

 N° d'ordre : 2367

THESE

présentée

pour obtenir

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

École doctorale : SEVAB (Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries)

Spécialité : Fonctionnement des écosystèmes et agrosystèmes

Par M. Matthieu Valé

Quantification et prédiction de la minéralisation nette de l'azote du sol *in situ*, sous divers pédoclimats et systèmes de culture français

Soutenue le 29 août 2006 à Auzeville devant le jury composé de :

Stefaan De NEVE	Professeur, Université de Gand (Belgique)	Rapporteur
Sylvain Plantureux	Professeur, ENSAIA (Nancy)	Rapporteur
Philippe LETERME	Professeur, Agrocampus (Rennes)	Président
Philippe GRIEU	Professeur, ENSAT-INPT (Toulouse)	Directeur de thèse
Eric JUSTES	Ingénieur de recherche, INRA (Toulouse)	Co-Directeur de thèse
François LAURENT	Ingénieur, ARVALIS (Boigneville)	Examinateur
Bruno MARY	Directeur de recherche, INRA (Laon)	Membre invité







 N° d'ordre : 2367

THESE

présentée

pour obtenir

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

École doctorale : SEVAB (Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries)

Spécialité : Fonctionnement des écosystèmes et agrosystèmes

Par M. Matthieu Valé

Quantification et prédiction de la minéralisation nette de l'azote du sol *in situ*, sous divers pédoclimats et systèmes de culture français

Soutenue le 29 août 2006 à Auzeville devant le jury composé de :

Stefaan De NEVE	Professeur, Université de Gand (Belgique)	Rapporteur
Sylvain PLANTUREUX	Professeur, ENSAIA (Nancy)	Rapporteur
Philippe LETERME	Professeur, Agrocampus (Rennes)	Président
Philippe GRIEU	Professeur, ENSAT-INPT (Toulouse)	Directeur de thèse
Eric JUSTES	Ingénieur de recherche, INRA (Toulouse)	Co-Directeur de thèse
François LAURENT	Ingénieur, ARVALIS (Boigneville)	Examinateur
Bruno MARY	Directeur de recherche, INRA (Laon)	Membre invité





Résumé

Dans le contexte actuel où l'agriculture doit produire de façon durable, la gestion de l'azote doit être raisonnée de plus en plus finement pour atteindre des objectifs multiples de rendement et de qualité des produits récoltés mais aussi de respect de l'environnement. Ces objectifs ne peuvent être atteints qu'en pilotant la fertilisation azotée au plus près des besoins de la plante et en adaptant le système de culture en interculture afin de réduire les pertes d'azote nitrique et sous forme gazeuse. Pour cela, il convient de connaître et de prévoir précisément la dynamique saisonnière de la minéralisation de l'azote organique du sol *in situ*.

L'objectif de ce travail de thèse est double : (i) quantifier la dynamique de minéralisation nette *in situ* de l'azote organique du sol durant une année calendaire au champ, et (ii) expliquer et prédire cette minéralisation *in situ* pour une large gamme de pédoclimats et de systèmes de grande culture français.

La minéralisation de l'azote in situ a été estimée en sol nu à l'aide de mesures régulières d'eau et d'azote minéral (0-120 cm) et du programme de calcul LIXIM basé sur un bilan dynamique journalier d'azote. Le concept de temps normalisé permettant de rendre compte des effets de la température et de l'humidité sur la minéralisation de l'azote a également été utilisé afin de normaliser la vitesse de minéralisation in situ en référence à des conditions constantes (vitesse potentielle normalisée). La validité de ce concept a été éprouvée pour une gamme étendue de températures et d'humidités à l'aide d'incubation de sol (conditions contrôlées ou *in vitro*). La fonction température de type exponentiel (Q_{10}) utilisée initialement a été trouvée inopérante pour des températures supérieures à 25°C ; une fonction de type logistique a été ajustée pour une gamme de températures variant de 0 à 35 °C et différents sols. La fonction de réponse de la minéralisation à l'humidité s'est avérée variable entre sols, comme suggéré par l'analyse bibliographique ; la fonction humidité initialement utilisée dans le programme LIXIM a été conservée après analyse de sensibilité ayant montré un effet mineur sur nos expérimentations in situ. Les mesures in vitro ont confirmé qu'il n'y a pas d'interaction significative entre température et humidité, comme sous-tendu par le concept de jours normalisés.

