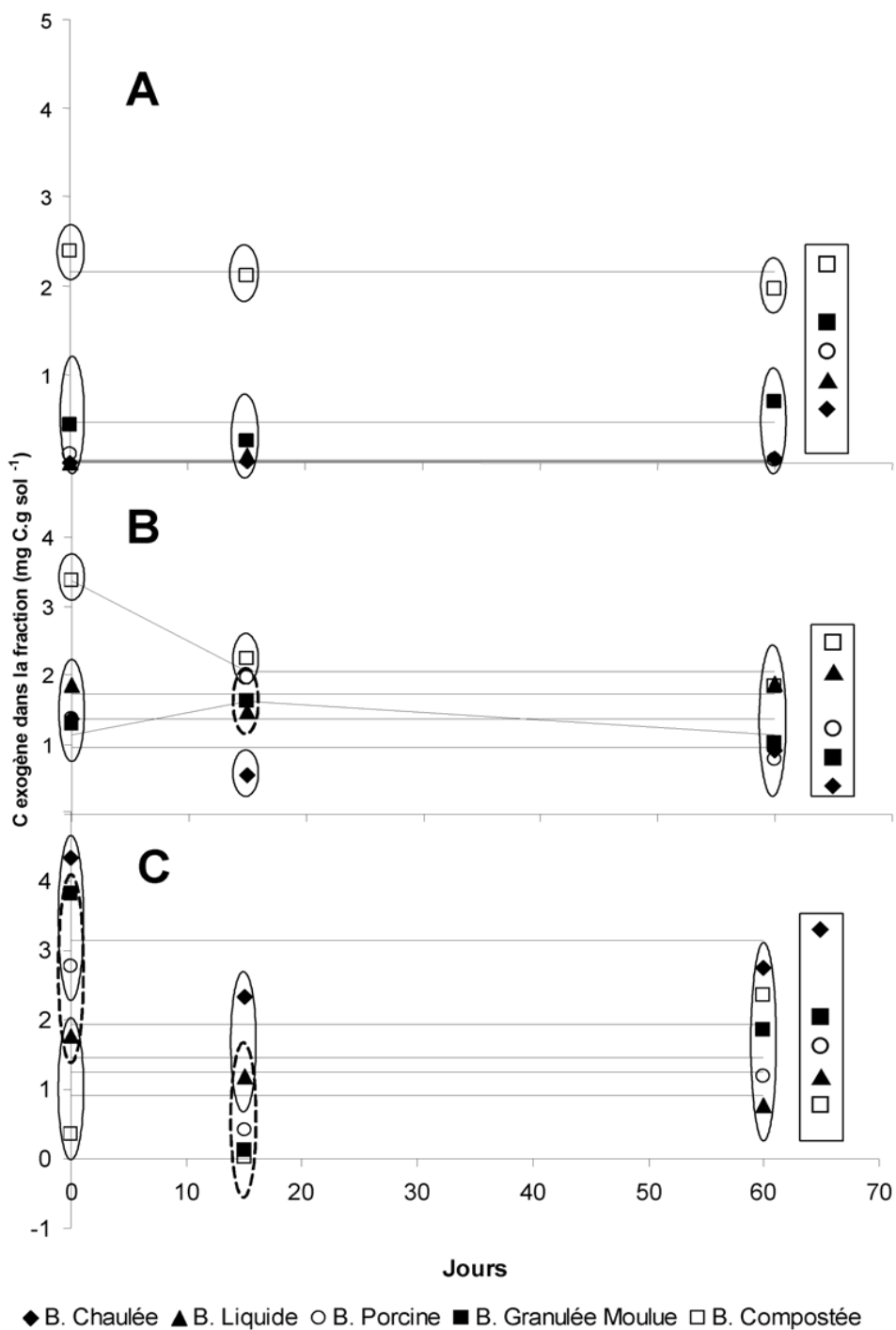


Figure 3.13 : Fluvisol: Carbone exogène dans la Fraction Légère (A) Intermediaire (B) et Lourde (C) au long de l'incubation. Les valeurs moyennes de carbone exogène sont indiquées par traitement et par date. A chaque date, l'inclusion dans des cercles différents indique des différences significatives ( $p < 0,05$ ). Les valeurs regroupées dans un même cercle sont similaires. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.



Dans le Fluvisol, la fraction du carbone légère exogène ( $\delta < 1,6$ ) est significativement plus importante après application du traitement Boue Compostée. On attribue cette différence aux caractéristiques de la boue compostée, principalement à la présence de débris décomposés partiellement ou sans décomposition. Les autres traitements ont présenté des valeurs plus faibles et similaires entre eux. Au long de l'incubation, la différence entre traitements est conservée et aucune évolution significative n'a pas pu être observée entre dates (Figure 3.13).

Initialement, dans la fraction de carbone intermédiaire ( $1,6 < \delta < 2$ ), la boue compostée présente les valeurs significativement plus élevées. Au 15<sup>ième</sup> jour, les différences entre traitements diminuent, cependant la boue compostée montre la valeur plus élevée, suivie de la boue porcine, granulée et liquide. La boue chaulée présente une valeur significativement inférieure. Au 60<sup>ième</sup> jour, les différences entre traitements disparaissent.

Au cours de l'expérience, les fractions de carbone intermédiaire apportées par les boues granulées et compostées évoluent. La fraction intermédiaire de la boue compostée diminue d'environ 40 % pendant les premiers 15 jours et reste sans variation significative jusqu'à la fin de l'expérience. La fraction intermédiaire de la boue granulée, présente un comportement plus erratique. Ainsi, elle augmente 30% entre le début de l'expérience et le 15<sup>ième</sup> jour, ensuite cette fraction diminue jusqu'à atteindre une valeur similaire à celle d'origine au 60<sup>ième</sup> jour. Le carbone des fractions intermédiaires des boues chaulées, liquides et porcines ne montre pas de variations liées au temps d'incubation dans le Fluvisol.

La caractérisation du carbone exogène de la Fraction Lourde ( $\delta > 2$ ) montre que la boue chaulée et la boue liquide présentent les valeurs les plus élevées au 15<sup>ième</sup> jour. Vers la fin de l'expérience (60<sup>ième</sup> jour) les différences entre traitements sont nulles. Aucune variation significative liée au temps d'incubation n'a pu être observée dans cette fraction. Les résultats de cet essai permettent d'affirmer que les boues faisant les apports moins importants dans les fractions de carbone plus légères, sont celles que contribuent plus significativement dans la fraction lourde.

#### **3.4.2.2 Sol Luvi-redoxisol.**

Les résultats obtenus lors de l'analyse de la fraction légère du carbone exogène ( $\delta < 1,6$ ) dans le Luvi-redoxisol montrent des similarités par rapport aux mêmes paramètres étudiés dans le Fluvisol. Cependant, les différences entre traitements sont plus marquées (Figure 3.14). Les boues compostées et granulées présentent jusqu'au 15<sup>ième</sup> jour les valeurs les plus élevées; tandis que les traitements restants (boues chaulées, liquides et porcines) présentent des valeurs inférieures et similaires entre eux. Il n'existe pas de différence significative entre traitements à la fin de l'incubation. Au sein d'un même traitement, aucune différence significative entre dates n'a pu être observée.

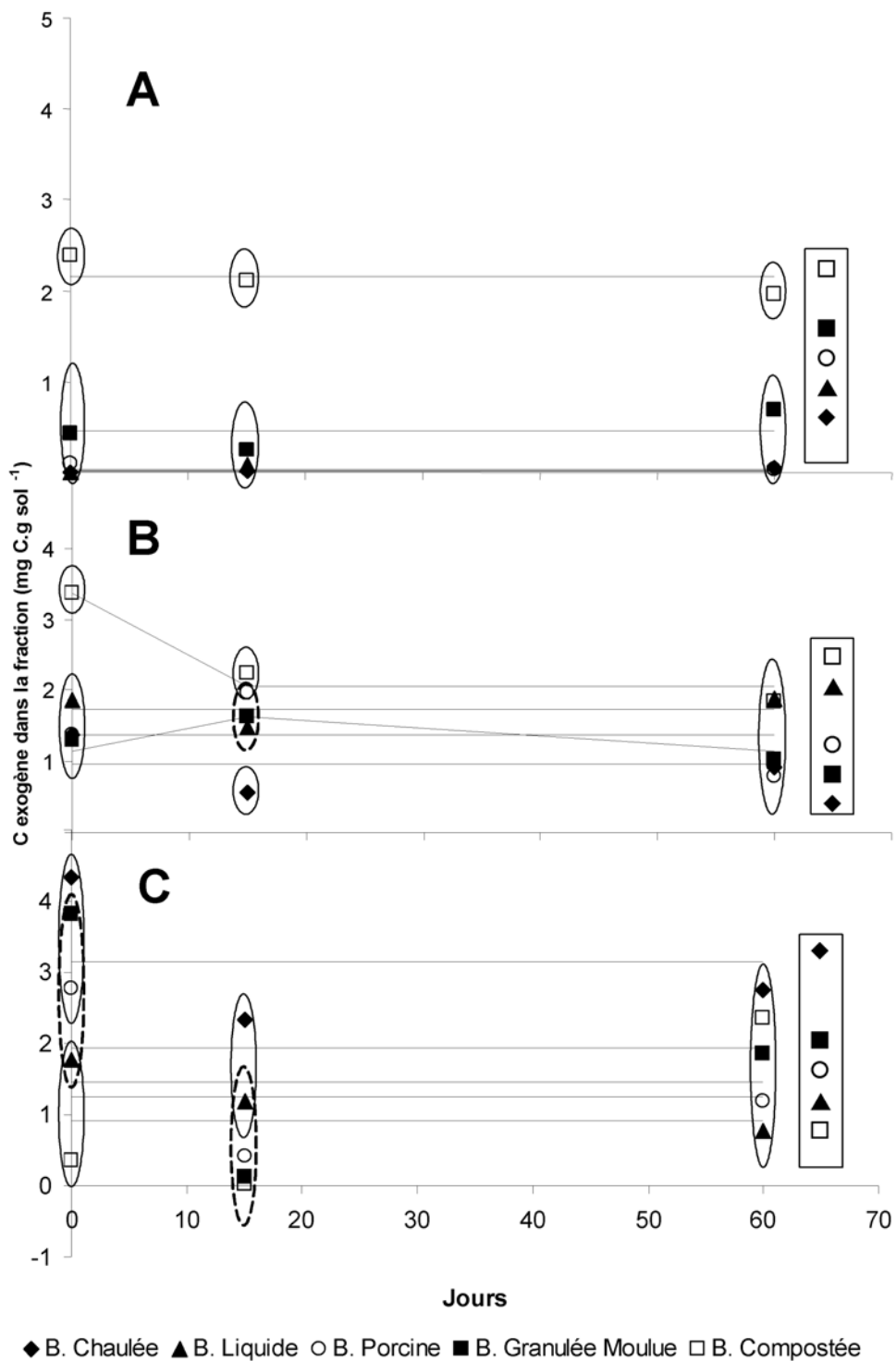


Figure 3.14 : Luvi-rédoxisol: Carbone exogène dans la Fraction Légère (A) Intermediaire (B) et Lourde (C) au long de l'incubation. Les valeurs moyennes de carbone exogène sont indiquées par traitement et par date. A chaque date, l'inclusion dans des cercles différents indique des différences significatives ( $p < 0,05$ ). Les valeurs regroupées dans un même cercle sont similaires. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

Dans la fraction intermédiaire du Luvi-redoxisol, on observe initialement que les traitements boue granulée et chaulée présentent les valeurs les plus élevées, suivis de la boue chaulée et de la boue liquide. Le traitement de boue chaulée montre au 15<sup>ième</sup> jour une diminution significative du carbone. Au 60<sup>ème</sup> jour de l'expérience, tous les traitements ont significativement diminué à l'exception de la boue porcine. Compte tenu de ces résultats, nous pouvons affirmer que les conditions physiques liées à la texture permettent une minéralisation plus intense de la matière organique. Cette affirmation contraste avec les observations réalisées sur le Fluvisol.

Dans la fraction lourde du Luvi-redoxisol, on observe que les traitements ne présentent initialement pas de différences significatives entre eux. Entre le début et le 15<sup>ème</sup> jour d'incubation, le traitement boue porcine diminue significativement et ses valeurs restent par la suite proches du zéro jusqu'à la fin de l'expérience. Il est intéressant de remarquer que le traitement boue porcine n'a pas présenté des changements lors de l'incubation des fractions légères et intermédiaires. Les autres traitements, malgré des petites différences non significatives, restent sans variation.

La quantité du carbone utilisée pendant cette expérience a été équivalente pour tous les traitements, l'accumulation de C permet d'inférer sur la qualité du carbone additionné (Gerzabeck et al 2001).

#### ***3.4.2.3 Effet de la taille de particule sur l'évolution de la matière organique exogène.***

L'objectif de cette expérience est d'évaluer l'effet de la taille initiale de la particule de boue sur l'évolution des formes de carbone du sol.

#### ***3.4.2.4 Résultats et discussion.***

Initialement dans la fraction légère, les différences de taille des particules des traitements appliqués (boue granulée moulue et granule entier) n'étaient pas significatives. En ce qui concerne le traitement de boue granulée moulue, la quantité de carbone exogène présente dans la fraction légère demeure constante. Inversement, le traitement boue granulée entière présente une augmentation telle que la valeur initiale est triplée (Figure 3.15). Cette augmentation coïncide avec le

pic d'émission du C-CO<sub>2</sub> observé autour du jour 15 dans le traitement granule entier dans l'expérience concernant l'effet de la taille des particules sur la minéralisation du carbone des boues (Figure 3.10).

En revanche, dans la fraction intermédiaire, on observe que le carbone provenant de la boue granulée entière diminue sévèrement entre le début et le 15<sup>ème</sup> jour de l'incubation. Cela montre que le niveau de carbone dans le sol est inférieur à celui obtenu avec la boue granulée moulue à la même date. La coïncidence entre la diminution de la quantité de carbone de la fraction intermédiaire et la croissance de la fraction légère suggère un transfert de carbone entre fractions, lié probablement à l'effondrement du grain de boue dans le sol. Finalement, après 60 jours d'incubation, les différences entre traitements se sont effacées (Figure 3.16).

Le carbone exogène dans la fraction lourde n'a pas présenté de différences entre le traitement pour les boues granulées entière et moulue. De plus, aucun changement n'a pu être observé au cours de l'incubation (Figure 3.17).

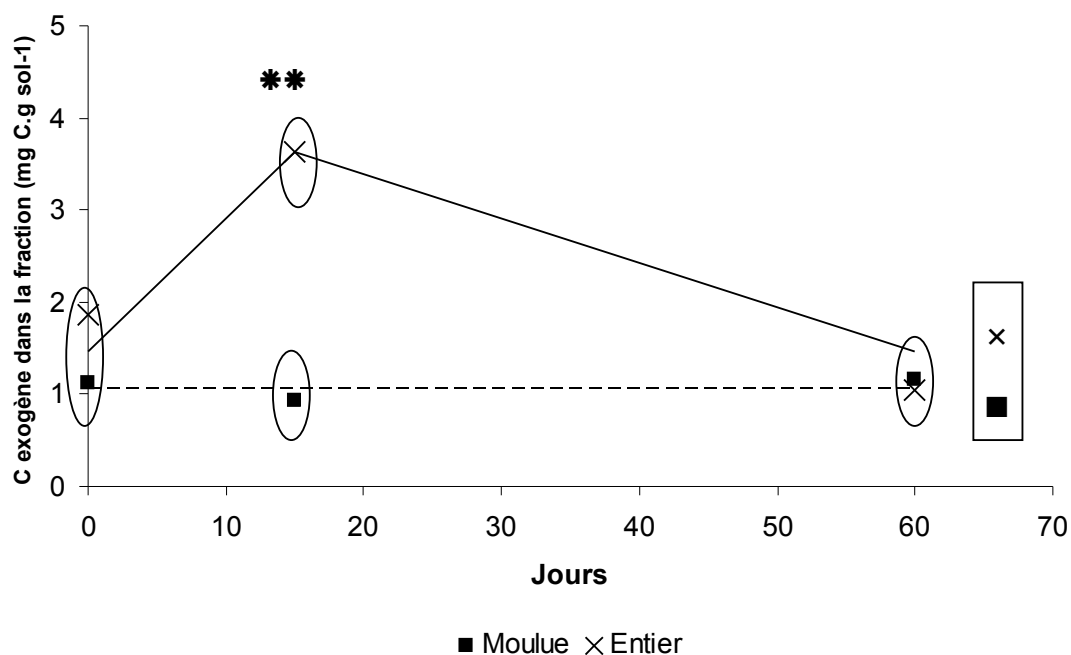


Figure 3.15 : Luvi-rédoxisol: Fraction Légère. Comportement du carbone exogène selon la taille de particule de la boue granulée pendant la période d'incubation. Les valeurs moyennes de carbone exogène sont indiquées par traitement et par date. Le symbole \*\* indique des différences très significatives ( $p < 0,01$ ). Les valeurs regroupées dans un même cercle sont similaires. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

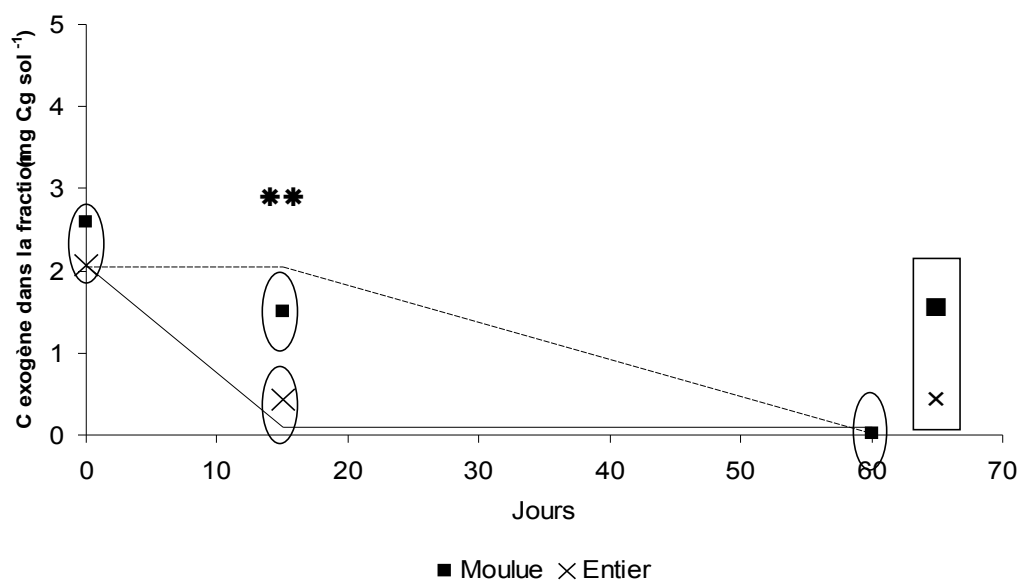


Figure 3.16 : Luvi-rédoxisol. Fraction Intermédiaire. Comportement du carbone exogène selon la taille de particule de la boue granulée, pendant la période d'incubation. Les valeurs moyennes de carbone exogène sont indiquées par traitement et par date. Le symbole \*\* indique des différences très significatives ( $p < 0,01$ ). Les valeurs regroupées dans un même cercle sont similaires. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

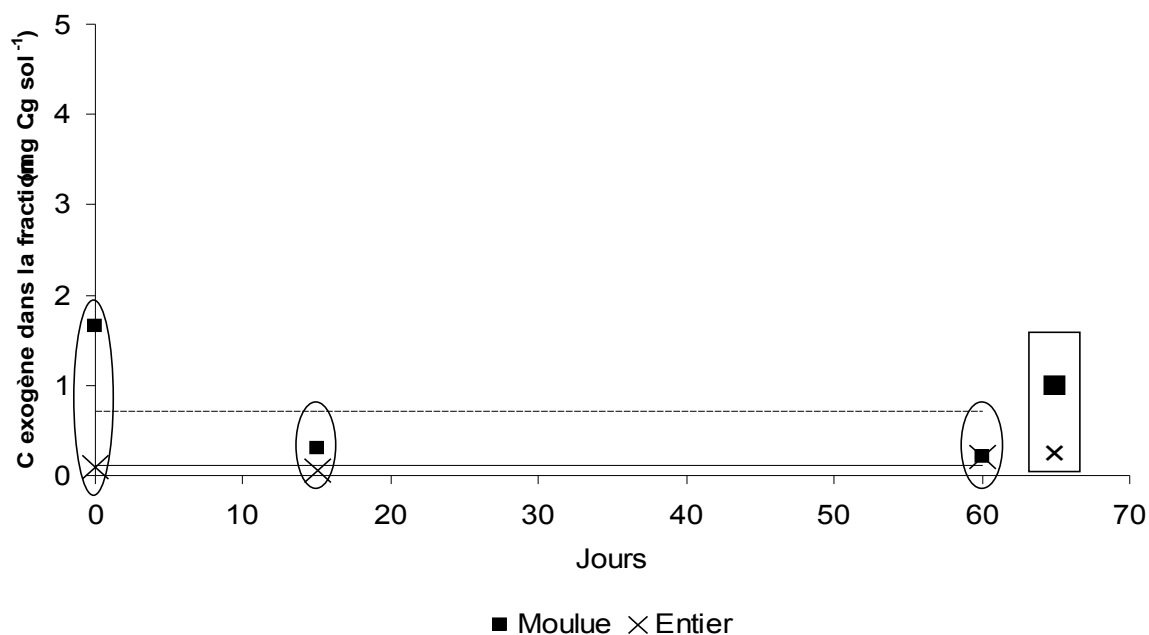


Figure 3.17 : Luvi-rédoxisol. Fraction Lourde. Comportement du carbone exogène selon la taille de particule de la boue granulée, pendant la période d'incubation. Les valeurs moyennes de carbone exogène sont indiquées par traitement et par date. Le symbole \*\* indique des différences très significatives ( $p < 0,01$ ). Les valeurs regroupées dans un même cercle sont similaires. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

Compte tenu de l'ensemble de résultats obtenus concernant l'évolution des fractions du carbone, on peut affirmer que la fraction du C organique exogène intermédiaire manifeste la sensibilité au changements la plus importante dans le sol. En conséquence, cette fraction est directement liée à l'amplitude des phénomènes biologiques du sol. L'émission du C-CO<sub>2</sub> a montré une relation étroite avec la fraction de densité intermédiaire du carbone exogène (figure 3.18).

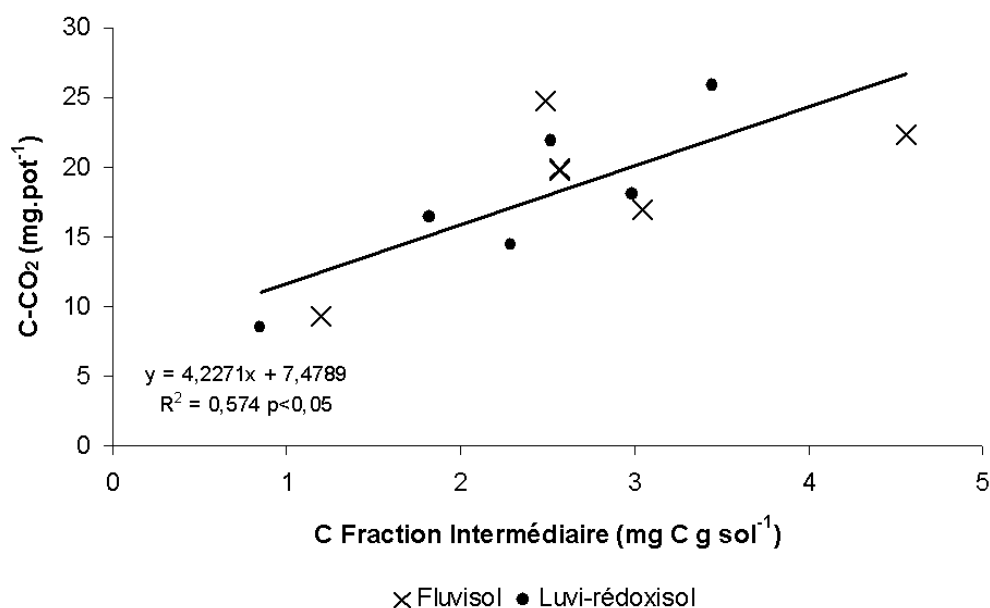


Figure 3.18. : Quantité du carbone émis comme C-CO<sub>2</sub> des témoins et traitements après 82 jours d'incubation en relation avec la quantité de C dans la fraction de MO intermédiaire du sol.

Des observations de l'évolution des fractions du carbone, ont peut établir comme première hypothèse que c'est la fraction exogène intermédiaire celle que manifeste plus de sensibilité dans sol. Par conséquent, être en relation directe avec la magnitude des phénomènes biologiques du sol. L'émission du C-CO<sub>2</sub> a montré une relation étroite avec la fraction de densité intermédiaire du carbone exogène.

### 3.5 Conclusions préliminaires

Dans la première partie de ce chapitre, des différences dans la qualité du carbone du sol ont été établies. Ces différences permettent d'expliquer a priori la similitude dans les profils de dégagement du C-CO<sub>2</sub> dans les deux types de sol étudiés (Fluvisol et Luvi-redoxisol) malgré leur différence de contenu de C total. De même, il a été démontré que la boue utilisée constitue la principale source de



variation dans l'émission de C-CO<sub>2</sub> dans le sol. Des différences liées au type de sol n'ont pas été observées. De plus, un modèle mathématique a été validé afin d'expliquer la dynamique de la minéralisation. Ce modèle exponentiel fixe deux constantes : la première, linéaire, décrit la proportion de carbone minéralisable et la deuxième, exponentielle, indique la vitesse à la quelle le processus se déclenche. La première constante indique une forte corrélation ( $p < 0,01$ ) entre la taille des particules et la quantité minéralisée après 82 jours d'incubation. Finalement, la valeur de la taille de particule peut être utilisée comme outil pour la régulation de la vitesse de minéralisation.

Dans la seconde partie, le fractionnement de la matière organique du mélange sol-boue a permis de mettre en évidence la cause de la variabilité de l'émission de C-CO<sub>2</sub> des différentes boues, grâce à l'utilisation de l'analyse des fractions densimétriques du carbone rémanent dans le sol. L'effet de la taille de particule s'observe également sur la composition densimétrique du carbone rémanent dans le sol.

Dans la dernière partie, la relation existante entre la proportion de carbone exogène dans la fraction intermédiaire et la minéralisation est mise en évidence.

## **CHAPITRE 4 : DYNAMIQUE DE LA MINÉRALISATION DE L'AZOTE DES BOUES**

#### **4.1 Suivi de la minéralisation de l'azote des boues. Mesure de $\text{NH}_4^+$ et $\text{NO}_3^-$ libérés au long de l'incubation.**

La valorisation agricole de boues constitue une pratique qui permet de boucler le cycle biogéochimique de plusieurs nutriments, notamment l'azote. Après son incorporation au sol, l'azote s'intègre dans les différentes étapes du cycle et peut alors se rendre disponible pour la nutrition végétale. Cette disponibilité de l'azote pour la nutrition des cultures sera déterminée par le bilan entre les apports et les flux sortants. L'azote organique contenu dans les effluents est rendu disponible, sous forme ammoniacale et sous forme nitrique, après la minéralisation des produits selon des dynamiques très variables (Amlinger, *et al.* 2003; Chantigny *et al.* 2004). Ces dynamiques dépendront à la fois des caractéristiques des boues, des caractéristiques physico-chimiques du sol qui reçoit les épandages, et des conditions climatiques après l'épandage. Les facteurs liés au sol et au climat conditionnent l'activité microbienne responsable de la minéralisation et le passage en solution plus ou moins rapide des formes minérales (Girard *et al.* 2005).

Par ailleurs, la concordance entre présence dans le sol de formes d'azote disponibles et besoins des plantes est particulièrement importante pour la forme nitrique, non retenue dans les sols et très facilement lixiviable. Il est donc primordial que la minéralisation se fasse pendant la période de besoin des plantes (Girard *et al.* 2005). Mais les flux de sortie d'azote doivent aussi être contrôlés. Les processus de pertes d'azote du sol vers l'atmosphère ou les eaux souterraines peuvent réduire la valeur fertilisante des effluents et induire des biais dans les bilans azotés des cultures. Ainsi, une partie de l'azote ammoniacal est susceptible d'être volatilisé (Girard *et al.* 2005). Dans un système de production la sous-estimation des pertes par volatilisation a pour conséquence la sous-estimation de la fertilisation. D'autre part, la surestimation entraîne une sur-application et par conséquent le risque d'augmenter les pertes par lixiviation avec la conséquences environnementales (Sommer et Hutchings, 2001).

Ce chapitre a deux objectifs. Le premier est d'évaluer la capacité des boues à rendre disponible leur contenu en azote et de déterminer le risque de pertes associé à leur utilisation. Le deuxième consiste à évaluer l'effet de la taille de particule de la Boue Granulée sur la minéralisation et la volatilisation de l'azote.

Ainsi, afin de caractériser le comportement des boues par rapport à l'azote, quatre expérimentations ont été successivement menées en conditions contrôlées.

L'expérience consiste à comparer les vitesses de minéralisation de l'azote de boues de STEP (de natures différentes), en conditions optimales de température et d'humidité, en utilisant des échantillons de deux types de sols fréquemment représentés dans la région Midi-Pyrénées.

## **4.2 Résultats**

### **4.2.1 L'azote des boues**

Il est important de considérer les différentes formes (organique et inorganique) dans lesquelles l'azote est apporté par les boues, même si les quantités totales d'azote ont été équivalentes. L'unique forme inorganique d'azote présente dans les boues est l'ammonium. On n'a pas détecté la présence de nitrates.

#### **4.2.1.1 Azote dans la matière sèche et proportion d'azote ammoniacal**

Les boues étant d'origines différentes, elles présentent des compositions chimiques variées. Ces différences s'expriment, entre autres, par leur teneur en azote, mais aussi par la forme de l'azote dans la boue.

Des différences nettes dans la proportion d'azote minéral dans l'azote total ont été observées (Figure 4.1). La boue liquide présente une proportion d'azote ammoniacal plus élevée, suivie de la boue compostée. Eghball (2000), en travaillant sur le compostage des fumiers d'origine bovine, a observé que ce traitement déterminait la conversion de la plus grande partie de l'azote minéralisable dans des formes inorganiques. Dans la classification effectuée selon les contenus d'azote ammoniacal, en dernière place se trouvent la boue chaulée, les boues porcines et la boue granulée. L'importance de ce classement est liée au fait que l'ammonium constitue une des formes d'azote minéral directement assimilable.

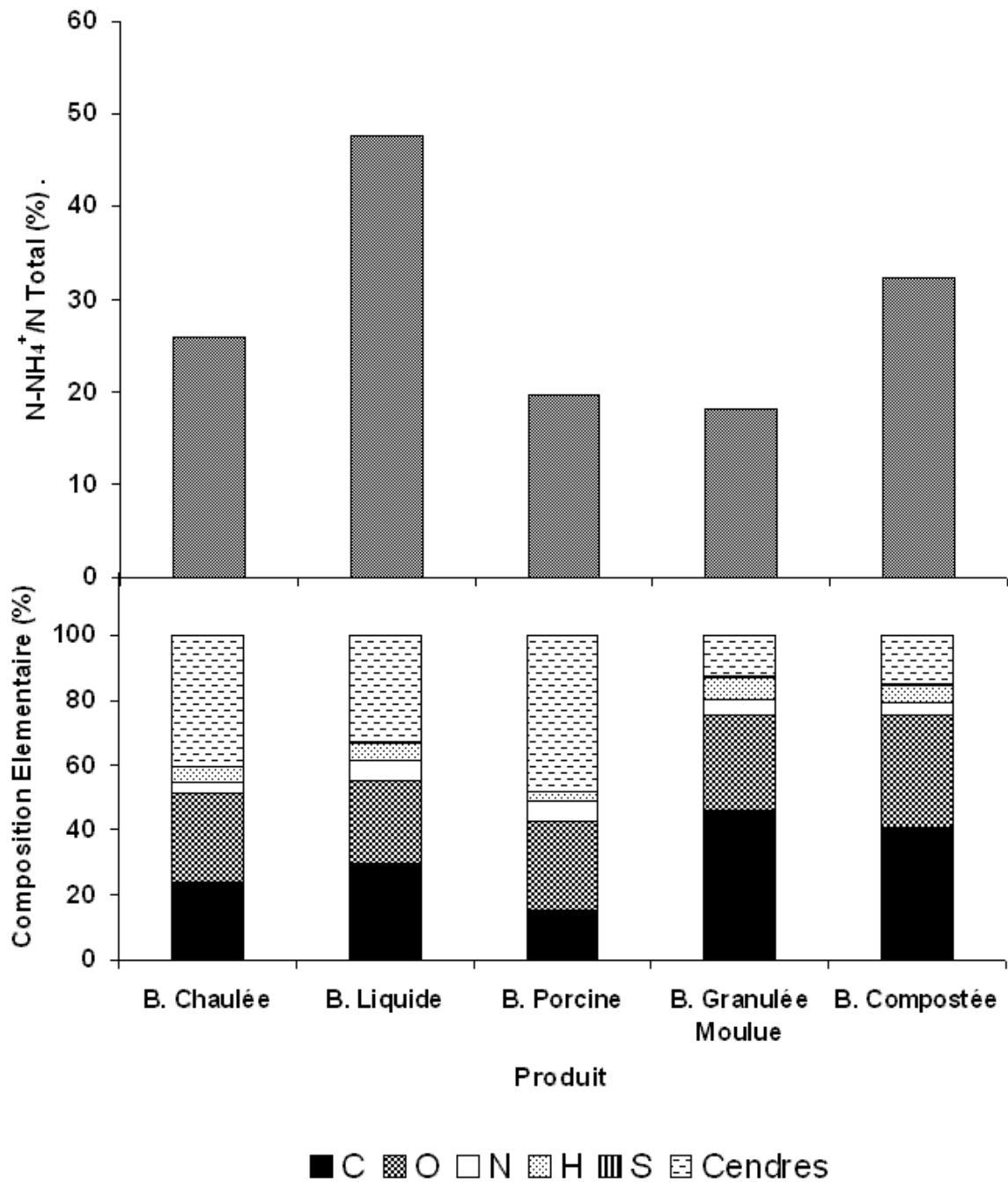


Figure 4.1: Boues utilisées dans l'expérience. Pourcentage d'azote ammoniacal par rapport à l'azote total et composition élémentaire.

#### 4.2.1.2 La relation C : N

La minéralisation de l'azote dépend de la relation C: N de la boue et comprend la décomposition microbienne des composés organiques. Ce processus est dynamique et s'oppose à l'immobilisation de l'azote par les plantes et les micro-

organismes du sol. Il existe une minéralisation nette quand la matière organique présente un ratio C : N tel que la concentration d'azote n'est plus limitant pour l'activité microbienne. L'incorporation au sol d'un substrat avec une relation C : N élevée (autour de 30 ou plus) détermine donc une immobilisation nette de l'azote du sol. En conséquence, un substrat possédant une relation C : N basse favorise la minéralisation nette, alors qu'un autre avec une relation C : N élevée favorise l'immobilisation. La durée de l'immobilisation varie entre quelques jours et plusieurs semaines, selon les conditions de température et d'humidité. Le contenu en lignine constitue un autre élément à considérer afin de prévoir la vitesse de décomposition d'un substrat. L'apport d'un substrat avec un contenu de lignine élevé réduit la vitesse de minéralisation. Les boues étudiées, présentent des relations C/N < 10, par conséquent basses. La relation C : N présente cependant des différences selon le type de boue (Figure 4.2).

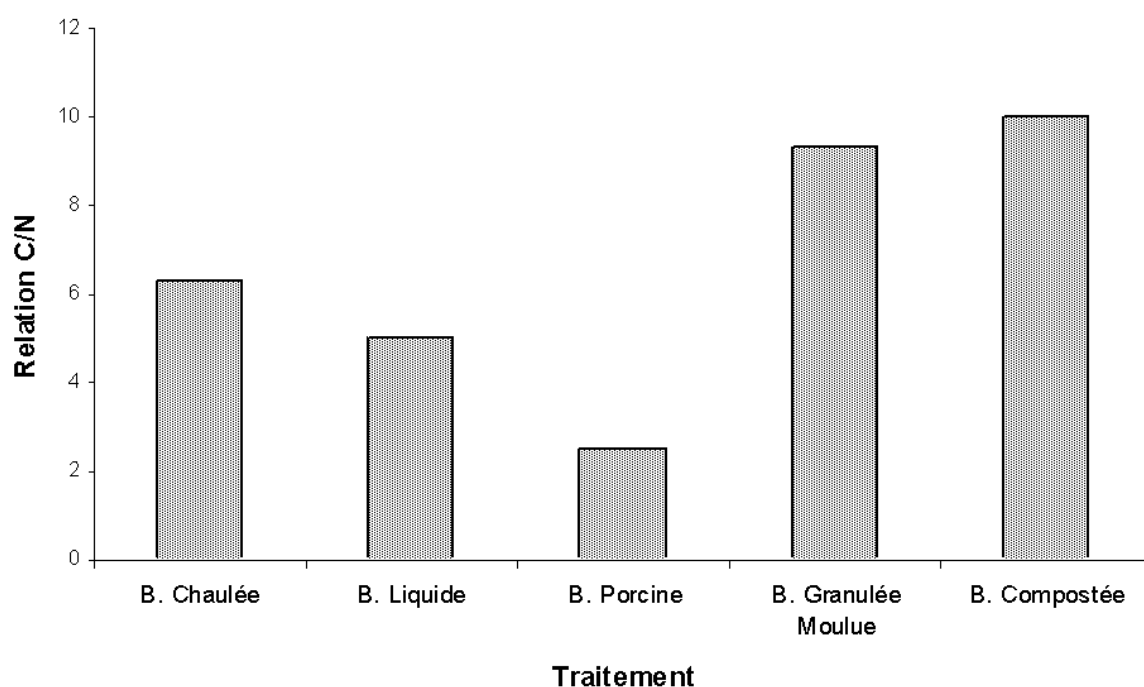


Figure 4.2: Boues utilisées dans l'expérience. Relation C : N des boues

La boue compostée a présenté la valeur la plus élevée. L'élaboration de cette boue nécessite de l'addition de déchets végétaux variés (feuillage, bois et écorces de divers espèces) produits qui présentent normalement des relations C : N > 100. La boue granulée, soumise à une déshydratation intense immédiatement

après sa production, conserve la plupart de son carbone initial. Par contre, la boue urbaine chaulée, la boue liquide et la boue porcine, ayant subi des digestions aérobies et anaérobies, ont perdu la plupart de leurs composants carbonés rapidement métabolisables, entraînant une chute dans la quantité de carbone total. En conséquence, en plus de leur teneur initiale en azote, elles ont subi un enrichissement consécutif à leur traitement.

## **4.2.2 Suivi de la minéralisation de l'azote.**

### **4.2.2.1 Comportement des témoins**

Tout d'abord, les résultats de la minéralisation d'azote correspondant aux témoins négatifs (sans apport d'azote exogène) seront présentés. Cette caractérisation a été effectuée en séparant l'azote minéral présent sous forme d'ammonium et sous forme de nitrates.

#### **4.2.2.1.1 Nitrates**

Les deux témoins montrent une augmentation de la quantité d'azote minéralisé tout au long de l'expérience. Cette quantité est significativement plus importante dans le cas du Fluvisol (Figure 4.3). En accord avec les observations réalisées concernant la minéralisation du carbone, la proportion d'azote du sol minéralisée correspond à une période de minéralisation égale à 2 ans dans les conditions du sud-ouest de la France (Gavalda *et al.* 2004). Au début de l'expérience, dans les deux types de sol, la présence de nitrates (signalées "a" dans la Figure 4.3) est observée. La quantité de  $\text{NO}_3^-$  totale au 30<sup>ième</sup> jour est faible et égale à 7,3 % pour le Fluvisol et 2,3% pour le Luvi-redoxisol. La quantité de nitrates significativement supérieure dans le Fluvisol s'explique par les caractéristiques des types de sol. Ainsi, le Fluvisol possède au départ un contenu en matière organique double de celle du Luvi-rédoxisol. Cette dernière caractéristique explique la teneur plus importante en azote minéral dans ce sol, même après le traitement de dessèchement à l'air.

Comme il a été observé pendant les déterminations d'émission de  $\text{CO}_2$  (cf. chapitre 3), le modèle exponentiel s'ajuste de manière significative ( $p < 0,05$ ) aux données obtenues (Tableau 4.3). Le modèle exponentiel permet d'estimer, à partir de la constante linéaire, la quantité d'azote potentiellement minéralisable, et à partir de la

constante exponentielle, le taux de minéralisation (Stanford et Smith. 1972; Alvarez et Alvarez 2000). Pour évaluer plus précisément la quantité d'azote minéralisé pendant l'incubation, il est nécessaire de déduire de la teneur en nitrate pour chaque date d'observation, celle correspondant au moment initial. Dans le cas présent, et en raison de la faible quantité initiale de nitrates dans les échantillons, les changements ne sont pas significatifs (Tableau 4.4).

#### **4.2.2.1.2 Ammonium**

L'ammonium, dans un sol bien aéré, est soumis à une dynamique dans laquelle la minéralisation constitue le flux d'entrée et la nitrification, celui de sortie. Dans les conditions expérimentales de ce travail correspondant à celles de la plus parts de sols cultivés en région tempérée, ce cation peut être considéré comme un compartiment de transition entre l'azote organique et l'azote nitrique. L'importance relative des deux processus déterminera l'augmentation ou la diminution de cette forme dans le sol.

La quantité d'ammonium observée au long de l'incubation des échantillons des sols, n'a pas montré de différences significatives entre sols ni entre dates d'incubation. Même si l'évolution du contenu d'azote ammoniacal s'ajuste pour les deux sols à une fonction linéaire de pente positive, la dispersion des données et le manque de différences significatives entre dates empêche d'observer une vraie évolution (Figure 4.4). La dynamique de minéralisation, qu'implique une constance dans la quantité d'ammonium et un accroissement de la quantité de nitrates, contribue à relativiser l'importance de l'ammonium dans le sol. L'ammonium constitue en moyenne environ 80 % de l'azote inorganique au début de l'incubation, et seulement 20% au 30<sup>ème</sup> jour d'incubation. A partir des valeurs d'ammonium obtenues à temps  $t=0$ , la quantité présente au moment initial peut être calculée, ce qui permet la détermination de la quantité réelle minéralisée pendant l'incubation. Les résultats obtenus montrent une dispersion de données assez importante, ce qui n'a pas permis de détecter de différences significatives entre dates. Cette dispersion de données est aussi à l'origine de l'absence de différence significative entre les courbes de régression obtenues pour les deux sol ( $p>0,05$ ) (Figure 4.5).



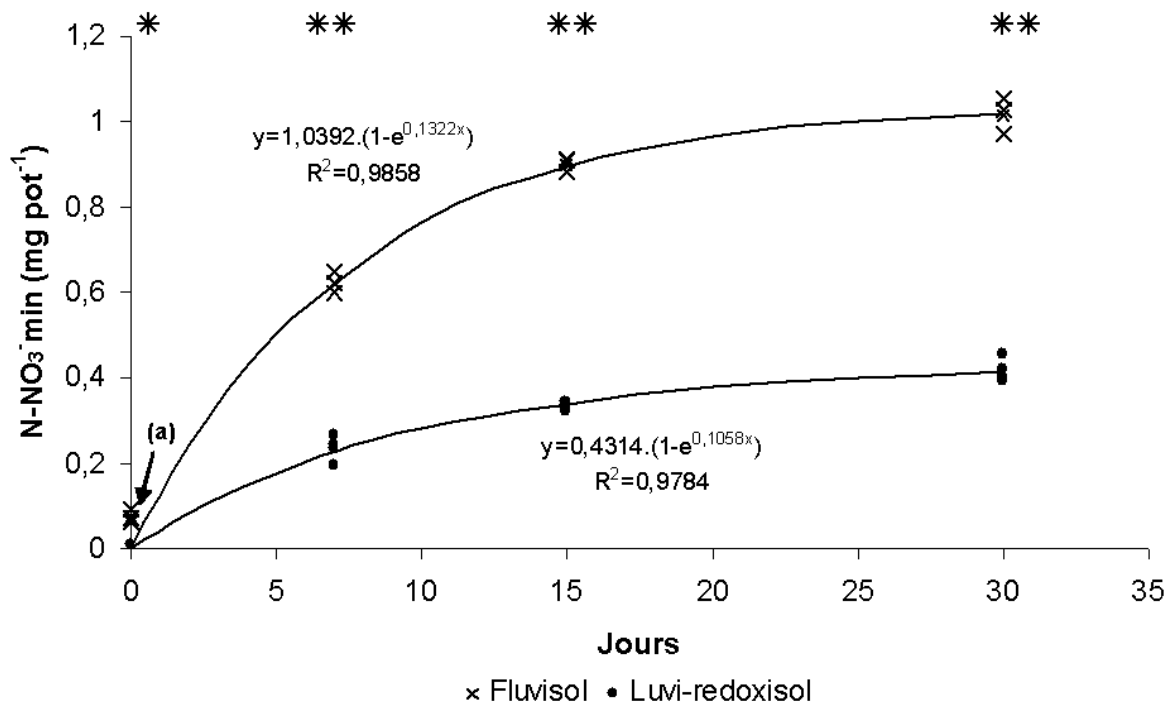


Figure 4.3: Témoins négatifs. Évolution du contenu de nitrates. \* Indique une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre sols pour la date correspondante. \*\* Indique une différence très significative ( $p < 0,01$ ) entre sols pour la date correspondante.