Deux expérimentations localisées dans le Sud de la France (Toulouse, Drôme) ont permis de montrer, qu'en condition de champ, la dénitrification pouvait représenter une forte perte d'azote quand les apports d'eau sont reçus avec une forte intensité par le sol en été, suite à l'irrigation ou aux pluies d'orage. Une estimation précise de la quantité d'azote minéralisé *in situ* par bilan dynamique d'eau et d'azote dans ces situations requiert donc une mesure ou une estimation précise de l'azote minéral perdu par dénitrification ; or ce phénomène est trop souvent considéré comme négligeable dans les systèmes de grande culture français, ce qui pourrait ne pas être le cas si l'irrigation par aspersion est pratiquée.

Le concept de vitesse potentielle normalisée de minéralisation, correspondant à une valeur unique de minéralisation basée sur le temps normalisé, a été globalement validé sur un réseau expérimental de 55 parcelles de grande culture réparties sur l'ensemble du territoire français. Différents méthodes et modèles statistiques ont été testés pour décrire la variabilité observée de la minéralisation potentielle de l'azote *in situ*. Ainsi, la vitesse de minéralisation *in situ* de l'azote a été ajustée par RLM (Régression Linéaire Multiple) et PLS (Partial Least Squares regression). Les formalismes couramment utilisés, correspondant à l'effet de variables quantitatives comme la teneur en argile, en CaCO₃ et la quantité d'azote organique, ainsi que la vitesse de minéralisation de l'azote mesurée *in vitro* n'ont pas permis d'expliquer

ni de prédire, avec une bonne précision, la vitesse potentielle de minéralisation de l'azote *in situ*. Par contre, l'information apportée par des variables qualitatives relatives au système de culture (type de précédent cultural, nature de la rotation, apport régulier ou non de matières organiques exogènes) améliore significativement l'explication de la variabilité et les qualités prédictives des modèles statistiques sélectionnés. Les caractéristiques biologiques du sol, comme le carbone de la biomasse microbienne ou la vitesse de minéralisation *in vitro* du carbone, ont aussi permis d'améliorer la prédiction de la vitesse de minéralisation de l'azote *in situ*, confirmant le lien étroit entre minéralisation du carbone et de l'azote organique du sol. Ces variables sont cependant plus difficiles d'accès que les caractéristiques physicochimiques et du système de culture des parcelles. Leur utilisation semble donc plus adaptée pour des modèles de type « recherche » que pour des outils d'aide à la décision nécessitant un paramétrage simple et robuste et des variables d'entrée faciles à acquérir.

Mots clés : minéralisation de l'azote, conditions de champ (*in situ*), modèle LIXIM, température, humidité, dénitrification, carbone, modélisation statistique, caractéristiques physico-chimiques du sol, système de culture.

Abstract

In the context of sustainable agriculture, nitrogen fertilization must be managed with great accuracy to reach various objectives such as improved crop quality and yield and also the preservation of environment. To achieve these goals, nitrogen fertilization must fit crop demand closely and the cropping system has to be designed to reduce nitrogen loss either in nitrate or gaseous forms. This requires better knowledge of *in situ* soil net nitrogen mineralization.

This work has two mains objectives: (i) quantify the soil organic nitrogen mineralization dynamics for one year in field conditions and (ii) explain and forecast this *in situ* mineralization for a wide range of pedoclimates and arable cropping systems in France.