Tableau 4.3. Modèles utilisés pour décrire la dynamique des nitrates des témoins négatifs

	Exponentielle
	$y = a \cdot (1 - e^{-b \cdot x})$
Fluvisol	$a = 1,0392$ $b = 0,1322$ $r^2 = 0,9858$
Luvi-redoxisol	$a = 0,43136$ $b = 0,1058$ $r^2 = 0,9784$

Tableau 4.4. Modèles utilisés pour décrire la dynamique des nitrates minéralisés au cours de l'incubation des témoins négatifs ( $\text{NO}_3^- - \text{NO}_3^-$  au  $t=0$ )

	Exponentielle
	$y = a \cdot (1 - e^{(-b \cdot x)})$
Fluvisol	a = 0,9732 b = 0,1215 r <sup>2</sup> = 0,9587
Luviredoxisol	a = 0,4241 b = 0,1023 r <sup>2</sup> = 0,8972

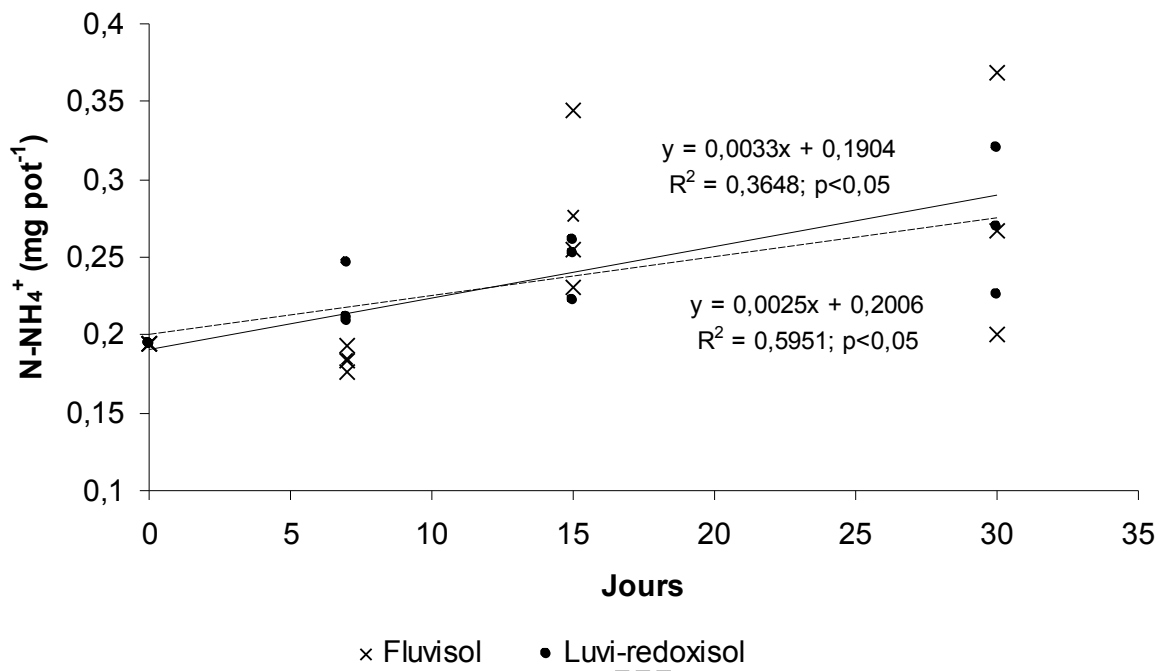


Figure 4.4: Témoins négatifs. Évolution du contenu total d'ammonium durant l'incubation.

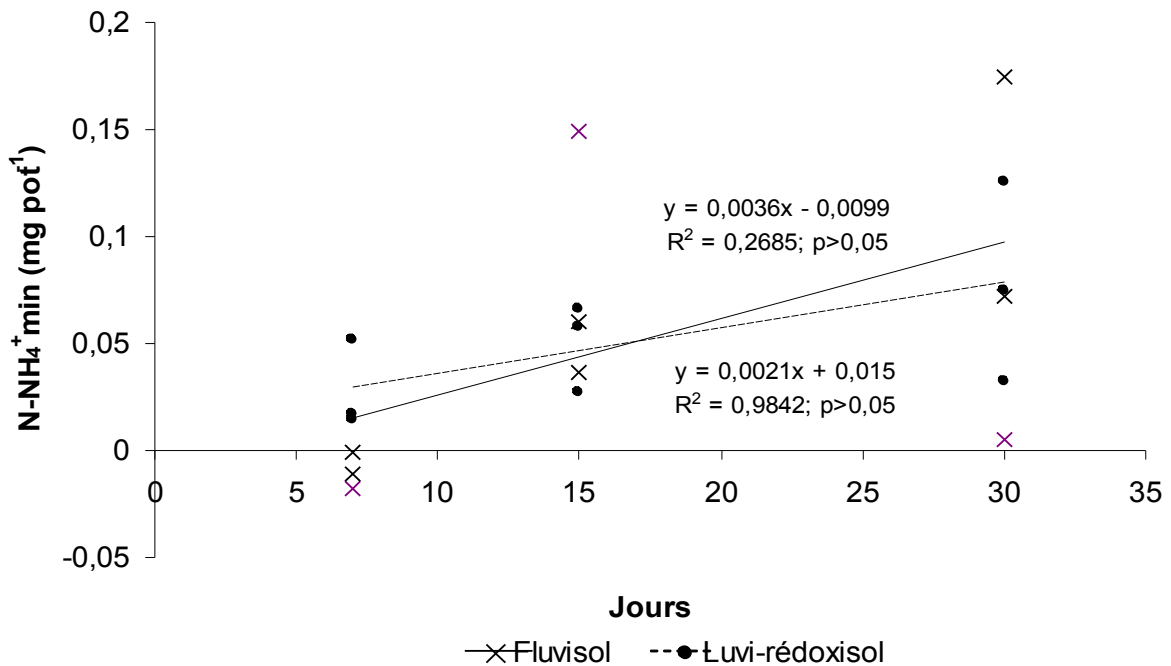


Figure 4.5: Témoins négatifs. Ammonium dans l'échantillon moins ammonium présente au jour = 0 durant l'incubation.

#### 4.2.2.2 Comportements des traitements

Il est possible d'estimer la quantité d'azote minérale provenant de la source exogène (boue) selon l'expression suivante:

$$N_{\text{minéral (Boue)}}_{j_x} = N_{\text{minéral (sol+boue)}} - N_{\text{minéral (sol témoin)}} \quad \text{Afin de}$$

faciliter la compréhension et l'interprétation des valeurs, les quantités d'azote minéral exogène s'expriment en pourcentage : azote minéralisé rapporté à l'azote total apporté par la boue.

Dans les expériences d'incubation, les données correspondantes à la quantité d'azote minéralisé ont été obtenus selon l'expression :

$$N_{\text{minéralisé } j_x} = N_{\text{minéralisé } j_0 + j_x} - N_{\text{minéralisé } j_0} \quad \text{La quantité d'azote}$$

apporté par les boues, comme il a été décrit dans le § 2.1.1, dépend de deux fractions. La première correspond à la fraction d'azote minéral immédiatement disponible (Figure 4.1), la deuxième, l'azote organique minéralisable. En

conséquence, la mise en disponibilité de l'azote d'une boue peut être représenté par l'équation suivante :

$$\%N_{md} = \%N_{NH_4^+} + (100 - \%N_{NH_4^+}) \cdot k \quad \text{Où}$$

% N<sub>md</sub> = % d'azote mis en disponibilité

% N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> = teneur en azote N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> initiale

(100 - % N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) = Azote organique

k = proportion de l'azote organique minéralisable

La validité de ce modèle a été vérifié et ajusté sur le Luvi-rédoxisol (Gavalda *et al.*, 2005).

Afin d'évaluer la mise en disponibilité de l'azote par les boues testés, l'évolution de l'azote dans le mélange sol + boue, a été étudié.

#### **4.2.2.2.1 Suivi de l'azote minéral**

Pour mieux comprendre la dynamique de l'azote et ainsi que pour mettre en évidence les particularités propres aux boues, l'évolution de l'azote minéral (ammonium et nitrate) a été étudiée.

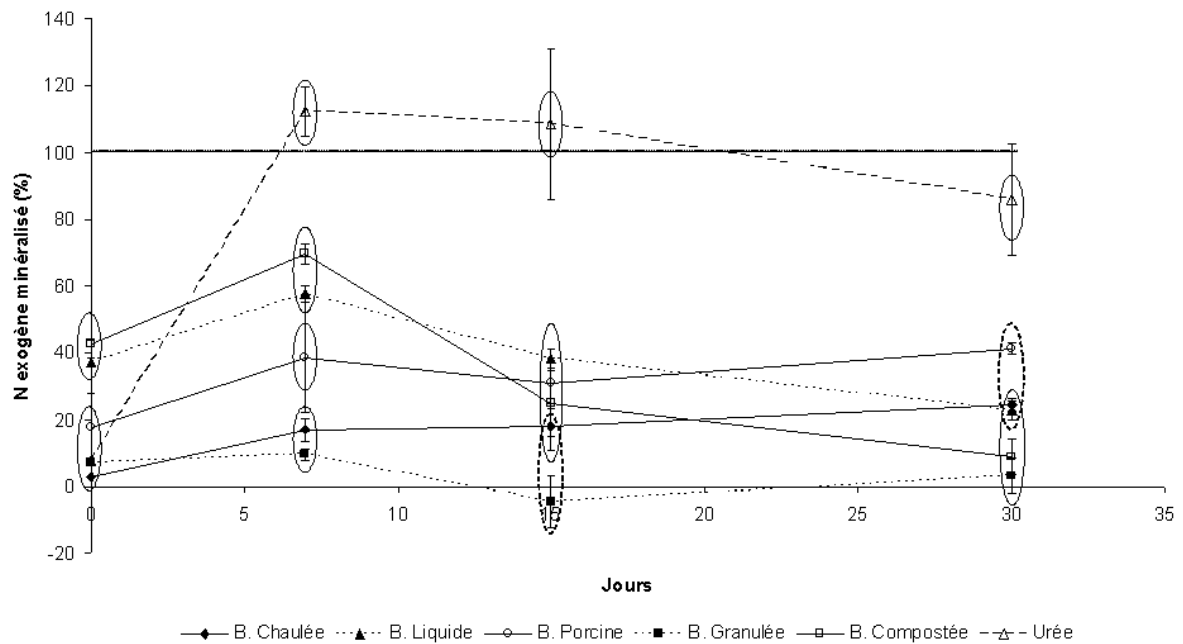


Figure 4.6 : Fluvisol. Minéralisation de l'azote ( $N-NH_4^+$  +  $N-NO_3^-$ ) exprimée en pourcentage d'azote total initial dans la boue. Les lignes encerclent des valeurs statistiquement similaires ( $p < 0,05$ ).

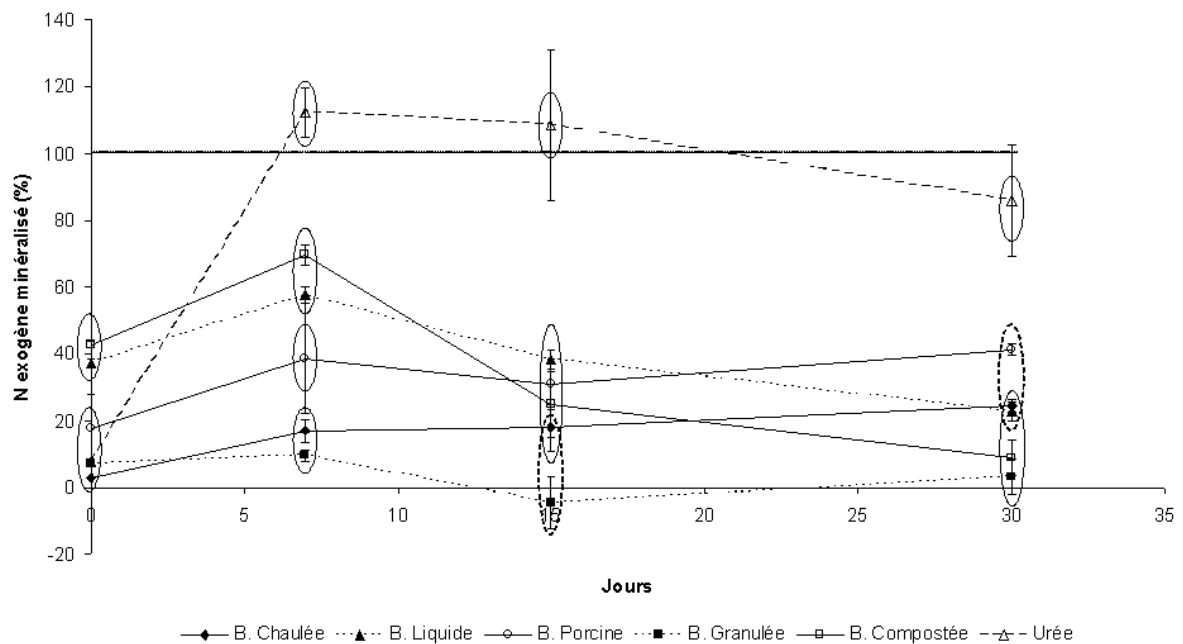


Figure 4.7 : Luvi-rédoxisol. Minéralisation de l'azote ( $N-NH_4^+$  +  $N-NO_3^-$ ) exprimé en pourcentage d'azote total initial dans la boue. Les lignes encerclent des valeurs statistiquement similaires ( $p < 0,05$ ).

Dans les deux sols (Figures 4.6. et 4.7) au début de l'expérience (temps = 0) les valeurs les plus élevées d'azote inorganique s'observent dans les traitements boue urbaine et boue compostée, suivies du traitement Boue Porcine. Les

traitements Boue chaulée, granulée et le témoin positif (urée) présentent les valeurs les plus basses. Initialement, l'azote minérale est principalement ammoniacal, et à partir du jour 7, correspond à la forme nitrique.

En observant l'évolution du  $\text{N-NO}_3^-$  et  $\text{NH}_4^+$  séparément, on observe que l'azote minéral présent au moment initial est sous la forme ammoniacal. La forme nitrique, initialement absente, augmente jusqu'au jour 15. Cette évolution est plus nette dans le fluvisol (Figures 4.8 à 4.11).

La présence d'azote minéral au moment initial dans la boue explique les valeurs obtenus à  $t=0$  (Figure 4.12). Dans les deux sols, au 7<sup>ème</sup> jour d'incubation, on observe que l'urée a déjà minéralisé 100% de son azote. Les autres traitements ont continué à minéraliser, mais leur taux est plus bas. La boue compostée et la boue liquide présentent les valeurs les plus élevées entre les traitements.

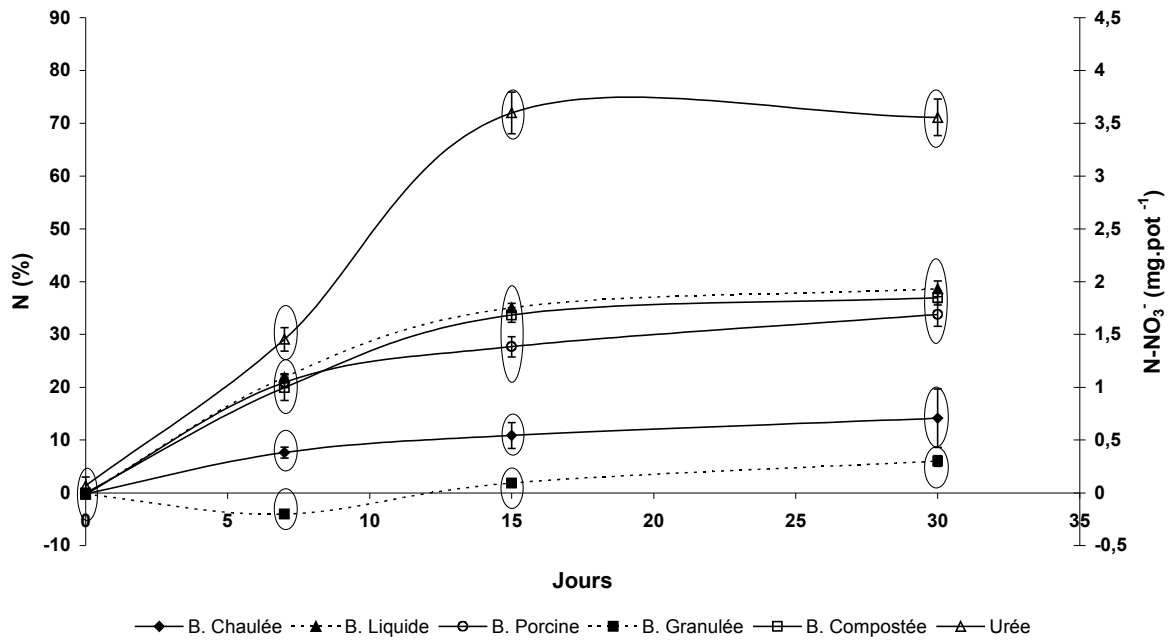


Figure 4.8 : Fluvisol. Évolution du contenu en azote nitrique. Les lignes encerclent des valeurs statistiquement similaires ( $p < 0,05$ ).

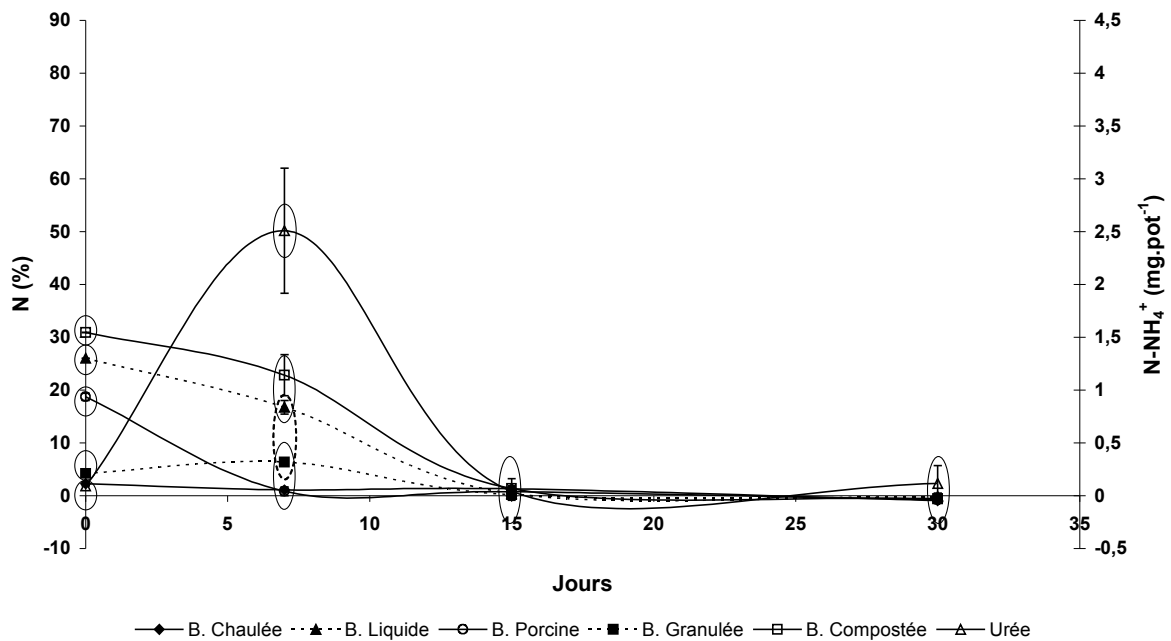


Figure 4.9 : Fluvisol. Évolution du contenu en azote ammoniacal. Les lignes encerclent des valeurs statistiquement similaires ( $p < 0,05$ ).

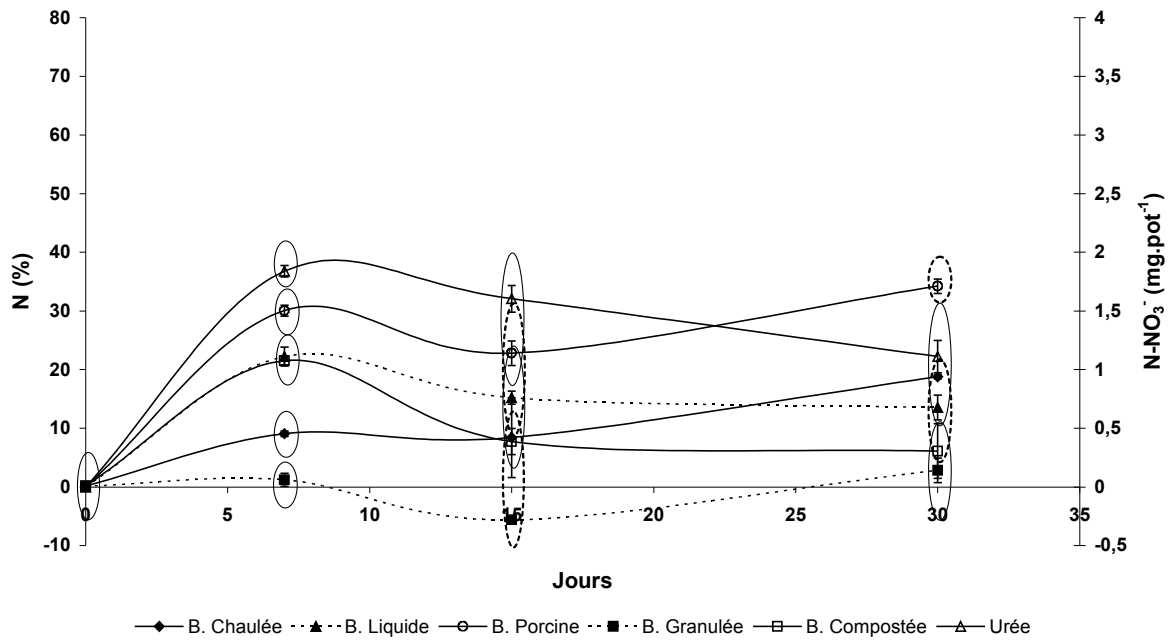


Figure 4.10 : Luvi-rédoxisol. Évolution du contenu en azote nitrique. Les lignes encerclent des valeurs statistiquement similaires ( $p < 0,05$ ).

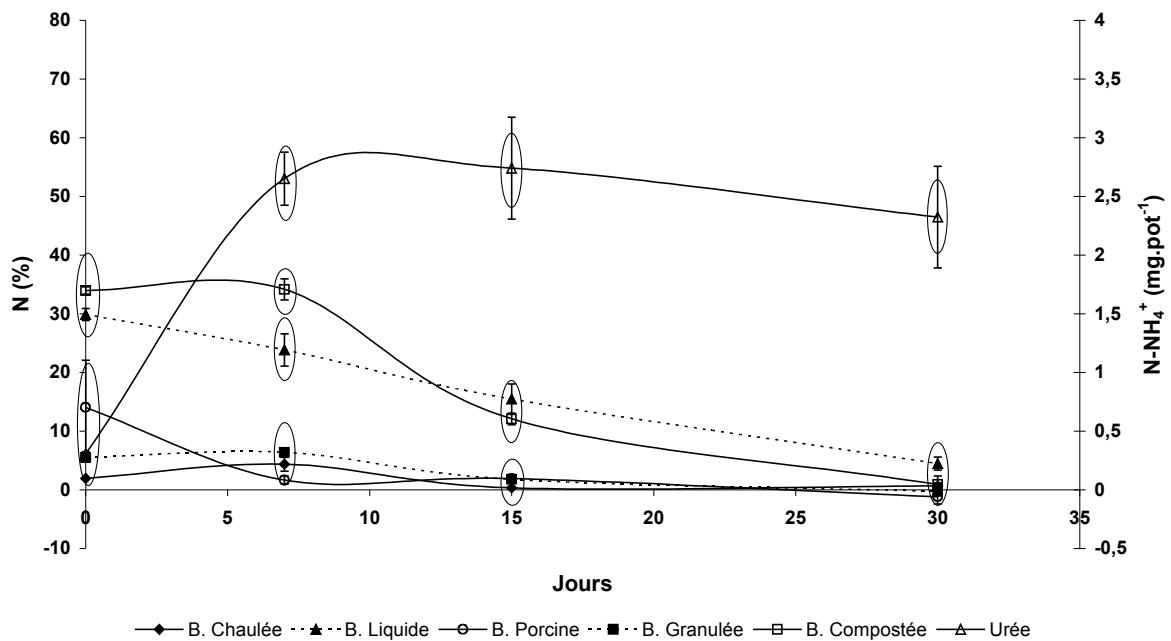


Figure 4.11 : Luvi-rédoxisol. Évolution du contenu en azote ammoniacal. Les lignes encerclent des valeurs statistiquement similaires ( $p < 0,05$ ).



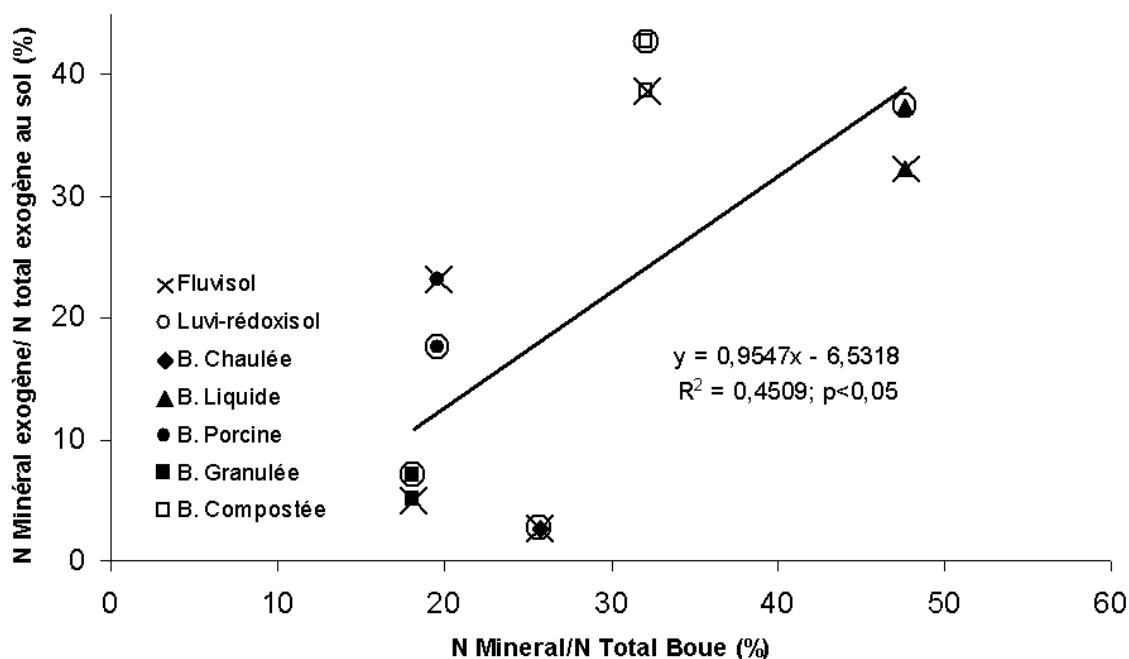


Figure 4.12 : N minéral exogène dans les échantillons traités en relation à l'azote minéral présente dans la boue au moment de l'application.

Au 15<sup>ème</sup> jour de l'incubation, des différences entre les deux types de sols, concernant l'évolution de l'azote minéralisé, ont été observées. La quantité d'azote minéral dans les traitements boues granulées et compostées, est relativement stable dans le Fluvisol, par contre ce paramètre est significativement inférieur dans le Luvi-rédoxisol (Figures 4.13 et 4.14). A cette date-là, un comportement divergent entre boues intervient. Entre-temps la boue porcine et la boue chaulée continuent à minéraliser de l'azote. Pour les traitements Boue compostée, urbains liquides et granulés, une diminution nette de la quantité d'azote minéral a été observée. Morel *et al.* (2003) ont déjà observé ce phénomène dans des boues présentant des caractéristiques similaires à la boue granulée. Le phénomène est attribué aux processus d'immobilisation microbienne (développement de la biomasse microbienne) en présence des relations C : N élevées (*i.e.* écorces de bois de la boue compostée). Des résultats similaires ont été obtenus suite à l'addition de paille à des boues porcines très riches en azote minéral (Chantigny *et al.* 2001). Dans le cas de la boue porcine, caractérisée par de très basses relations C : N ( $\approx 2,5$ ), la minéralisation de l'azote continue jusqu'à la fin de l'expérience.

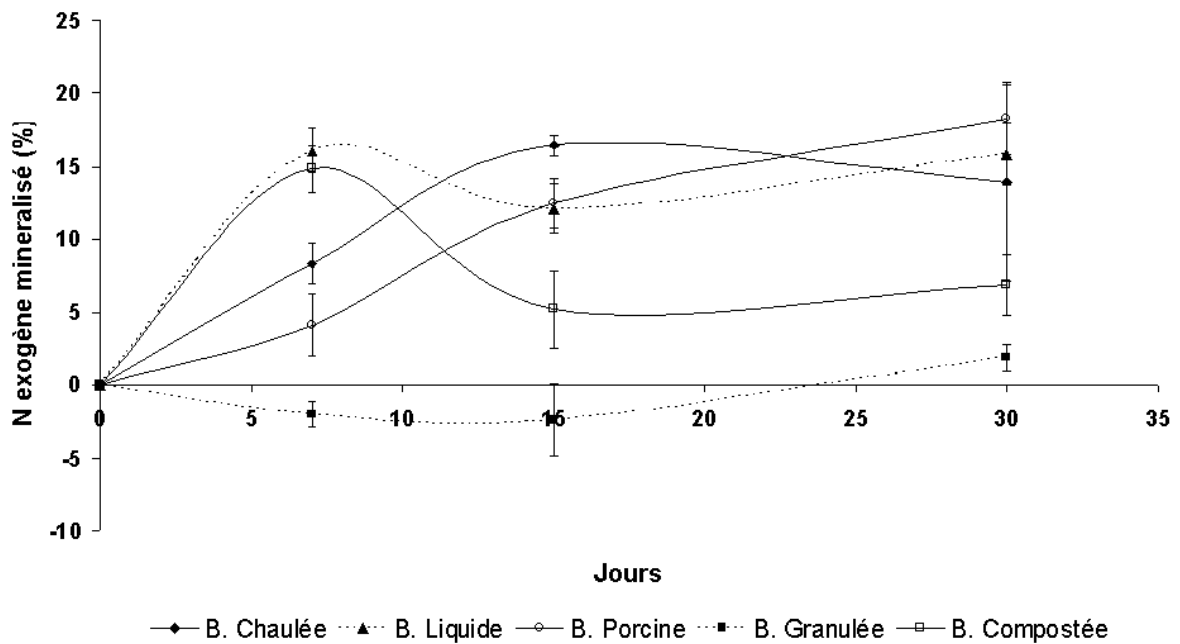


Figure 4.13 : Fluvisol. Évolution du  $N-NO_3^-$  provenant de la boue, exprimé en pourcentage d'azote exogène.

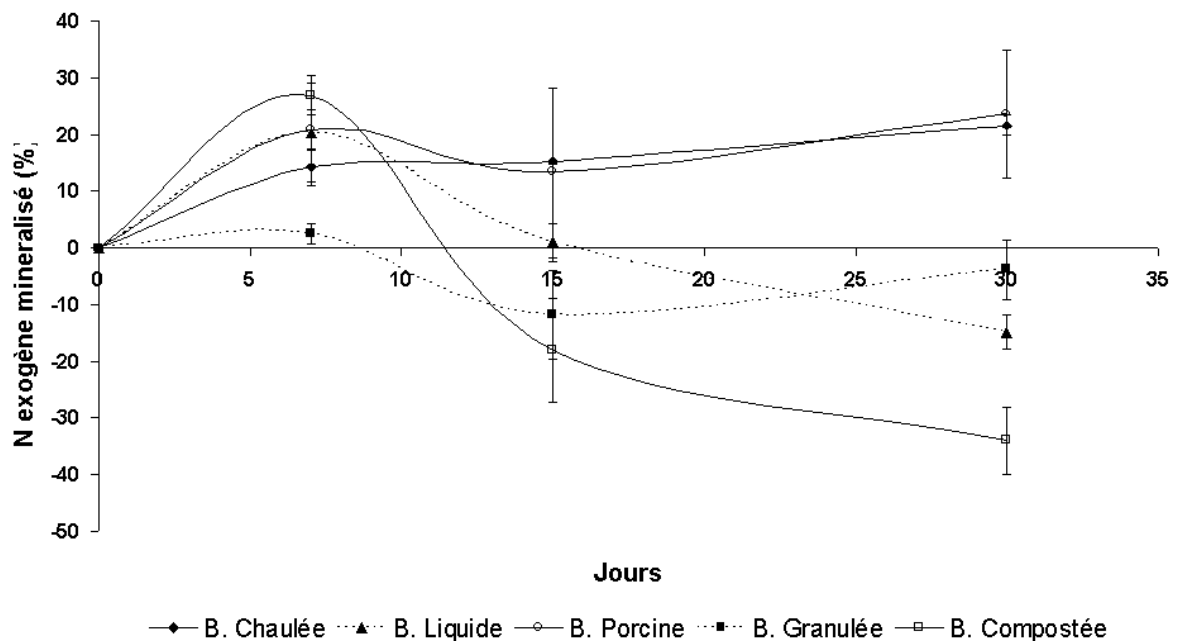


Figure 4.14 : Luvi-rédoxisol. Évolution du  $N-NO_3^-$  provenant de la boue, exprimé en pourcentage d'azote exogène.

Dans le Luvi-rédoxisol, la quantité d'azote minéralisé par l'urée dépasse significativement le 100%. L'azote excédentaire pourrait provenir de la minéralisation

de la MO du sol (induite par la disponibilité de nutriments). Ce phénomène est connue comme « *priming effect* » (Torri, 2002). De façon générale, la mise en disponibilité de l'azote par les boues est moins efficace que celle obtenue par l'ajout de fertilisants.

#### **4.2.2.2.2 Composition de l'azote minéral : $\text{NH}_4^+$ et $\text{NO}_3^-$**

L'ammonium est la première forme d'azote minéral issue du processus de minéralisation, et en conditions de réduction, elle reste la forme prédominante. L'environnement de stockage des boues est caractérisé par une très forte demande biologique d'oxygène et par un certain isolement de l'extérieur, ce qui explique la présence prépondérante de l'ammonium dans les boues. Dans les deux sols choisis pour l'expérience, on observe qu'initialement l'ammonium représente la *quasi* totalité de l'azote minéral, sa proportion diminue dans les premiers jours d'incubation (Figure 4.15 et 4.16).

Dans le Luvi-rédoxisol la proportion d'ammonium tend à se stabiliser à un niveau plus élevé que dans le Fluvisol. Cette différence est attribuée à une activité biologique plus importante dans le Luvi-rédoxisol, et en conséquence, à une rénovation de la quantité d'ammonium dans le sol.

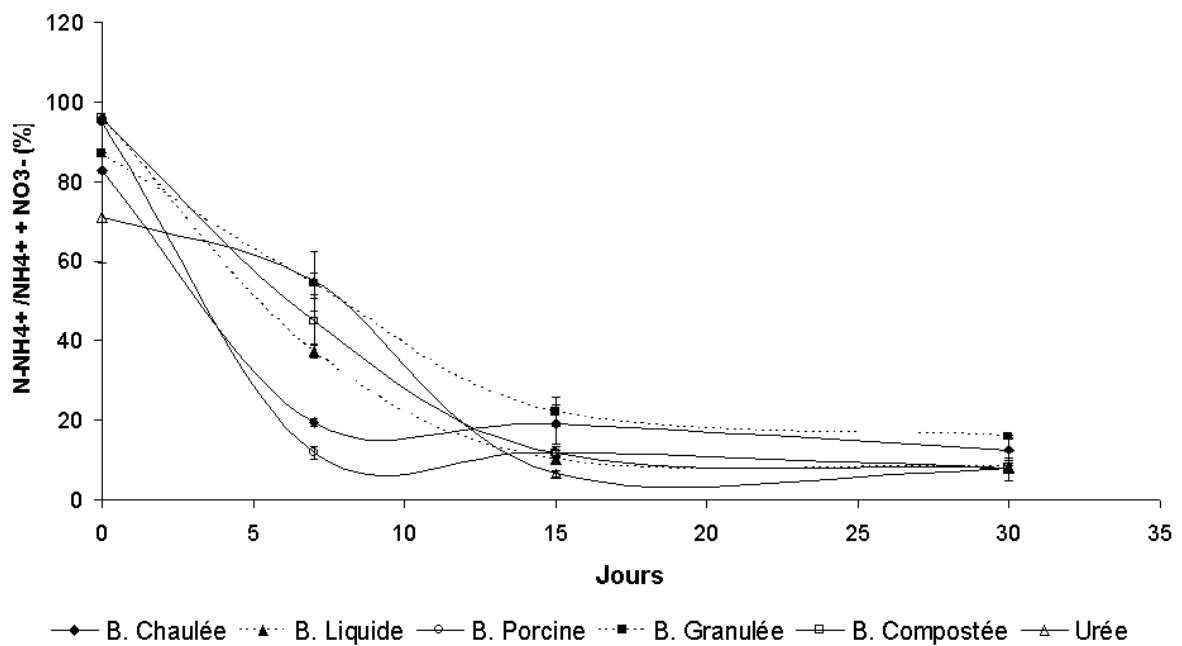


Figure 4.15. Fluvisol. Pourcentage d'azote minéral sous forme  $N-NH_4^+$  au long de l'incubation.

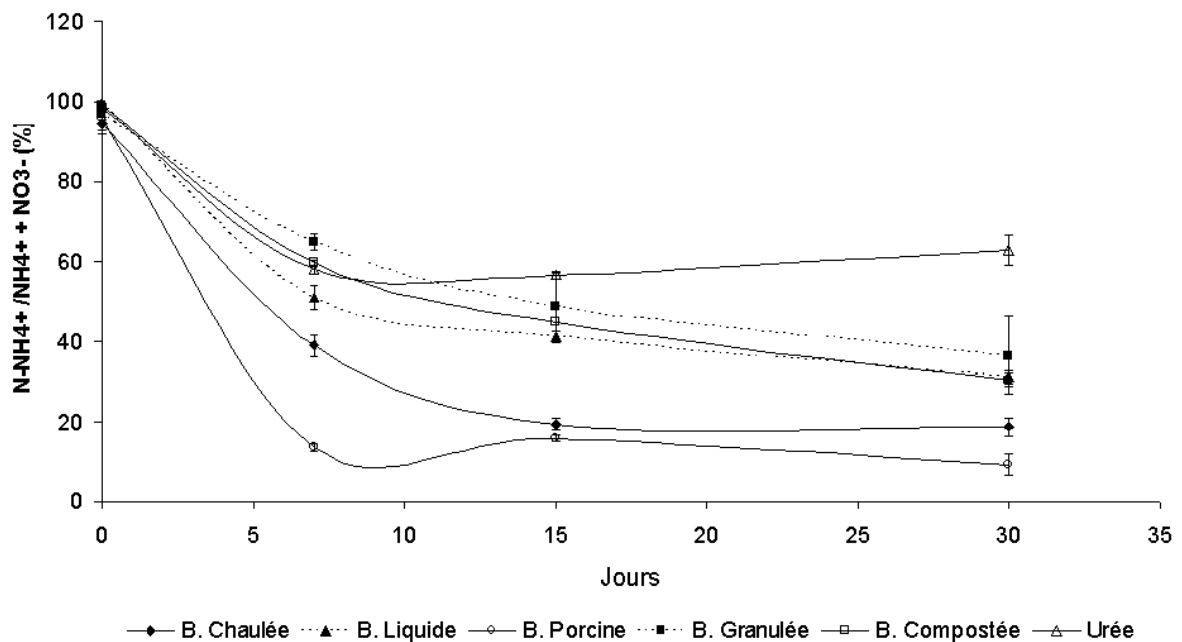


Figure 4.16. Luvi-rédoxisol. Pourcentage d'azote minéral sous forme  $N-NH_4^+$  au long de l'incubation.

#### 4.2.2.2.3 Estimation du potentiel de minéralisation de la fraction organique de l'azote des boues

En partant du modèle présenté dans § 4.2.2.2, la mise en disponibilité de l'azote des boues est estimé de la façon suivante:

$$1.) \%N_{md} = \%N_{NH_4^+} + (100 - \%N_{NH_4^+}) \cdot k$$

Et en considérant que la constante k (proportion de l'azote organique minéralisable) est estimable à partir de la modélisation de la minéralisation de l'azote en utilisant l'équation exponentielle:

$$2.) y = a \cdot (1 - e^{-b \cdot x})$$

Dans ce modèle, la constante ("a") représente la partie d'azote potentiellement minéralisable et la constante exponentielle ("b") le taux de minéralisation relative (Stanford et Smith. 1972; Alvarez et Alvarez 2000). En considérant que l'azote de la boue comporte deux composantes, dont une inorganique facilement identifiable, le modèle est ajusté aux valeurs d'azote minéralisé pendant l'incubation. De cette façon, en assimilant le valeur "a" de l'équation 2.) à la constante "k" de l'équation 1.) on peut estimer une mise en disponibilité d'azote théorique pour les boues testées.

Dans le cas du Fluvisol, le modèle est bien adapté aux données obtenues pendant l'incubation. Pour les boues chaulée et granulée, les valeurs d'azote potentiellement minéralisable de la fraction organique atteignent 40%, et oscillent entre 67 et 75 % pour les boues porcine, liquide et compostée. Dans le cas de l'urée, le modèle surestime la valeur, et donne comme valeur d'azote potentiellement minéralisable 123%. Gavalda *et al.* (2005), en travaillant sur des parcelles de maïs implantées sur le Luvi-rédoxisol avec amendement de boue granulée, ont proposé une valeur de "k" de 0,33. En général on observe que les valeurs obtenues dans cette expérience et avec la méthodologie décrite sont plus élevées. On peut attribuer cette différence au conditions expérimentales. En conditions d'incubation, l'humidité et la température sont maintenues en permanence au rang optimal et les pertes sont réduites aussi au minimum. Il n'y a pas de lixiviation et la volatilisation est réduite par la mélange et l'humidité maintenue en permanence.

Tableau 4.5. Modèle utilisé pour décrire la dynamique de nitrates.

	Exponentielle	
	$y = a \cdot (1 - e^{(-b \cdot x)})$	
Traitement	Fluvisol	Luvi-rédoxisol
Boue Chaulée	a = 42,8307 b = 0,1120 r <sup>2</sup> = 0,5808	a = 35,9010 b = 0,091 r <sup>2</sup> = 0,8558
Boue Liquide	a = 75,0950 b = 0,1205 r <sup>2</sup> = 0,9665	N.S.
Boue Porcine	a = 67,059 b = 0,1261 r <sup>2</sup> = 0,9091	a = 50,0732 b = 0,2529 r <sup>2</sup> = 0,3607
Boue Granulée Moulue	a = 43,9663 b = 0,0434 r <sup>2</sup> = 0,9383	a = 14,64 b = 0,0801 r <sup>2</sup> = 0,1914
Boue Compostée	a = 73,1921 b = 0,1153 r <sup>2</sup> = 0,9256	N.S.
Urée	a = 123,3852 b = 0,0960 r <sup>2</sup> = 0,8075	N.S.

Par contre, dans le cas du Luvi-rédoxisol, il n'a pas été possible d'ajuster le modèle. La forte immobilisation ainsi que les pertes pourraient être à l'origine de ce manque d'ajustement. Parmi les facteurs qui empêcheraient un bon ajustement du modèle, on peut citer les interactions complexes entre la qualité de la matière organique apportée par la boue et les caractéristiques du sol.