In situ nitrogen mineralization was calculated in bare soil conditions with frequent measurements of soil water and mineral nitrogen (up to 120 cm depth) and the use of the LIXIM program, which is based on a daily dynamic nitrogen budget. The concept of normalized time, which takes into account the effect of soil temperature and moisture on nitrogen mineralization, was used to normalise the *in situ* mineralization rate with reference to constant conditions. The validity of this concept was tested for a wide range of temperature and moisture conditions using soil incubation (*in vitro* controlled conditions). The exponential temperature function (Q_{10}) initially used was found unsuited to temperatures over 25°C. A logistic function was adjusted for the 0-35°C temperature range in different soils. The function describing the nitrogen mineralization response to soil moisture was found variable between soils, as suggested by literature. We therefore chose to keep the moisture function initially used in the LIXIM program as a sensitivity analysis demonstrated that it has little effect for our *in situ* experiments. The *in vitro* experiments confirmed that there was no significant interaction between the effect of temperature and moisture on nitrogen mineralized time concept.

Two field experiments located in the South of France (Toulouse, Drôme) allowed us to show that denitrification could be a major cause of N loss in summer when large amounts of water are supplied by irrigation or rainfall. Thus accurate estimation of mineralized N by dynamic water and nitrogen budget in such field conditions requires precise measurement or estimation of the amount of N lost by denitrification. This phenomenon is often considered as insignificant in French arable cropping systems, which could be false when sprinkler irrigation is performed.

The concept of potential normalized mineralization rate, corresponding to a constant mineralization rate in normalized time, was globally validated in an experimental network formed by 55 arable crop fields distributed over all of France. Two statistical methods were used to describe the observed variability of the *in situ* potential nitrogen mineralization rate: Multiple Linear Regression (MLR) and Partial Least Squares regression (PLS). The quantitative variables commonly used to explain and predict in situ nitrogen mineralization rate, such as clay and CaCO₃ content, stock of organic nitrogen and also nitrogen mineralization rate measured in laboratory conditions, were not good predictors of in situ potential nitrogen mineralization rate. The explanation of in situ nitrogen mineralization variability and the predictive quality of the statistical models were greatly improved by including qualitative variables related to cropping system history, such as preceding crops, rotation type and the occurrence of regular application of organic manures. The use of biological soil characteristics, such as carbon of the microbial biomass and in vitro carbon mineralization rate, further improved the prediction of *in situ* nitrogen mineralization rate. This confirmed that soil carbon mineralization is closely related to organic nitrogen mineralization. However those biological soil characteristics are less easily accessible than physical and chemical soil characteristics and cropping system information. Consequently the use of biological variables seems more adapted to research models than to decision support tools which require simple and robust parameterization and easily accessible inputs.

Keywords: nitrogen mineralization, field conditions (*in situ*), LIXIM program, temperature, moisture, denitrification, carbon, statistical modelling, physical and chemical soil characteristics, cropping systems.

Remerciements

Merci à tout le monde ou comment j'en suis arrivé là ...

Hé bien voilà, Il y a presque 4 ans je recevais un mail d'Eric Justes (le 25 septembre 2002) me disant que j'étais retenu pour la thèse qu'il proposait. Après quelques jours de réflexion à peser le pour (une thèse, le meilleur moyen de travailler dans la recherche après, et à l'INRA en plus !) et le contre (Toulouse, c'est le Sud, il va faire chaud en été, et puis la modélisation, je n'y connais pas grand-chose ...), j'ai accepté la proposition qui m'était faite : c'était parti pour 3 ans (et plus si affinités) d'initiation au métier de chercheur. Donc tout d'abord un grand merci à Eric et à Philippe Grieu (co-directeur de thèse) pour m'avoir donné ma chance, à ARVALIS et au CETIOM pour avoir financé la thèse et à l'UMR ARCHE de l'INRA de Toulouse pour m'avoir accueilli dans ses locaux.

Janvier 2003, début des choses sérieuses : arrivée dans l'UMR ARCHE. Merci à toute l'unité pour m'avoir si bien accueilli, merci à Françoise Roux (et à Eric) pour s'être occupés de mon contrat de thèse qui a mis un peu de temps avant d'être finalisé en bonnes et dues formes.