Dans le Luvi-rédoxisol, la relation entre la quantité d'azote minéralisé et la quantité de carbone (des fractions légère et intermédiaire de la MO, une fois la boue appliquée) est linéaire inverse. Cette relation apporte un élément explicatif à la compréhension du phénomène d'immobilisation microbienne. Dans le Fluvisol aucune relation n'a pu être trouvée (Figure 4.17).

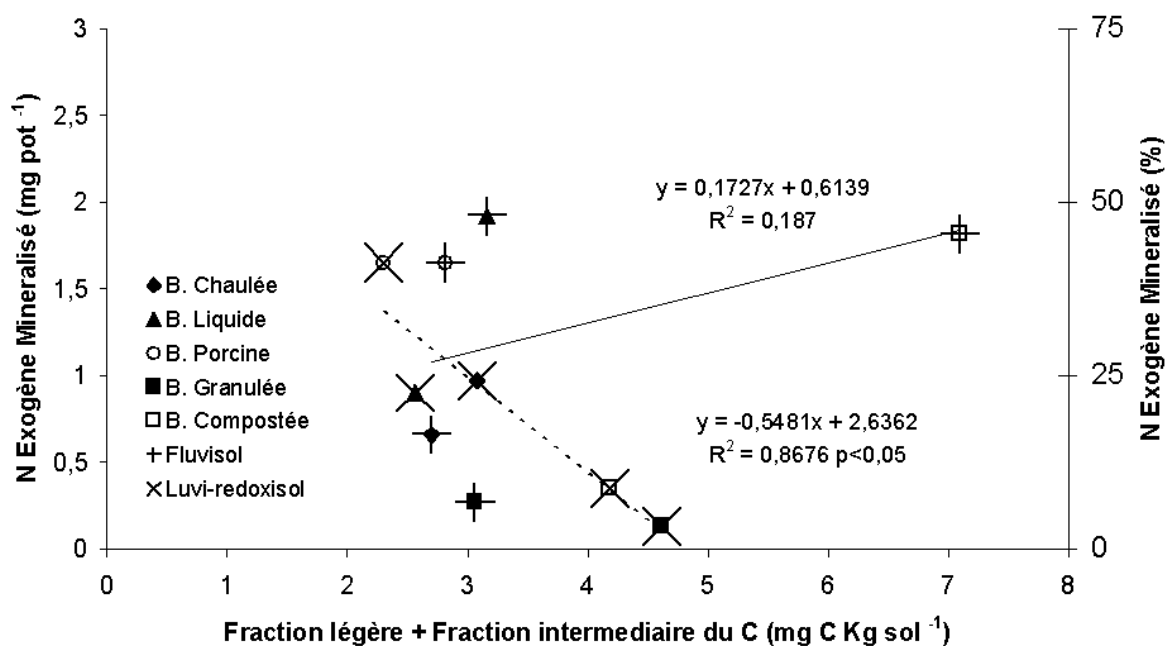


Figure 4.17 : Relation entre l'azote minéralisé et la qualité de la MO.

## 4.2.3 Suivi de la volatilisation de l'azote

### 4.2.3.1 Comportement des témoins

La volatilisation d'azote observée pendant les premiers jours, pour les témoins est négligeable et ne présente pas de différences significatives entre les deux types de sols. Le modèle qui a été choisi pour expliquer ce comportement est linéaire à deux pentes (Figure 4.18). La quantité volatilisée à partir du Fluvisol représente 0,03 % de l'azote total contenu dans le sol, et à partir du Luvi-redoxisol 0,035 %.

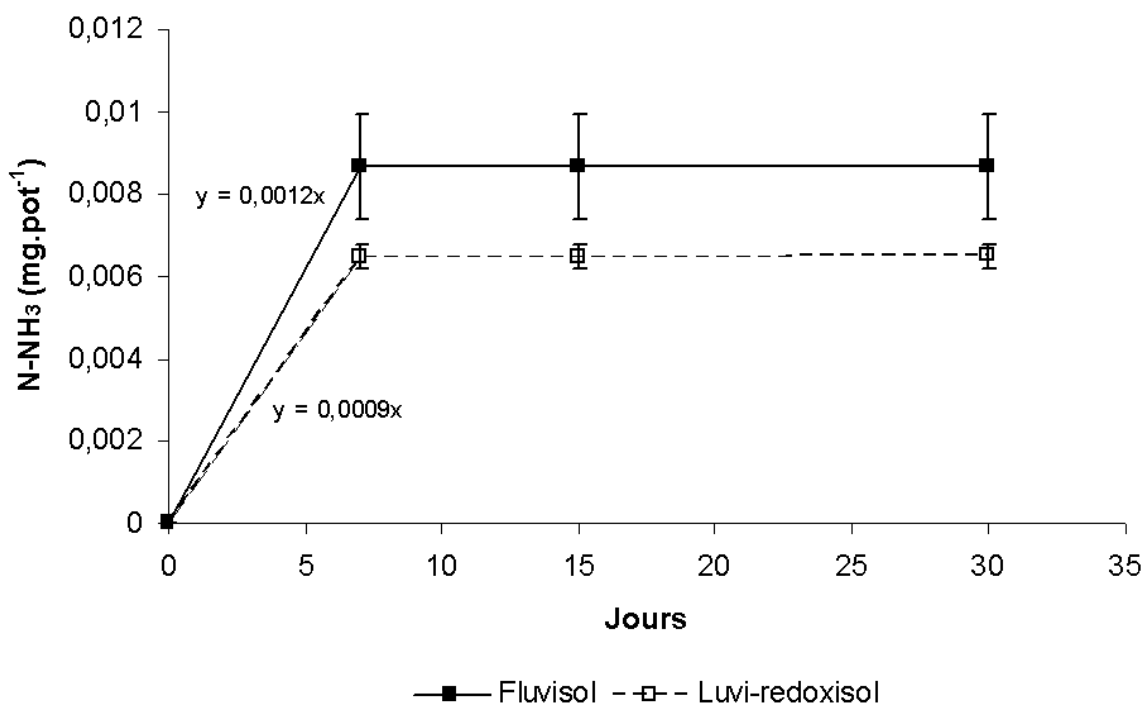


Figure 4.18 : volatilisation du N-NH<sub>3</sub> Témoins (-).

#### 4.2.3.2 Comportements des traitements

Une fois les traitements appliqués, des différences de volatilisation selon le type de sol ont été observés. Les pertes ont été significativement plus importantes dans le Luvi-rédoxisol. Dans les deux sols, 95 % des pertes ont eu lieu pendant la première semaine. Les facteurs principaux responsables d'une importante volatilisation sont la texture sablonneuse des sols, la faible capacité d'échange et le pH élevé. La volatilisation d'ammoniaque du fluvisol est 3 fois moins importante que celle du Luvi-redoxisol (Figure 4.19). En effet, la présence d'une quantité significativement plus importante d'argiles dans l'horizon superficiel du fluvisol (Rodriguez et al. 2000) et la capacité de fixation de l'ammoniaque sur le complexe d'échange (Fenn et Kissel, 1976) expliquent cette différence.



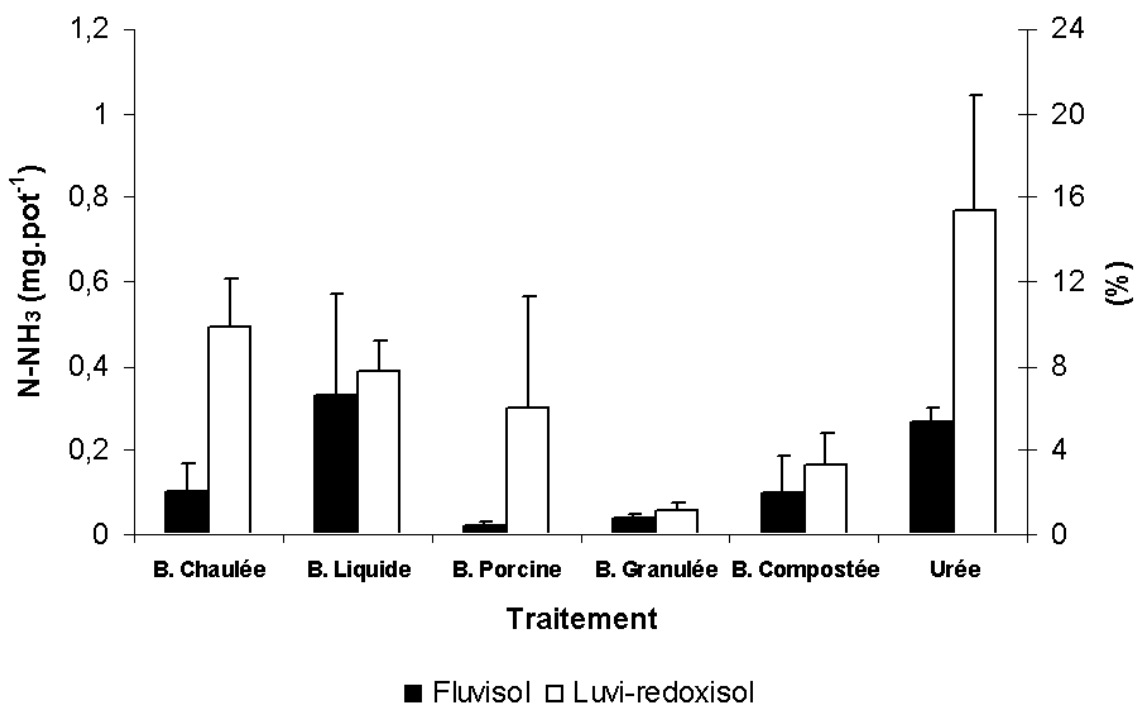


Figure 4.19 Volatilisation du N-NH<sub>3</sub> provenant des traitements

La volatilisation du NH<sub>3</sub> est plus importante dans le cas du traitement à l'urée. L'hydrolyse de l'urée se produit très rapidement, en conséquence une grande quantité d'azote est disponible, sous forme d'ions NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, provoquant une volatilisation importante. Les pertes par volatilisation peuvent atteindre jusqu'à 50% de l'azote. La susceptibilité de l'urée à volatiliser de l'ammoniac est amplement documentée dans la bibliographie internationale (Zubillaga et al, 2002). La présence de formes ammoniacales dans les boues est à l'origine des différences observées (figure 4.20).

Dans le Luvi-redoxisol la volatilisation est plus importante pour les boues chaulée, urbaine liquide et porcine. En effet, le rapport C : N est bas et la minéralisation permet une disponibilité d'azote assez élevée, donc les risques de volatilisation sont supérieures. Dans le cas de la boue chaulée, l'environnement basique détermine un déplacement de l'équilibre ammonium – ammoniac vers la forme ammoniacale.

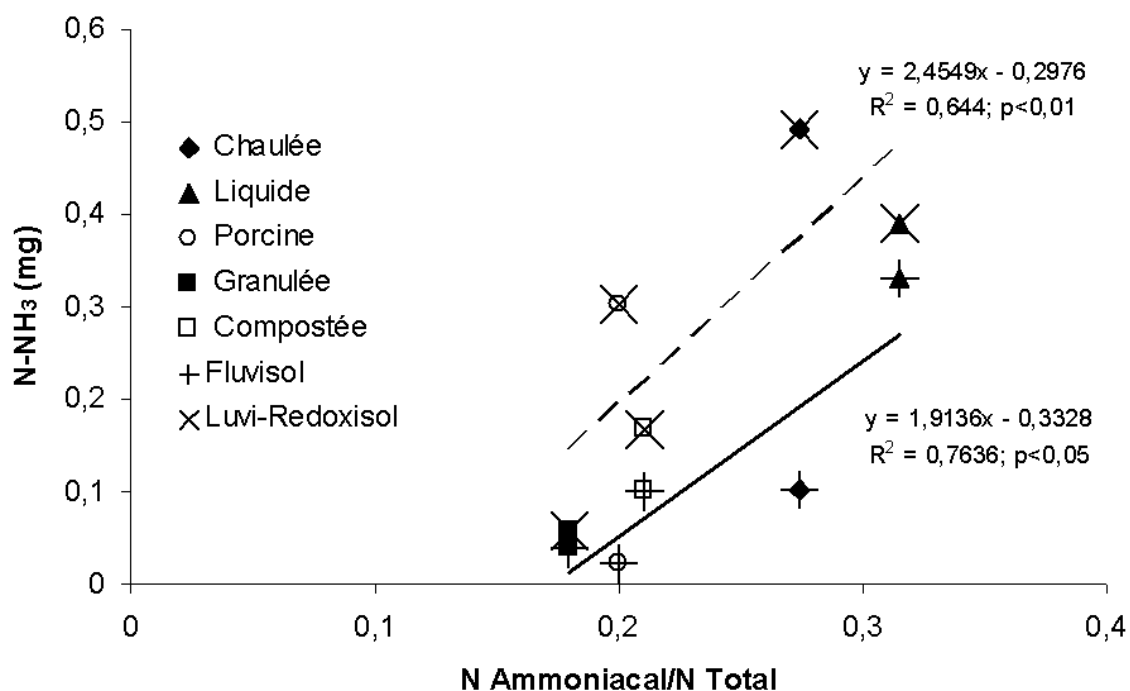


Figure 4.20 : volatilisation du N-NH<sub>3</sub> provenant des traitements en relation avec la proportion de N ammoniacal du N total des traitement utilisées. Les sols sont considérés séparément.

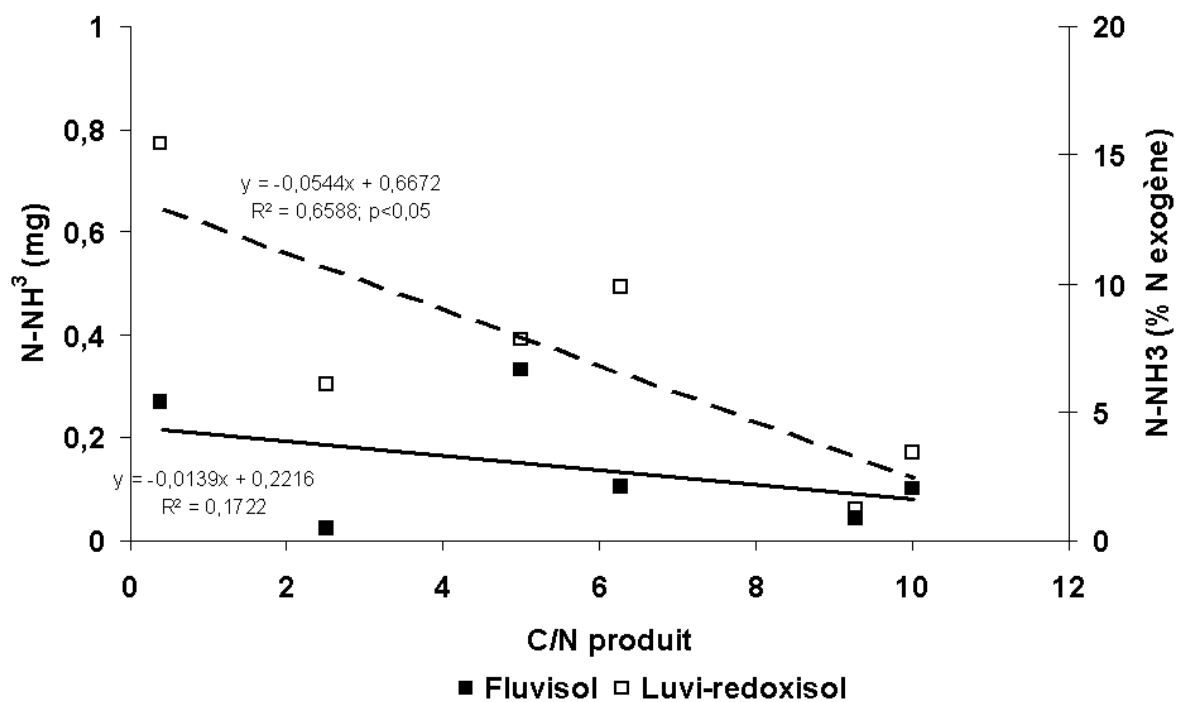


Figure 4.21 : volatilisation du N-NH<sub>3</sub> provenant des traitements et du témoin (+) en relation avec la relation C/N des traitement utilisés. Sols considérés séparément.

Les caractéristiques de la boue, principalement la relation C : N, montrent relation avec la volatilisation. Plus la relation C : N est élevée, moins des risques de volatilisation sont importants (Figure 4.21). L'activité biologique est à l'origine de cette relation. Ainsi, les relations C : N élevées peuvent provoquer l'immobilisation d'azote par la biomasse microbienne en développement. Les émissions d'ammoniaque sont donc réduites. La composition densimétrique du carbone constitue un facteur supplémentaire à considérer dans la compréhension du processus. Dans l'expérience réalisée avec le Luvi-redoxisol, on observe que la volatilisation est déterminée également par la proportion de carbone de la fraction légère présente dans l'échantillon (figure 4.22).

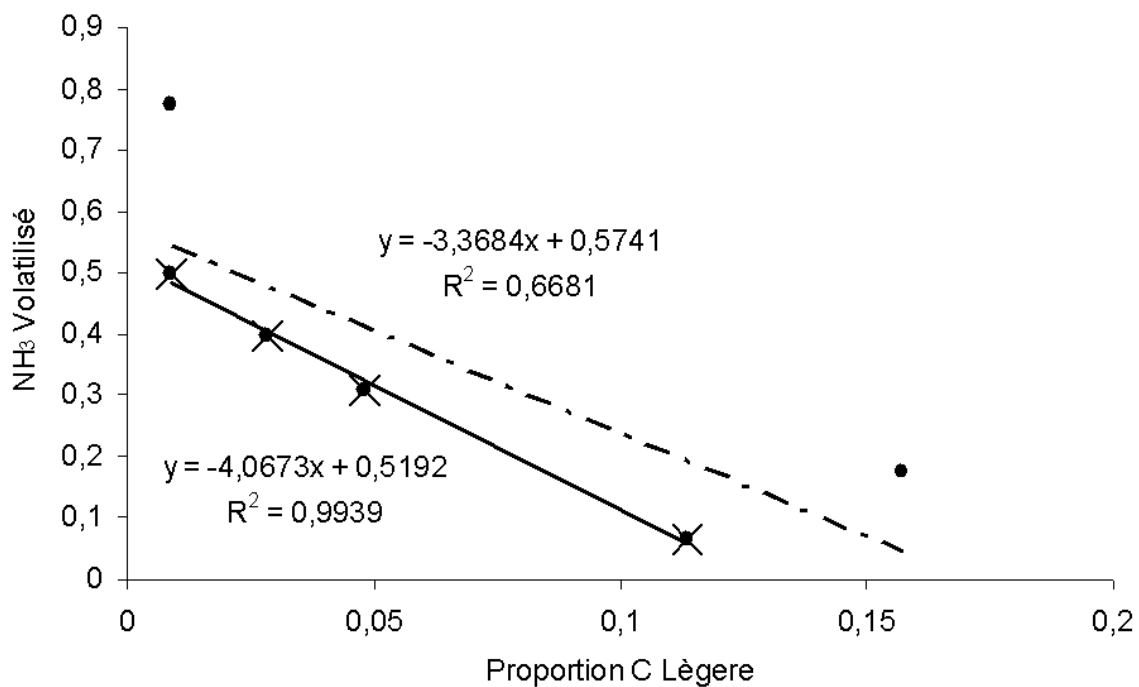


Figure 4.22 : Luvi-rédoxisol. Volatilisation du N-NH<sub>3</sub> provenant des traitements et du témoin (+) en relation avec la proportion de carbone de la fraction légère. • = tous traitements et témoins (+) x = traitements boues chaulée, urbaine, porcine et granulée moulue.

Les fractions légères sont caractérisées par la présence de composés lignocellulosiques non liés à la matière minérale et par une relation C : N supérieure à 100. Ces fractions déterminent une immobilisation rapide d'ammonium. En conséquence, quand le carbone dans la fraction légère augmente, il reste moins de NH<sub>4</sub><sup>+</sup> susceptible d'entrer en équilibre avec le NH<sub>3</sub> et d'être volatilisé.

## 4.2.4 Effet de la taille de particule sur la dynamique de l'azote exogène.

### 4.2.4.1 Effet de la taille de particule sur la minéralisation de l'azote.

La mise en disponibilité de l'azote a été modifiée par l'influence de la taille de particule. Le pic d'azote minéral est observé en accord avec les observations du chapitre 3 (Figure 3.7). Le traitement granulé moulu a mis en disponibilité l'azote plus tôt que le traitement granule entier. Une plus grande taille de particule détermine une superficie spécifique inférieure qu'induit un temps d'humidification plus long et offre une surface spécifique réduite pour l'attaque bactérien. Aucune différence n'a pu être observée pour les 15<sup>ème</sup> et 30<sup>ème</sup> jours d'incubation (Figure 4.23).

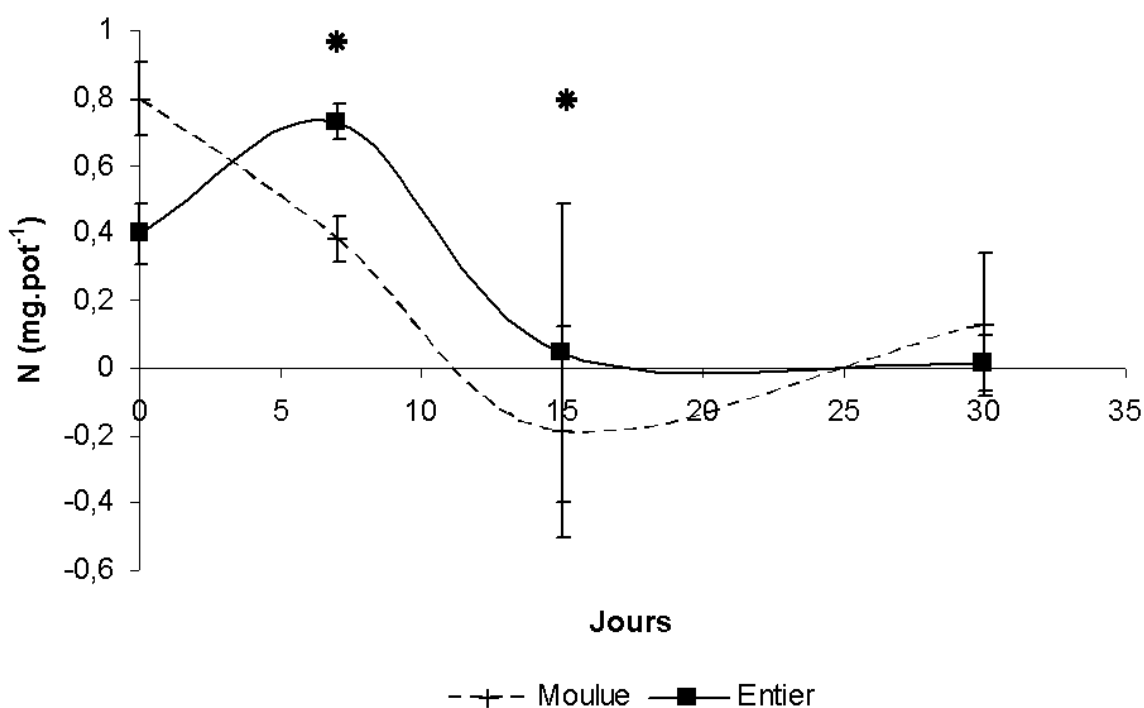


Figure 4.23: Évolution de la minéralisation de l'azote selon la taille de particule. \* Indique différence significative pour la date considérée.

### 4.2.4.2 Effet de la taille de particule sur la volatilisation de l'azote

Les quantités d'azote volatilisées ne présentent pas de différences significatives entre traitements. Cependant, une augmentation importante de l'écart type a été observée dans le traitement granule entier (Figure 4.24).

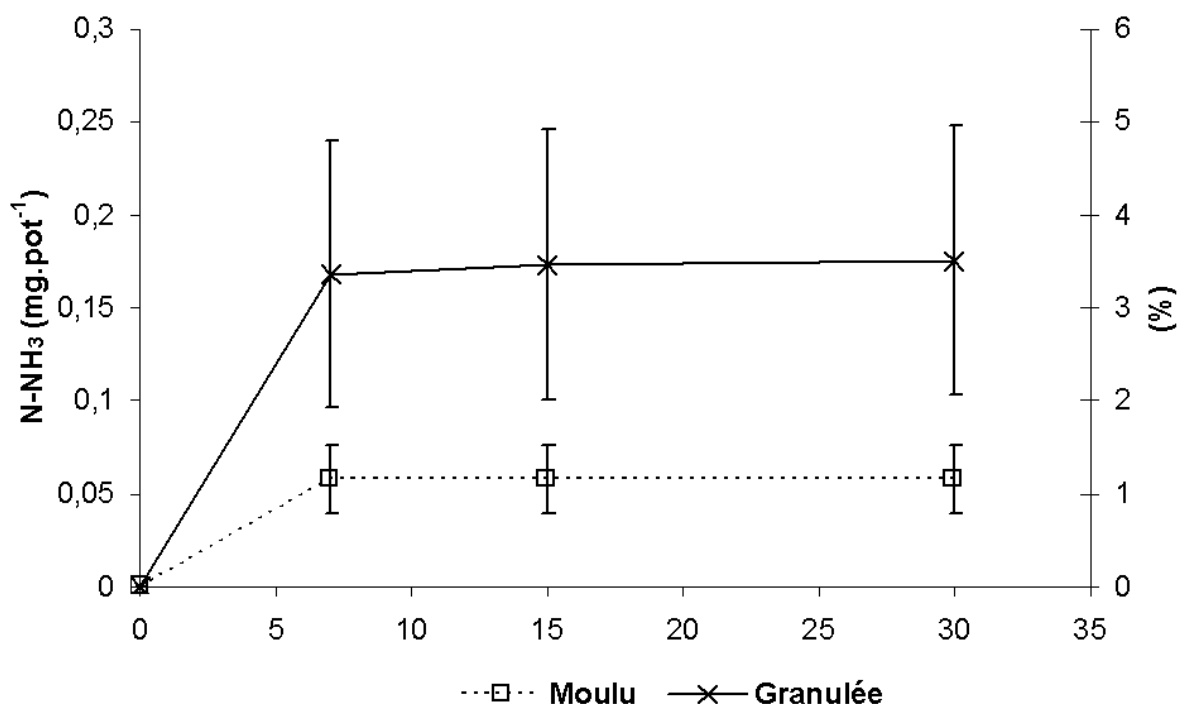


Figure 4.24 : Volatilisation du NH<sub>3</sub> selon la taille de particule.

#### 4.2.5 Conclusions préliminaires

Entre autres différences, il faut considérer le contenu d'azote ammoniacal et la relation C:N des boues. Ces deux valeurs sont spécialement importantes pour définir le comportement de l'azote des boues.

Les boues compostée et granulée moulue montrent après une minéralisation nette positive, une réduction de la valeur en nitrates. Ce phénomène attribué à l'immobilisation de l'azote est expliqué par la quantité de matière organique labile présente dans cette boue. Il est également cohérent avec la forte émission de C-CO<sub>2</sub>. Dans la boue compostée, l'immobilisation est expliquée par la présence d'écorces de bois (forte relation C:N). Les boues chaulée et urbaine liquide, de relation C:N plus faible, n'ont pas montré cette tendance. La lente minéralisation de l'azote des boues pourrait expliquer l'effet résiduel observé à long terme en essais de terrain (Boyle et Paul, 1989).

L'ammonium qui, dans la minéralisation en conditions aérobies, résulte d'une forme de transition vers le nitrate, montre une perte d'importance tout au long de l'incubation.

#### **4.2.5.1 Volatilisation de l'azote**

La volatilisation de l'azote en  $\text{NH}_3$  a montré des différences significatives selon les sols et la boue. Entre sols, c'est le Luvi-rédoxisol, avec une quantité d'argile et une capacité d'échange cationique trois fois inférieure à celle du Fluvisol, qui volatilise le plus.

Quant aux boues, la volatilisation est expliquée par deux facteurs liés à la composition : la proportion d'azote ammoniacal dans la boue et la relation C/N.

La proportion d'azote ammoniacal est en relation directe avec la volatilisation et inversement proportionnelle avec la relation C/N, probablement en raison de l'immobilisation microbienne. Ces deux paramètres peuvent constituer un outil d'aide à décision : maximum de temps à attendre avant enfouissement de la boue en cas de danger de volatilisation excessive. Un autre facteur à considérer est la qualité de la matière organique. La volatilisation est réduite quand la proportion de carbone dans la fraction légère augmente.

#### **4.2.5.2 Effet de la taille de particule**

En concordance avec les données obtenues dans l'analyse de la respiration (§ 3), l'augmentation de la taille des particules est déterminante dans le retard de l'apparition du pic de production maximale d'azote minéral. Ceci vérifie l'hypothèse qui suggère un effet de la taille des particules comme retardateur de la mise en disponibilité d'azote pour les cultures. Quant à la volatilisation, les écarts types obtenus ne permettent pas d'observer des différences significatives entre les différentes tailles de particules (figure 4.24).

## **CHAPITRE 5 : DYNAMIQUE DU P DES BOUES**

## **5.1 Objectif**

L'objet de cette partie de l'étude est de caractériser la biodisponibilité des phosphates provenant des boues, dans le Fluvisol et le Luvi-rédoxisol, et son évolution au cours du temps. Afin de caractériser le comportement du phosphore des boues, un essai d'incubation est effectué en conditions contrôlées. Suite à l'incubation, le phosphore des échantillons est analysé en fonction de sa spéciation chimique. L'extraction séquentielle, les analyses de routine (Olsen, Bray 1, Mehlich 3) et l'extraction végétale sont choisies comme méthodes de caractérisation.

## **5.2 Résultats et discussions**

### **5.2.1 État initial du phosphore des sols et des boues**

#### **5.2.1.1 État initial du phosphore des sols.**

Dans ce travail, la première différence observée concernant le P des sols étudiés est celle qui correspond au P total: on peut observer que la quantité de P du Fluvisol dépasse significativement (+ 40%) celle du Luvi-rédoxisol.

L'analyse de la composition du phosphore par fractionnement permet d'observer que les différences entre les deux types de sols sont distribuées de manière inégale. Le Fluvisol présente une quantité de P significativement plus importante dans la fraction de phosphore lié au calcium, la fraction P soluble réducteur, ainsi que dans la partie considérée comme résiduelle (celle qui n'est pas extraite dans les fractions précédents (Figure 5.1). Le Luvi-rédoxisol présente la fraction de P soluble la plus importante. La quantité de P associé au Calcium est un indicateur du degré de l'évolution du sol. En accord avec nos observations, Cross & Schlesinger (1995) ont observé que dans des sols très évolués comme les Oxisols ou les Ultisols, la fraction de P liée au calcium était réduite. Inversement des sols peu évolués comme ceux des pampas sud-américaines ont une quantité considérable de P liée au calcium (Mizuno, 1981).



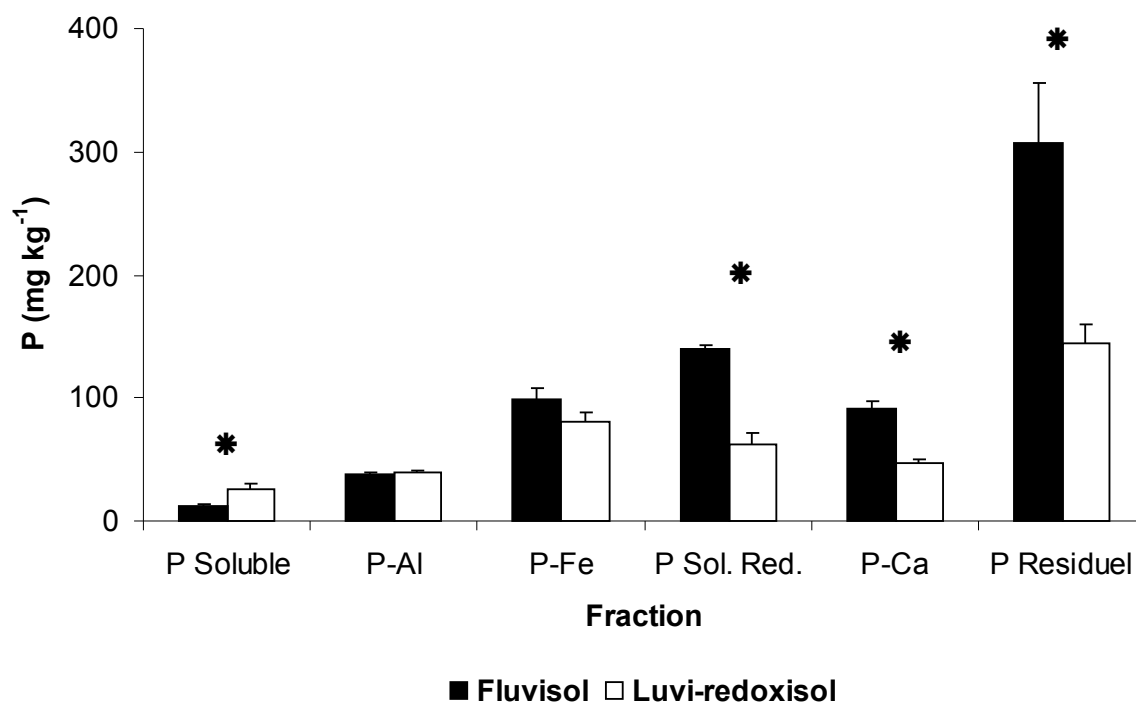


Figure 5.1: Teneur en P en fonction des fractionnement chimiques à T0. \* Indique différence significative ( $p < 0,05$ ) entre sols pour la fraction signalé.

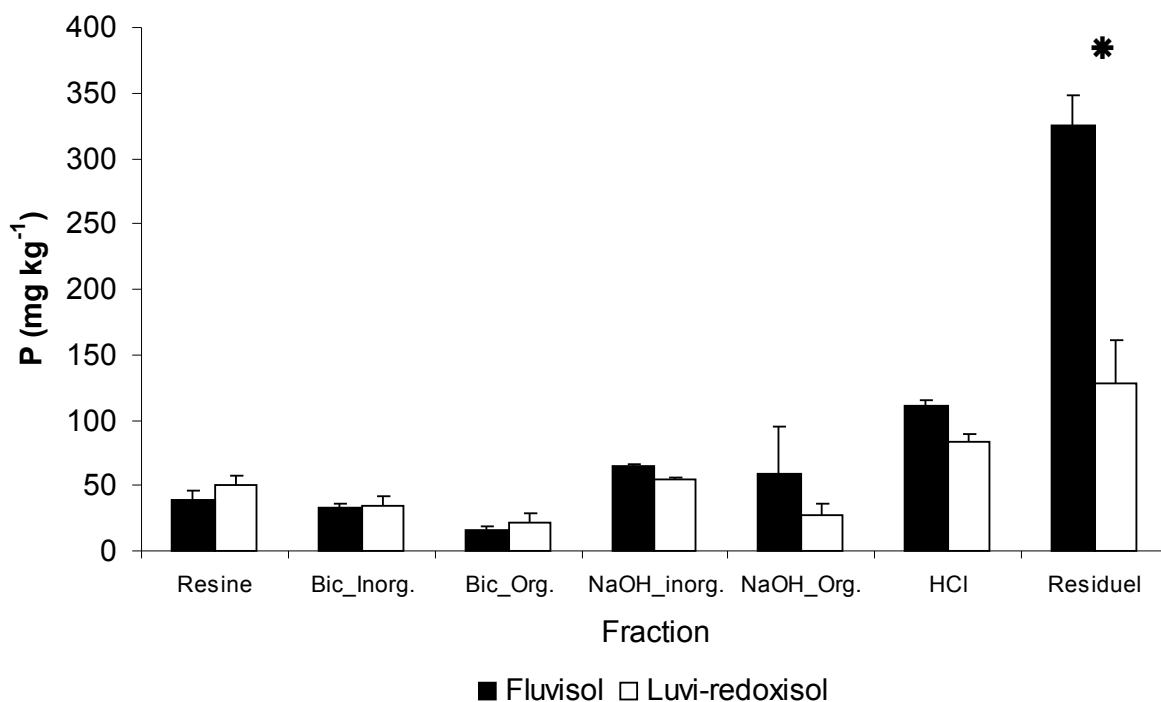


Figure 5.2 : Fractions du P selon la mobilité (méthode Hedley) à T0. \* Indique différence significative ( $p < 0,05$ ) entre sols pour la fraction signalé.

Malgré les différences rencontrées au niveau de la spéciation chimique, les différences en mobilité ne sont pas significatives dans nos expériences (Figure 5.2). Finalement, quand on compare la disponibilité du phosphore par des techniques conventionnelles (celles qui sont habituellement utilisées par les agriculteurs pour prévoir d'éventuelles déficiences en phosphore), on constate que les diverses méthodes ne donnent pas les mêmes tendances. La technique d'Olsen ne montre pas de différence de biodisponibilité entre sols, tandis que les techniques de Bray 1 et Mehlich 3 (Figure 5.3) signalent que le Luvi-rédoxisol dispose de la plus grande disponibilité de phosphore (contrairement aux données du P total). Cela est dû à la forme chimique du P distribuée dans les deux sols considérés. La proportion de formes solubles est beaucoup plus importante dans le Luvi-rédoxisol que dans le Fluvisol, et inversement le Fluvisol a une proportion de P résiduel plus importante (figures 5.3.).

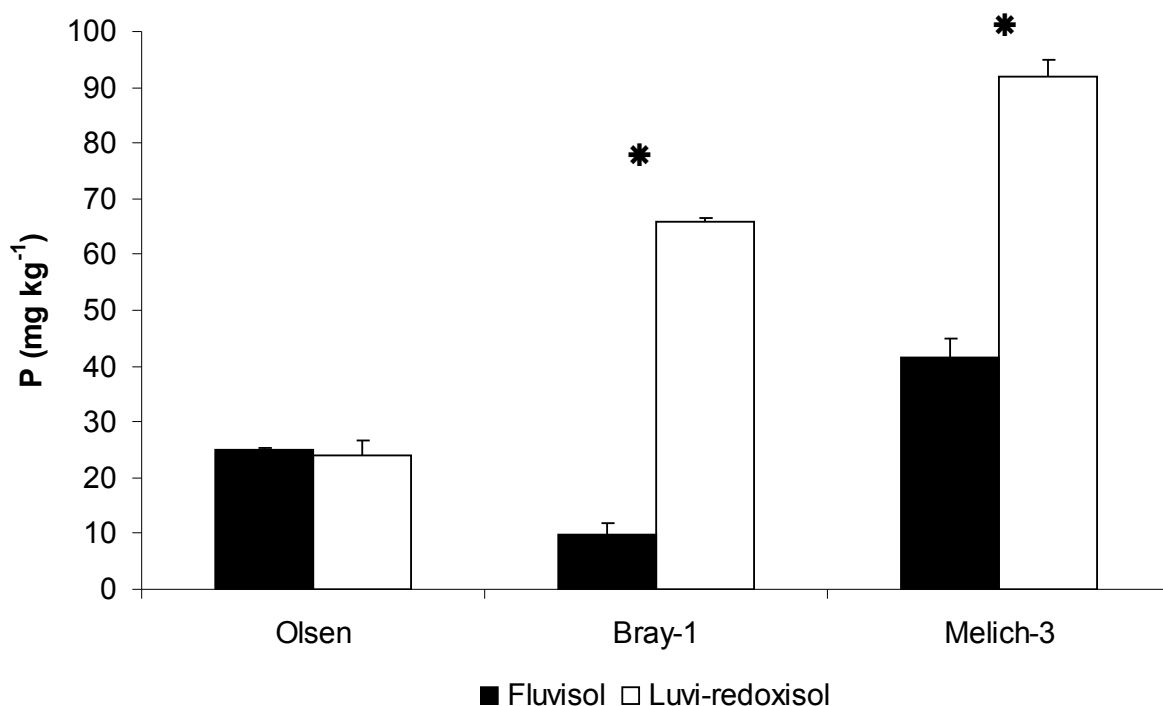


Figure 5.3 : Disponibilité du P selon Olsen, Bray-1 et Melich-3 \* Indique différence significative ( $p < 0,05$ ) entre sols pour l'analyse signalé.

### 5.2.1.2 Le phosphore des Boues. Extraction séquentielle.

L'extraction séquentielle de Chang et Jackson (1957, cité par Kuo, 1996) a été développée afin de déterminer le P dans des sols, mais une adaptation de la méthode permet d'obtenir dans les boues, des pools de P qui servent à la caractérisation de la mobilité du P. (Tableau 5.2).

#### 5.2.1.2.1 P extrait avec NH<sub>4</sub>Cl

La fraction du P extraite avec NH<sub>4</sub>Cl est considéré comme labile, même s'il n'existe pas de forme chimique associé au phosphore mobile ou labile. Le fait de rajouter une solution saline détermine l'entrée en compétition des anions avec les phosphates adsorbés sur des sites non spécifiques (Hedley *et al.*, 1982). En conséquence, on rencontre dans ce compartiment des ions phosphates présents dans la solution, des ions phosphates adsorbés sur les particules et libérés par désorption, et éventuellement une faible fraction dissoute provenant du phosphore minéral. Ce sont les boues granulée et porcine qui montrent les valeurs les plus élevées dans cette fraction. La boue chaulée présente les valeurs les plus faibles, ce

qui pourrait être due à la précipitation des phosphates comme phosphates de calcium insolubles.

#### **5.2.1.2.2 P extrait avec $\text{NH}_4\text{F}$**

La présence des ions fluorures dans la solution détermine la complexation de l'aluminium, en libérant les phosphates. En conséquence cette fraction correspond principalement au phosphore lié à l'aluminium, bien que le fait d'ajuster le pH de la solution à 8,2 facilite une certaine désorption des phosphates adsorbés sur la surface des oxydes et hydroxydes de fer (Zhang et Kovar, 2000). Les boues présentent des valeurs similaires entre elles, exception faite de la boue urbaine liquide, qui a la valeur la plus basse.

#### **5.2.1.2.3 P extrait avec $\text{NaOH}$**

Cette fraction correspond principalement aux formes de P liées au fer. Dans un milieu alcalin, les  $\text{OH}^-$  déplacent les  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  et les  $\text{HPO}_4^-$  des oxydes et hydroxydes de fer, en libérant les phosphates dans la solution. La boue urbaine liquide présente la valeur la plus élevée de P liée au fer. Des sels de fer tels que  $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{FeSO}_4$ , et  $\text{FeHClO}_4$  sont utilisés normalement comme flocculants des produits en suspensions dans le processus d'épuration des eaux usées. La boue porcine est après la boue urbaine liquide celle qui présente une valeur élevée. La présence du fer dans ce type de boue est lié généralement au fait que les effluents d'élevage sont fortement corrosifs et la boue concentre le fer détaché des structures métalliques des bâtiments d'élevage (van Tilborg, 2004; NCS, 2004).

#### **5.2.1.2.4 P extrait avec $\text{H}_2\text{SO}_4$**

Le traitement acide permet de libérer le phosphore lié au calcium. Ce phosphore, présent principalement sous formes d'apatites et d'hydroxiapatites, est libéré facilement par  $\text{HCl}$  ou  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (Zhang et Kovar, 2000). Toutes les boues présentent des valeurs élevées pour cette forme de phosphore. La forte concentration de chaux dans la boue chaulée laissait présumer que cette boue présenterait les valeurs les plus élevées. L'addition de produits à base de calcium tels que le  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , et le  $\text{CaO}$  peuvent être la cause de ces teneurs élevées.

### 5.2.1.2.5 P Récalcitrant + Organique

Les conditions expérimentales n'ont pas permis de différencier les formes récalcitrantes (non déterminées) et les formes organiques. Cette valeur a été obtenue par la soustraction de la quantité de phosphore (déterminé par extraction) à la quantité de phosphore total contenu dans la boue. Les résultats montrent une certaine uniformité de quantité de phosphore récalcitrant + organique entre les différents types de boues, en dessous de 50 %. Ces résultats sont en accord avec des résultats publiés dans la littérature (Leytem *et al.* 2004; Akhtar *et al.* 2002).

Tableau 5.2: spéciation des formes phosphore des boues utilisées dans l'expérience.

	NH <sub>4</sub> Cl (%)	NH <sub>4</sub> F (%)	NaOH (%)	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (%)	Récalcitrante Réducteur soluble et Organique
B. chaulée	5	16	4	26	49
B. liquide	6	8	22	28	36
B. porcine	10	13	12	21	44
B. granulée	13	18	6	19	44
B. compostée	8	15	4	26	47

On peut conclure que l'origine des boues et le traitement suivi pendant son élaboration et son stockage déterminent la forme du phosphore de la boue.

## 5.2.2 Effet de l'application de boues sur la composition chimique du P du sol

### 5.2.2.1 Fluvisol

#### 5.2.2.1.1 Effet sur le P soluble + P Faiblement lié

La fraction "P Soluble + P Faiblement lié" augmente de façon inégale selon la boue appliquée. Les sols traités avec le phosphate et la boue chaulée présentent les valeurs les plus élevées suivies du traitement boue porcine, les traitements boue liquide, granulée broyée et compostée ne présentent pas de différences avec le témoin. A T15 et à T30 une réduction de la différence entre traitements a été observée. Finalement, au T180, toutes les différences disparaissent. Seul le traitement Boue Porcine montre une évolution temporelle en présentant les valeurs les plus basses autour du 30ème jour. Dans la première semaine, et pour les traitements Boue chaulée et Boue porcine une tendance ( $p < 0,1$ ) à l'augmentation

des niveaux de phosphates a été observée. Ce qui peut être attribué à la dilution du phosphate. Il passe ensuite dans une phase de diminution, conséquence probable des interactions avec la phase solide du sol (Figure 5.4).

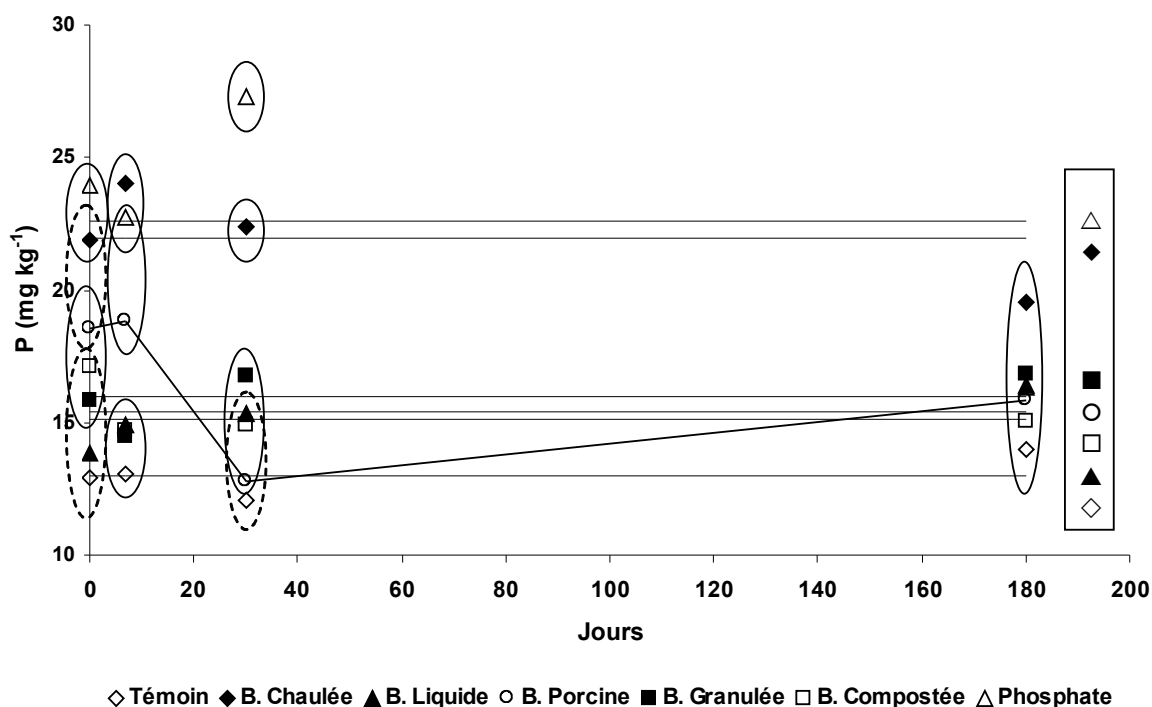


Figure 5.4 : Fluvisol. P extrait avec  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1M (fraction P Soluble + P Faiblement liée), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.2.1.2 Effet sur le P lié à l'aluminium (extrait avec $\text{NH}_4\text{F}$ 0,5 M)

On observe pour la fraction du P lié à l'aluminium un profil similaire au P soluble, mais avec des différences moins marquées entre traitements. Ce sont les traitements b. chaulée et phosphate qui présentent tout au long de l'expérience les valeurs les plus élevées. Contrairement, on observe que la boue liquide, porcine et granulée ne présentent pas de différence avec le témoin (figure 5.5).

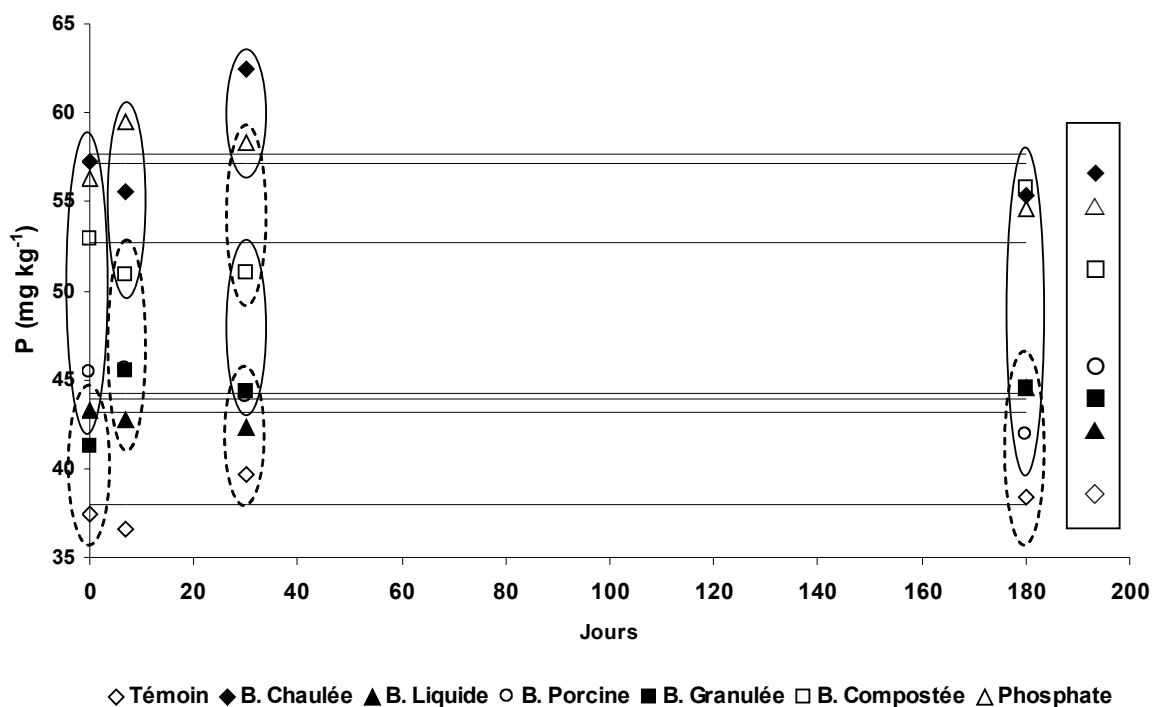


Figure 5.5 : Fluvisol. P extrait avec  $\text{NH}_4\text{F}$  0,5 M (fraction P – Al), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.2.1.3 Effet sur le P lié au Fer (extrait avec NaOH 0,1 M)

Nous n'avons pas mis en évidence des différences significatives entre traitements pour la fraction P-Fe. Les différences ne sont significatives qu'à la fin de l'expérience. Ceci s'explique par la dynamique des composantes P-Fe et par la diminution de formes solubles (Figure 5.6).

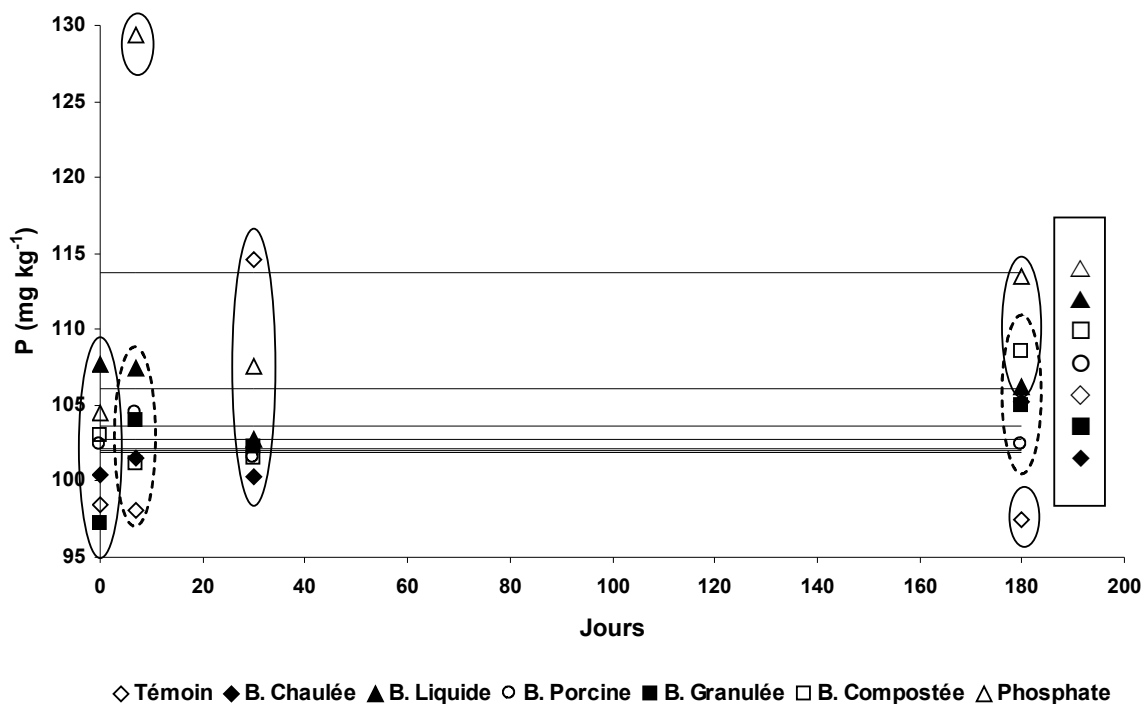


Figure 5.6 : Fluvisol. P extrait avec NaOH 0,1 M (fraction P – Fe), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

#### 5.2.2.1.4 Effet sur le P réducteur soluble

La fraction P réducteur soluble n'a pas montré de changements significatif lors de l'addition de boues (Figure 5.7). Ce résultat peut-être expliqué par un temps expérimental trop court par rapport à la nature de la fraction. Il s'agit d'une fraction très stable composée du phosphore, des phosphates ferriques enrobés dans des précipités d'hydroxydes de fer et/ou d'alumine (Kuo, 1996).

#### 5.2.2.1.5 Effet sur le P lié au Calcium

La fraction du P liée au calcium (Figure 5.8) n'est pas significativement différent jusqu'au 180<sup>ème</sup> jour. A t=180 le traitement compost se différencie des autres traitements. Dans le traitement boue chaulée une évolution de la fraction est également observable : le P atteint son maximal autour du 30<sup>ème</sup> jour.



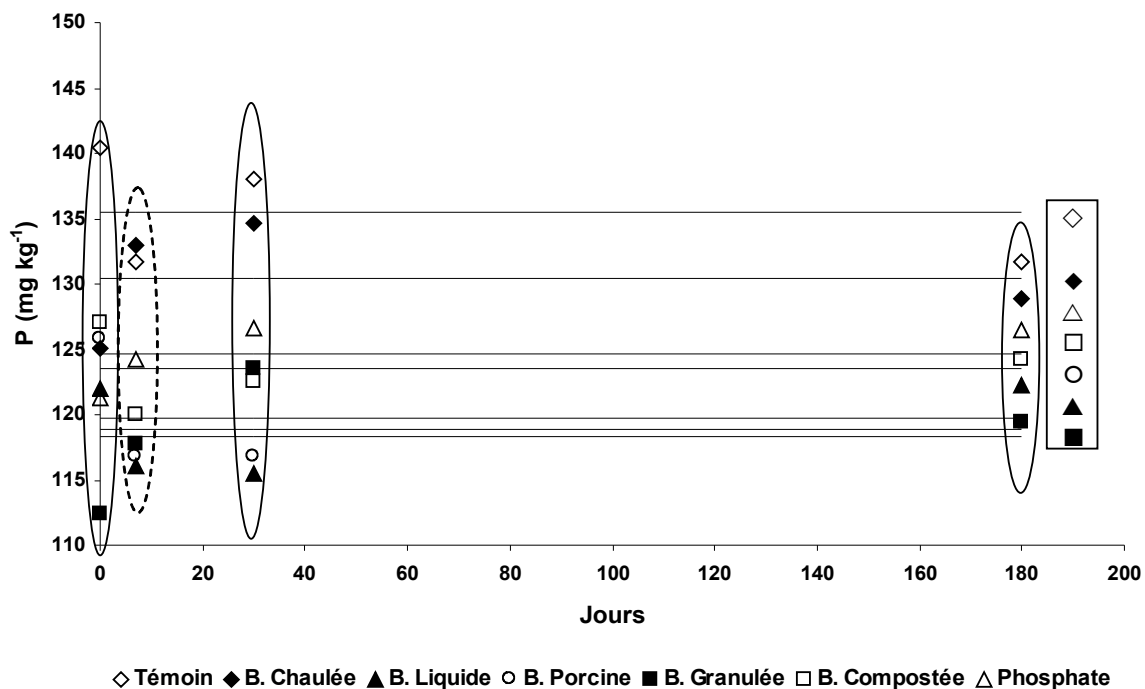


Figure 5.7 : Fluvisol. P extrait avec citrate, dithionite et bicarbonate de Na (fraction P-Reducteur soluble), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

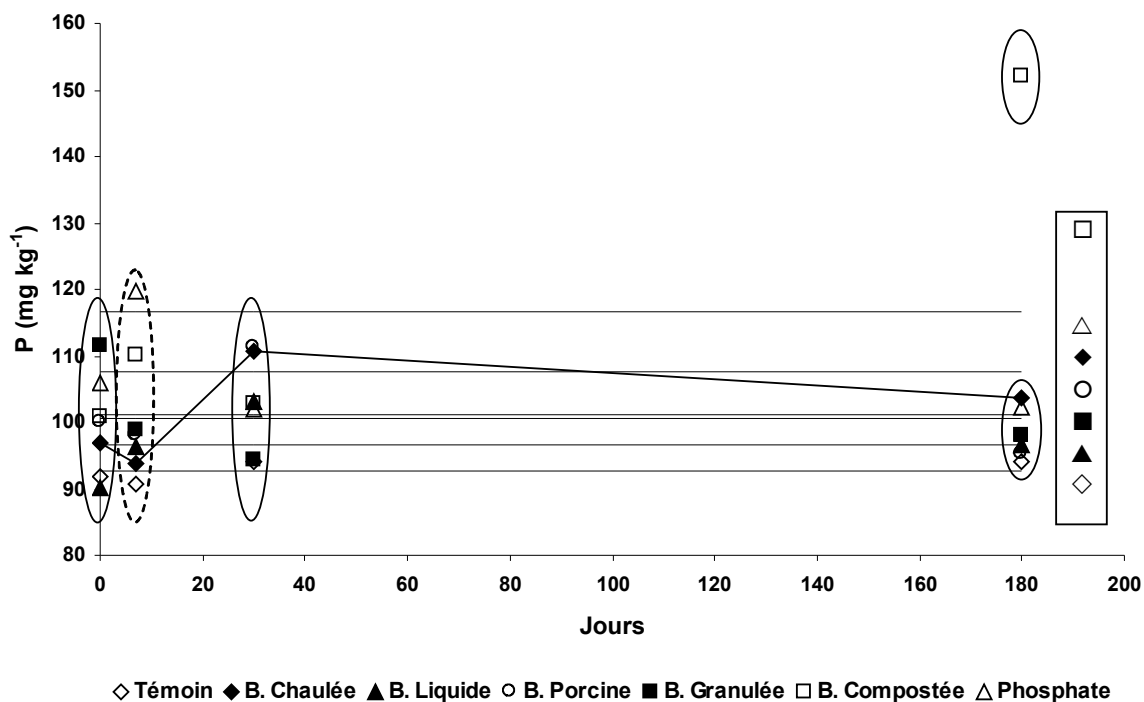


Figure 5.8 : Fluvisol. P extrait  $H_2SO_4$  (fraction P-Ca), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.2.1.6 Effet sur le P Résiduel

Comme par la majorité des formes de P, dans la fraction P Résiduel nous n'observons pas de différence entre traitements tout du long de l'expérience. La diminution de la fraction des traitement « Boue compostée » est probablement liée à la minéralisation des matières organiques du compost (Figure 5.9).

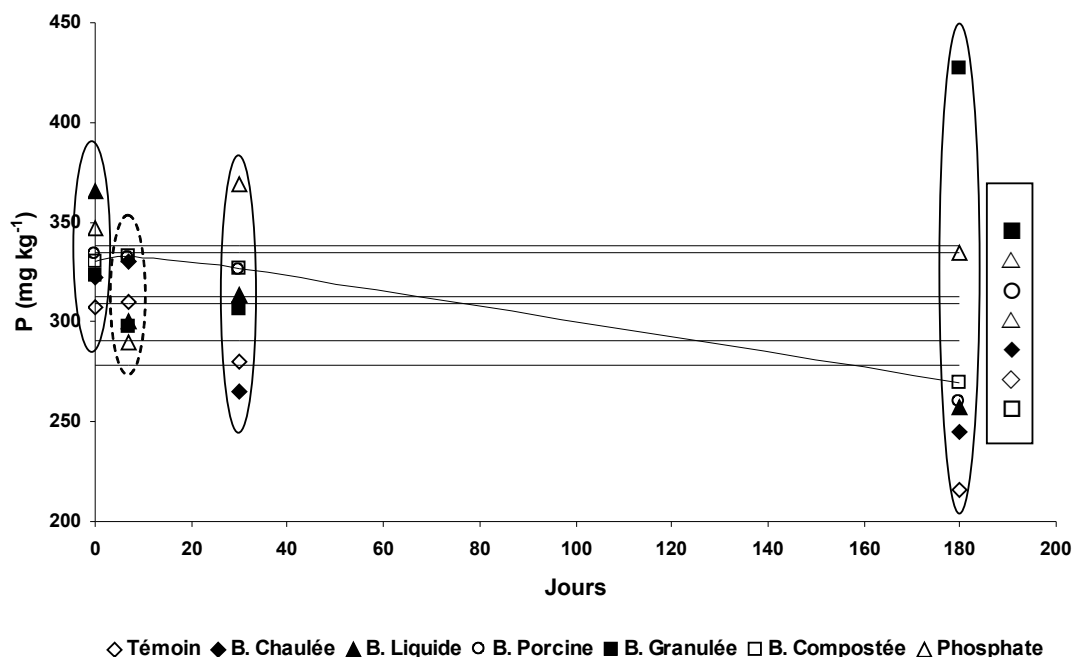
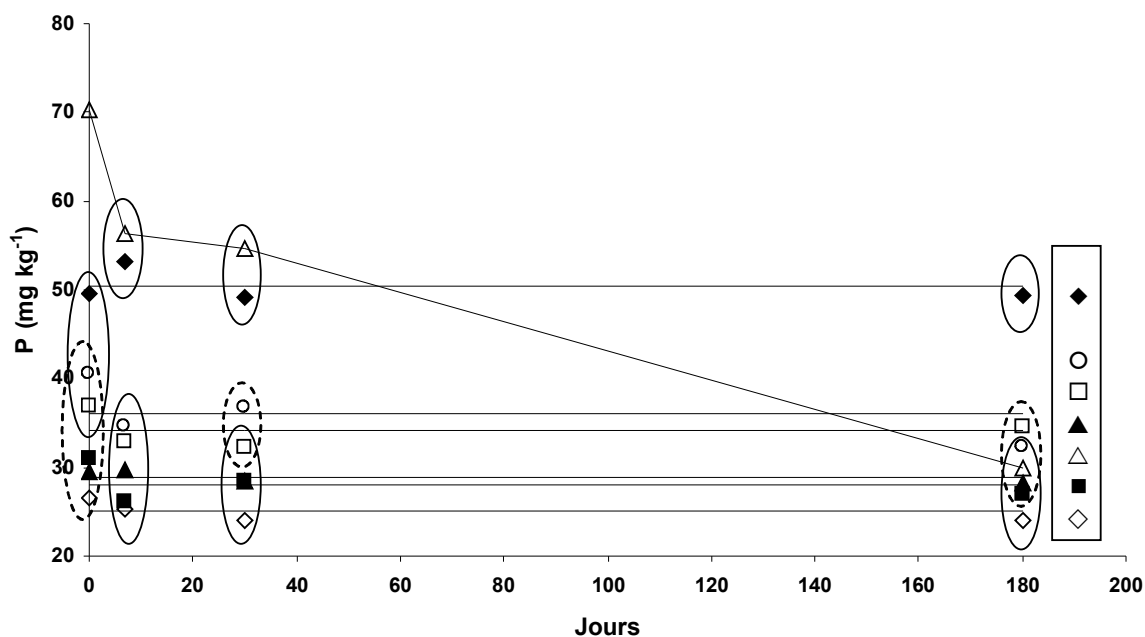


Figure 5.9 : Fluvisol. P extrait dans la fraction P- Résiduel, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.2.2 Sol Luvi-redoxisol

#### 5.2.2.2.1 Effet sur le P soluble + P faiblement lié

La quantité de P récupérée dans la fraction P- Soluble présente des différences significatives entre traitements, variables en fonction du temps. A T0, c'est le phosphate qui a la valeur la plus élevée, suivi de la boue chaulée, la boue porcine et la compostée. Les traitements boue granulée et boue urbaine liquide n'étaient pas différents du témoin. Pendant toute la durée de l'incubation, l'unique traitement qui présente une diminution significative est le traitement phosphate qui atteint sa valeur minimal au jour 180. Il en résulte qu'au jour 180 c'est le traitement Boue chaulée qui, malgré une faible évolution, présente les valeurs les plus élevées (figure 5.10).



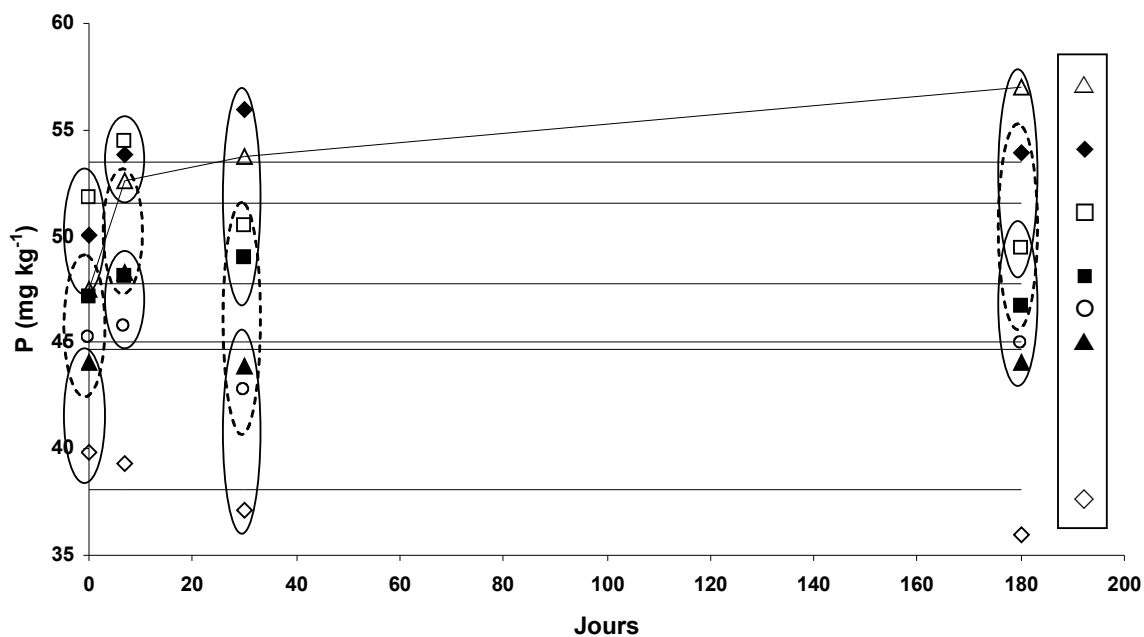
◇ Témoine ◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée □ B. Compostée △ Phosphate

Figure 5.10 : Luvi-redoxisol. : Fluvisol. P extrait avec  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1M (fraction P Soluble + P Faiblement liée), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.2.2.2 Effet sur le P lié à l'aluminium

La quantité la plus importante de la fraction « P lié à l'aluminium » (P-AI) a été trouvée dans les traitements B. chaulée, compostée et phosphate. La boue urbaine liquide ne diffère pas du témoin et le reste présente des valeurs intermédiaires (figure 5.11). Au but de 180 jours de l'expérience tous les traitements se distinguent du témoin.

L'augmentation avec le temps de cette fraction dans le traitement phosphate explique partiellement la diminution observée de la fraction soluble. Le phosphore soluble du phosphate précipite avec l'aluminium libre. Il est également intéressant d'observer les différences plus nettes entre les traitements et le témoin que celles observés dans la fraction soluble. Ceci pourrait mettre en évidence une plus forte affinité pour l'aluminium dans ce type de sol que dans le fluvisol.

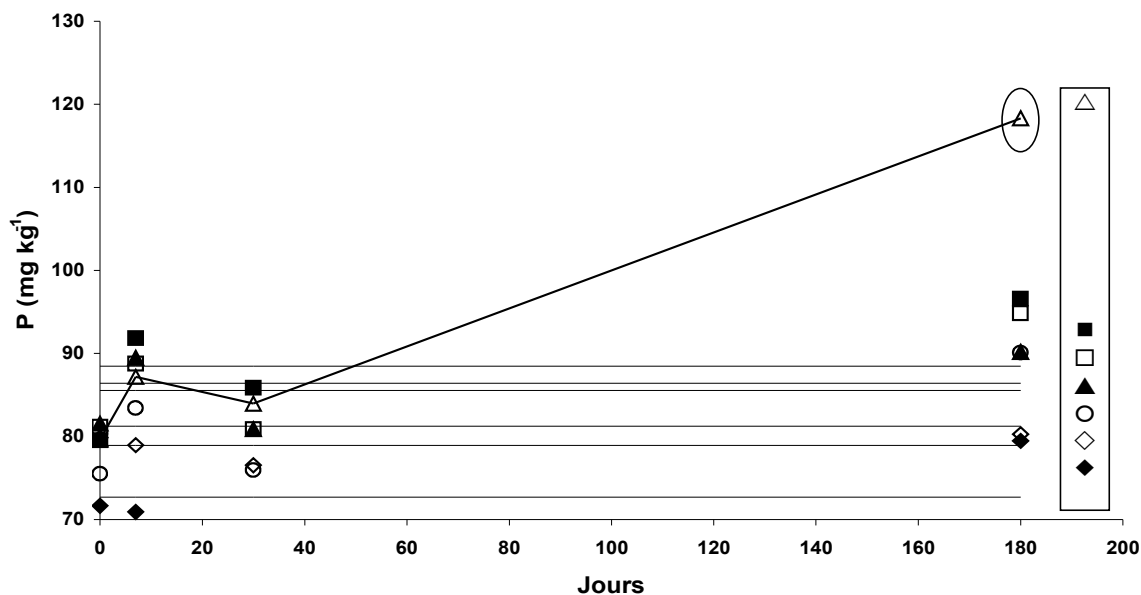


◇ Témoïn ◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée □ B. Compostée △ Phosphate

Figure 5.11 : Luvi-redoxisol. P extrait avec  $\text{NH}_4\text{F}$  0,5 M (fraction P – Al), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

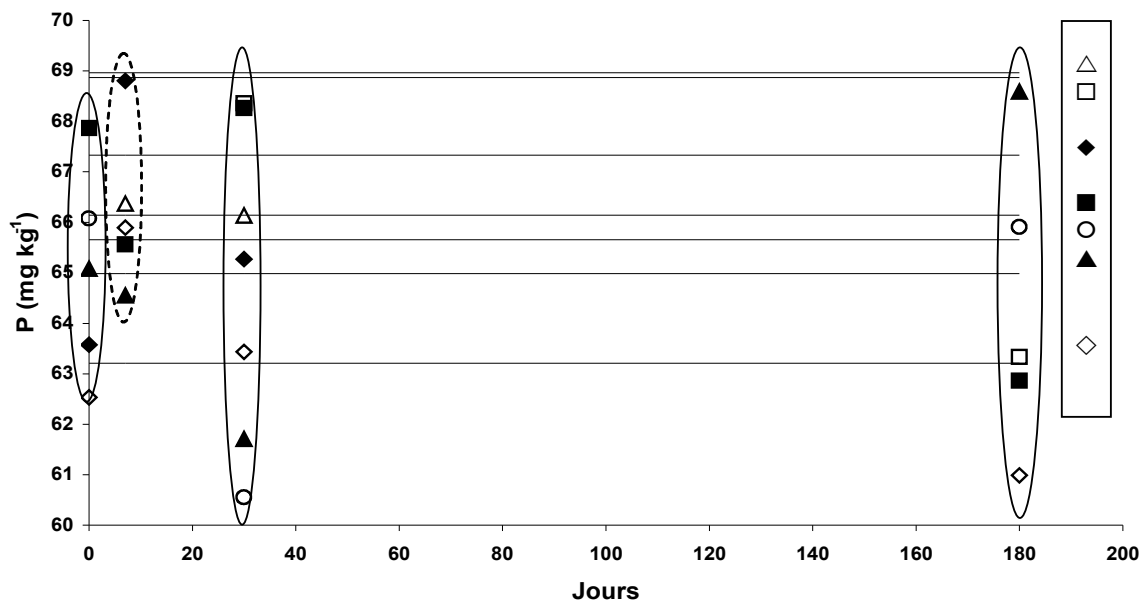
### 5.2.2.2.3 Effet sur le P lié au Fer

Aucune différence significative entre les traitements n'apparaît au  $t=0$ . Les différences entre traitements apparaissent entre les 7<sup>ème</sup> et 30<sup>ème</sup> jours d'incubation. Ce sont les traitements « Chaulée » et « Témoïn » qui montrent les valeurs les plus faibles. Au final de l'expérience, seulement le traitement phosphate montrait des différences avec le témoin. Comme pour la fraction P-Al, la croissance observée de la fraction P-Fe contribue à expliquer la diminution de la fraction soluble (Figure 5.12).



◇ Témoign ◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée □ B. Compostée △ Phosphate

Figure 5.12 : Luvi-redoxisol. P extrait avec NaOH 0,1 M (fraction P – Fe), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.



◇ Témoign ◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée □ B. Compostée △ Phosphate

Figure 5.13: Luvi-redoxisol. P extrait avec citrate, dithionite et bicarbonate de Na (fraction P-Reducteur soluble), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

#### 5.2.2.2.4 Effet sur le P réducteur soluble

Comme pour le Fluvisol, la fraction P réducteur soluble n'a pas présenté de changement (Figure 5.13).

#### 5.2.2.2.5 Effet sur le P lié au Calcium

On observe des différences significatives sur la fraction P-Ca pour le prélèvement initial. Au temps t=0, des différences significatives apparaissent entre le témoin et les traitements « Boue chaulée » et « Boue compostée ». Les différences deviennent non significatives à partir du t=7 (Figure 5.14).

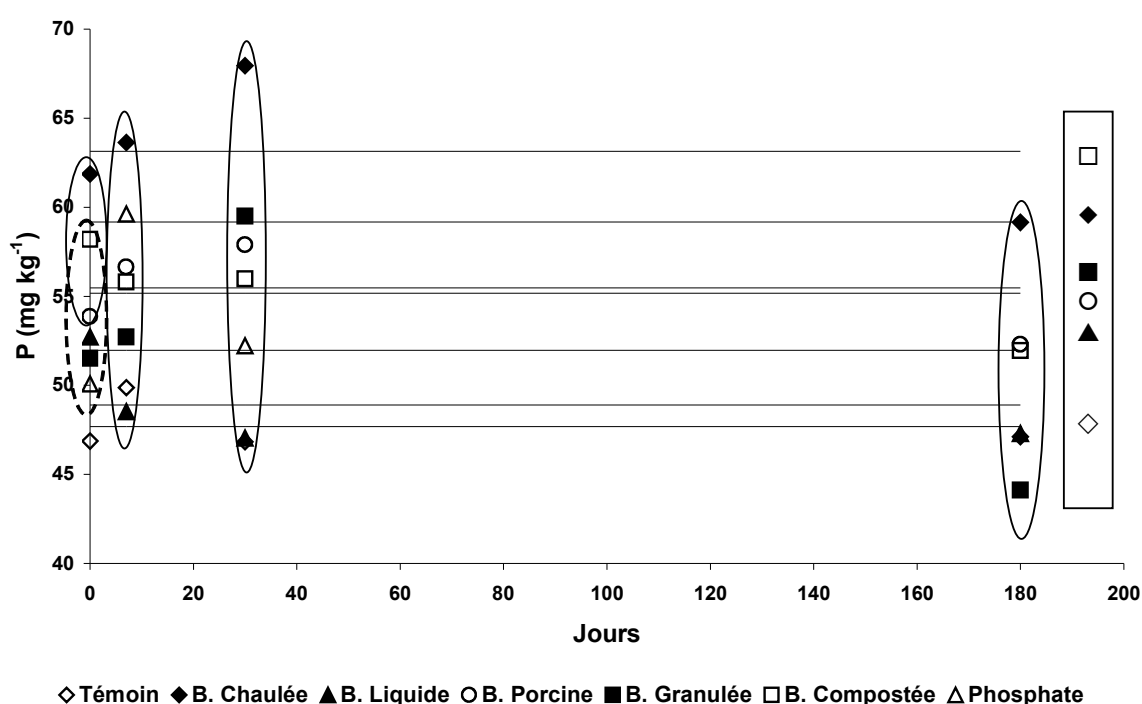


Figure 5.14 : Luvi-redoxisol. P extrait H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (fraction P-Ca), selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.2.2.6 Effet sur le P Résiduel

La fraction résiduelle ne montre des différences entre traitements qu'au 7<sup>ème</sup> jour. La manque de différence avec le témoin est liée à la variabilité observé (Figure 5.15)

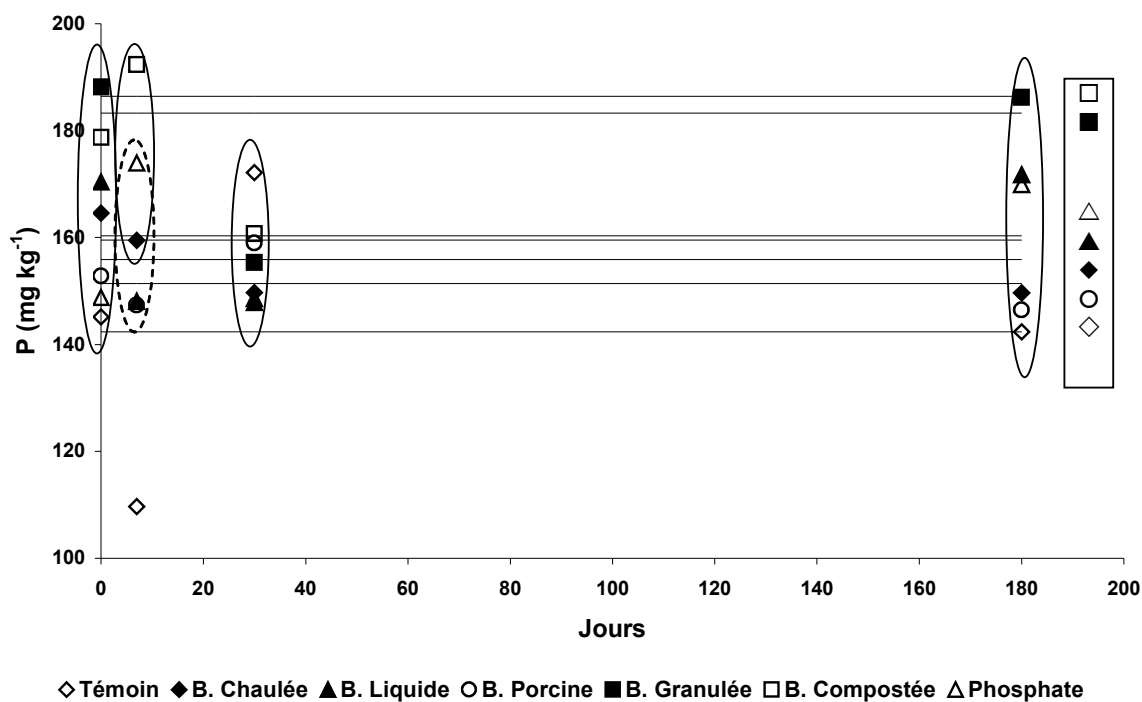


Figure 5.15 : Luvi-redoxisol. P dans la fraction P- Résiduel, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.



## **5.2.3 Mobilité du phosphore des sols traités**

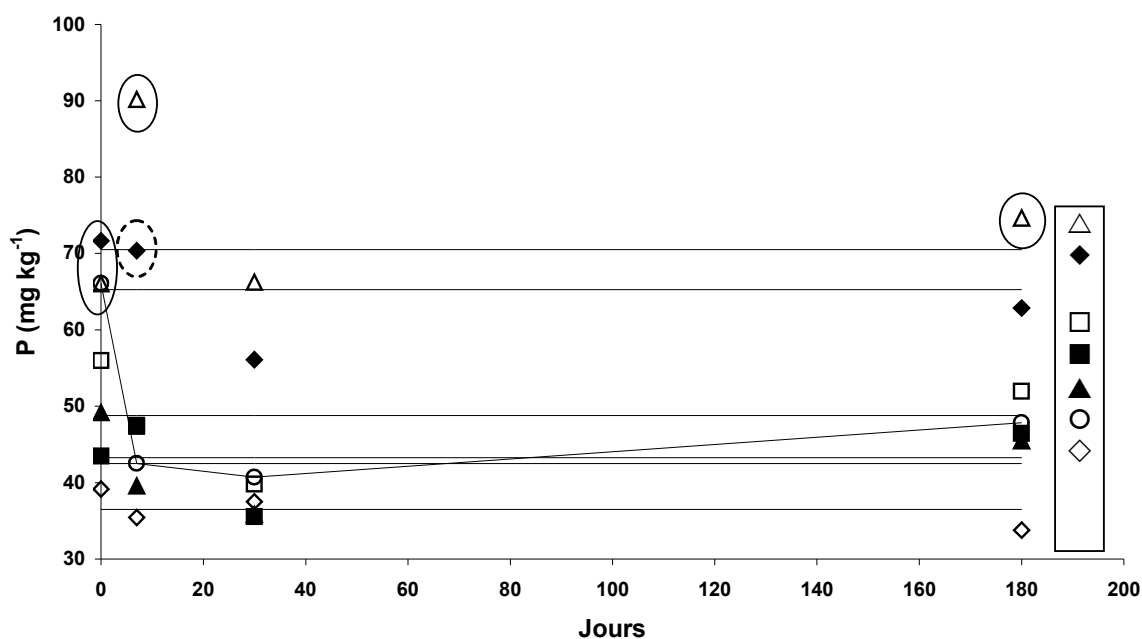
### **5.2.3.1 État initial**

De la même manière que dans l'analyse des formes chimiques du P, on observe des différences dans la mobilité du P et dans la proportion de phosphore du sol distribué dans chaque fraction. Les fractions résine et bicarbonate organique, liées à la biodisponibilité, sont proportionnellement plus présentes dans le Luvi-redoxisol, tandis que les fractions NaOH, HCl et résiduel sont significativement plus importants dans le Fluvisol. Aucune différence observable n'a été constatée dans les fractions organiques (Figure 5.2).

### **5.2.3.2 Fluvisol**

#### **5.2.3.2.1 P extrait dans la fraction P - Résine**

L'application de tous les traitements fait apparaître une augmentation de la fraction Résine (Figure 5.16). Cette différenciation par rapport au témoin ne se manifeste pas de la même façon dans tous les traitements. Initialement le phosphate et la boue chaulée présentent des valeurs plus élevées ; les traitements boue urbaine liquide et boue granulée broyée ne se différencient pas du témoin. A la fin de l'expérience, tous les traitements se différencient du témoin. Le phosphate et la boue chaulée présentent les valeurs les plus élevées.



◇ Témoin ◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée □ B. Compostée △ Phosphate

Figure 5.16 : Fluvisol. P extrait dans la fraction P - Résine, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.2.2 P extrait dans la fraction P bicarbonate

#### 5.2.3.2.2.1 P inorganique

La fraction P inorganique extraite avec bicarbonate (Figure 5.17) présente à T0 les valeurs les plus élevées dans les traitements phosphore et boue urbaine liquide. Cette différence persiste jusqu'au t=7 pour réapparaître à la fin de l'expérience.

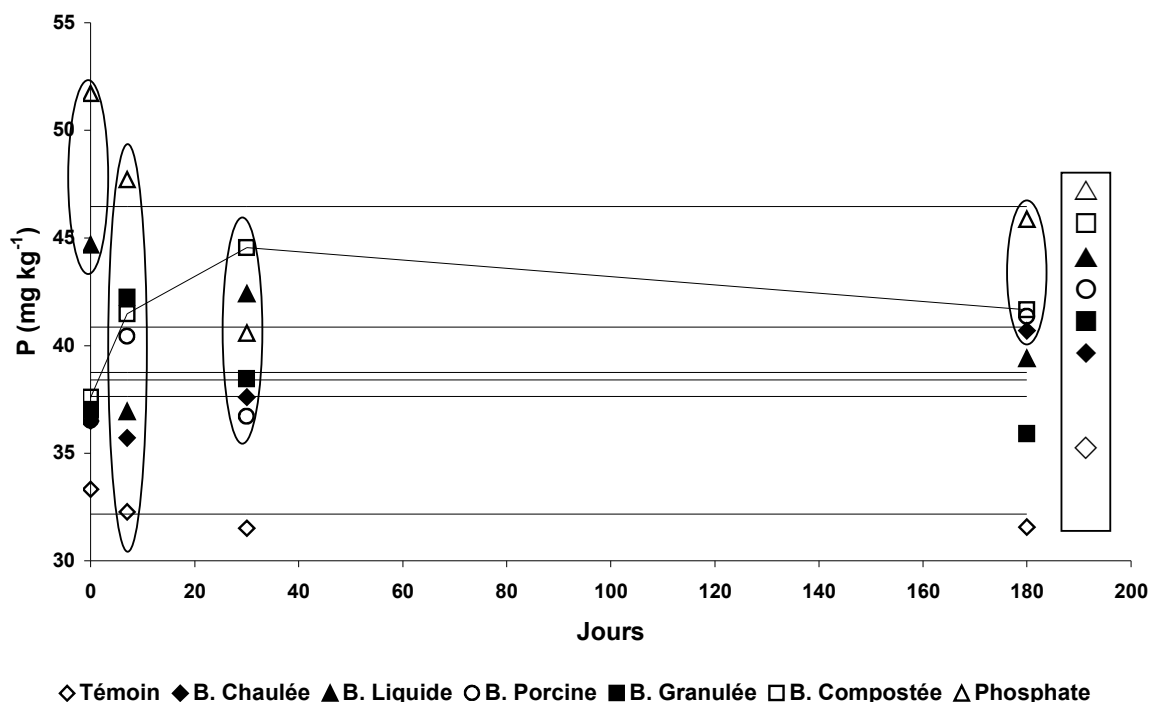


Figure 5.17: Fluvisol. P extrait dans la fraction P – Bicarbonate inorganique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

#### 5.2.3.2.2.2 P organique

La fraction organique labile (extraite avec le bicarbonate) (Figure 5.18) ne montre de différences ni entre traitement, ni avec le témoin. Seulement le traitement Boue granulée montre une évolution significative au long de l'incubation. Cette évolution se caractérise par une diminution jusqu'à T30, suivie d'une augmentation qui atteint la valeur la plus élevée à T180. On peut attribuer cette évolution à la minéralisation initiale de la boue et à une immobilisation ultérieure à faveur de la biomasse microbienne.