Dans la foulée, j'ai commencé les expérimentations avec prélèvement de sol dans les parcelles avec le gator : un immense merci à Didier Chesneau pour m'avoir aidé dans ce travail parfois pénible et aussi pour sa bonne humeur, ses conseils avisés en pédologie et ses mots d'humour fins et raffinés. Merci également aux techniciens de l'unité expérimentale pour avoir supporté mes blocs en sol nu au milieu de leurs parcelles cultivées, pour leur collaboration et leur bonne humeur.

Après le terrain, je suis passé au labo pour analyser ces échantillons de sol : merci à Patrick Petibon, Nathalie Seguin, Oscar Girotto et encore Didier pour m'avoir aidé pour les extractions de sol et les dosages d'azote minéral. Ce sont maintenant des experts es – cassage de terre en bassine !

Au milieu de tout cela j'ai quand même eu le temps de faire connaissance avec les autres doctorants (surtout doctorantes d'ailleurs) de l'unité : Marie, Jane (les « anciennes » car déjà en place), Laure, Pauline et Cyprian (les nouveaux, arrivés comme moi). Merci à eux pour leur bonne humeur, leur soutien et les bonnes soirées passées ensemble.

A peine le temps de faire un peu de biblio et c'est déjà le premier comité de pilotage où j'ai fait la connaissance des personnes qui allaient m'aider tout au long de ma thèse : Bruno Mary de l'INRA de Laon, François Laurent d'ARVALIS, Luc Champolivier du CETIOM, Bernard Nicolardot de l'INRA de Reims et Thierry Morvan de l'INRA de Rennes. Merci à tous pour leurs conseils et remarques, leur disponibilité et leur sympathie sans lesquels le bon déroulement de la thèse n'aurait pas été possible.

Bon il n'y a pas que la thèse dans la vie (pour l'instant) et heureusement il y a toujours un potau pas loin pour boire une bière ou regarder un match (ou les deux) : Merci à Pierre, Ludo et Cédric « the pilot » pour ces bonnes soirées « décompression » comme au bon vieux temps (Pyrats et PS sont les deux béquilles de l'ingénieur agronome ...).

C'est déjà l'été 2003 (très chaud sur Toulouse) et le plein boom des manips qui coïncide avec la saison des stagiaires (la nature est bien faite) : Merci à Gilles Grasset pour avoir essuyé les plâtres en étant mon premier stagiaire et pour son aide précieuse dans la mesure « précise » de l'humidité et de la température du sol. Merci encore à Didier pour nous avoir aidés à faire les prélèvements de sol par 40°C à l'ombre (j'exagère juste un peu). Après la fin de la campagne de prélèvement de sol, j'ai tout juste le temps d'analyser un peu les résultats et de prendre quelques vacances et la première année est déjà terminée.

Début février 2004, j'effectue mon premier séjour à l'INRA de Laon pour préparer les analyses de l'expérimentation de l'été dernier. Merci Sylvie Recous et à toute l'unité de Laon pour son accueil et sa gentillesse, merci à Bruno Mary pour le temps qu'il m'a consacré et merci aux techniciens du laboratoire pour m'avoir aidé dans les fastidieuses préparations des échantillons : Florence Barrois, Eric « Nestor » Gréhan et Olivier Delfosse.

Je suis à peine revenu sur Toulouse que l'appel du grand Nord se fait ressentir : me voici reparti à Laon pour deux mois et une expérimentation d'incubation de sol. Un grand merci à Valérie Dazin et Brigitte Rocourt pour m'avoir trouvé un appart pour 2 mois et s'être occupées (toujours avec le sourire) des tracasseries administratives engendrées par ma venue. Merci encore à Bruno pour sa disponibilité et ses nombreux conseils. Merci toujours à Florence pour sa bonne humeur (est-ce que ça va?) et son aide précieuse pendant toute l'expérimentation et merci aussi à Nestor pour ses mots d'humour fins et raffinés (serait-ce un critère d'embauche des techniciens à l'INRA ?).