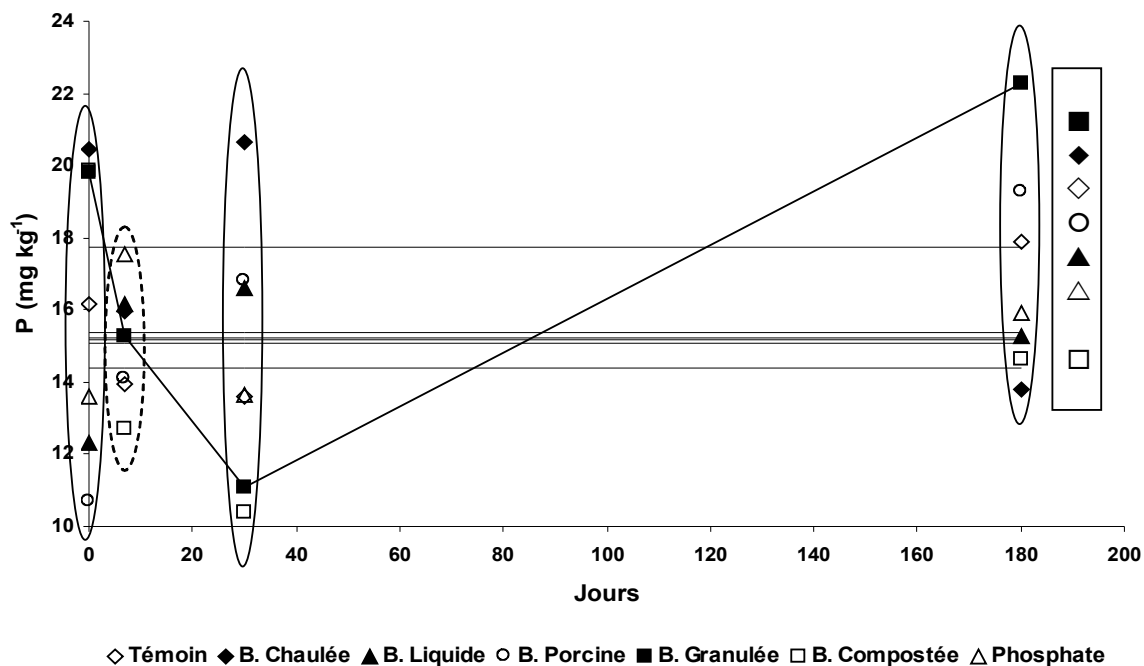


Figure 5.18 : Fluvisol. P extrait dans la fraction P – Bicarbonate organique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

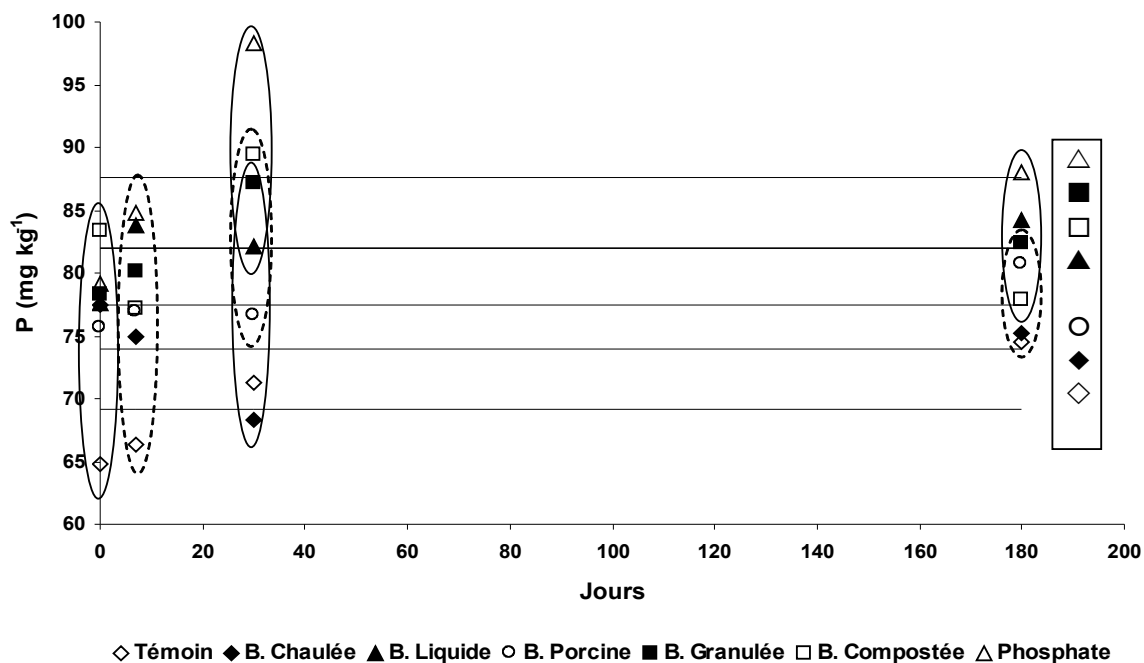


Figure 5.19 : Fluvisol. P extrait dans la fraction P – NaOH inorganique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.2.3 P extrait dans la fraction P extraite avec NaOH

#### 5.2.3.2.3.1 P inorganique

La fraction inorganique (extraite avec NaOH) (Figure 5.19) ne présente pas des différences entre traitements avant le 30<sup>ième</sup> jours d'incubation. Le traitement phosphate a présenté les valeurs les plus élevées tout au long de l'expérience.

#### 5.2.3.2.3.2 P organique

Dans la fraction organique obtenue avec le même réactif, les traitements n'ont pas provoqué des changements dans les conditions de nos essais.

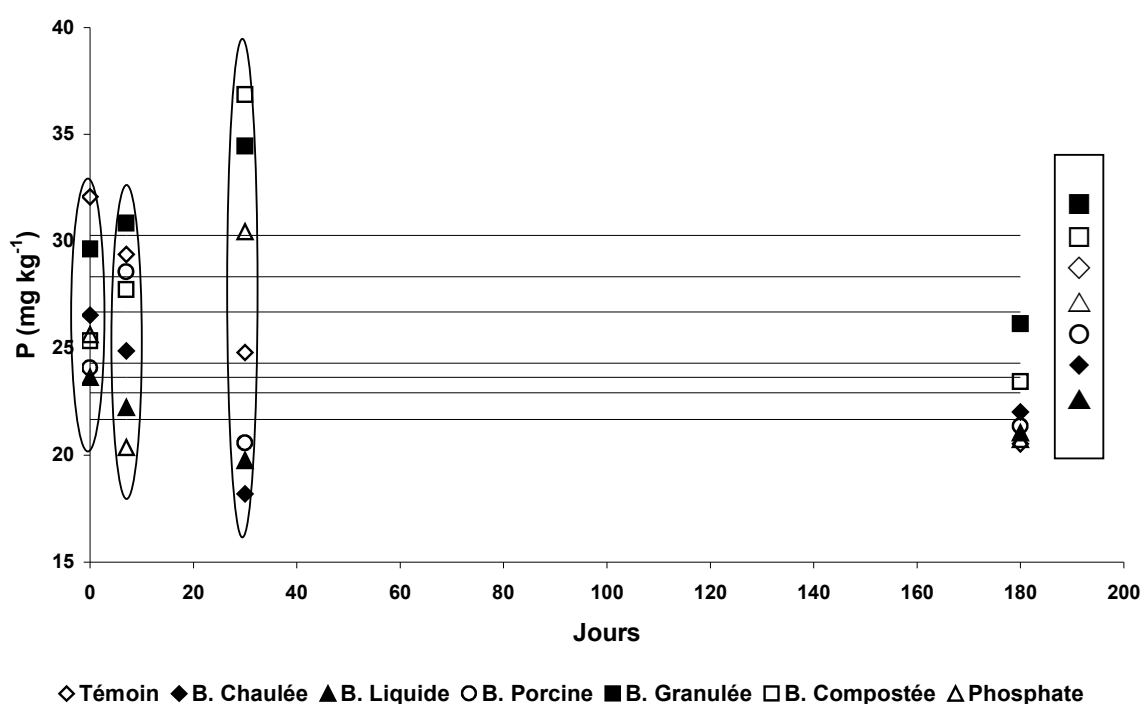


Figure 5.20 : Fluvisol. P extrait dans la fraction P – NaOH organique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

#### 5.2.3.2.4 P extrait dans la fraction P extraite avec HCl

Il n'y a pas de différence significative entre les traitements. La fraction du P extraite avec du HCl (Figure 5.21) ne montre aucune évolution significative entre dates. Cependant, au jour 180 d'incubation, des différences commencent à être significatives entre les traitements et le témoin. Le traitement boue compostée montre les valeurs les plus élevées suivie du traitement boue chaulée.

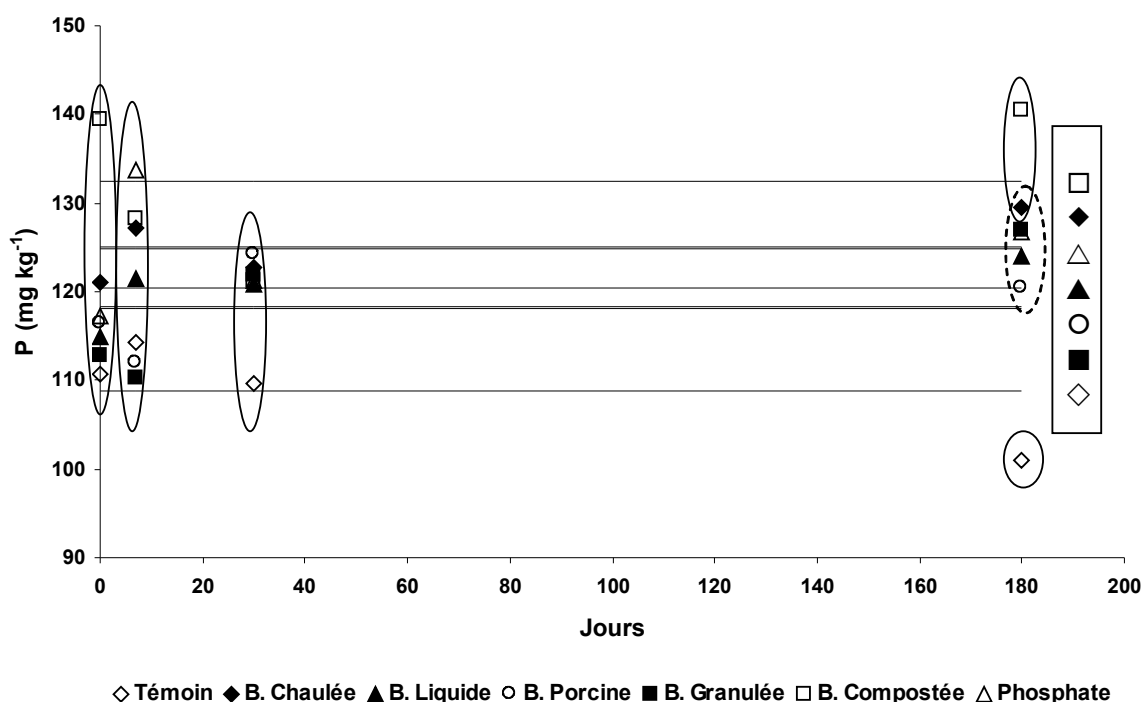
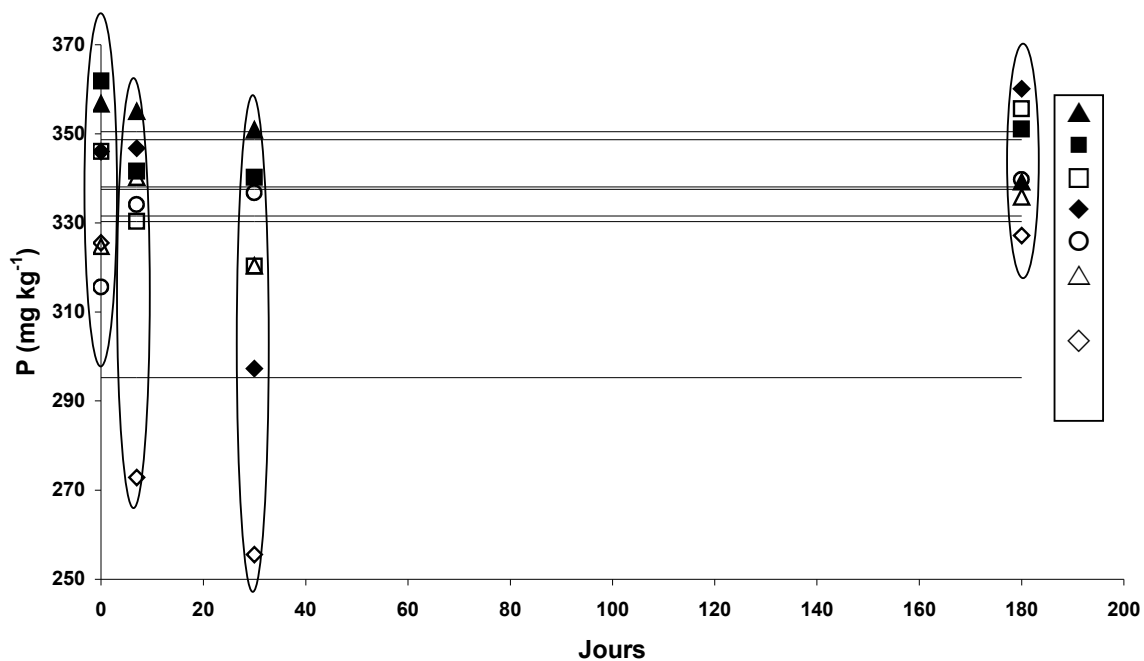


Figure 5.21 : Fluvisol. P extrait dans la fraction P – HCl, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.2.5 P extrait dans la fraction P résiduelle

Aucune différence significative n'est observée pour le phosphore dans la fraction résiduelle (Figure 5.22).



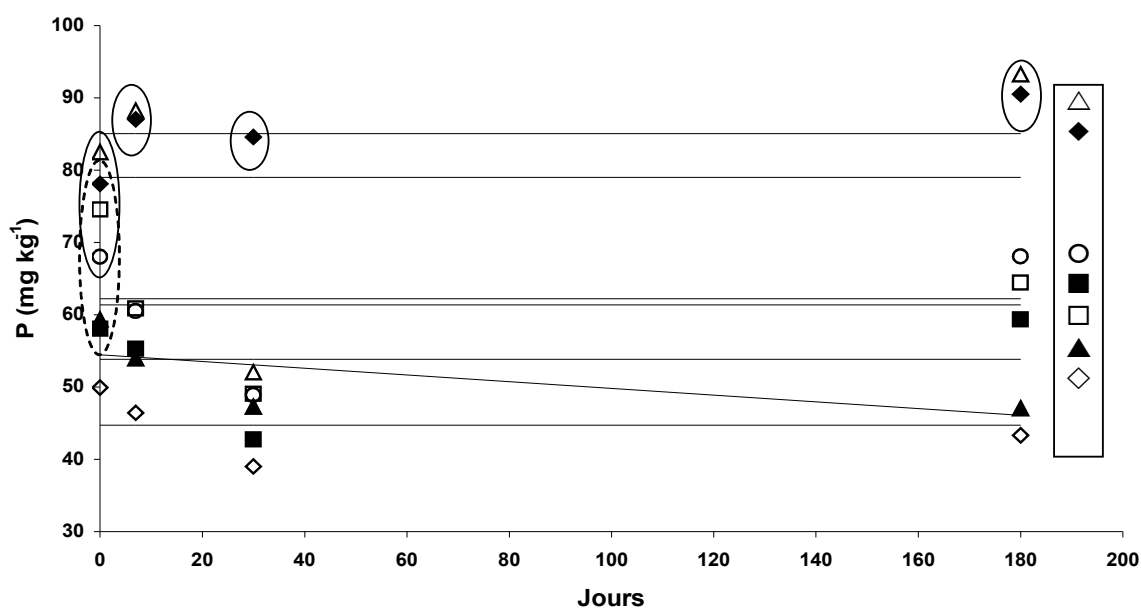
◇ Témoine ◆ B. Chaulée ▲ B. Liquide ○ B. Porcine ■ B. Granulée □ B. Compostée △ Phosphate

Figure 5.22 : Fluvisol. P extrait dans la fraction P Résiduel, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.3 Sol Luvi-redoxisol:

#### 5.2.3.3.1 P extrait dans la fraction P - Résine

Dans cette fraction de phosphore, extraite avec de l'eau et fixé sur une résine, (Figure 5.23), les traitements « phosphate » et « boue chaulée » présentent les valeurs les plus élevées, suivies par les traitements Boue porcine et Boue compostée. La boue urbaine liquide diminue au cours de l'incubation.



◇Témoignage ◆B. Chaulée ▲B. Liquide ○B. Porcine ■B. Granulée □B. Compostée △Phosphate

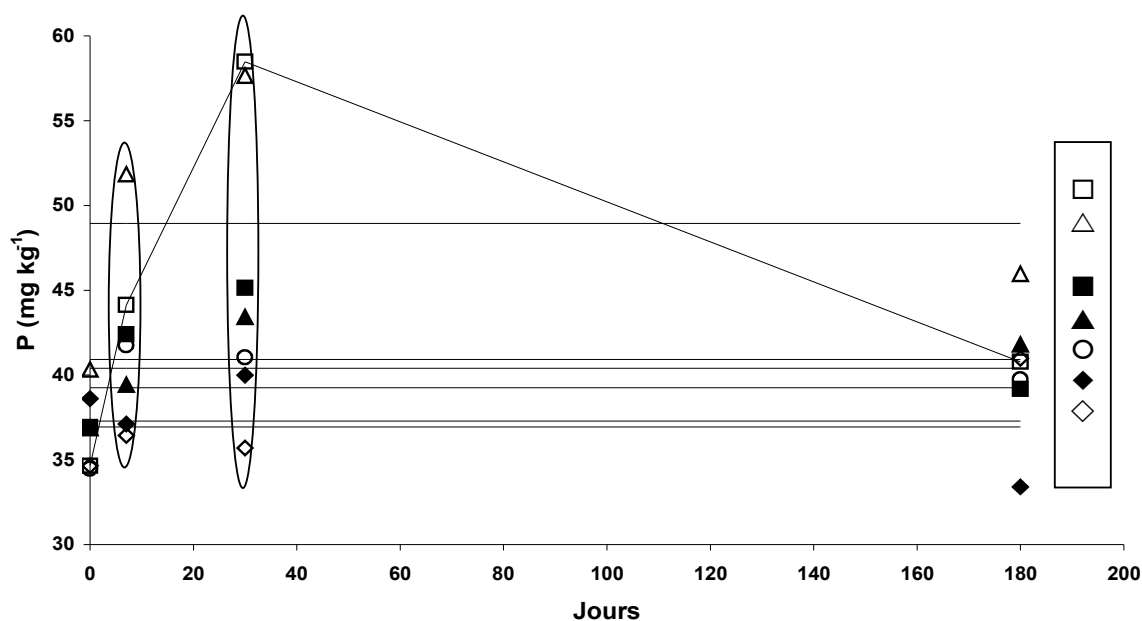
Figure 5.23 : Luvi-redoxisol. P extrait dans la fraction P - Résine, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.



### 5.2.3.3.2 P extrait dans la fraction P bicarbonate

#### 5.2.3.3.2.1 P inorganique et P organique

Les fractions inorganique (Figure 5.24) et organique extraites avec du bicarbonate (Figure 5.25) ne montrent pas des différences significatives liées aux traitements. Les variations observées sont peut être a l'origine de ce resultat.



◇Témoine ◆B. Chaulée ▲B. Liquide ○B. Porcine ■B. Granulée □B. Compostée △Phosphate

Figure 5.24 : Luvi-redoxisol. P extrait dans la fraction P – Bicarbonate inorganique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

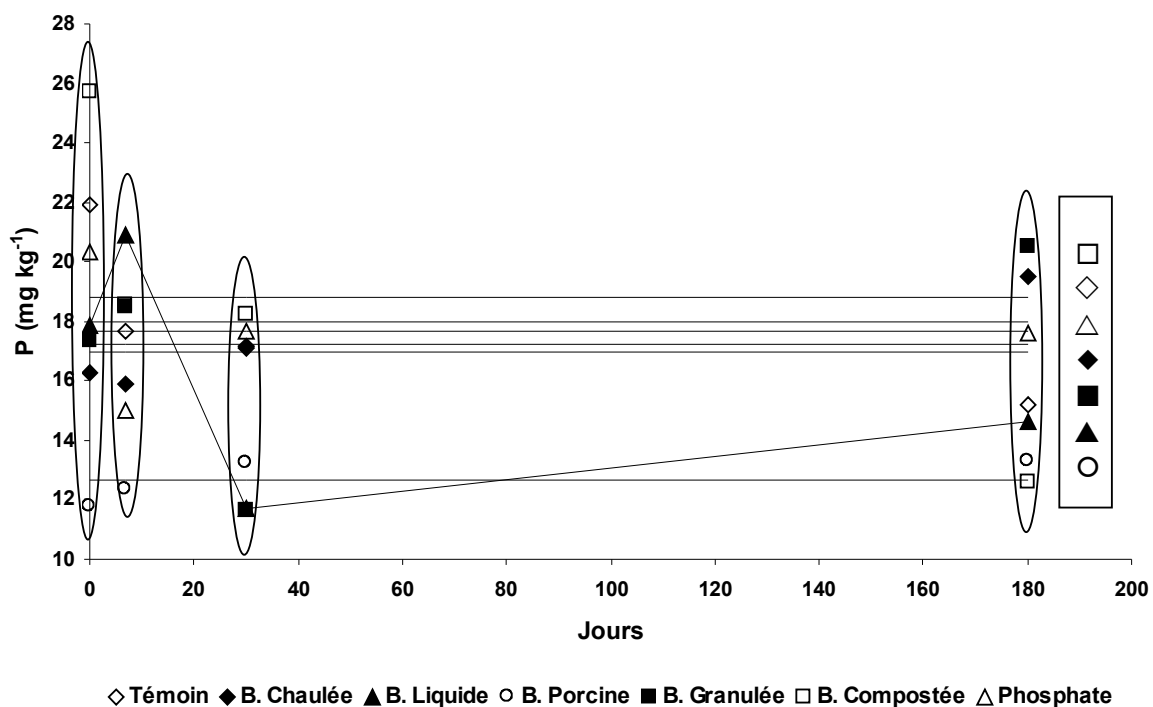


Figure 5.25 : Luvi-redoxisol. P extrait dans la fraction P – Bicarbonate organique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence de variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.3.3 P extrait dans la fraction P extraite avec NaOH

#### 5.2.3.3.3.1 P inorganique

La fraction du phosphore extraite avec du NaOH ne montre pas de différences entre traitements jusqu'au jour 30. C'est à cette date que les traitements boue compostée et phosphate présentent les valeurs les plus élevées. On observe également une croissance du traitement phosphate dans cette fraction (Figure 5.26).

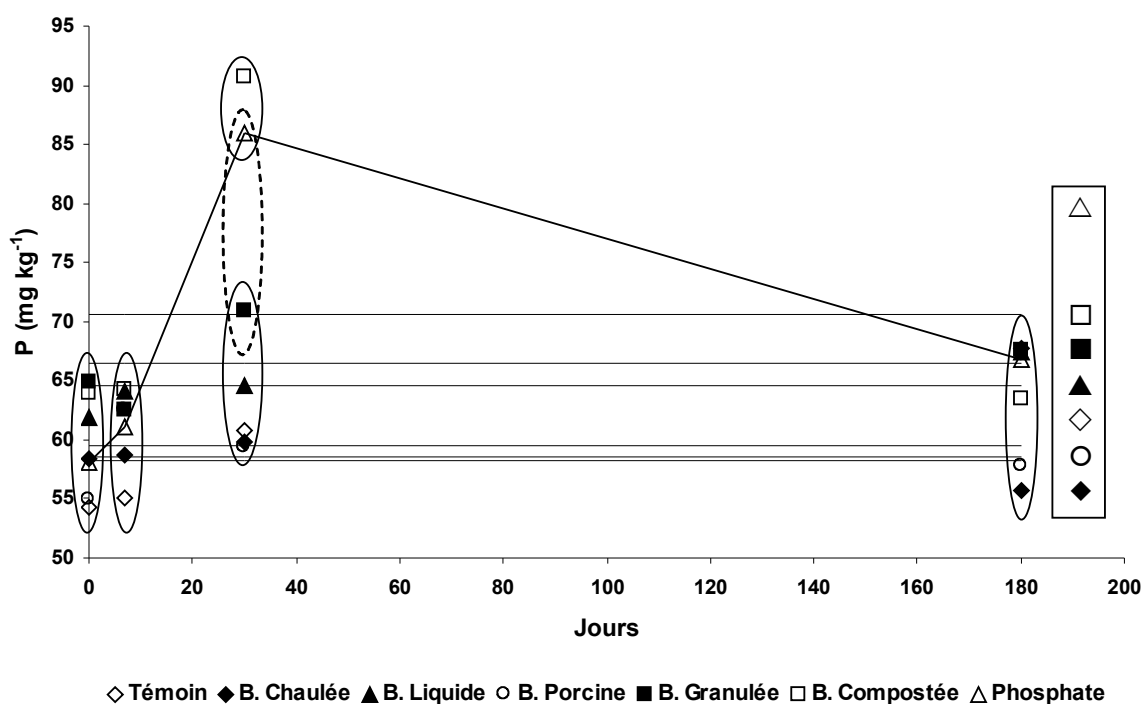


Figure 5.26 : Luvi-rédoxisol. P extrait dans la fraction P – Na(OH) inorganique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.3.3.2 P organique

La fraction organique extraite avec du NaOH (Figure 5.27), présente à T7, des différences entre les traitements Boue compostée et chaulée. Cette différence disparaît à T180.

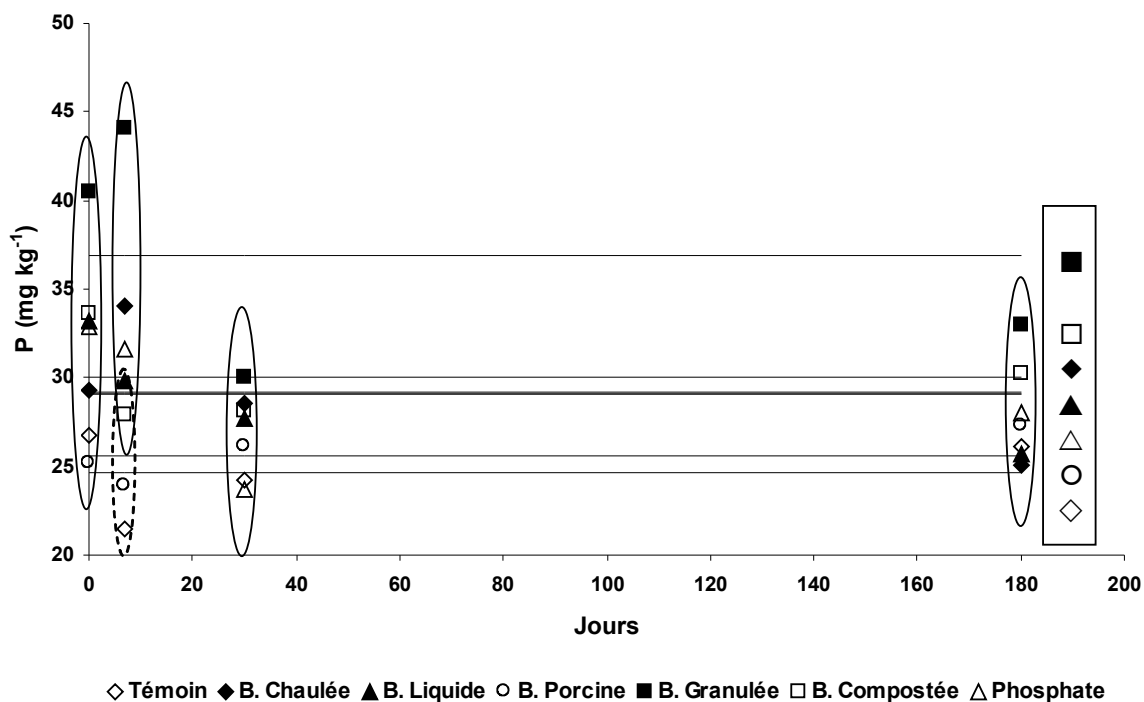


Figure 5.27 : Luvi-redoxisol. P extrait dans la fraction P – Na(OH) organique, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.3.4 P extrait dans la fraction P extraite avec HCl

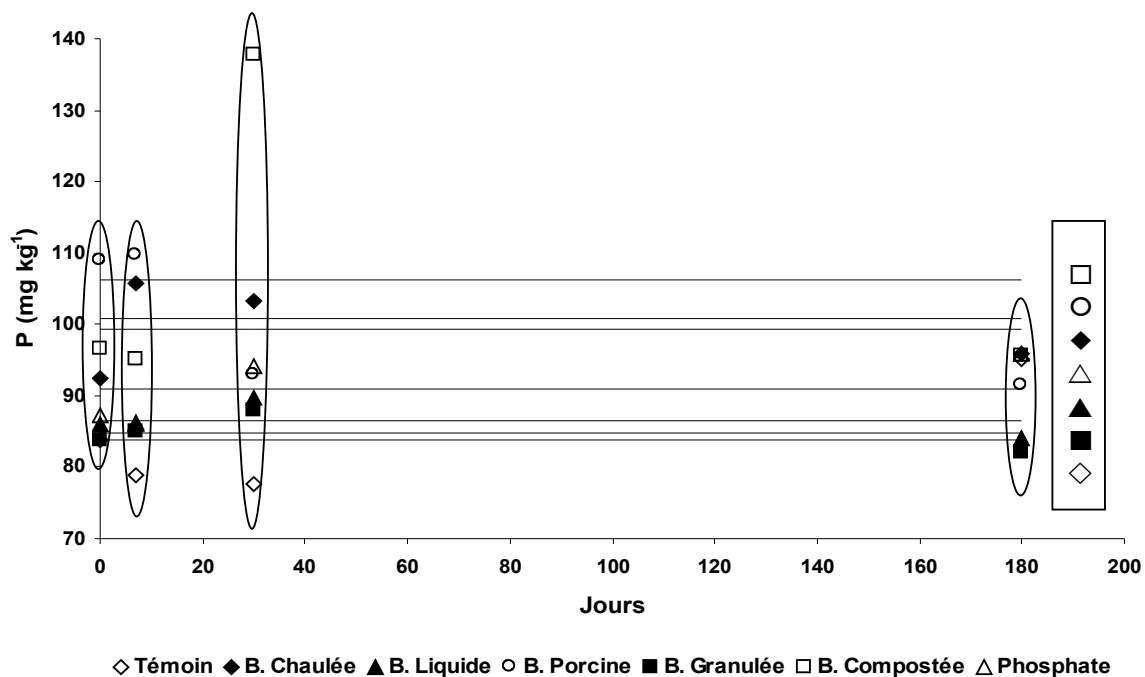


Figure 5.28 : Luvi-rédoxisol. P extrait dans la fraction P – HCl, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

### 5.2.3.3.5 P extrait dans la fraction P résiduelle

Les fractions extraites avec HCl et Résiduel ne présentent pas des différences avec le témoin tout au long de l'incubation (Figures 5.27 et 5.28). Dans les deux cas, le manque de différence significative peut être associé à la forte variabilité observé entre répétitions.

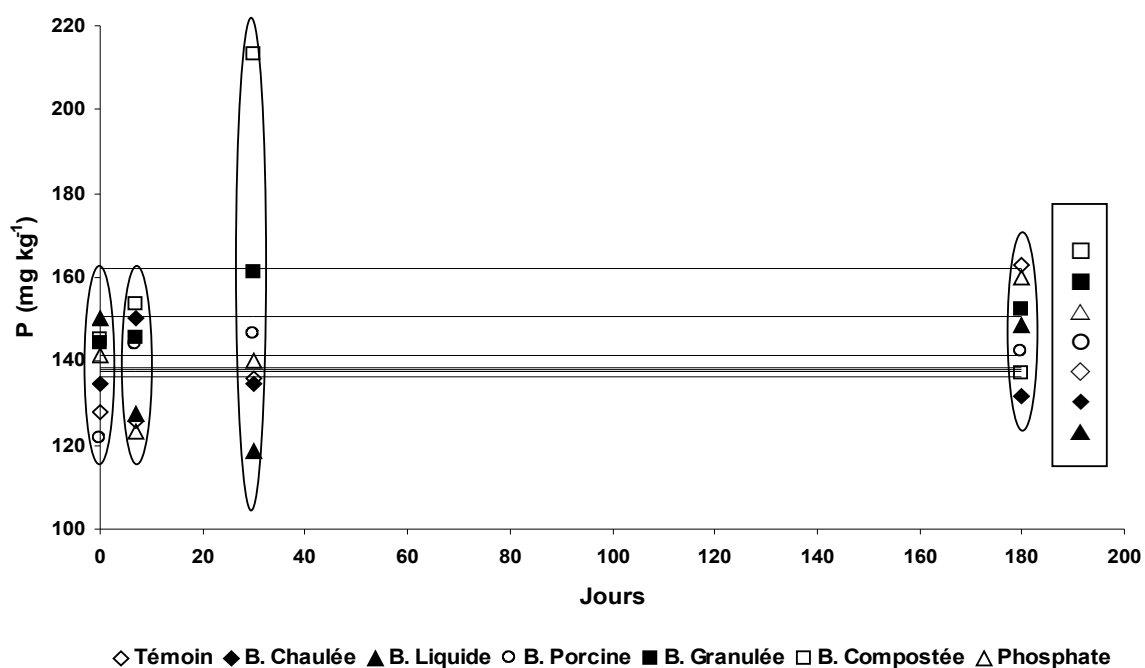


Figure 5.29 : Luvi-rédoxisol. P extrait dans la fraction P Résiduel, selon traitement et incubation. Les traits horizontaux indiquent l'absence des variations statistiquement significatives entre les dates pour le traitement considéré. Les traits obliques indiquent des variations significatives au cours du temps pour le traitement étudié.

#### **5.2.4 Analyse de P disponible (absorption par les plantes vs. méthodes de routine)**

La concentration de P dans le sol est en relation avec la biodisponibilité, elle constitue un facteur déterminant du bilan entre la quantité idéale, la biodisponibilité et les pertes de P. L'information approfondie sur le type de sol (pH, contenu des argiles, Al, Fe) et ses caractéristiques hydrologiques (perméabilité, drainage), permettent d'améliorer les diagnostics sur les potentialités du sol à fournir de phosphore aux cultures ou de transfert de phosphore vers les cours d'eau. Une première approximation sur ces potentialités est donnée par l'analyse de routine de phosphore du sol (Maguire et Sims, 2002).

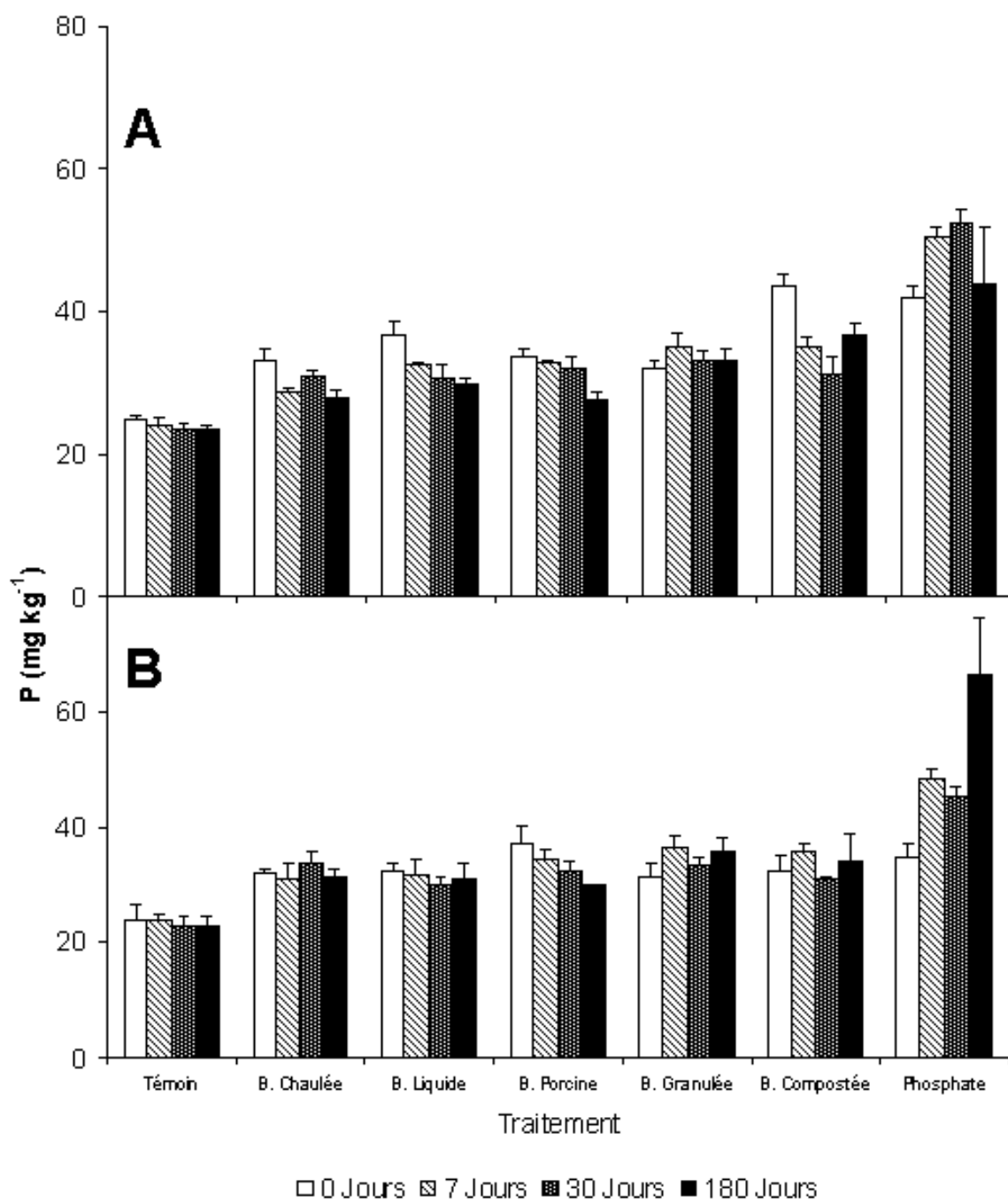


Figure 5.30 : Disponibilité du P selon la méthode Olsen, selon traitement et incubation. A = Fluvisol, B = Luvi-redoxisol.



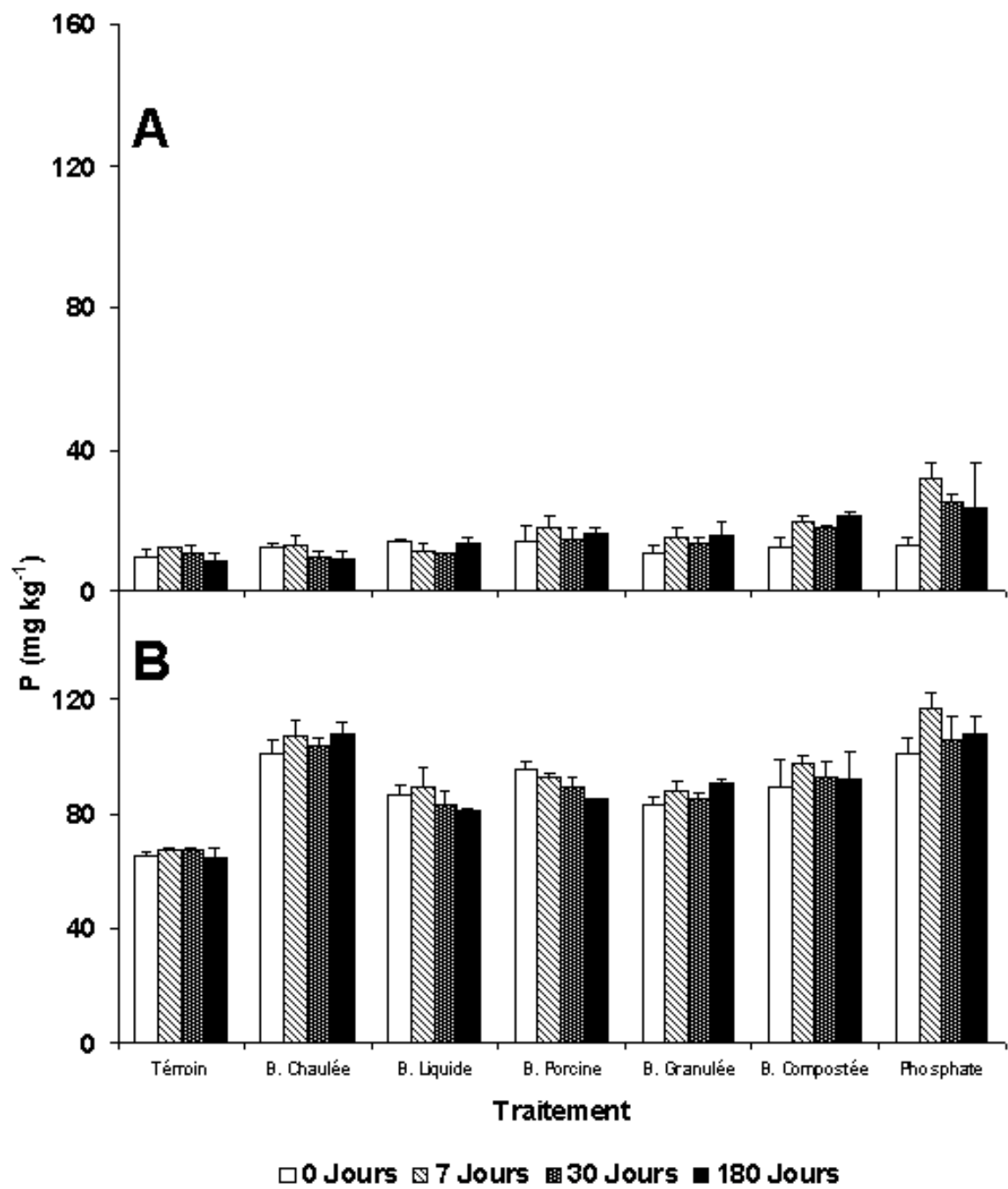


Figure 5.31 : Disponibilité du P selon la méthode Bray-1, selon traitement et incubation. A = Fluvisol, B = Luvi-redoxisol.

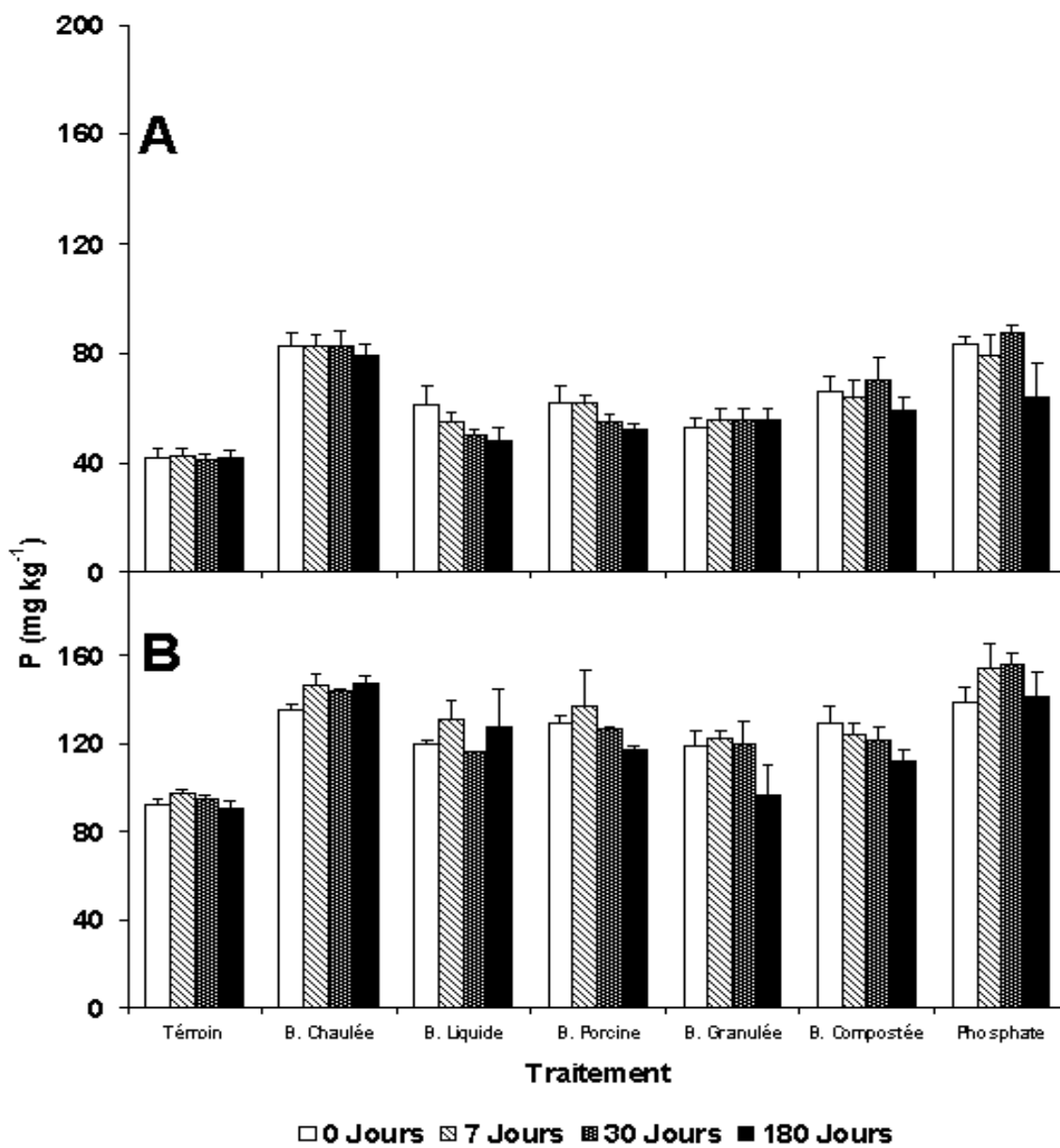


Figure 5.32 : Disponibilité du P selon la méthode Mehlich-3, selon traitement et incubation. A = Fluvisol, B = Luvi-redoxisol.

Tableau 5.3. Différences significatives figures 5.30 à 5.32. Lettres différentes indiquent différences significatives entre traitements  $p < 0,05$ .

	Fluvisol			Luvi-rédoxisol		
	Olsen	Bray-1	Mehlich-3	Olsen	Bray-1	Mehlich-3
Témoin	D	C	D	C	D	D
B. Chaulée	C	AB	A	B	A	A
B. Liquide	C	AB	C	B	C	BC
B. Porcine	C	B	C	B	BC	B
B. Granulée	BC	A	C	B	C	C
B. Compostée	B	AB	B	B	B	BC
Phosphate	A	AB	A	A	A	A

Des différents tests ont déjà été considérés comme indicateurs pour la détermination du potentiel de contamination par les phosphates du sol. Daverede et al. (2003) ont trouvé que la concentration de phosphore dans le sol mesuré par Bray-1 était en relation directe avec la quantité de phosphore ruisselé dans des parcelles cultivées de l'Illinois (États-Unis). Maguire et Sims (2002), travaillant sur des parcelles cultivées, ont signalé l'efficacité du test Mehlich-3 pour l'identification des sites présentant des risques de dégradation des eaux dus aux mouvements de phosphates.

### 5.2.5 Absorption par la plante

Dans le Luvi-rédoxisol il n'a pas de différence significative entre traitements en absorption du P par *Cichorium intybus* en comparaison avec le témoin (Tableau 5.4). Dans le Fluvisol le phosphate de calcium détermine une majeure absorption de P par *Cichorium intybus*. Il est possible que la disponibilité plus importante de P dans le Luvi-redoxisol explique la manque de réponse à une application.

Tableau 5.4: P absorbé par *Cichorium intybus* (ugP par pot)

	Sol	
	Fluvisol (ugP par pot)	Luvi-rédoxisol (ugP par pot)
Témoin	67 b	109 a
Chaulée	81 ab	110 a
Liquide	66 b	133 a
Porcine	69 b	114 a
Granulée	73 b	117 a
Compost	76 b	132 a
Fertilisant	97 a	149 a
ANOVA	(ugP par pot)	
Traitement (valeur de <i>p</i> )	0,04	0,48
CV (%)	12,7	20,8

Lettres différentes indiquent différences significatives entre traitements  $p < 0,05$ .

### 5.3 Analyses des données et discussion

Après traitement individuel des données, nous faisons ici une analyse factorielle des données issues du fractionnement du phosphore du sol et une mise en relation au moyen des analyses de régression.

#### 5.3.1 Analyse factorielle des données issues du fractionnement du phosphore du sol selon la méthode Chang & Jackson (Kuo, 1996).

A l'exception de la fraction soluble et résiduelle, on n'observe pas de tendance temporelle nette dans l'évolution des diverses fractions.

Tableau 5.5: Fractionnement du phosphore du sol (Chang y Jackson)

	Soluble P	Al-P	Fe-P	Occluded-P	Ca-P	Residual		
Sol								
Luvi redoxisol	36a	47	83	66b	54b	160b		
Fluvisol Argilo limoneux	17b	48	104	124a	102a	309a		
Traitement	<b>Fluvisol</b>	<b>Luvi-redoxisol</b>		<b>Fluvisol</b>	<b>Luvi-redoxisol</b>			
Témoin	13a	25a	38a	90a	135a	63	70a	209
Chaulée	22bc	50d	55c	87a	130ab	67	82cd	220
Liquide	15a	28ab	44b	95ab	118c	65	72ab	227
Porcine	16ab	36c	44b	91a	119c	65	78bc	234
Granulée	16a	28a	45b	95ab	118c	66	76abc	238
Compost	15a	34bc	52c	94ab	123bc	68	85d	253
Fertilisant	22c	52d	54c	103b	124bc	69	83cd	247
Temps (jours)								
0	29	47	89	95	76	245		
7	26	48	91	95	79	233		
30	24	47	99	95	79	200		
180	27	48	95	94	77	236		
ANOVA								
Sol	<0,01	0,62	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01		
Traitement	<0,01	<0,01	0,04	0,05	<0,01	0,11		
Temps	0,01	0,79	0,05	0,99	0,71	<0,01		
Sol x Trt	<0,01	0,30	0,78	0,01	0,16	0,51		
Sol x Tmp	0,14	0,88	0,28	0,67	0,67	<0,01		
Trat x Tmp	0,01	0,99	0,98	0,98	0,28	0,96		
Sol x Trt x Tmp	0,64	0,99	0,99	0,99	0,09	0,99		

Lettres différentes indiquent différences significatives entre traitements  $p < 0,05$ .

Les diverses sources ont un comportement similaire dans les deux sols et dans la plupart des fractions du sol. Cela veut dire, qu'il n'y a pas d'interaction sol-traitement. Le comportement est différent selon le sol dans les fractions P-soluble et P- réducteur soluble, dans lesquelles l'interaction sol – traitement est significatif. Des différences entre les diverses sources de P testées sont observées en relation aux fractions du P du sol enrichies. Le phosphate et la boue chaulée sont les deux sources qui enrichissent le plus la fraction la plus mobile (P-soluble). Ce comportement est observé dans les deux sols, mais pour des amplitudes différentes

: dans le Luvi-Redoxisol, l'augmentation de cette fraction est significativement plus importante que celle observée dans le Fluvisol. La composition granulométrique des deux sols et le degré d'interaction établie entre la surface et le phosphate pourraient être les causes de ce comportement. En général, ces deux sources sont aussi celles qu' augmentent le plus la fraction P-Al. Ces sources concentrent plus de 50% de l'augmentation dans les fractions (Psoluble et PAI).

La boue urbaine liquide et la boue granulée broyée constituent les traitements qui'ont moins affecté le P mobile soluble, à l'exception de la fraction P-Al qui est significativement affectée par ces traitements. Les boues porcine et composté montrent un comportement intermédiaire, elles augmentent significativement le P soluble dans le Luvi -redoxisol.

On observe que le comportement des boues diffère: La boue chaulée a enrichit la fraction soluble au même niveau que le phosphate de calcium. En comparant les boues compostées et granulées, on remarque que les fractions mobiles changent plus pour la boue compostée.

### 5.3.2 Analyse factorielle des données issues du fractionnement du phosphore du sol selon la méthode Hedley et al, (1982).

Tableau 5.6: Fractionnement du phosphore du sol (Hedley)

	Phosphore inorganique				Phosphore organique		Résiduel
	Résine	NaHCO <sub>3</sub>	NaOH	HCl	NaHCO <sub>3</sub>	NaOH	
Sol							
Luvi redoxisol	62,6	41,2	63,7	93,2	16,9	29,0	143,9
Fluvisol Argilo limoneux	50,9	39,4	79,3	121,1	15,7	26,4	333,1
Traitement							
Témoin	40,6 a	34,6 a	64,3 a	96,4 a	16,7	29,0	216,7
Chaulée	75,2 d	37,5 ab	66,1 ab	112,2 cd	17,5	26,1	242,2
Liquide	47,2 ab	40,6 b	73,2 bcd	103,4 abc	15,7	25,4	248,4
Porcine	55,3 c	39,0 ab	68,1 abc	109,5 bc	13,9	24,6	235,0
Granulée	48,5 bc	39,7 ab	74,2 cd	101,4 ab	17,3	33,1	254,3
Compost	55,5 c	42,9 bc	76,3 d	119,4 d	16,6	29,2	250,2
Fertilisant	74,8 d	47,7 c	77,8 d	107,8 bc	16,4	26,7	235,8
Temps (jours)							
0	61,6 a	38,1	68,1 a	105,1	17,4	31,1	238,6
7	58,9 a	40,7	69,4 a	106,7	16,0	28,0	240,0
30	47,2 b	42,4	76,1 b	109,0	15,1	26,7	233,7
180	59,2 a	39,9	72,1 ab	107,8	16,6	25,1	248,8
ANOVA*							
Sol	<0,01	0,27	<0,01	<0,01	0,29	0,32	<0,01
Traitement	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	0,59	0,70	0,08
Temps	<0,01	0,32	0,03	0,72	0,36	0,50	0,50

\*Tous les termes d'interaction ont été non significatifs ( $p > 0,10$ )

Les lettres différentes indiquent des différences significatives entre traitements  $p < 0,05$ .

L'incidence du temps d'incubation sur l'évolution des diverses fractions n'est pas observée. De plus, on n'observe pas d'interaction entre le sol et le traitement. Cela implique *a priori* que les sources de P considérées montrent un comportement similaire dans les deux sols. De même, les différentes sources de P enrichissent de façon préférentiel différentes fractions du P du sol.

Le phosphate de calcium enrichit particulièrement les fractions les plus mobiles du P inorganique. Environ 50 % de l'augmentation du contenu du P sont retrouvés dans les fractions P extraites avec résine et extraites avec le bicarbonate. Le P extrait avec la résine peut être considéré comme P librement échangeable et en équilibre avec la solution du sol (la résine ne modifie pas la solution du sol).

Le phosphore inorganique extrait avec le bicarbonate est considéré comme biodisponible. Les changements chimiques produits par ce réactif (extractant) sont insignifiants, et d'une certaine façon, similaires à ceux produits par la respiration d'une racine (augmentation de la concentration de  $\text{CO}_2$  et en conséquence de  $\text{HCO}_3$ ). 20% de l'augmentation du contenu de P est retrouvé dans le P résiduel (qui regroupe le P organique et inorganique très stable), montrant la faible capacité des sols à fixer phosphore en stabilisant rapidement les formes non assimilables.

La moindre augmentation du P mobile est observée pour le P mobile (P résine + P bicarbonate), sont la boue urbaine liquide et la granulée broyée. Dans les sols où elles ont été appliquées, l'augmentation de la fraction mobile (Pr et Pbi) atteint seulement 20%. Plus de 50% de l'augmentation se trouve sous formes stables (P résiduel).

L'augmentation la plus importante des formes de P facilement assimilables a été observée avec l'application du traitement boue chaulée. Plus de 40% de l'augmentation du P est observée dans les fractions P résine + P bicarbonate, en se rapprochant des niveaux obtenus avec le phosphate de calcium.

Les autres sources (compost et boue porcine) ont présenté un comportement intermédiaire: environ 30% de l'augmentation du P se trouve sous les formes inorganiques plus mobiles (P résine + P bicarbonate).

Malgré leurs propriétés de source de P organique, l'application des boues n'augmente pas la fraction la plus facilement minéralisable du P organique (Pbo). Ces résultats suggèrent que le P organique (provenant des boues testées) se trouve sous formes stables et en conséquence n'est pas rapidement libéré à la solution du sol par minéralisation.

Le comportement des boues diffère par rapport à celui du phosphate. Ainsi, elles augmentent moins les formes du P inorganique qui sont en équilibre rapide avec la solution du sol (P résine + P bicarbonate). Cependant, des différences importantes sont observées entre les différentes boues. On peut noter également le cas de la boue chaulée, qui enrichit la fraction P résine de façon comparable à celle du phosphate. L'expérience ne permet pas d'expliquer si les différences sont attribuables au traitement reçu (liquide, chaulage, compostage ou déshydratation) ou aux différentes provenances (porcine ou urbaine).



Pour les boues de même origine (Toulouse), les boues compostée et déshydratée et granulée, on peut conclure que la boue déshydratée et granulée augmente moins les fractions de P plus disponibles (P résine + P bicarbonate) que la boue composté ( $p < 0,05$ ).

Le P absorbé est en relation avec la somme (P soluble + P-Al) (Figure 5.33). En considérant le schéma de fractionnement par mobilité les variations signalent une relation avec les fractions P résine, P bicarbonate et P NaOH inorganique (Figure 5.37). Les fractions P résine, P bicarbonate et P soluble sont des fractions en équilibre rapide avec la solution du sol, en conséquence facilement disponibles. Cela met en évidence l'importance de cette fraction pour l'alimentation en P des plantes. Les résultats observés concernant le P absorbé sont en concordance pour les méthodes Mehlich-3 (Figure 5.38) et Olsen (Figure 5.39). ce qui n'est pas le cas pour les résultats observés avec la méthode Bray-1. Le pH du sol, élevé pour cette méthode, est un élément explicatif du résultat.

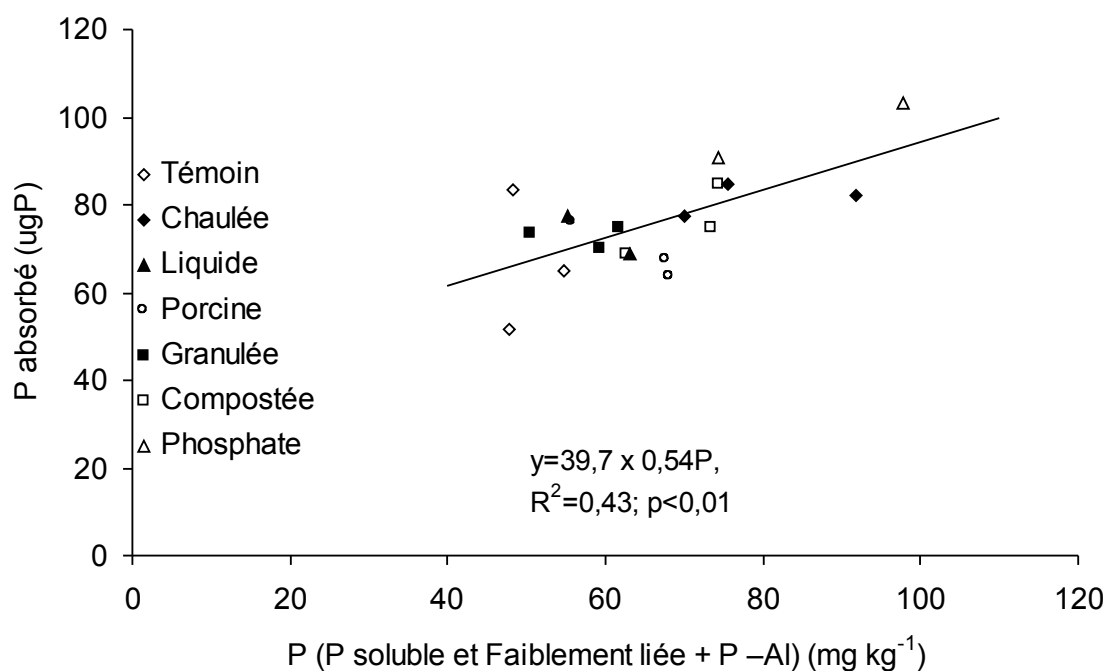


Figure 5.33 : Absorption végétale en relation a la forme chimique du P du sol. P soluble + P -Al déterminées selon la méthode Chang et Jackson.

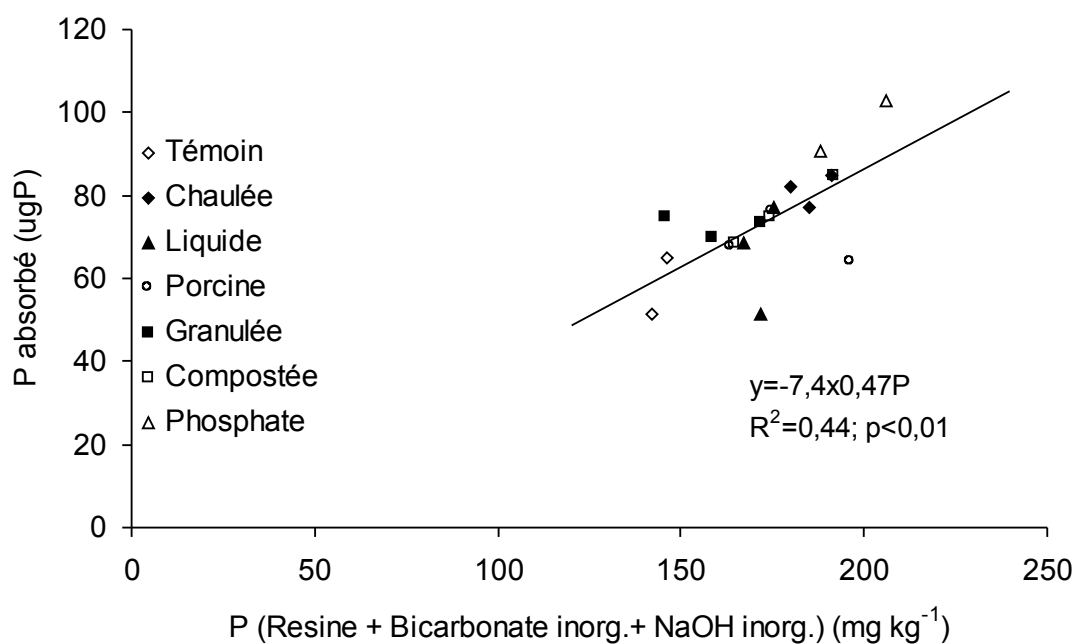


Figure 5.34 : Absorption végétale en relation avec la somme de formes inorganiques extraites avec resine, NaHCO<sub>3</sub> et NaOH.

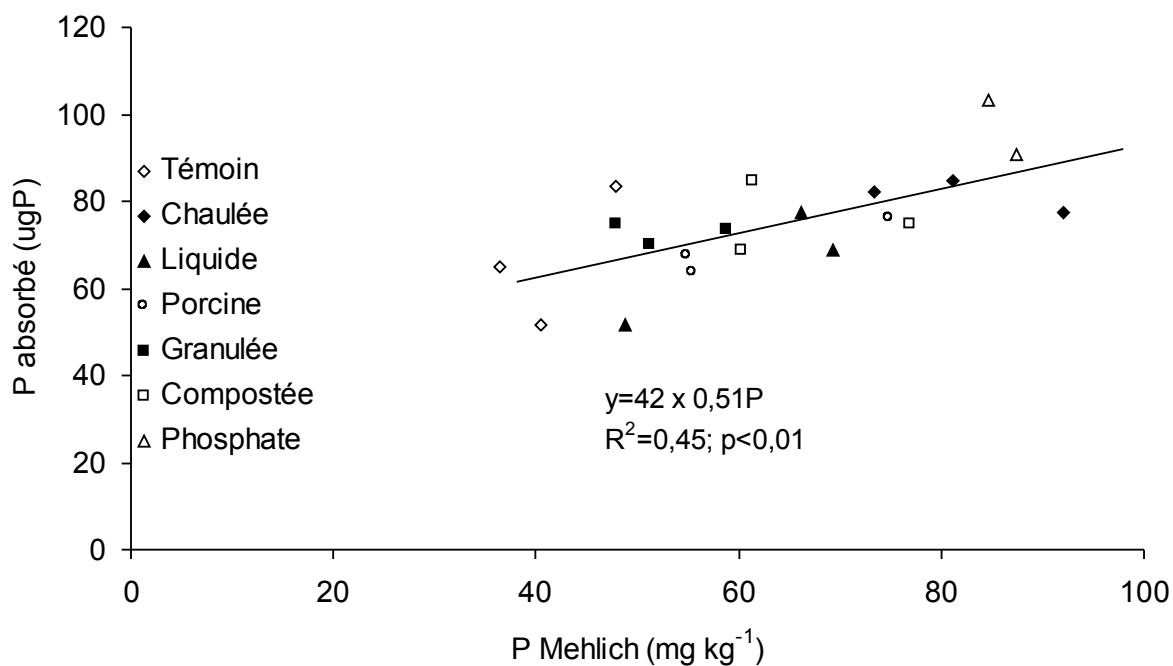


Figure 5.35 : Absorption végétale en relation a la biodisponibilité selon Mehlich-3.

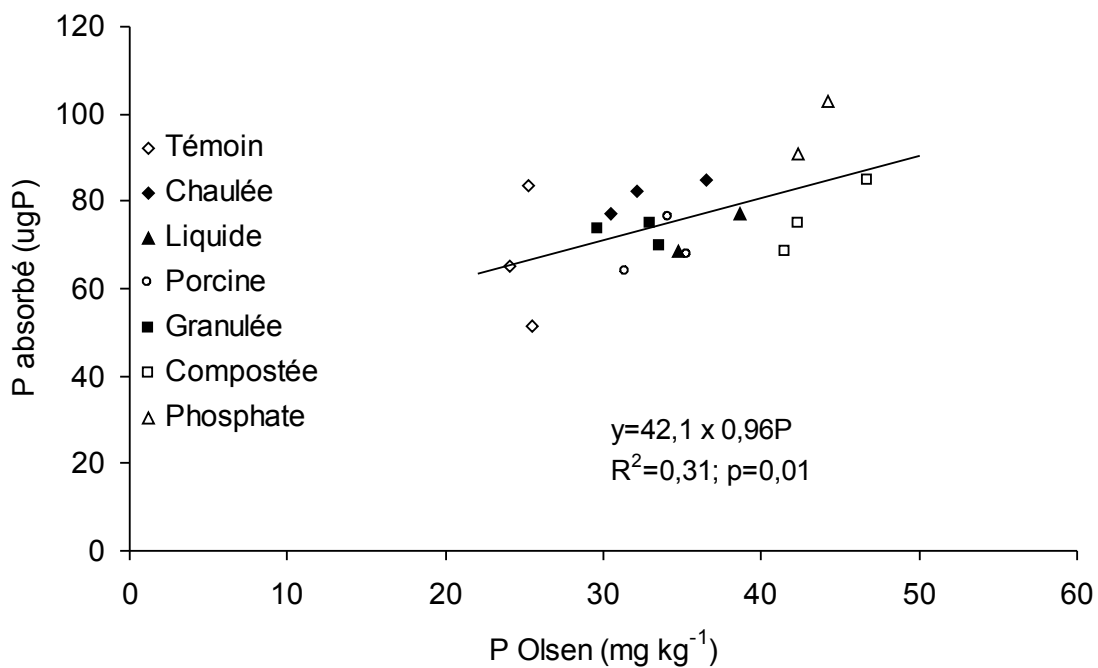


Figure 5.36 : Absorption végétale en relation a la biodisponibilité selon Olsen.

## **5.4 Conclusions**

Pour les deux sols étudiés on observe des différences en P total et pour les différentes formes de P. Bien que le Fluvisol ait un contenu de phosphore total plus élevé, il présente une importante proportion de phosphore dans des fractions récalcitrantes, et par conséquent, la mise en disponibilité de phosphore est plus faible que celle du Luvi-rédoxisol. De même, des différences dans la qualité du phosphore des boues sont estimées, et des relations entre la spéciation de phosphore et l'origine des boues sont présentées.

Par la suite, le résultat de l'addition de boues de STEP est analysé par spéciation chimique, par fractionnement, analyse de disponibilité par des analyses de routine et par extraction avec le végétal, et l'évolution de ces paramètres durant de une période d'incubation.

Pour la période concernée, exception faite de la fraction soluble et résiduelle, on n'observe pas de tendance temporelle nette dans l'évolution des diverses fractions.

Les sources ont eu un comportement similaire dans les deux sols, sans observation d'interaction sol -traitement. En conséquence, et pour les sols et les boues testées, on peut conclure que, pour les sols étudiées, c'est la source de phosphore qui détermine principalement le comportement de cet élément dans le sol.

Les sources de P testées se sont différenciées entre elles principalement en relation avec les fractions du P du sol enrichies. Le phosphate et la boue chaulée sont les deux sources qui enrichissent le plus la fraction la plus mobile. Ce comportement est observé dans les deux sols, mais pas dans la même magnitude. Liée à la granulométrie moins fine du sol et à une plus faible interaction établie entre la surface du sol et le phosphate, dans le Luvi-rédoxisol l'augmentation de cette fraction est significativement plus importante que celle observée dans le Fluvisol. Le phosphate et la boue chaulée sont aussi celles qui augmentent le plus la fraction P-Al. Ces sources concentrent plus de 50% de l'augmentation dans les fractions (Psoluble et PAI).

Par contre, deux sources affectent moins le P mobile soluble: la boue urbaine liquide et la boue déshydratée. Elles n' augmentent de façon significative

uniquement le P-Al. La boue porcine et la boue compostée montrent un comportement intermédiaire.

Concernant la mise à disponibilité de P pour les plantes, dans le Luvi-rédoxisol on n'a pas observé d'augmentation significative de l'absorption de P, sans doute due à la meilleure disponibilité du P dans ce sol à l'origine. Dans le Fluvisol, c'est le phosphate de calcium qui permet une absorption de P maximale pour *Cichorium intybus*.

Cette P absorbé est en relation avec la addition de P soluble et P-Al. Et en considérant le schéma de fractionnement suivant la mobilité, les variations gardent relation avec les fractions P résine, P bicarbonate et P NaOH inorganique. Le P soluble dans la spéciation chimique (Chang et Jackson) et les fractions P résine et P bicarbonate dans le fractionnement par mobilité (Hedley) sont des fractions en équilibre rapide avec la solution du sol, et sont donc facilement disponibles.

Quand aux analyses de routine, on observe que les méthodes Bray-1 et Mehlich-3 séparent les traitement en un nombre supérieur de groupes que Olsen. De plus, sa meilleure capacité à expliquer l'absorption par la plante le positionne comme un meilleur indicateur rapide des comportements du phosphore des boues dans le sol.

## **CHAPITRE 6 : CONCLUSIONS GÉNÉRALES**

## **6.1 Rappel de la problématique**

Les particularités des boues de station d'épuration des eaux et la problématique agro - économique et environnementale liée à leur élimination ont constitué les motivations principales de ce travail de thèse. Des facteurs liés à la composition des boues, comme leur richesse en carbone, azote et phosphore, rendent difficiles et onéreux les traitements en vue de leur élimination. La présence de carbone facilement minéralisable contribue à l'augmentation de la demande biologique en oxygène, et leur concentration en azote et phosphore risquent de déclencher des processus de dégradation de l'environnement, notamment une eutrophisation, entraînant une chute de la qualité des eaux. Pourtant, les caractéristiques des boues les rendent intéressantes pour l'agriculture. Elles contiennent des quantités élevées de carbone, azote et phosphore, élément présentant un bilan fortement négatif dans les sols agricoles.

Ainsi, l'épandage des boues sur des sols agricoles constitue une alternative rationnelle très intéressante qui permet leur élimination en recyclant et valorisant leurs éléments nutritifs. Cependant, des inconnues subsistent quant à la variabilité de leur composition, au devenir de leurs éléments constitutifs, à la caractérisation de leur efficacité et à leurs pertes. Une autre frein à la généralisation de son usage réside dans la difficulté d'utiliser des outils de prédiction générique pour caractériser leur comportement comme fertilisants ou comme amendements.

En conséquence, mon travail de thèse a eu pour objectif, dans une première partie, à mesurer la qualité du carbone des boues, à évaluer sa vitesse de dégradation et à établir des relations entre la qualité de la matière organique (établie en fonction de sa composition densimétrique) et sa dégradation. Cette étude a permis d'expliquer et de prévoir le comportement du carbone des boues dans deux sols fréquemment répandus dans la région toulousaine, un fluvisol et un redoxisol . Dans une seconde partie, la vitesse de minéralisation de l'azote des boues a été déterminée, ainsi que le potentiel de volatilisation des boues en comparaison avec celui de l'urée. L'information sur la qualité de la matière organique obtenue dans le chapitre précédent a permis d'expliquer les résultats.

Afin de conclure l'étude sur le carbone et l'azote, l'effet de la taille de particules sur la dynamique de dégradation a été évalué.

Pour ce qui concerne le phosphore, sa quantité dans les boues des stations d'épuration est tellement importantes qu'elle permet leur utilisation comme source de P en agriculture. Ainsi, au cours de ce travail, la bio-disponibilité des phosphates provenant des boues et leur évolution dans deux sols de la région toulousaine ont été étudiées durant une expérience d'incubation.

Le phosphore des échantillons résultant de l'incubation a été analysé en fonction de sa spéciation chimique. L'extraction séquentielle, les analyses de routine (Olsen, Bray 1, Mehlich 3) et l'extraction végétale ont été choisies comme méthodes de caractérisation du P. Les relations entre les résultats de la spéciation chimique et les mesures de bio-disponibilité ont été établies. Ces relations ont servi à expliquer l'origine de la bio-disponibilité.

## **6.2 Synthèse des résultats**

### **6.2.1 Le Carbone et l'azote des boues.**

Le suivi de la minéralisation des boues, par son dégagement de C-CO<sub>2</sub>, et son interprétation grâce aux modèles mathématiques a permis d'établir des indicateurs de qualité du carbone des sols et des boues. Parmi ces paramètres, on peut mentionner le pourcentage de carbone potentiellement minéralisable (PCPM) et le t<sup>1/2</sup> (temps de résidence moyenne). Pour les sols, le carbone du fluvisol a montré un PCPM de 3,8% contre 4,9 % du Luvi-rédoxisol, et un t<sup>1/2</sup> de ≈ 52 jour contre ≈ 40 jours pour le Luvi-rédoxisol. Le PCPM plus faible, avec un temps de résidence plus important dans le sol fluvisol montre que malgré le contenu en matière organique plus fort dans le fluvisol, l'émission du C-CO<sub>2</sub> des deux sols est similaire. Les PCPM des boues sont supérieurs d'un ordre de magnitude à ceux du carbone des sols. Ces paramètres diffèrent entre boues principalement à cause des méthodes de production. La boue granulée, qui est desséchée immédiatement après son élaboration, conserve une grande quantité de C rapidement métabolisable et par conséquent son PCPM reste élevé. Les boues urbaine liquide et porcine, ayant subi des digestions aérobies et anaérobies, ne contiennent que des composés relativement biorésistants, déterminant ainsi un PCPM bas.

Le fractionnement densimétrique montre aussi des différences significatives entre boues. La boue compostée a présenté la valeur la plus élevée de carbone



dans les fractions légère et intermédiaire, et la boue chaulée la plus basse. Au contraire, la boue chaulée présente la valeur la plus élevée dans la fraction la plus lourde.

La composition de la matière organique déterminé en fonction de son fractionnement densimétrique permet d'expliquer les différences observées dans le dégagement de C-CO<sub>2</sub>. L'émission du C-CO<sub>2</sub> montre une relation étroite avec la quantité de carbone dans la fraction de densité intermédiaire du carbone exogène au temps t= 0 (début de l'expérience).

A partir des paramètres présentés, ci dessus il devient possible de prévoir le comportement agronomique de la boue dans le sol, et d'établir une première hiérarchisation. La proportion de carbone potentiellement minéralisable, comprise entre 60 et 30%, ordre décroissant suivant : B. Granulée Moulue > B. Compostée > B. Porcine > B. Chaulée > B. Liquide. La PCPM est un indicateur de la capacité de la boue à rendre ses éléments constitutifs disponibles pour la culture. Le carbone non minéralisable à court terme, avec un temps de résidence supérieur, peut constituer l'apport de carbone au sol.

Afin d'évaluer la mise à disposition de l'azote des boues, une séparation initiale de deux fractions a été effectuée. La première correspond à la fraction d'azote minéral immédiatement disponible présente dans la boue et la deuxième correspond à la proportion d'azote organique minéralisable dans une période considérée. Dans nos essais, la fraction minérale a expliqué la disponibilité à t=0. En ce qui concerne l'azote minéralisé pendant l'incubation, des différences entre boues ont été observées. Les boues compostée et granulée moulue montrent, après une minéralisation nette positive, une réduction dans la quantité de nitrates. Ce phénomène est attribué à une immobilisation de l'azote, expliqué par la forte quantité de matière organique labile dans le cas de la boue granulée et par la présence de l'écorce de bois dans la boue compostée. Les boues chaulée et urbaine liquide, avec une relation C : N plus basse, n'ont pas montré cette tendance.

Comme pour le carbone, l'étude montre que l'azote des boues présente aussi des caractéristiques qui permettent de prévoir son comportement dans le sol. Les proportions d'azote minérale et de carbone dans la fraction dite « intermédiaire » sont des indicateurs d'une importante disponibilité de l'azote, alors que les

proportions d'azote organique et de carbone dans la fraction « légère » déterminent une moindre mise à disposition d'azote pour la culture.

### **6.2.2 Volatilisation de l'azote**

La volatilisation de l'azote en  $\text{NH}_3$  a montré des différences significatives selon le sol et selon la boue étudiés. Le Luvi-rédoxisol volatilise le plus, ce qui est dû à une quantité d'argile et une capacité d'échange cationique trois fois inférieure à celle du Fluvisol. Concernant les boues, la volatilisation est expliquée par deux facteurs liés à sa composition. La proportion d'azote ammoniacal est en relation directe avec la volatilisation et le C : N est en relation inverse, probablement à cause de l'immobilisation microbienne. Pour l'agriculteur, ces deux paramètres constituent des outils efficaces pour optimiser le temps disponible, entre épandage et enfouissement de la boue, tout en limitant les pertes d'azote par volatilisation.

### **6.2.3 Effet de la taille de particule**

Les expériences réalisées sur l'effet de la taille de particule ont montré l'efficacité de ce paramètre en tant qu'outil pour régler la vitesse de décomposition d'une boue. La boue granulée entière comparée à la boue granulée moulue n'a pas montré de modification de la quantité de carbone potentiellement minéralisable. Par contre, la boue granulée entière montre un taux de minéralisation inférieur dans les premiers jours. En conséquence, on observe une réduction de l'émission journalière d'azote minéral accompagnée d'un retard du pic de production. Quant à la volatilisation de l'azote, bien que les différences n'aient pas été significatives entre le traitement moulu et entier, une augmentation de l'écart type de la moyenne de l'émission a été observée.

### **6.2.4 Le phosphore des boues**

Les effets d'un apport de boues de STEP ont été analysés par spéciation chimique, par fractionnement, par analyse de disponibilité (en utilisant des analyses de routine) et par extraction végétale, au moment de l'application et tout au long d'une période d'incubation.

Les boues essayées ont eu un comportement similaire dans les deux sols, aucune interaction sol-traitement a pu être observée. En conséquence, et pour les sols et les boues testées, on peut conclure que la nature de la source de phosphore

constitue le déterminant principal du comportement de cet élément dans le sol. Sauf pour les fractions soluble et résiduelle, aucune évolution des fractions n'a pu être observée.

Les sources testées ont montré des différences principalement en relation avec les fractions de P du sol ayant été enrichi. Le phosphate et la boue chaulée sont les deux sources qui ont le plus enrichi la fraction la plus mobile. Ce comportement a été observé dans les deux sols, cependant des différences de magnitude sont présentes. Dans le Luvi-rédoxisol, l'augmentation de cette fraction a été significativement plus importante que celle observée dans le Fluvisol. Le phosphate et la boue chaulée sont les traitements qui augmentent le plus la fraction P-Al. Ces sources concentrent plus de 50% de l'augmentation dans les fractions P-soluble et P-Al. La boue urbaine liquide et la boue déshydratée ont moins affecté le P mobile soluble.

Concernant la disponibilité du P, une augmentation de l'absorption a été observé dans le cas du Fluvisol. Dans le cas du Luvi-redoxisol, aucune augmentation significative de l'absorption de P n'a été observée. Cette observation est probablement due à la plus grande disponibilité du P dans ce sol et au fait que le phosphore n'était pas un facteur limitant. Dans le Fluvisol, le phosphate de calcium a permis une meilleure absorption de P par *Cichorium intybus*. En considérant le schéma de fractionnement par mobilité, les différences d'absorption observées présentent des relations avec les fractions P-résine, P-bicarbonate et P-NaOH inorganique. Le P soluble déterminé par spéciation chimique (Chang et Jackson) et les fractions P-résine et P-bicarbonate dans le fractionnement par mobilité (Hedley) constituent des fractions en équilibre rapide avec la solution du sol, et en conséquence facilement disponibles.

Parmi les analyses de routine testées, la méthode Mehlich-3 s'est montrée comme la plus adaptée à la détermination de changements dans la biodisponibilité de phosphore provenant des boues de station d'épuration.

### **6.3 Besoins supplémentaires de recherche**

Le travail, réalisé dans des conditions contrôlées, permet de formuler des hypothèses sur la possibilité d'une meilleure prévision du comportement des boues sur le terrain. En considérant le carbone des boues, par exemple celui de la boue granulée avec un PCPM  $\approx 60\%$  et un  $t_{1/2}$  réduit, on peut noter un comportement de la boue plus proche de celui d'un fertilisant chimique. Au contraire, des boues comme la boue compostée (avec un PCPM inférieur et un  $t_{1/2}$  double de celui de la boue granulée) ont sans doute un rôle prépondérant dans l'amélioration des conditions physiques du sol et qui mérite d'être quantifié. De même, le rôle de la fraction intermédiaire dans la mise à disposition de l'azote pour la culture doit être approfondi.

Également, en ce qui concerne la taille de particule, des études supplémentaires devraient être menées afin de déterminer la taille ou le mélange de tailles optimales pour assurer une mise à disposition plus précise de l'azote dans le temps.

Finalement, la spéciation chimique du phosphore, fournit des paramètres efficaces pour évaluer la mobilité du phosphore. La détermination du rôle environnemental de chaque fraction et la valeur réelle de la méthode Mehlich-3 comme indicateur de l'état du P du sol, constituera à mon avis un outil d'amélioration de la gestion du phosphore.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Akhtar M., McCallister D. L., Eskridge K. M. 2002. Availability and fractionation of phosphorus in sewage sludge amended soils *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 33. 13/14 : 2057 - 2068 .
- Alvarez C.R., Alvarez R., Grigera M.S., Lavado R.S. 1998. Associations between organic matter fractions and the active soil microbial biomass. *Soil Biol. Biochem.* 30 : 767 - 773.
- Alvarez R., Alconada M., Lavado R. 1999. Sewage sludge effects on carbon dioxide production from a desurfaced soil. *Commun. Soil. Sci. Plant. Anal.* 30 : 1861 - 1866.
- Alvarez R., Alvarez C.R., Daniel P.E., Richter V., Blotta L. 1998. Nitrogen distribution in soil density fractions and its relation to nitrogen mineralisation under different tillage systems. *Aust. J. Soil Res.* 36 : 247 - 256 .
- Alvarez R., Diaz R.A., Barbero N., Santanatoglia O.J., Blotta L. 1995. Soil organic carbon, microbial biomass and C-CO<sub>2</sub> production from three tillage systems. *Soil Till. Res.* 33 : 17 - 28.
- Alvarez R., Lavado R.S. 1998. Climate, organic matter and clay content relationship in the Pampa and Chaco soils, Argentina. *Geoderma.* 83 : 127 - 141.
- Alvarez R., Russo M.E., Prystupa P., Scheiner J.D., Blotta L. 1998. Carbon balance under different tillage systems in a mollisol of the Pampas. *Agronomy Journal.* 90 : 138 - 143.
- Amlinger F., Götz B., Dreher P., Geszti J., Weisstiner C. 2003 Nitrogen in biowaste and yard waste compost: dynamics of mobilisation and availability\_a review. *European Journal of Soil Biology.* 39 : 107 - 116.
- Angers D.A., Chenu, C. 1998. Dynamics of soil aggregation and C sequestration. Dans : Lal, R., J.M. Kimble, R.A. Follett et B.A. Stewart. Eds. *Soil processes and the carbon cycle.* CRC Press. Boca Raton. FL. 14 : 199 - 206.
- Archer J., Thompson R. 1993. Solving the nitrate problem: Progress in research and development. MAFF. London.
- Balesdent J. 1996. Un point sur l'évolution des réserves organiques des sols de France. *Etude et Gestion des sols* 3 (4) : 245 - 260.
- Balesdent J., Arrouays D., Chenu C., Feller C. 2005. Stockage et recyclage du carbone. Chap. 10. In « Sols et Environnement », M.C. Girad et al. Eds, Dunod, Paris.
- Balesdent J., Chenu C., Balabane M. 2000. Relationship of soil organic matter dynamics to physical protection and tillage. *Soil and Tillage Research.* 53 : 215 – 220.
- Barrios E., Buresh R.J., Sprent J.I. 1996. Organic matter in soil particle size and

density fractions from maize and legume cropping systems. *Soil Biol. Biochem.* 28 : 185 - 193.

- Barroin G. 2004. Phosphore, azote, carbone...du facteur limitant au facteur de maîtrise. *Le Courrier de l'environnement de l'INRA* 52: 1-25.
- Bidegain RA, Kaemmerer M, Guirese M, Hafidi M, Rey F, Morard P, Revel J. C. 2000. Effects of humic substances from composted or chemically decomposed poplar sawdust on mineral nutrition of ryegrass. *Journal of Agricultural Science*, 134, 259-267.
- Bonde T.A., Lindberg T. 1988. Nitrogen mineralization kinetics in soil during long-term aerobic laboratory incubations. A case study. *J. Environ. Qual.* 17 : 414 - 417.
- Boyle M., Paul E.A. 1989. Carbon and nitrogen mineralization kinetics in soil previously amended with sewage sludge. *Soil Sci. Am. J.* 53 : 99 - 103.
- Bremer E., Janzen H.H., Johnston A.M. 1994. Sensitivity of total, light fraction, and mineralizable organic matter to management practices in a Lethbrige soil. *Can. J. Soil Sci.* 74 : 131 - 138.
- Camargo F. A. O., Gianello C., Tedesco M. J. 2002. Empirical models to predict soil nitrogen mineralization. *Cienc. Rural.* 32. N° 3 : 393 - 399.
- Camargo F. A. O., Gianello C., Tedesco M. J. 2004. Soil Nitrogen Availability Evaluated by Kinetic Mineralization Parameters. *Communications in Soil Science and Plant Analysis.* 35. N° 9 - 10 : 1293 - 1307.
- Cambardella C. 1998. Experimental verification of simulated soil organic matter pools. Dans: Lal L., Kimble J.M., Follett R.A., Stewart B.A.(eds.). *Soil processes and the carbon cycle.* CRC Press, Boca Raton FL. 519 - 526.
- Campbell C.A. 1978. Soil organic carbon, nitrogen and fertility. Dans: Schnitzer M., Khan S.U. (eds.) *Soil organic matter.* Elsevier, Amsterdam. 173 - 271.
- Carter M.R. (ed.) 1993. *Soil Sampling and Methods of Analysis.* Can. Soc. Soil Sci. Ottawa. Ontario. Canada. Lewis Publishers. 507 - 511.
- CEEP. 2003. Rapid hydrolysis of detergent phosphates in sewage. *SCOPE Newsletter.* 49 : 2.
- Chantigny M. H., Rochette P., Angers D. A. 2001. Short-term C and N dynamics in a soil amended with pig slurry and barley straw: a field experiment. *Can. J. Soil Sci.* 81 : 131 - 137.
- Chantigny M.H., Angers D.A., Morvan T., Pomar C. 2004. Dynamics of pig nitrogen in soil and plant determined with <sup>15</sup>N. *Journal of Soil Science.* 68 : 637 - 643.
- Chantigny M.H., Rochette P., Angers D.A., Massé D., Côté D. 2004. Ammonia volatilization and selected soil characteristics following application of anaerobically digested Pig Slurry. *Journal of Soil Science.* 63 : 306 - 312.

- Chistensen B.T. 1992. Physical fractionation of soil and organic matter in primary particle size density separates. *Adv. Soil Sci.* 20 : 1 - 90.
- Christensen B.T. 1988. Effects of animal manure and mineral fertilizer on the total carbon and nitrogen contents of soil size fractions. *Biol. Fertil. Soils.* 5 : 304 - 307.
- Christensen B.T. 1996. Carbon in primary and secondary organomineral complexes, *Advances in Soil Science Structure and Organic Matter Storage in Agricultural Soils.* Carter M.R., Stewart B.A. CRC Lewis Publishers, Boca Raton. 97 - 165.
- Christianson C.B., Carter M.F., Holt L.S. 1988. Mineralization and Nitrification of Ureaform Fertilizers. *Fertilizer Research* 17 : 85 - 95.
- Cross A.F., Schlesinger W.H. 1995. A literature review and evaluation of the Hedley fractionation: Applications to the biogeochemical cycle of soil phosphorus in natural ecosystems. *Geoderma.* 64 : 197 – 214.
- da Silva M.A., Azevedo Nóbrega J.C., Curi N., Siqueira J.O., Marques J.J., Ferreira da Motta P.E. 2003. Frações de fósforo em Latossolos. *Pesq. agropec. bras.* 38-10 : 1197-1207.
- Dalal R.C., 2001. Acidic Soil pH, Aluminium and Iron Affect Organic Carbon Turnover in Soil. *Nee Workshop Proceedings.* 112-115.
- Daverede C., Kravchenko A.N., Hoefl R.G., Nafziger E.D., Bullock D.G., Warren J.J., Gonzini L.C. 2003. Phosphorus Runoff: Effect of tillage and soil phosphorus levels. *J. Environ. Qual.* 32 : 1436 - 1444.
- Eghball B. 2000. Nitrogen Mineralization from Field-Applied Beef Cattle Feedlot Manure or Compost. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 64 : 2024 - 2030.
- Eghball B., Power J.F., Gilley J.E., Doran J.W. 1997. Nutrient, carbon, and mass loss of beef cattle feedlot manure during composting. *J. Environ. Qual.* 26 : 189 - 193.
- Ellert B.H., Bettany J.R. 1988. Comparison of kinetics models for describing net sulphur and nitrogen mineralization potential. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 52 : 1692 - 1702.
- Fardeau J.C., Conesa, A.P. 1994. Le phosphore. Dans: *Bonneau et Souchier, Pédologie vol 2. Constituants et propriétés du sol.* Masson. 557 – 568.
- Fardeau J.C. 1993. Le phosphore assimilable des sols: sa représentation par un modèle fonctionnel à plusieurs compartiments. *Agronomie.* 13: 317-33.
- Fenn L.B., Kissel D.E. 1976. The influence of cation exchange capacity and depth of incorporation on ammonia volatilization from ammonium compounds applied to calcareous soils. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 40 : 394 - 398.
- Ferguson R.B., Kiessel D.E., Koelliker J.K., Basel W. 1984. Ammonia volatilization from surface-applied urea: Effect of hydrogen ion buffering capacity. *Soil. Sci. Soc. Am. J.* 2 : 578 - 585.

- Franzluebbers A.J. 1999. Potential C and N mineralization and microbial biomass from intact and increasingly disturbed soils of varying texture, *Soil Biol. Biochem.*, 31 : 1083 - 1090.
- Gavalda D. 2001. Devenir de éléments traces métalliques dans les Boulbènes (Luvi-rédoxisol) après épandage de boues granulées. Thèse, ENSAT-INP, Toulouse. 258.
- Gavalda D., Scheiner J., Revel J.C., Merlina G., Kaemmerer M., Pinelli E., Guiresse, M. 2005. Agronomic and environmental impacts of a heat-dried sludge single application on Alfisol. *Science of the Total Environment*. 343 : 97 - 109.
- Gervy R. 1970. Les phosphates et l'agriculture. Dunod (ed.) Paris. France. 298.
- Gerzabeck M.H., Haberhauer G., Kirchmann H. 2001. Soil organic matter pools and carbon-13 natural abundance in particle-size fractions of a long-term agricultural field experiment receiving organic amendments. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 65 : 352 – 358.
- Girard M.C., Walter C., Rémy J.C., Berthelin J. Morel J. L. Recyclage de déchets sur les sols : valeur agronomique et impacts environnementaux. Dans *Sols et environnement* Ed: DUNODT. Paris. 2005 11: 262 – 284.
- Golchin A., Oades J.M., Skjemstad J.O., Clarke P. 1994. Soil structure and carbon cycling. *Aust. J.Sci. Res.* 32 : 1043 – 68.
- Guiresse M., Seibane L., Scheiner J.D., Gutiérrez-Boem F.H., Kaemmerer M., Gavalda D., Hafidi M. Revel JC. 2004. Evolution of humic fraction in redoxi-luvisol after application of granular sewage sludge. *Agrochimica*. Vol. XLVIII N° 1-2: 61-72.
- Hafidi M., Sayag D. Andre L. 1990. Détermination rapide du coefficient d'utilisation du phosphore par microculture de ray-grass d'Italie. *Agrochimica* 4, 332-340.
- Hargrove W. L. 1988. Evaluation of ammonia volatilization in the field. *Journal of Production Agriculture*. 1 : 104 - 111.
- Hasselgren K. 1988. Sewage sludge recycling in energy forestry. *Biochem.* 20 : 555.
- Hasselgren K. 1999. Utilization of sewage sludge in short-rotation energy forestry: A pilot study. *Waste Manage. Res* : 17: 251 - 262.
- Haynes R.J. 2005. Labile Organic Matter Fractions as Central Components of the Quality of Agricultural Soils: An Overview *Advances in Agronomy*. 85 : 221 - 268.
- 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. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 46 : 970 - 976.
- Iakimenko O., Otabbong E., Sadovnikova L., Peerson J., Ingvar N., Orlov D., Ammosova Y. 1996. Dynamic transformation of sewage sludge and farmyard manure components. 1. Contents of humic substances and mineralisation of



organic carbon and nitrogen in incubated soils. *Agriculture, Ecosystem and Environment*. 58 : 121 - 126.

- ISSS. 1998. A sound reference base for soils: The "Référentiel Pédologique". Inra (ed.) Paris 324 pp.
- Jayaweera G.R., Mikkelsen D.S. 1990. Ammonia volatilization from flooded soil systems: A computer model. I. Theoretical aspects. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 54 : 1447 - 1455.
- Jensen B., Sørensen P., Thomsen I.K., Jensen E.S., Christensen B.T. 1999. Availability of nitrogen in <sup>15</sup>N-labeled ruminant manure components to successively grown crops. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 63 : 416 – 423.
- Keeney D.R., Follet R.F. 1991. Managing nitrogen for groundwater quality and farm profitability; overview and introduction. Dans: Follet R.F., Keeney D.R., Cruse, R.M. (Eds.). *Managing Nitrogen for Groundwater Quality and Farm Profitability*. ASA. CSSA. SSSA. Madison. WI. 1 - 7.
- Krull E., Baldock J., Skjemstad J. 2001. Soil Texture Effects on Decomposition and Soil Carbon Storage. Nee workshop proceedings (Published by: The Communications Office CRC for Greenhouse Accounting GPO Box 475 Canberra Act. 2601 : 103 - 110.
- Kuo S. 1996. Phosphorus. In D. L. Sparks. (ed.) *Methods of Soil Analysis: Part 3- Chemical Methods*. SSSA. Madison. WI. 869 - 919.
- La Manna L., Gutierrez Boem F.H., Scheiner J.D., Lavado R.S. 2000. Fracciones de fósforo absorbidas por soja: comparación con maíz y girasol. *Actas XVII Congreso Argentino de la Ciencia del Suelo*. Mar del Plata. III : 31.
- Leytem A.B., Sims J.T., Coale F.J. 2004. Determination of Phosphorus Source Coefficients for Organic Phosphorus Sources: Laboratory Studies. *J. Environ. Qual.* 33 : 380 - 388.
- Lord E.I., Mitchell R.D.J. 1998. Effect of nitrogen inputs to cereal on nitrate leaching from sandy soils. *Soil Use and Management*. 14 : 78 – 83.
- Lupton S. 2000. Introduction. Dans : *Que faire des boues ? Une approche socio-économique du Club Environnement & Société*. Paris. 68pp.
- Maguire R.O., Sims J. T. 2002. Soil testing to predict phosphorus leaching. *J. Environ. Qual.* 31 : 1601 - 1609.
- Marschner H. 1995. *Mineral nutrition of higher plants*. 2<sup>nd</sup> ed. London. Academic Press. 889.
- Marstorp H. 1996. Influence of soluble carbohydrates, free amino acids and protein content on the decomposition of *Lolium multiflorum* shoots. *Biol. Fertil. Soils*. 21 : 257 - 263.
- Mathieu C., Pieltain F. 2003. *Analyse chimique des sols : Méthodes choisies*. Lavoisier Ed. Paris. 386.

- Mayumi Tokura A., Furtini Neto A. E., Curi N., Faquin V., Hissao Kurihara C., Alovise A.A. 2002. Formas de fósforo em solo sob plantio direto em razão da profundidade e tempo de cultivo. *Pesq. Agropec. Bras.*, 37; 10: 1467-1476.
- McLauchlan K.K, Hobbie S.E. 2004. Comparison of Labile Soil Organic Matter Fractionation Techniques. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 68 : 1616 - 1625.
- Mehlich A., 1984. Mehlich-3 soil test extractant: a modification of Mehlich-2 extractant. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.* 15 : 1409 - 1416.
- Mengel, K.; E.A. Kirkby. 2000. Nitrogeno. Dans : "Principios de nutricion vegetal. Chapitre 7 :305-338. I.P.I. Editeur. Bern, Suisse.
- Merckx R., den Hartog A., van Veen J.A. 1985. Turnover of root derived material and related microbial biomass formation in soils of different texture. *Soil Biol. Biochem.* 17 : 565 - 569.
- Mizuno I. 1981. Fósforo en suelos argentinos. *Academia Nacional de Agronomía y Veterinaria. Buenos Aires. Argentina.* 30 : 6.
- Morel C., Linères M., Guivarch A., Kvarnström E., Parnaudeau V., Nicolardot B., Morel J.L. 2003. Phytodisponibilité et valeur fertilisante du phosphore de déchets urbains. pp. 35-44. Tercé M. (dir.), *Agriculture et épandage de déchets urbains et agro-industriels. Dossiers de l'environnement de l'INRA. N° 25. Paris.* 154.
- NCS. National Corrosion Service. 2004. Rapport: Corrosion control of agricultural equipment and buildings. *Royaume Uni.* 11.
- Nicolardot B., Parnaudeau V., Géniermont S., Morvan T., Hénault C., Flura D., Robert Ph., Marcovecchio F., Linères M., Morel C. 2003. Disponibilité en azote des effluents urbains, agro-industriels et issus d'élevage. Dans: Tercé M. (dir.), *Agriculture et épandage de déchets urbains et agro-industriels. Les Dossiers de l'environnement de l'INRA N°25. Paris.* 154.
- Oades J.M. 1988. The retention of organic matter in soils, *Biogeochemistry.* 5 : 35 - 70.
- Öhlinger R. 1996. Soil respiration by titration. Dans: Schinner, F., Öhlinger R., Kandeler E., Margesin R. (Eds.) *Methods in soil biology.* Springer. Berlin. 95 - 98.
- Palma R.M., Saubidet, M.I., Rímolo, M., Utsumi J. 1998. Nitrogen losses by volatilization in a corn crop with two tillage systems. *Communications in Soil Science And Plant Analysis.* 29. 19 - 20 : 2865 - 2879.
- Post W.M., Kwon K.C. 2000. Soil Carbon Sequestration and Land-Use Change: Processes and Potential. *Global Change Biology.* 6 : 317 - 328.
- Potter C. Krauter C. 1999. Summary of potential ammonia emissions from natural soils and crop fertilizer uses common to California. Ed. *California Air Resources Board.* 22.
- Puget P., Chenu C., Balesdent J. 2000. Dynamics of soil organic matter associated with particle - size fractions of water-stable aggregates. *European Journal of Soil Science.* 51 : 595 – 605.

- Qian P., Schoenau J.J. 2000. Fractionation of P in soils as influenced by a single addition of liquid swine manure. *Can. J. Soil Sci.* 80 : 561 - 566.
- Ramos C., Kücke M. 1999. Revisión crítica de los métodos de medida de la lixiviación de nitrato en suelos agrícolas. Dans : *Estudios de la Zona No Saturada del Suelo*. Eds. R. Muñoz-Carpena, A. Ritter, C. Tascón. ICIA: Tenerife. ISBN 84-699-1258-5.
- Riffaldi R., Saviozzi A., Lev-Minzi R.. 1996. Carbon mineralization kinetics as influenced by soil properties. *Biol. Fertil. Soil.* 22 : 293 – 298.
- Rimski-Korsakov H., F. H. Gutiérrez Boem, J. D. Scheiner, J. Equiza y R. S. Lavado. 2000. Nitratos residuales en soja. Efecto de dosis y momento de fertilización. *Actas International Soil Conservation Organization (ISCO). 11° Conferencia Internacional*. Buenos Aires, II, 151.
- Robert M. 1996. *Le sol. Interface dans l'environnement, ressource pour le développement*. Masson. Ed. Paris. 244.
- Robert M. 2002. *Rapport sur les ressources en sols du monde N° 96. La séquestration du carbone dans le sol pour une meilleure gestion de terres*. Rapport INRA-FAO Rome. 62.
- Robert M., Chenu C. 1991. Interactions between soil minerals and microorganisms. Dans : *Soil Biochemistry 7*. Bollag, J.M., Stotzky, G. Eds. Marcel Dekker. New York. 307 - 393.
- Rochette P., Chantigny M. H., Angers D. A., Bertrand N., Côté D. 2001. Ammonia volatilization and soil nitrogen dynamics following fall application of pig slurry on canola crop residue. *Can. J. Soil Sci.* 81 : 515 - 523.
- Rodriguez, M.B. Giambiagi, N. 1995. Denitrification in tillage and no tillage pampean soils: Relationships among soil water, available carbon, and nitrate and nitrous oxide production. *Comm. Soil Sci. Plant Anal.*, 26: 3205-3220.
- Rodríguez, M.B. L. Maggi, M. Etchepareborda, M.A. Taboada and R.S. Lavado. 2003. Nitrogen availability for maize from a Rolling Pampa soil after addition of biosolids. *Journal of Plant Nutrition* 26 2: 431-441.
- Rowel D.M., Prescott C.E., Preston C.M. 2001. Decomposition and nitrogen mineralization from biosolids and other organic materials: Relationship with initial chemistry. *J. Environmental Quality*. 30 : 1401 - 1410.
- Rynk R., van de Kamp M., Willson G.B., Singley M.E., Richard T.L., Kolega J.J., Gouin F.R., Laliberty L. Jr., Kay D., Murphy D.W., Hoitink H.A.J., Brinton W.F. 1992. *On farm composting*. Northeast. Reg. Agric. Eng. Serv., Ithaca, NY. Publication N°. 54. 186.
- Sadovnikova L., Otabbong E., Iakimenko O. 1996. Dynamic transformation of sewage sludge and farmyard manure components. 2. Copper, lead and cadmium forms in incubated soils. - *Agriculture, Ecosystems and Environment*. 58 : 127 - 132.

- Scheiner J.D., Fernández C.O., Lavado R.S. 2000. Riesgo ambiental asociado al aumento de la carga animal en pasturas cultivadas en suelos del oeste bonaerense. *Ecología Austral*. 10 : 81 - 87.
- Scheiner J.D., Gutiérrez Boem F.H., Lavado R.S. 2000. Dinámica de la absorción y partición de nutrientes en soja. *YTON*. 69 : 77 - 84.
- Schoenau J.J., Karamanos R.E., 1993. Sodium bicarbonate-extractable P, K and N. M.R. Dans: Carter (ed.) *Soil sampling and methods of analysis*. Canadian Society of Soil Science, Lewis Publishers. 51 - 58.
- Sharpley A. 1999. Agricultural Phosphorus, Water Quality, and Poultry Production: Are They Compatible? *Poultry Science* 78 : 660 - 673.
- Sims J.T. 2000. Soil Test Phosphorus: Mehlich 3. Dans: *Methods of Phosphorus Analysis for Soils, Sediments, Residuals, and Waters*. Gary M. Pierzynski, Editor. Southern Cooperative Series Bulletin. 396. Kansas State University EEUU. 17 - 19.
- Six J., Conant R.T. Paul E.A., Paustian K. 2002. Stabilization mechanisms of soil organic matter: Implications for C-saturation of soils *J Plant and Soil*. 241 : 155 - 176.
- Soil Taxonomy, A Basic System of Soil Classification for Making and Interpreting Soil Surveys. By Soil Survey Staff United States Department of Agriculture Natural Resources Conservation Service. 1999. *Agriculture Handbook*. 436. Second Edition. 871.
- Sommer S.G., Hutchings N.J. 2001. Ammonia emission from field applied manure and its reduction. *European Journal of Agronomy* 15: 1–15
- Stanford G., Smith S.J. 1972. Nitrogen mineralization potentials of soils. *Soil Sci. Soc. Am. Proc.* 36 : 465 - 472.
- Stone K.C., Hunt P.G., Johnson M.H., Matheny T.A. 1998. Nitrate-N distribution and trends in shallow groundwater an eastern coastal plains watershed. *Transactions of the ASAE*. 41 (1) : 59 - 64.
- Taboada M.A., F.G. Micucci D.J., Cosentino R.S. Lavado. 1998. Comparison of compaction induced by conventional and zero tillage in two soils of the Rolling Pampa of Argentina. *Soil and Tillage Research*. 49 : 57 - 63.
- Thornley J.H.M., Cannell M.G.R. 1992. Nitrogen relations in a forest plantation -soil organic matter ecosystem model. *Annals of Botany*. 70 : 137 - 151.
- Thuriès L., Larré-Larrouy M.C., Pansu M. 2000. Evaluation of Three Incubation Designs for Mineralization Kinetics of Organic Materials in Soil. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*. 31 : (3 - 4). 289 - 304.
- Tiessen H., Moir J.O. 1993a. Characterization of available P by sequential extraction. Dans: M.R. Carter (ed.) *Soil sampling and methods of analysis*. Canadian Society of Soil Science, Lewis Publishers. 75 - 86.
- Tiessen H., Moir J.O. 1993b. Total and Organic Carbon. Dans : M.R. Carter (ed.)

Soil sampling and methods of analysis. Canadian Society of Soil Science, Lewis. 187 - 199.

- Tiessen H., Stewart J.W.B., Cole C.V. 1984. Pathways of phosphorus transformations in soils of differing pedogenesis. Soil Science Society of America. 48 : 853 - 858.
- Tisdale S.L., Nelson W.L. 1975. Soil Fertility and Fertilizers. Macmillan Publishing Co. Inc. New York. U.S.A. 694 p.
- Tisdall J.M., Oades J.M. 1982. Organic matter and water stable aggregates in soils. J. Soil Sci. 33 : 141 - 163.
- Torri S., Alvarez R., Lavado R. 2003. Mineralization of Carbon from Sewage Sludge in Three Soils of the Argentine Pampas Published dans Communications in Soil Science and Plant Analysis. 34 : 13 – 14.
- Vanden Bossche H. 1999. Devenir du phosphore apporte sur les sols et risques de contamination des eaux de surface. Cas des boues de stations d'epuration. Thèse. Universite de Rennes 1. 321 pp.
- van Tilborg W.J.M 2004. Non-Ferrous Metals Balances in Agricultural Soils. Report No 0303. van Tilborg Business Consultancy BV. Pays Bas. 50.
- van Veen J.A., Kuikman P.J. 1990. Soil structural aspects of decomposition of organic matter by microorganisms, Biogeochemistry. 11 : 213 - 233.
- Wander, M.M. 2004. Soil organic matter fractions and their relevance to soil function. In: Advances in Agroecology. Magdoff, F., Weil R. (eds). CRC. 67 – 102.
- Young R.D., Westfall D.G., Colliver G.W. 1985. Production, marketing and use of phosphorus fertilizers. Dans : O.P. Engelstad (Ed.) Fertilizer technology and use, 3rd edition. Publié par la Soil Sci. Soc. Am., Inc. Madison Wisconsin. U.S.A. 323 – 376.
- Zhang H., Kovar J.L. 2000. Phosphorus Fractionation. Dans: Methods of Phosphorus Analysis for Soils, Sediments, Residuals, and Waters. G.M. Pierzynski (ed). Southern Cooperative Series Bulletin 396 : 50 – 59.
- Zhang T.Q., MacKenzie A.F. 1997. Changes of phosphorous fractions under continuous corn production in a temperate clay soil. Plant and Soil. 192 : 133 – 139.
- Zubillaga M.S., Zubillaga M.M., Urricariet S., Lavado R.S. 2002. Effect of nitrogen sources on ammonia volatilization, grain yield and soil nitrogen losses in no-till wheat in an Argentine soil. Agrochimica, 46 (3-4) : 100 – 107.

## CHAPITRE 7 : ANNEXES

## 7.1 Composition élémentaire (%).

	C	O	N	H	S	Cendres	C/N
B. Chaulée	23,910	27,285	3,797	4,368	0,040	40,600	6,297
B. Liquide	29,466	26,163	5,874	5,202	0,398	32,897	5,016
B. Porcine	15,327	27,468	6,064	2,862	0,281	47,998	2,528
B. Granulée	46,070	29,129	4,952	6,952	0,216	12,681	9,304
B. Compostée	40,449	34,860	4,039	5,252	0,118	15,284	10,016

## 7.2 Suivi de la minéralisation du Carbone des boues. Mesure de CO<sub>2</sub> dégagée (mg.pot<sup>-1</sup>)

Sol	Traitement	Rép	T						
			T = 3	T = 9	T = 16	T = 22	T = 29	T = 54	T = 82
Fluvisol	Témoin	1	0,60	0,81	1,50	1,26	1,05	2,64	0,95
Fluvisol	Témoin	2	2,03	0,66	1,05	1,26		3,45	0,88
Fluvisol	Témoin	3	1,95	0,96	1,35	0,96	1,50	2,94	0,89
Fluvisol	Témoin	4	1,50	0,21	0,90	1,11	1,13	2,49	1,12
Fluvisol	Chaulée	1	2,85	5,01	3,00	2,01	1,35	3,24	0,88
Fluvisol	Chaulée	2	4,65	4,41	0,75	1,86		4,88	1,11
Fluvisol	Chaulée	3	3,45	4,71	3,30	2,16	2,40	4,29	1,50
Fluvisol	Chaulée	4	4,50	4,56	2,85	2,31	1,95	3,69	1,42
Fluvisol	Liquide	1	6,45	2,76	2,70	1,41	1,20	2,94	0,88
Fluvisol	Liquide	2	6,15	3,36	2,10	2,16		5,40	1,26
Fluvisol	Liquide	3	6,00	1,71	1,65	0,96	1,28	2,19	0,74
Fluvisol	Liquide	4	4,80	1,86	1,65	2,16	1,28	2,19	0,82
Fluvisol	Porcine	1	6,30	2,61	2,85	1,71	1,35	4,14	1,34
Fluvisol	Porcine	2	6,83	2,16	2,10	1,41		4,73	1,26
Fluvisol	Porcine	3	7,05	2,31	2,40	1,86	2,10	4,14	1,42
Fluvisol	Porcine	4	7,20	1,86	2,40	2,01	1,20	3,47	1,27
Fluvisol	Granulée	1	7,28	4,41	2,70	1,86	1,05	3,54	1,11
Fluvisol	Granulée	2	7,95	5,46	2,85	1,71		4,43	1,11
Fluvisol	Granulée	3	8,25	4,86	3,00	2,61	2,48	4,44	1,80
Fluvisol	Granulée	4	8,55	6,66	2,55	2,01	2,33	3,17	0,97
Fluvisol	Compostée	1	5,25	4,11	3,45	1,86	1,50	4,29	1,57
Fluvisol	Compostée	2	5,55	3,81	2,85	2,31		5,85	1,57
Fluvisol	Compostée	3	6,00	4,56	3,15	2,01	2,10	3,92	1,57
Fluvisol	Compostée	4	5,25	4,41	3,90	1,26	2,03	3,77	1,27
Fluvisol	Glucose	1	5,55	9,81	5,55	3,51	3,15	5,27	2,42
Fluvisol	Glucose	2	7,95	8,31	3,30	2,16		6,83	1,57
Fluvisol	Glucose	3	9,00	10,41	3,45	2,46	2,93	6,69	1,73
Fluvisol	Glucose	4	10,95	7,71	3,45	2,16	3,15	5,79	2,26
Luvi-rédoxisol	Témoin	1	1,50	0,21	1,50	0,66	0,53	2,19	0,72
Luvi-rédoxisol	Témoin	2	1,95	0,66	2,25	0,96		2,85	0,95
Luvi-rédoxisol	Témoin	3	2,03	0,36	0,75	1,41	0,98	2,42	0,74
Luvi-rédoxisol	Témoin	4	1,50	0,36	0,90	1,26	1,05	2,19	0,89
Luvi-rédoxisol	Chaulée	1	3,30	4,11	3,00	2,46	1,05	2,34	0,65
Luvi-rédoxisol	Chaulée	2	3,60	3,81	2,85	1,86		4,43	0,95
Luvi-rédoxisol	Chaulée	3	3,00	4,64	3,30	1,71	1,65	3,32	0,97
Luvi-rédoxisol	Chaulée	4	4,35	3,81	2,55	2,31	1,80	3,24	1,20
Luvi-rédoxisol	Liquide	1	6,08	2,16	2,85	1,41	1,28	4,59	1,42
Luvi-rédoxisol	Liquide	2	6,15	2,16	2,40	2,01		4,95	1,50
Luvi-rédoxisol	Liquide	3	6,00	1,11	1,80	1,41	1,50	2,79	0,97
Luvi-rédoxisol	Liquide	4	5,25	0,66	1,20	1,26		2,42	0,74
Luvi-rédoxisol	Porcine	1	6,75	2,31	3,15	2,01	1,35	4,52	1,57
Luvi-rédoxisol	Porcine	2	6,90	2,16	2,55	2,16		5,10	1,50
Luvi-rédoxisol	Porcine	3	6,75	2,69	2,70	2,01		5,42	1,88
Luvi-rédoxisol	Porcine	4	3,75	1,71	2,25	1,56	1,95	3,77	1,20
Luvi-rédoxisol	Granulée	1	7,80	4,86	3,15	1,86	1,28	3,54	1,19
Luvi-rédoxisol	Granulée	2	9,15	5,69	3,30	2,16		5,18	1,19
Luvi-rédoxisol	Granulée	3	8,10	5,91	3,15	2,16	1,88	3,62	1,20
Luvi-rédoxisol	Granulée	4	8,40	5,46	3,60	2,16	2,03	4,14	1,20
Luvi-rédoxisol	Compostée	1	5,25	3,66	4,05	2,16	1,43	4,44	1,53



Sol	Traitement	Rép							
			T = 3	T = 9	T = 16	T = 22	T = 29	T = 54	T = 82
Luvi-rédoxisol	Compostée	2	5,25	3,96	3,45	2,91		6,53	1,57
Luvi-rédoxisol	Compostée	3	5,25	4,11	3,15	2,01	2,33	4,52	1,50
Luvi-rédoxisol	Compostée	4	4,05	2,46	2,85	1,86	1,80	3,92	1,65
Luvi-rédoxisol	Glucose	1	11,10	7,26	3,00	2,01	1,80	0,00	1,57
Luvi-rédoxisol	Glucose	2	11,55	5,01	2,55	1,56		5,70	1,42
Luvi-rédoxisol	Glucose	3	10,35	11,46	2,70	1,71	2,33	5,19	1,57
Luvi-rédoxisol	Glucose	4	13,05	6,96	2,55	2,31	2,63	4,44	1,35

### **7.3 Évaluation de la influence de la taille de particule sur la minéralisation du carbone des boues. Mesure de CO<sub>2</sub> dégagée (mg.pot<sup>1</sup>)**

Traitement	Répétition	T = 3	T = 10	T = 18	T = 24	T = 49	T = 77
Broyée	1	10,05	5,25	2,76	1,05	3,77	0,88
Broyée	2	9,60	5,25	2,61	1,05	3,69	0,88
Broyée	3	10,05	5,10	2,46	1,95	3,77	0,88
Entier	1	4,50	3,00	6,21	2,85	5,79	1,50
Entier	2	3,60	2,40	5,91	2,93	5,49	1,19
Entier	3	4,35	3,45	5,91	2,70	5,42	1,19

## 7.4 Fractionnement densimétrique du carbone. (mg de C. g sol<sup>-1</sup>)

Sol	Traitement	Rep.	T = 0			T = 15			T = 60		
			A	B	C	A	B	C	A	B	C
Fluvisol	Témoin	1	0,08	1,06	6,45	0,17	1,25	8,96	0,03	0,78	7,56
Fluvisol	Témoin	2	0,17	1,44	8,64	0,06	0,97	8,92	0,02	0,72	7,48
Fluvisol	Témoin	3	0,20	1,09	8,48	0,02	1,19	9,01	0,09	0,96	7,35
Fluvisol	Chaulée	1	0,18	2,38	10,18	0,20	1,59	10,54	0,00	1,28	8,98
Fluvisol	Chaulée	2	0,11	3,00	13,44	0,00	1,68	11,39	0,23	2,78	9,84
Fluvisol	Chaulée	3	0,10	2,34	12,93	0,08	1,81	11,21	0,06	1,17	11,80
Fluvisol	Urbaine	1	0,18	2,93	8,43	0,17	2,43	9,78	0,00	2,75	7,86
Fluvisol	Urbaine	2	0,11	2,81	11,11	0,19	2,84	9,85	0,08	2,65	8,30
Fluvisol	Urbaine	3	0,05	3,40	9,37	0,14	2,59	10,12	0,00	2,73	8,54
Fluvisol	Porcine	1	0,28	2,36	12,95	0,17	3,12	9,27	0,00	1,28	8,71
Fluvisol	Porcine	2	0,26	2,27	9,12	0,00	3,83	8,00	0,21	1,70	9,39
Fluvisol	Porcine	3	0,21	3,07	9,80	0,02	2,36	10,21	0,05	1,86	7,82
Fluvisol	Granulée	1	0,37	2,80	11,70	0,36	3,18	7,82	1,22	2,09	7,11
Fluvisol	Granulée	2	0,98	2,43	11,36	0,31	2,53	8,18	0,64	1,72	9,75
Fluvisol	Granulée	3	0,39	2,22	11,95	0,33	2,56	10,74	0,36	1,74	11,09
Fluvisol	Compostée	1	1,58	5,23	7,55	2,17	3,30	8,58	3,42	3,37	8,70
Fluvisol	Compostée	2	2,80	4,48	8,63	2,16	3,42	8,56	0,69	2,44	10,90
Fluvisol	Compostée	3	3,24	3,98	8,45	2,24	3,41	8,68	1,92	2,19	9,81
Luvi-Redoxisol	Témoin	1	0,08	0,79	3,87	0,02	0,78	5,72	0,00	1,84	6,53
Luvi-Redoxisol	Témoin	2	0,02	1,12	4,46	0,00	0,97	4,89	0,11	1,72	2,29
Luvi-Redoxisol	Témoin	3	0,05	0,62	3,78	0,02	0,81	5,17	0,06	1,95	3,05
Luvi-Redoxisol	Chaulée	1	0,13	2,80	5,43	0,02	2,37	7,74	0,03	1,53	8,70
Luvi-Redoxisol	Chaulée	2	0,05	3,18	7,03	0,03	1,90	8,80	0,05	2,06	4,05
Luvi-Redoxisol	Chaulée	3	0,08	3,00	6,95	0,05	2,15	6,09	0,03	2,07	7,11
Luvi-Redoxisol	Urbaine	1	0,03	2,48	5,06	0,11	2,50	6,15	0,03	2,37	8,21
Luvi-Redoxisol	Urbaine	2	0,48	2,09	8,77	0,00	3,28	7,25	0,11	2,15	3,99
Luvi-Redoxisol	Urbaine	3	0,30	2,31	7,04	0,02	2,90	6,05	0,12	2,52	3,65
Luvi-Redoxisol	Porcine	1	0,16	2,16	9,94	0,02	1,75	5,15	0,05	3,26	7,21
Luvi-Redoxisol	Porcine	2	0,83	1,70	7,82	0,09	2,60	3,49	0,07	3,45	2,91
Luvi-Redoxisol	Porcine	3	0,45	1,61	5,16	0,12	1,80	2,14	2,86	2,32	3,37
Luvi-Redoxisol	Granulée	1	0,92	4,22	3,76	1,11	2,18	5,95	0,62	1,84	7,95
Luvi-Redoxisol	Granulée	2	1,98	3,00	6,81	0,75	2,68	6,02	1,11	1,84	1,83
Luvi-Redoxisol	Granulée	3	0,61	3,12	6,49	0,98	2,18	4,74	1,89	1,89	2,72
Luvi-Redoxisol	Compostée	1	2,11	3,21	5,01	2,61	2,32	5,76	0,58	1,92	6,63
Luvi-Redoxisol	Compostée	2	0,99	2,38	6,55	1,27	2,01	7,85	2,43	1,72	5,73
Luvi-Redoxisol	Compostée	3	1,86	1,98	7,55	3,18	2,64	6,53	0,06	1,95	5,22

**A = Fraction Légère; B = Fraction Intermediaire; C = Fraction Lourde**

**7.5 Évaluation de la influence de la taille de particule.  
Fractionnement densimétrique du carbone. mg de C. g sol<sup>1</sup>**

Traitement	T	Répétition	Légère	Intermed.	Lourde
Broyée	0	1	0,924	4,224	3,762
Broyée	0	2	1,981	2,995	6,811
Broyée	0	3	0,61	3,120	6,492
Entier	0	1	3,142	3,379	5,554
Entier	0	2	0,858	2,371	3,339
Entier	0	3	1,763	2,995	2,809
Broyée	15	1	1,108	2,184	5,949
Broyée	15	2	0,749	2,683	6,023
Broyée	15	3	0,983	2,184	4,736
Entier	15	1	3,354	1,248	7,925
Entier	15	2	3,744	0,874	2,406
Entier	15	3	3,822	1,747	3,008
Broyée	60	1	0,624	1,841	7,953
Broyée	60	2	1,108	1,841	1,826
Broyée	60	3	1,890	1,890	2,718
Entier	60	1	1,872	1,529	6,530
Entier	60	2	0,920	1,498	2,125
Entier	60	3	0,510	1,17	3,853

## 7.6 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> et NH<sub>4</sub><sup>+</sup> libéré au long de l'incubation (mg.pot<sup>1</sup>).

Sol	Traitement	Rép.	Nitrates				Ammonium			
			T = 0	T = 7	T = 15	T = 30	T = 0	T = 7	T = 15	T = 30
F	Témoin	1	0,06	0,60	0,91	1,05	0,19	0,18	0,34	0,20
F	Témoin	2	0,07	0,65	0,91	1,03	0,19	0,18	0,23	0,27
F	Témoin	3	0,09	0,62	0,88	0,97	0,19	0,19	0,25	0,37
F	Chaulée	1	0,07	1,11	1,29	2,04	0,34	0,26	0,27	0,19
F	Chaulée	2	0,06	0,97	1,36	1,96	0,29	0,21	0,53	0,26
F	Chaulée	3	0,06	0,94	1,69	1,17	0,29	0,25	0,22	0,25
F	Liquide	1	0,06	1,66	2,64	2,80	1,50	0,97	0,27	0,22
F	Liquide	2	0,06	1,72	2,73	3,04	1,50	1,15	0,29	0,25
F	Liquide	3	0,06	1,77	2,59	3,01	1,50	0,95	0,33	0,34
F	Porcine	1	0,06	1,67	2,47	2,89	1,20	0,21	0,35	0,23
F	Porcine	2	0,06	1,75	2,23	2,73	1,10	0,31	0,37	0,23
F	Porcine	3	0,06	1,58	2,15	2,50	1,10	0,17	0,22	
F	Granulée	1	0,06	0,44	0,99	1,23	0,39	0,43	0,18	0,24
F	Granulée	2	0,06	0,38	0,96	1,41	0,44	0,55	0,35	0,27
F	Granulée	3	0,06	0,44	1,03	1,32	0,39	0,53	0,33	0,24
F	Compostée	1	0,07	1,86	2,44	2,74	1,74	0,94	0,37	0,23
F	Compostée	2	0,07	1,49	2,65	2,98	1,74	1,54	0,30	0,30
F	Compostée	3	0,07	1,50	2,66	2,87	1,74	1,50	0,37	0,22
F	Urée	1	0,31	2,26	4,34	4,71	0,29	1,53	0,36	0,73
F	Urée	2	0,06	2,11	4,89	4,78	0,29	3,09	0,38	0,28
F	Urée	3	0,06	1,87	4,27	4,23	0,29	3,46	0,22	0,18
LR	Témoin	1	0,01	0,19	1,35	0,46	0,19	0,25	0,22	0,23
LR	Témoin	2	0,01	0,24	0,34	0,39	0,19	0,21	0,25	0,32
LR	Témoin	3	0,01	0,27	0,32	0,40	0,19	0,21	0,26	0,27
LR	Chaulée	1	0,03	0,81	1,20	1,33	0,29	0,56	0,26	0,33
LR	Chaulée	2	0,02	0,71	1,02	1,55	0,29	0,36	0,28	0,25
LR	Chaulée	3	0,01	0,54	1,06	1,19	0,29	0,41	0,25	0,33
LR	Liquide	1	0,01	1,34	1,64	0,98	1,74	1,20	1,26	0,46
LR	Liquide	2	0,01	1,43	1,32	1,11	1,64	1,37	0,83	0,42
LR	Liquide	3		1,27	1,34	1,19		1,67	0,96	0,61
LR	Porcine	1	0,01		1,84	1,93	1,30	0,37	0,38	0,28
LR	Porcine	2	0,01	1,79	1,83	2,29	1,30	0,26	0,31	0,09
LR	Porcine	3	0,01	1,68	1,76	2,17	0,10	0,28	0,34	0,26
LR	Granulée	1	0,01	0,29	0,45	1,03	0,44	0,51	0,35	0,21
LR	Granulée	2	0,01	0,36	0,18	0,34	0,49	0,59	0,34	0,33
LR	Granulée	3	0,03	0,23	0,55	0,31	0,49	0,52	0,32	0,24
LR	Compostée	1	0,02	1,27	0,83	1,00	1,84	1,76	0,95	0,45
LR	Compostée	2	0,02	1,41	1,16	0,58	1,94	2,06	0,82	0,21
LR	Compostée	3	0,02	1,25	1,18	0,60	1,89	1,97	0,78	0,29
LR	Urée	1	0,01	2,01	1,98	2,17	0,49	2,85	2,44	3,01
LR	Urée	2	0,01	1,96	2,14	1,27	0,49	2,49	2,67	3,05
LR	Urée	3	0,01	2,25	2,71	1,15	0,54	3,28	3,84	1,73

F = Sol Fluvisol; LR = Sol Luvi-rédoxisol

## 7.7 Volatilisation (cumulé) de l'azote (mg.pot<sup>1</sup>).

Sol	Traitement	Rep.	T = 7	T = 15	T = 30
Fluvisol	Témoin	1	0,010	0,010	0,010
Fluvisol	Témoin	2	0,006	0,006	0,006
Fluvisol	Témoin	3	0,010	0,010	0,010
Fluvisol	Chaulée	1	0,180	0,180	0,180
Fluvisol	Chaulée	2	0,029	0,029	
Fluvisol	Chaulée	3	0,042	0,042	0,042
Fluvisol	Urbaine	1	0,583	0,583	0,583
Fluvisol	Urbaine	2	0,121	0,121	
Fluvisol	Urbaine	3	0,099	0,099	0,099
Fluvisol	Porcine	1	0,040	0,040	0,040
Fluvisol	Porcine	2			
Fluvisol	Porcine	3	0,023	0,023	0,023
Fluvisol	Granulée	1	0,041	0,041	0,041
Fluvisol	Granulée	2	0,022	0,022	
Fluvisol	Granulée	3	0,057	0,057	0,057
Fluvisol	Compostée	1	0,283	0,283	0,283
Fluvisol	Compostée	2	0,024	0,024	0,024
Fluvisol	Compostée	3	0,020	0,020	0,020
Fluvisol	Urée	1	0,310	0,310	0,310
Fluvisol	Urée	2	0,213		
Fluvisol	Urée	3	0,244	0,244	0,244
Luvi-rédoxisol	Témoin	1	0,006	0,006	0,006
Luvi-rédoxisol	Témoin	2	0,006	0,006	0,006
Luvi-rédoxisol	Témoin	3	0,007	0,007	0,007
Luvi-rédoxisol	Chaulée	1	0,702	0,702	0,702
Luvi-rédoxisol	Chaulée	2	0,293	0,293	0,293
Luvi-rédoxisol	Chaulée	3	0,501	0,501	0,501
Luvi-rédoxisol	Urbaine	1	0,515	0,515	0,515
Luvi-rédoxisol	Urbaine	2	0,272	0,272	0,272
Luvi-rédoxisol	Urbaine	3	0,402	0,402	0,402
Luvi-rédoxisol	Porcine	1	0,833	0,833	0,833
Luvi-rédoxisol	Porcine	2	0,044	0,044	0,044
Luvi-rédoxisol	Porcine	3	0,046	0,046	0,046
Luvi-rédoxisol	Granulée	1	0,085	0,085	0,085
Luvi-rédoxisol	Granulée	2	0,028	0,028	0,028
Luvi-rédoxisol	Granulée	3	0,081	0,081	0,081
Luvi-rédoxisol	Compostée	1	0,274	0,274	0,274
Luvi-rédoxisol	Compostée	2	0,029	0,029	0,029
Luvi-rédoxisol	Compostée	3	0,219	0,219	0,219
Luvi-rédoxisol	Urée	1	1,166	1,166	1,166
Luvi-rédoxisol	Urée	2	0,244	0,244	0,244
Luvi-rédoxisol	Urée	3	0,915	0,915	0,915

## 7.8 P disponible (méthodes de routine, mg P.kg sol<sup>1</sup>)

Sol	Traitement	Rép.	T	Olsen	Bray	Mehlich
Fluvisol	Témoin	1	0	25,55	12,67	40,54
Fluvisol	Témoin	1	7	24,71	9,43	40,54
Fluvisol	Témoin	1	30	23,87	12,67	40,54
Fluvisol	Témoin	1	180	25,55	10,36	42,68
Fluvisol	Témoin	2	0	25,20	10,71	47,79
Fluvisol	Témoin	2	7	23,17	14,93	45,33
Fluvisol	Témoin	2	30	23,98	5,87	46,56
Fluvisol	Témoin	2	180	24,79	12,82	46,56
Fluvisol	Témoin	3	0	24,07	5,51	36,49
Fluvisol	Témoin	3	7	22,46	8,55	36,49
Fluvisol	Témoin	3	30	22,46	6,73	37,36
Fluvisol	Témoin	3	180	21,65	12,79	38,24
Fluvisol	Chaulée	1	0	36,47	12,67	81,07
Fluvisol	Chaulée	1	7	32,27	12,67	81,07
Fluvisol	Chaulée	1	30	29,75	8,05	74,67
Fluvisol	Chaulée	1	180	29,75	17,29	85,34
Fluvisol	Chaulée	2	0	30,49	11,01	92,07
Fluvisol	Chaulée	2	7	29,68	7,08	93,30
Fluvisol	Chaulée	2	30	28,05	13,12	87,15
Fluvisol	Chaulée	2	180	28,86	13,73	88,38
Fluvisol	Chaulée	3	0	32,15	14,00	73,36
Fluvisol	Chaulée	3	7	30,54	9,76	72,48
Fluvisol	Chaulée	3	30	25,69	6,73	74,24
Fluvisol	Chaulée	3	180	28,11	8,55	73,36
Fluvisol	Liquide	1	0	34,79	14,05	69,34
Fluvisol	Liquide	1	7	27,23	10,82	51,21
Fluvisol	Liquide	1	30	31,43	14,05	51,21
Fluvisol	Liquide	1	180	32,27	13,59	51,21
Fluvisol	Liquide	2	0	38,63	14,33	66,24
Fluvisol	Liquide	2	7	31,31	10,10	52,71
Fluvisol	Liquide	2	30	28,86	15,54	55,17
Fluvisol	Liquide	2	180	32,93	5,87	62,55
Fluvisol	Liquide	3	0			48,78
Fluvisol	Liquide	3	7	33,77	10,97	47,02
Fluvisol	Liquide	3	30	28,92	11,58	38,24
Fluvisol	Liquide	3	180	32,15	14,00	50,53
Fluvisol	Porcine	1	0	31,43	21,45	55,47
Fluvisol	Porcine	1	7	29,75	20,06	55,47
Fluvisol	Porcine	1	30	26,39	20,06	51,21
Fluvisol	Porcine	1	180	33,11	19,60	59,74
Fluvisol	Porcine	2	0	34,16	14,57	74,85
Fluvisol	Porcine	2	7	31,31	13,73	60,09
Fluvisol	Porcine	2	30	28,05	16,14	56,40
Fluvisol	Porcine	2	180	32,93	22,79	67,47
Fluvisol	Porcine	3	0	35,38	6,73	54,92
Fluvisol	Porcine	3	7	35,38	10,36	49,66
Fluvisol	Porcine	3	30	28,92	12,79	48,78

Sol	Traitement	Rép.	T	Olsen	Bray	Mehlich
Fluvisol	Porcine	3	180	32,15	10,97	59,31
Fluvisol	Granulée	1	0	33,53	14,52	51,21
Fluvisol	Granulée	1	7	31,01	14,05	55,47
Fluvisol	Granulée	1	30	30,59	19,60	55,47
Fluvisol	Granulée	1	180	32,69	19,60	55,47
Fluvisol	Granulée	2	0	29,68	10,71	58,86
Fluvisol	Granulée	2	7	34,56	10,71	62,55
Fluvisol	Granulée	2	30	33,75	11,91	62,55
Fluvisol	Granulée	2	180	34,16	10,10	62,55
Fluvisol	Granulée	3	0	32,96	6,73	47,90
Fluvisol	Granulée	3	7	34,17	15,82	48,78
Fluvisol	Granulée	3	30	35,78		49,15
Fluvisol	Granulée	3	180	38,62	15,82	48,78
Fluvisol	Composté	1	0	42,35	15,44	76,80
Fluvisol	Composté	1	7	34,79	17,75	69,34
Fluvisol	Composté	1	30	33,95	22,37	66,14
Fluvisol	Composté	1	180	34,79	18,67	72,54
Fluvisol	Composté	2	0	46,77	14,93	61,32
Fluvisol	Composté	2	7	26,42	15,54	84,69
Fluvisol	Composté	2	30	37,00	19,77	50,25
Fluvisol	Composté	2	180	37,82	22,18	67,47
Fluvisol	Composté	3	0	41,44	6,12	60,19
Fluvisol	Composté	3	7	32,56	19,46	55,80
Fluvisol	Composté	3	30	39,46		60,35
Fluvisol	Composté	3	180	32,56	18,25	53,17
Fluvisol	Phosphate	1	0	42,35	16,36	87,47
Fluvisol	Phosphate	1	7	49,07	24,68	93,87
Fluvisol	Phosphate	1	30	46,55	36,23	72,54
Fluvisol	Phosphate	1	180	53,27	39,46	93,87
Fluvisol	Phosphate	2	0	38,63	8,29	78,10
Fluvisol	Phosphate	2	7	56,54	29,43	84,64
Fluvisol	Phosphate	2	30	28,86	10,10	38,87
Fluvisol	Phosphate	2	180	48,81	25,20	72,68
Fluvisol	Phosphate	3	0	44,27	14,61	84,60
Fluvisol	Phosphate	3	7	51,14	21,28	83,90
Fluvisol	Phosphate	3	30	56,00		80,00
Fluvisol	Phosphate	3	180	49,52	30,99	71,61
Luvi-rédoxisol	Témoin	1	0	29,13	65,74	96,35
Luvi-rédoxisol	Témoin	1	7	26,01	67,25	96,35
Luvi-rédoxisol	Témoin	1	30	26,01	68,77	89,12
Luvi-rédoxisol	Témoin	1	180	26,01	68,77	100,69
Luvi-rédoxisol	Témoin	2	0	21,48	64,22	92,92
Luvi-rédoxisol	Témoin	2	7	21,48	68,77	97,15
Luvi-rédoxisol	Témoin	2	30	22,26	67,25	97,15
Luvi-rédoxisol	Témoin	2	180	22,26	67,25	96,09
Luvi-rédoxisol	Témoin	3	0	21,35	67,27	86,72
Luvi-rédoxisol	Témoin	3	7	20,56	65,08	91,52
Luvi-rédoxisol	Témoin	3	30	19,78	57,77	85,52
Luvi-rédoxisol	Témoin	3	180	22,91	65,08	95,11



Sol	Traitement	Rép.	T	Olsen	Bray	Mehlich
Luvi-rédoxisol	Chaulée	1	0	33,03	105,86	139,73
Luvi-rédoxisol	Chaulée	1	7	36,93	106,62	142,62
Luvi-rédoxisol	Chaulée	1	30	29,13	103,59	142,62
Luvi-rédoxisol	Chaulée	1	180	34,59	110,40	157,08
Luvi-rédoxisol	Chaulée	2	0	32,43	105,10	134,73
Luvi-rédoxisol	Chaulée	2	7	33,99	107,37	145,84
Luvi-rédoxisol	Chaulée	2	30	33,99	115,70	151,14
Luvi-rédoxisol	Chaulée	2	180	33,21	114,19	143,73
Luvi-rédoxisol	Chaulée	3	0	30,74	91,40	131,08
Luvi-rédoxisol	Chaulée	3	7	29,96	97,25	143,07
Luvi-rédoxisol	Chaulée	3	30	30,74	104,56	149,07
Luvi-rédoxisol	Chaulée	3	180	25,26	97,25	137,08
Luvi-rédoxisol	Liquide	1	0	33,81	81,63	122,38
Luvi-rédoxisol	Liquide	1	7	31,47	73,31	
Luvi-rédoxisol	Liquide	1	30	35,37	79,36	159,97
Luvi-rédoxisol	Liquide	1	180	33,03	76,34	122,38
Luvi-rédoxisol	Liquide	2	0	33,21	91,48	120,44
Luvi-rédoxisol	Liquide	2	7	30,86	86,93	116,21
Luvi-rédoxisol	Liquide	2	30	30,86	82,39	107,74
Luvi-rédoxisol	Liquide	2	180	35,55	99,05	147,96
Luvi-rédoxisol	Liquide	3	0	29,96	88,47	116,69
Luvi-rédoxisol	Liquide	3	7	27,22	89,20	115,50
Luvi-rédoxisol	Liquide	3	30	27,22	81,16	116,69
Luvi-rédoxisol	Liquide	3	180	26,04	92,86	121,49
Luvi-rédoxisol	Porcine	1	0	40,05	92,99	132,50
Luvi-rédoxisol	Porcine	1	7	34,59	85,42	128,16
Luvi-rédoxisol	Porcine	1	30	29,91	85,42	113,70
Luvi-rédoxisol	Porcine	1	180	36,93	91,48	168,65
Luvi-rédoxisol	Porcine	2	0	40,25	100,56	122,56
Luvi-rédoxisol	Porcine	2	7	33,99	86,93	126,79
Luvi-rédoxisol	Porcine	2	30	29,30	85,42	114,09
Luvi-rédoxisol	Porcine	2	180	35,55	95,26	124,67
Luvi-rédoxisol	Porcine	3	0	30,74	92,86	133,48
Luvi-rédoxisol	Porcine	3	7	29,18	95,78	123,89
Luvi-rédoxisol	Porcine	3	30	30,00		122,00
Luvi-rédoxisol	Porcine	3	180	30,74	91,40	119,09
Luvi-rédoxisol	Granulée	1	0	33,81	77,85	110,81
Luvi-rédoxisol	Granulée	1	7	33,81	80,88	105,02
Luvi-rédoxisol	Granulée	1	30	32,25	88,45	122,38
Luvi-rédoxisol	Granulée	1	180	38,49	82,39	126,71
Luvi-rédoxisol	Granulée	2	0	33,21	84,66	116,21
Luvi-rédoxisol	Granulée	2	7	30,86	87,69	117,26
Luvi-rédoxisol	Granulée	2	30	35,55	92,53	78,10
Luvi-rédoxisol	Granulée	2	180	38,68	94,50	124,67
Luvi-rédoxisol	Granulée	3	0	26,83	87,01	131,08
Luvi-rédoxisol	Granulée	3	7	35,44	87,74	138,28
Luvi-rédoxisol	Granulée	3	30	39,83		90,24
Luvi-rédoxisol	Granulée	3	180	32,31	88,47	114,30
Luvi-rédoxisol	Composté	1	0	34,59	101,32	139,73

Sol	Traitement	Rép.	T	Olsen	Bray	Mehlich
Luvi-rédoxisol	Composté	1	7	30,69	92,23	128,16
Luvi-rédoxisol	Composté	1	30	29,13	92,23	119,48
Luvi-rédoxisol	Composté	1	180	36,93	97,53	131,05
Luvi-rédoxisol	Composté	2	0	35,55	69,52	135,26
Luvi-rédoxisol	Composté	2	7	30,86	83,15	107,74
Luvi-rédoxisol	Composté	2	30	43,46		114,53
Luvi-rédoxisol	Composté	2	180	37,12	102,83	126,79
Luvi-rédoxisol	Composté	3	0	27,61	96,51	111,90
Luvi-rédoxisol	Composté	3	7	31,53	102,36	127,49
Luvi-rédoxisol	Composté	3	30	30,00		100,52
Luvi-rédoxisol	Composté	3	180	33,87	92,86	114,30
Luvi-rédoxisol	Phosphate	1	0	38,49	107,37	151,30
Luvi-rédoxisol	Phosphate	1	7	47,85	110,40	159,97
Luvi-rédoxisol	Phosphate	1	30	76,19		161,23
Luvi-rédoxisol	Phosphate	1	180	51,75	128,57	168,65
Luvi-rédoxisol	Phosphate	2	0	35,55	106,62	134,20
Luvi-rédoxisol	Phosphate	2	7	46,50	117,21	145,84
Luvi-rédoxisol	Phosphate	2	30			140,68
Luvi-rédoxisol	Phosphate	2	180	46,50	109,64	133,14
Luvi-rédoxisol	Phosphate	3	0	29,96	88,47	131,08
Luvi-rédoxisol	Phosphate	3	7	41,70	91,40	162,26
Luvi-rédoxisol	Phosphate	3	30	56,39		123,87
Luvi-rédoxisol	Phosphate	3	180	46,40	111,87	159,86

## 7.9 Fractionnement du P selon mobilité (Hedley, 1982) (mg P.kg sol<sup>-1</sup>)

S	Traitement	R.	T	Resine	Bic Inorg.	Bic. Total	Bic Organ.	NaOH inorg.	NaOH Total	NaOH Organ.	HCl	Resid.
F	Témoin	1	0	37,49	37,81	60,25	22,44	66,84	93,49	26,65	105,03	342,18
F	Témoin	1	7	36,43	36,27	53,95	17,67	66,84	88,71	21,87	113,18	342,18
F	Témoin	1	30	31,16	40,87	57,73	16,85	68,45	93,49	25,04	95,26	160,92
F	Témoin	1	180	33,27	36,27	56,47	20,19	70,05	76,77	6,71	93,63	361,26
F	Témoin	2	0	27,43	31,24	45,61	14,37		129,52	129,52	107,17	280,69
F	Témoin	2	7	27,06	29,64	42,08	12,44	78,51	127,76	49,25	109,32	206,49
F	Témoin	2	30	25,56	27,50	35,01	7,52	82,48	115,46	32,98	126,50	325,21
F	Témoin	2	180	26,31	30,71	40,31	9,60	87,02	120,74	33,72	109,86	276,98
F	Témoin	3	0	52,52	30,93	42,58	11,65	62,69	83,28	20,58	119,61	353,74
F	Témoin	3	7	42,84	30,93	42,58	11,65	53,60	70,64	17,04	120,57	269,94
F	Témoin	3	30	55,75	26,16	42,58	16,42	62,69	79,07	16,37	107,09	280,41
F	Témoin	3	180	41,76	27,75	51,62	23,87	66,33	87,49	21,16	99,38	343,26
F	Chaulée	1	0	75,43	39,34	64,03	24,69	76,47	83,93	7,46	105,03	370,80
F	Chaulée	1	7	68,05	45,47	58,99	13,52	68,45	81,54	13,10	114,80	361,26
F	Chaulée	1	30	54,35	48,54	69,07	20,53	70,05	76,77	6,71	127,84	294,48
F	Chaulée	1	180	71,22	43,94	62,77	18,83	70,05	83,93	13,88	131,09	380,34
F	Chaulée	2	0	52,56	36,06	49,15	13,09	96,65	138,31	41,65	120,06	302,95
F	Chaulée	2	7	51,81	33,92	47,38	13,46	93,82	134,79	40,97	140,47	325,21
F	Chaulée	2	30	34,56	31,78	42,08	10,30	70,57	99,65	29,08	112,01	243,59
F	Chaulée	2	180	46,56	39,28	49,15	9,87	96,65	133,04	36,38	132,95	325,21
F	Chaulée	3	0	86,96	34,11	57,65	23,54	59,06	89,60	30,54	137,90	364,21
F	Chaulée	3	7	91,26	27,75	48,61	20,86	62,69	83,28	20,58	126,35	353,74
F	Chaulée	3	30	79,42	32,52	63,68	31,16	64,51	83,28	18,77	128,27	353,74
F	Chaulée	3	180	70,82	38,88	51,62	12,74	59,06	74,85	15,80	124,42	374,69
F	Liquide	1	0	43,81	50,07	69,07	19,00	73,26	91,10	17,84	121,32	399,42
F	Liquide	1	7	39,60	48,54	64,03	15,49	74,87	83,93	9,07	121,32	351,72
F	Liquide	1	30	41,70	47,00	66,55	19,54	74,87	83,93	9,07	119,69	356,49
F	Liquide	1	180	41,70	48,54	64,03	15,49	76,47	86,32	9,85	121,32	356,49
F	Liquide	2	0	38,31	40,35	47,38	7,03	96,65	131,28	34,62	105,02	306,66
F	Liquide	2	7	30,81	39,28	52,68	13,41	101,19	138,31	37,12	110,93	317,79
F	Liquide	2	30	30,43	34,99	43,85	8,86	97,79	138,31	40,52	114,69	321,50
F	Liquide	2	180	36,81	40,35	54,45	14,10	104,59	140,07	35,47	124,36	317,79
F	Liquide	3	0	65,44	43,65	54,64	10,99	62,69	81,17	18,48	118,64	364,21
F	Liquide	3	7	48,22	22,98	42,58	19,60	75,42	95,91	20,49	132,13	395,64
F	Liquide	3	30	35,31	45,24	66,70	21,46	73,60	83,28	9,68	128,27	374,69
F	Liquide	3	180	57,90	29,34	45,59	16,25	71,78	89,60	17,81	126,35	343,26
F	Porcine	1	0	71,22	50,07	56,47	6,40	74,87	83,93	9,07	114,80	356,49
F	Porcine	1	7	52,24	50,07	58,99	8,92	68,45	81,54	13,10	109,92	351,72
F	Porcine	1	30	48,03	50,07	58,99	8,92	71,66	79,16	7,50	101,77	342,18
F	Porcine	1	180	52,24	47,00	69,07	22,06	74,87	79,16	4,29	122,95	332,64
F	Porcine	2	0	46,56	31,78	45,61	13,84	96,65	138,31	41,65	113,62	299,24
F	Porcine	2	7	34,56	33,92	43,85	9,93	97,79	134,79	37,01	111,47	317,79
F	Porcine	2	30	32,31	30,71	43,85	13,14	86,45	120,74	34,29	144,76	345,61
F	Porcine	2	180	39,81	34,99	49,15	14,16	93,82	131,28	37,46	115,76	332,63
F	Porcine	3	0	80,50	27,75	39,56	11,81	55,42	76,96	21,54	120,57	290,89

S	Traitem.	R.	T	Resine	Bic Inorg.	Bic. Total	Bic Organ.	NaOH inorg.	NaOH Total	NaOH Organ.	HCl	Resid.
F	Porcine	3	7	40,69	37,29	60,67	23,38	64,51	100,13	35,61	114,79	332,79
F	Porcine	3	30	41,76	29,34	57,65	28,31	71,78	91,70	19,92	126,35	322,31
F	Porcine	3	180	51,45	42,06	63,68	21,62	73,60	95,91	22,31	122,50	353,74
F	Granulée	1	0	42,76	39,34	56,47	17,13	76,47	86,32	9,85	116,43	389,88
F	Granulée	1	7	50,14	47,00	64,03	17,02	75,94	93,49	17,55	105,03	356,49
F	Granulée	1	30	37,49	47,00	53,95	6,94	66,55	81,54	15,00	114,80	366,03
F	Granulée	1	180	46,97	43,94	69,07	25,13	74,38	81,54	7,17	127,84	380,34
F	Granulée	2	0	33,06	36,06	57,98	21,92	102,89	154,12	51,23	134,02	341,90
F	Granulée	2	7	32,31	36,06	50,92	14,85	103,46	149,73	46,27	109,32	325,21
F	Granulée	2	30	34,56	33,39	45,61	12,23	98,92	140,07	41,14	115,76	328,92
F	Granulée	2	180	30,06	34,46	50,92	16,46	101,19	146,22	45,03	126,50	340,05
F	Granulée	3	0	54,68	35,70	56,15	20,45	55,42	83,28	27,86	87,83	353,74
F	Granulée	3	7	60,06	43,65	57,65	14,00	60,88	89,60	28,72	116,72	343,26
F	Granulée	3	30	34,56	34,99	49,15	14,16	95,97	143,18	47,21	135,32	325,78
F	Granulée	3	180	62,21	29,34	54,64	25,30	71,78	98,02	26,24	126,35	332,79
F	Composté	1	0	57,51	50,07	69,07	19,00	66,55	81,54	15,00	137,61	370,80
F	Composté	1	7	46,97	50,07	64,03	13,96	72,81	93,49	20,68	106,66	361,26
F	Composté	1	30	48,03	56,20	66,55	10,34	64,98	81,54	16,56	118,06	332,64
F	Composté	1	180	52,24	51,60	64,03	12,42	69,68	74,38	4,70	140,87	370,80
F	Composté	2	0	42,81	31,78	45,61	13,84	117,07	161,15	44,09	150,67	334,48
F	Composté	2	7	28,56	30,71	43,85	13,14	88,72	129,52	40,81	121,13	317,79
F	Composté	2	30	37,56	40,35	49,15	8,80	104,03	150,61	46,58	141,54	336,34
F	Composté	2	180	36,06	39,28	56,22	16,94	103,00	146,22	43,21	135,10	321,50
F	Composté	3	0	67,59	30,93	57,65	26,72	66,33	83,28	16,95	130,20	332,79
F	Composté	3	7	66,51	43,65	54,64	10,99	69,97	91,70	21,74	157,16	311,84
F	Composté	3	30	33,81	37,13	49,15	12,01	99,23	146,67	47,44	104,26	291,87
F	Composté	3	180	67,59	34,11	48,61	14,50	60,88	83,28	22,40	145,61	374,69
F	Phosphate	1	0	70,16	53,14	61,51	8,37	64,98	79,16	14,18	106,66	342,18
F	Phosphate	1	7	96,51	63,87	72,85	8,98	79,07	93,49	14,42	147,38	370,80
F	Phosphate	1	30	75,43	59,27	74,11	14,84	85,34	93,49	8,15	118,06	351,72
F	Phosphate	1	180	85,97	54,67	74,11	19,44	75,94	86,32	10,38	119,69	342,18
F	Phosphate	2	0	58,18	39,28	52,68	13,41	98,92	133,04	34,11	107,17	299,24
F	Phosphate	2	7	69,81	43,56	56,22	12,66	114,23	142,70	28,47	127,58	306,66
F	Phosphate	2	30	21,06	15,71	28,83	13,11	100,06	141,82	41,77	101,80	310,37
F	Phosphate	2	180	58,56	42,49	53,57	11,08	109,13	146,22	37,09	118,99	301,09
F	Phosphate	3	0	69,74	62,73	81,77	19,04	73,60	102,23	28,63	137,90	332,79
F	Phosphate	3	7	104,17	35,70	66,70	31,00	60,88	79,07	18,19	126,35	343,26
F	Phosphate	3	30	57,06	46,77	59,75	12,98	109,58	151,04	41,46	143,75	299,01
F	Phosphate	3	180	79,42	40,47	57,65	17,18	79,06	93,81	14,75	141,76	364,21
LR	Témoin	1	0	38,59	47,10	60,51	13,41	51,76	63,41	11,65	91,26	180,04
LR	Témoin	1	7	40,16	47,84	60,51	12,66	53,34	60,88	7,54	80,61	142,73
LR	Témoin	1	30	24,13	46,06	60,51	14,45	56,50	65,95	9,46	68,44	145,40
LR	Témoin	1	180	40,16	47,84	60,51	12,66	51,76	68,49	16,73	86,69	161,39
LR	Témoin	2	0	62,56	30,71	66,90	36,19	52,42	95,91	43,49	86,53	135,60
LR	Témoin	2	7	53,30	33,74	62,26	28,53	56,98	93,81	36,83	76,11	167,02
LR	Témoin	2	30	48,16	32,22	59,94	27,72	61,53	106,44	44,91	84,80	167,02
LR	Témoin	2	180	45,08	33,74	55,31	21,57	66,08	95,91	29,83	74,37	151,31
LR	Témoin	3	0	48,66	26,17	42,27	16,10	58,43	83,46	25,03	73,68	67,53

S	Traitement	R.	T	Resine	Bic Inorg.	Bic. Total	Bic Organ.	NaOH inorg.	NaOH Total	NaOH Organ.	HCl	Resid.
LR	Témoïn	3	7	45,82	27,74	39,65	11,91	54,70	74,77	20,07	80,00	67,53
LR	Témoïn	3	30	44,76	28,79	37,90	9,11	64,28	82,59	18,31	79,47	95,21
LR	Témoïn	3	180	44,76	41,39	52,75	11,36	85,58	117,34	31,76	124,22	176,39
LR	Chaulée	1	0	84,18	43,38	62,97	19,59	50,18	65,95	15,77	85,17	148,06
LR	Chaulée	1	7	85,75	49,33	62,97	13,64	51,76	73,57	21,80	104,95	156,06
LR	Chaulée	1	30	65,32	51,56	65,44	13,88	54,92	63,41	8,50	86,69	137,40
LR	Chaulée	1	180	93,61	44,87	65,44	20,57	50,18	53,26	3,08	95,82	
LR	Chaulée	2	0	92,98	35,25	50,67	15,42	63,05	108,55	45,50	90,01	178,80
LR	Chaulée	2	7	91,34	33,74	52,99	19,26	69,12	121,19	52,07	117,80	163,09
LR	Chaulée	2	30	104,70	30,71	57,63	26,92	61,53	114,87	53,34	103,90	167,02
LR	Chaulée	2	180	97,51	29,19	55,31	26,12	58,49	110,66	52,16	95,22	151,31
LR	Chaulée	3	0	57,15	37,19	51,01	13,82	62,15	88,67	26,52	102,11	76,76
LR	Chaulée	3	7	84,06	28,27	43,14	14,88	55,23	83,46	28,23	94,74	132,11
LR	Chaulée	3	30	83,70	37,72	48,39	10,67	63,01	86,93	23,93	118,96	98,90
LR	Chaulée	3	180	80,52	26,17	37,90	11,74	58,43	78,25	19,82	96,85	111,81
LR	Liquide	1	0	55,88	49,33	65,44	16,11	64,39	73,57	9,18	85,17	180,04
LR	Liquide	1	7	44,88	47,84	65,44	17,60	69,12	78,64	9,52	85,17	
LR	Liquide	1	30	44,88	56,03	67,91	11,88	59,65	65,95	6,30	71,48	108,09
LR	Liquide	1	180	38,59	53,05	67,91	14,85	62,81	76,10	13,30	85,17	180,04
LR	Liquide	2	0	61,53	38,28	59,94	21,66	53,94	116,97	63,03	84,80	151,31
LR	Liquide	2	7	66,67	32,22	57,63	25,41	60,01	116,97	56,96	90,01	139,53
LR	Liquide	2	30	52,28	42,83	55,31	12,48	67,60	121,19	53,58	110,85	167,02
LR	Liquide	2	180	57,42	36,77	52,99	16,23	66,08	108,55	42,47	83,06	159,17
LR	Liquide	3	0	60,69	23,02	38,78	15,76	67,48	94,93	27,45	88,42	119,19
LR	Liquide	3	7	50,43	38,24	58,00	19,76	63,22	86,07	22,85	82,95	115,50
LR	Liquide	3	30	44,76	31,42	42,27	10,85	66,41	89,54	23,13	86,84	80,45
LR	Liquide	3	180	45,12	35,62	48,39	12,77	73,34	94,75	21,42	83,68	106,28
LR	Porcine	1	0	70,03	43,38	53,11	9,73	58,07	63,41	5,34	80,61	145,40
LR	Porcine	1	7	63,74	49,33	67,91	18,57	58,07	68,49	10,42	86,69	156,06
LR	Porcine	1	30	55,88	59,75	67,91	8,16	54,92	58,34	3,42	77,57	148,06
LR	Porcine	1	180	60,60	61,24	67,91	6,67	59,65	68,49	8,84	95,82	140,07
LR	Porcine	2	0	70,78	30,71	46,04	15,33	52,42	95,91	43,49	157,75	151,31
LR	Porcine	2	7	58,44	41,31	52,99	11,68	69,12	110,66	41,54	154,28	151,31
LR	Porcine	2	30	47,14	33,74	52,99	19,26	67,60	112,76	45,16	100,43	167,02
LR	Porcine	2	180	79,00	29,19	43,72	14,53	53,94	104,34	50,40	93,48	182,73
LR	Porcine	3	0	63,17	29,32	39,65	10,33	54,17	80,85	26,69	88,42	67,53
LR	Porcine	3	7	59,28	34,57	41,40	6,83	60,13	79,98	19,85	87,90	124,73
LR	Porcine	3	30	43,56	29,64	41,83	12,20	55,67	85,52	29,84	101,10	124,08
LR	Porcine	3	180	64,59	28,79	47,51	18,72	59,81	82,59	22,78	85,26	104,43
LR	Granulée	1	0	42,52	52,31	60,51	8,20	61,23	88,79	27,56	77,57	182,71
LR	Granulée	1	7	55,10	53,05	67,91	14,85	77,01	73,57		92,78	
LR	Granulée	1	30	37,02	66,44	77,77	11,33	73,85	83,72	9,86	91,26	174,71
LR	Granulée	1	180	55,10	44,12	58,04	13,92	61,23	76,10	14,87	82,13	145,40
LR	Granulée	2	0	73,86	30,71	52,99	22,29	70,64	131,72	61,08	83,56	182,73
LR	Granulée	2	7	67,70	32,22	64,58	32,36	53,94	116,97	63,03	90,56	182,73
LR	Granulée	2	30	60,00	38,28			76,71	138,03	61,32	84,96	182,73
LR	Granulée	2	180	70,78	36,77	69,21	32,45	73,67	127,50	53,83	77,95	190,59
LR	Granulée	3	0	57,86	27,74	49,26	21,52	62,69	95,62	32,94	90,53	67,53

S	Traitem.	R.	T	Resine	Bic Inorg.	Bic. Total	Bic Organ.	NaOH inorg.	NaOH Total	NaOH Organ.	HCl	Resid.
LR	Granulée	3	7	42,99	41,92	50,13	8,22	56,62	81,72	25,11	72,10	108,12
LR	Granulée	3	30	31,18	30,71	42,71	12,00	62,21	81,15	18,94	87,94	126,75
LR	Granulée	3	180	52,20	36,67	51,88	15,21	68,01	98,23	30,22	85,79	121,04
LR	Composté	1	0	79,46	46,36	67,91	21,55	61,23	82,70	21,47	98,86	172,05
LR	Composté	1	7	65,32	58,26	77,77	19,51	59,65	68,49	8,84	112,55	169,38
LR	Composté	1	30	65,32	87,28	109,83	22,55	114,88	129,40	14,52	199,25	334,61
LR	Composté	1	180	63,74	55,28	70,37	15,09	58,07	78,64	20,57	109,51	153,39
LR	Composté	2	0	82,09	26,16	69,21	43,05	67,60	119,08	51,48	84,96	167,02
LR	Composté	2	7	63,58	32,22	57,63	25,41	63,05	110,66	47,61	73,75	167,02
LR	Composté	2	30	39,81	44,63	61,05	16,42	80,18	113,47	33,30	97,41	150,85
LR	Composté	2	180	75,92	38,28	55,31	17,03	67,60	114,87	47,27	91,96	190,59
LR	Composté	3	0	62,11	31,42	44,02	12,60	63,22	91,28	28,06	106,32	96,13
LR	Composté	3	7	53,61	41,92	52,75	10,84	70,14	97,36	27,22	98,95	124,73
LR	Composté	3	30	42,06	43,56	59,31	15,75	76,91	113,47	36,57	116,37	154,42
LR	Composté	3	180	53,61	28,79	34,41	5,62	64,82	87,80	22,99	85,79	67,53
LR	Phosphate	1	0	93,61	41,89	67,91	26,01	51,76	68,49	16,73	92,78	137,40
LR	Phosphate	1	7	93,61	61,98	75,30	13,32	58,07	78,64	20,57	92,78	156,06
LR	Phosphate	1	30	39,06	48,92	61,93	13,01	79,63	99,50	19,86	111,10	152,64
LR	Phosphate	1	180	101,47	50,08	65,44	15,36	61,23	78,64	17,41	109,51	161,39
LR	Phosphate	2	0	89,28	39,80	64,00	24,21	58,49	119,08	60,59	82,16	167,02
LR	Phosphate	2	7	92,37	45,86	64,58	18,72	60,01	110,00	49,99	79,35	167,02
LR	Phosphate	2	30	63,06	61,77	77,65	15,89	89,43	116,09	26,66	73,19	140,14
LR	Phosphate	2	180	87,23	44,34	64,58	20,24	67,60	108,55	40,95	80,75	190,59
LR	Phosphate	3	0	64,59	39,29	50,13	10,84	63,75	85,20	21,45	86,84	119,19
LR	Phosphate	3	7	78,75	47,69	60,62	12,93	65,35	89,54	24,19	86,32	47,24
LR	Phosphate	3	30	54,06	62,30	86,39	24,09	88,89	113,47	24,59	97,94	127,65
LR	Phosphate	3	180	91,14	43,49	60,62	17,13	71,74	97,36	25,62	97,69	128,42

F = Sol Fluvisol; LR = Sol Luvi-rédoxisol

## 7.10 Fractionnement chimique du P (Chang et Jackson 1957) (mg P.kg sol<sup>-1</sup>)

Sol	Traitement	Rép.	T	Extractant					Résiduel
				A	B	C	D	E	
F	Témoin	1	0	14,70	33,18	117,84	142,42	80,70	287,34
F	Témoin	1	7	16,17	31,17	107,24	138,26	79,16	338,05
F	Témoin	1	30	19,11	34,52	116,52	134,10	85,30	218,87
F	Témoin	1	180	14,70	34,52	112,54	139,65	80,70	327,95
F	Témoin	2	0	10,00	38,34	82,99	142,60	97,19	399,92
F	Témoin	2	7	8,75	41,89	96,02	139,60	106,15	273,49
F	Témoin	2	30	8,75	34,79	82,99	119,62	91,59	
F	Témoin	2	180	11,88	32,66	80,39	139,60	98,31	340,17
F	Témoin	3	0	14,05	40,76	94,66	136,18	97,23	234,09
F	Témoin	3	7	11,24	45,83	140,44	136,18	97,23	227,54
F	Témoin	3	30	14,05	45,83	93,03	141,25	105,45	212,76
F	Témoin	3	180	12,65	42,45	101,20	115,90	93,12	260,88
F	Chaulée	1	0	24,99	50,60	120,49	131,33	91,44	323,39
F	Chaulée	1	7	26,46	62,66	125,79	145,19	102,19	271,48
F	Chaulée	1	30	20,58	47,25	133,74	124,40	89,91	277,24
F	Chaulée	1	180	32,34	52,61	121,82	123,02	91,44	314,24
F	Chaulée	2	0	16,88	53,25	82,99	114,63	93,83	397,10
F	Chaulée	2	7	16,88	56,80	80,39	127,62	116,23	
F	Chaulée	2	30	16,88	51,12	85,60	134,61	111,75	
F	Chaulée	2	180	18,75	49,70	88,20	134,61	94,95	378,65
F	Chaulée	3	0	23,89	67,80	97,93	129,42	105,45	247,81
F	Chaulée	3	7	23,89	67,80	94,66	131,11	113,67	259,61
F	Chaulée	3	30	21,08	67,80	96,30	127,73	109,56	212,95
F	Chaulée	3	180	21,08	64,42	94,66	141,25	95,17	297,20
F	Liquide	1	0	19,11	43,90	135,07	120,24	82,23	360,33
F	Liquide	1	7	19,11	37,87	123,14	113,31	85,30	310,15
F	Liquide	1	30	24,99	41,22	124,47	118,86	100,65	270,23
F	Liquide	1	180	20,58	37,20	127,12	110,54	89,91	299,30
F	Liquide	2	0	12,50	42,60	80,39	123,62	98,31	370,33
F	Liquide	2	7	10,00	39,76	85,60	108,63	91,59	379,80
F	Liquide	2	30	8,75	39,76	88,20	116,63	93,83	
F	Liquide	2	180	10,00	41,89	90,81	104,64	111,75	362,48
F	Liquide	3	0	9,84					
F	Liquide	3	7	16,86	49,21	99,57	124,35	132,16	250,14
F	Liquide	3	30	15,46	52,59	106,11	131,11	95,17	244,20
F	Liquide	3	180	14,05	49,21	104,47	132,80	86,95	238,71
F	Porcine	1	0	24,99	43,23	124,47	135,49	92,98	277,05
F	Porcine	1	7	17,64	41,22	124,47	113,31	109,86	305,25
F	Porcine	1	30	22,05	39,21	124,47	114,70	85,30	281,98
F	Porcine	1	180	22,05	39,21	123,14	100,84	92,98	374,19
F	Porcine	2	0	13,75	41,89	88,20	122,62	111,75	442,31
F	Porcine	2	7	8,13	38,34	85,60	117,63	85,99	398,25
F	Porcine	2	30	10,00	39,05	82,99	120,62	92,71	
F	Porcine	2	180	17,50	42,60	90,81	116,63	106,15	335,51
F	Porcine	3	0	16,86	50,90	94,66	119,28	95,17	281,59

Sol	Traitement	Rép.	T	Extractant					Résiduel
				A	B	C	D	E	
F	Porcine	3	7	12,65	52,59	94,66	119,28	138,33	273,23
F	Porcine	3	30	15,46	47,52	99,57	122,66	107,50	238,10
F	Porcine	3	180	16,86	55,12	99,57	132,80	95,17	286,60
F	Granulée	1	0	23,52	35,86	113,87	95,30	109,86	348,59
F	Granulée	1	7	24,99	43,23	123,14	120,24	96,05	310,88
F	Granulée	1	30	26,46	41,22	127,12	107,77	92,98	272,16
F	Granulée	1	180	20,58	41,89	119,17	116,09	106,79	301,31
F	Granulée	2	0	10,00	40,47	82,99	122,62	102,79	368,87
F	Granulée	2	7	11,25	40,47	85,60	132,61	93,83	339,25
F	Granulée	2	30	10,00	43,31	88,20	129,61	99,43	
F	Granulée	2	180	8,75	45,44	88,20			
F	Granulée	3	0	14,05	47,52	94,66	119,28	121,89	251,84
F	Granulée	3	7	14,05	49,21	97,93	117,59	93,12	268,12
F	Granulée	3	30	14,05	49,21	99,57	120,97	101,34	
F	Granulée	3	180	14,05	49,21	104,47	119,28	91,06	294,22
F	Composté	1	0	22,05	51,27	124,47	118,86	89,91	320,45
F	Composté	1	7	22,05	52,61	127,12	118,86	91,44	314,92
F	Composté	1	30	20,58	50,60	133,74	124,40	142,10	251,34
F	Composté	1	180	20,58	47,25	120,49	110,54	105,26	322,88
F	Composté	2	0	12,50	61,77	88,20	129,61	115,11	400,96
F	Composté	2	7	10,00	37,63	82,99	129,61	97,19	382,69
F	Composté	2	30	11,88	53,96	90,81	120,62	106,15	
F	Composté	2	180	9,38	41,18	88,20	126,62	113,99	397,86
F	Composté	3	0	16,86	45,83	96,30	132,80	97,23	269,45
F	Composté	3	7	12,65	62,73	94,66	119,28	119,83	281,58
F	Composté	3	30	12,65	62,73	101,20	127,73	208,20	
F	Composté	3	180	14,05	64,42	94,66	122,66	111,61	278,72
F	Phosphate	1	0	26,46	47,92	123,14	123,02	99,12	315,81
F	Phosphate	1	7	35,28	52,61	123,14	131,33	109,86	355,24
F	Phosphate	1	30	20,58	55,96	136,39	124,40	99,12	282,08
F	Phosphate	1	180	30,87	57,30	140,37	120,24	102,19	309,91
F	Phosphate	2	0	18,75	49,70	90,81	119,62	117,35	430,48
F	Phosphate	2	7	25,63	54,67	93,41	127,62	97,19	434,38
F	Phosphate	2	30	8,75	33,37	88,20	115,63	98,31	
F	Phosphate	2	180	16,25	53,25	135,09	129,61	155,43	275,22
F	Phosphate	3	0	26,70	71,18	99,57	120,97	101,34	294,03
F	Phosphate	3	7	21,08	67,80	106,11	120,97	99,28	316,99
F	Phosphate	3	30	19,67	74,56	115,92	139,56	109,56	
F	Phosphate	3	180	21,08	67,80	112,65	122,66	101,34	283,65
LR	Témoin	1	0	35,55	42,69	94,34	45,47	53,37	171,17
LR	Témoin	1	7	32,30	37,74	87,32	51,71	51,65	171,18
LR	Témoin	1	30	32,30	34,44	90,83	40,80	44,77	124,63
LR	Témoin	1	180	33,93	41,04	82,05	47,03	49,93	129,82
LR	Témoin	2	0	23,68	40,52	78,13	66,97	42,43	140,47
LR	Témoin	2	7	23,68	40,52	73,50	68,35	42,43	123,18
LR	Témoin	2	30	23,68	42,05	79,68	71,10	46,90	128,80
LR	Témoin	2	180	25,56	42,05	78,13	73,86	48,39	69,42
LR	Témoin	3	0	20,41	36,40	67,17	75,16	44,85	123,74



Sol	Traitement	Rép.	T	Extractant					Résiduel
				A	B	C	D	E	
LR	Témoin	3	7	16,19	33,10	68,76	70,25	46,47	222,10
LR	Témoin	3	30	16,19	31,45	70,35	71,07	49,70	173,54
LR	Témoin	3	180	16,19	34,75	76,71	76,79	51,31	129,80
LR	Chaulée	1	0	51,80	52,59	82,05	50,15	63,69	169,03
LR	Chaulée	1	7	50,18	55,89	75,03	51,71	68,85	151,62
LR	Chaulée	1	30	43,68	50,94	96,09	59,51	58,53	133,85
LR	Chaulée	1	180	58,30	57,54	75,03	53,27	67,13	158,04
LR	Chaulée	2	0	52,82	49,67	65,77	75,24	52,86	143,80
LR	Chaulée	2	7	49,06	54,25	67,32	73,86	51,37	164,86
LR	Chaulée	2	30	55,64	58,06	70,41	73,86	49,88	173,41
LR	Chaulée	2	180	55,64	52,72	67,32	77,99	49,88	170,86
LR	Chaulée	3	0	44,29	47,95	67,17	65,35	69,08	180,87
LR	Chaulée	3	7	48,51	57,85	63,99	70,25	83,61	132,66
LR	Chaulée	3	30	48,51	52,90	71,94	81,70	69,08	141,67
LR	Chaulée	3	180	45,70	51,25	70,35	75,16	73,92	149,41
LR	Liquide	1	0	33,93	42,69	97,85	50,15	65,41	131,19
LR	Liquide	1	7	32,30	41,04	92,58	50,15	55,09	85,91
LR	Liquide	1	30	37,18	44,34	104,87	59,51	51,65	155,74
LR	Liquide	1	180	32,30	45,99	97,85	50,15	55,09	118,45
LR	Liquide	2	0	31,20	48,15	79,68	64,22	44,66	192,80
LR	Liquide	2	7	31,20	45,86	76,59	61,47	37,96	180,24
LR	Liquide	2	30	25,56	48,15	87,40	71,10	45,41	162,54
LR	Liquide	2	180	32,14	52,72	84,31	68,35	42,43	167,05
LR	Liquide	3	0	23,22	41,35	67,17	80,88	48,08	187,26
LR	Liquide	3	7	21,81	44,65	73,53	73,52	48,08	177,45
LR	Liquide	3	30	21,81	39,70	78,30	75,16	44,85	197,05
LR	Liquide	3	180	24,62	46,30	86,25	75,16	48,08	158,63
LR	Porcine	1	0	45,30	49,29	87,32	51,71	58,53	139,75
LR	Porcine	1	7	43,68	39,39	85,56	43,92	55,09	153,58
LR	Porcine	1	30	37,18	39,39	90,83	54,83	48,21	129,40
LR	Porcine	1	180	30,68	45,99	104,87	62,63	65,41	111,64
LR	Porcine	2	0	40,60	45,10	70,41	69,73	46,90	167,43
LR	Porcine	2	7	29,32	47,38	73,50	64,22	54,35	178,24
LR	Porcine	2	30	34,96	44,33	82,77	70,42	64,78	163,45
LR	Porcine	2	180	38,72	48,15	75,04	72,48	48,39	143,68
LR	Porcine	3	0	35,86	41,35	68,76	76,79	56,16	151,21
LR	Porcine	3	7	37,27	41,35	68,76	73,52	64,23	145,00
LR	Porcine	3	30	24,62	51,20	96,67	72,48	43,92	
LR	Porcine	3	180	34,46	43,00	70,35	75,16	56,16	186,67
LR	Granulée	1	0	40,43	47,64	83,81	56,39	51,65	200,10
LR	Granulée	1	7	38,80	54,24	101,36	56,39	75,73	137,46
LR	Granulée	1	30	32,30	47,64	124,17	53,27	43,05	179,57
LR	Granulée	1	180	32,30	45,99	106,62	54,83	51,65	183,27
LR	Granulée	2	0	29,32	46,62	79,68	70,42	48,39	193,13
LR	Granulée	2	7	24,62	48,15	84,31	68,35	49,88	178,55
LR	Granulée	2	30	24,62	51,96	87,40	68,35	42,43	192,80
LR	Granulée	2	180	22,74	50,43	87,40	68,35	43,92	187,86
LR	Granulée	3	0	23,22	47,13	75,12	76,79	54,54	171,16

<i>Sol</i>	<i>Traitement</i>	<i>Rép.</i>	<i>T</i>	Extractant					Résiduel
				A	B	C	D	E	
LR	Granulée	3	7	21,81	44,65	71,94	80,06	52,93	149,82
LR	Granulée	3	30	23,68	40,52	78,13	66,97	46,90	
LR	Granulée	3	180	23,22	47,95	81,48	73,52	62,62	239,41
LR	Composté	1	0	43,68	55,89	99,60	59,51	61,97	127,29
LR	Composté	1	7	38,80	59,19	90,83	61,07	56,81	135,90
LR	Composté	1	30	33,93	44,34	118,91	59,51	51,65	
LR	Composté	1	180	42,05	52,59	94,34	59,51	58,53	199,72
LR	Composté	2	0	36,65	55,01	71,95	69,04	48,39	200,22
LR	Composté	2	7	27,44	42,81	73,50	65,60	46,90	163,37
LR	Composté	2	30	33,08	60,35	85,86	66,29	49,88	
LR	Composté	2	180	29,32	59,58	90,49	76,61	54,35	184,60
LR	Composté	3	0	30,24	44,65	71,94	81,70	64,23	208,69
LR	Composté	3	7	30,24	49,60	78,30	78,43	64,23	182,82
LR	Composté	3	30	36,84	43,57	79,68	64,22	54,35	
LR	Composté	3	180	27,43	51,25	81,48	84,97	54,54	192,86
LR	Phosphate	1	0	71,30	47,64	87,32	53,27	58,53	124,53
LR	Phosphate	1	7	55,05	52,59	90,83	53,27	60,25	130,60
LR	Phosphate	1	30	34,77	61,11	124,48	71,10	109,48	
LR	Phosphate	1	180	74,55	52,59	92,58	56,39	79,17	156,80
LR	Phosphate	2	0	50,00	51,96	81,22	75,24	46,90	182,79
LR	Phosphate	2	7	51,88	55,77	84,31	68,35	48,39	152,00
LR	Phosphate	2	30	31,20	57,30	126,03	71,10	52,86	
LR	Phosphate	2	180	50,00	57,30	85,86	72,48	48,39	160,38
LR	Phosphate	3	0	89,25	43,00	70,35	88,24	44,85	139,01
LR	Phosphate	3	7	56,94	52,90	76,71	76,79	48,08	163,28
LR	Phosphate	3	30	23,68	52,72	104,40	71,10	61,80	
LR	Phosphate	3	180	44,29	47,95	83,07	70,25	51,31	204,57

F = Sol Fluvisol; LR = Sol Luvi-rédoxisol