Ce séjour dans le Nord m'a également permis de faire la connaissance des agents de l'unité de Reims. Un grand merci à Bernard Nicolardot et à toute l'unité pour leur accueil et leur disponibilité. Merci infiniment à Madame Herre pour m'avoir aidé lors des manips et à Gonzague Alavoine pour avoir effectué tous les dosages (et il y en a eu un nombre certain ...).

Cette escapade picarde et champenoise a aussi été l'occasion de rencontrer d'autres doctorants : donc merci à Sandro, Philip et Virginie pour leur accueil et les bons moments passés ensemble.

Il y a aussi du mouvement chez les doctorants de ARCHE : soutenance et départ de Marie (qui se marie dans la foulée) et bienvenue à Estelle. Merci à elle pour sa bonne humeur et sa gentillesse !

Entre temps, je m'attèle sérieusement à ma recherche bibliographique : un immense merci à Françoise pour sa disponibilité et sa bonne humeur malgré la montagne d'articles que je lui ai fait commander. Un début de biblio est prêt juste à temps pour le nouveau comité de thèse : merci de nouveau à tous les membres pour leur disponibilité et leur conseils. J'enchaîne sur une nouvelle manip estivale en laboratoire cette fois-ci (un grand merci à Patrick pour son aide inestimable sur cette expérimentation).

Tous ces voyages et ces achats de matériels pour mes manips, ça génère beaucoup de formalités administratives : un grand merci à Lucette Gabet et Béatrice Vannier puis Geneviève Santoro pour leur gentillesse et leur disponibilité, même dans l'urgence du dernier moment ...

Pour leur aide indispensable lors de l'analyse des premiers résultats, la mise en place des nouvelles manips et la rédaction de résumés, posters et problématique de thèse, encore merci à Eric, Bruno et François. Merci pour leur rigueur et leur exigence qui m'ont permis de progresser. Merci également aux autres chercheurs de l'unité ARCHE pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail et pour leurs nombreux conseils avisés.

Pour me changer les idées, j'avais adhéré à l'association de doctorants de l'INPT, ce qui a été l'occasion de connaître d'autres doctorants. Merci à tous les membres de l'asso (Caroline, Céline, Philippe, Patrick, Boris, Jane, Pauline, Pierre et les autres) pour ces moments riches en débat d'idées et en convivialité (débattre de la charte des thèses devant un saucisson – vin rouge, il n'y a que ça de vrai !!).

2004 voit la soutenance de Jane mais elle ne part pas bien loin ...et arrivée en 2005 de deux nouveaux doctorants : bienvenue à Héloïse et Pierre ! En tant que nouveau voisin de bureau, je remercie particulièrement Pierre pour sa bonne humeur et ses talents de pâtissier ...

2005 c'est aussi la dernière année ... en théorie. Après toute la campagne de mesure, il faut maintenant collecter les données. Je remercie infiniment tous ceux qui ont participé à cette base de données : François Laurent, Pierre Castillon, Jean-Marie Bodet, Robert Trochard et Alain Fontaine d'ARVALIS, Luc Champolivier et Anthony Doumenc du CETIOM, Bruno Mary, Bernard Nicolardot, Rémi Chaussod, Thierry Morvan, Catherine Hénault et Pascal Thiebeau de l'INRA : merci pour leur disponibilité et leur implication dans ce travail qui n'aurait pas pu être accompli sans eux.

Je tiens à remercier Carine Hue et Hervé Cardot pour leur aide dans le travail d'analyse statistique des données : merci pour le temps qu'ils m'ont consacré et leur gentillesse. Ce travail n'aurait pas pu être réalisé sans l'aide de Virginie Hénin : merci à elle de m'avoir supporté comme encadrant de stage, d'avoir toujours gardé le sourire (même après avoir recommencé 4 fois les mêmes analyses), d'avoir accepté de m'aider même après la fin de son stage et surtout merci pour le travail sensationnel effectué qui a permis de donner corps aux deux années d'expérimentations précédentes.

Avec tout ça je n'étais pas en avance, il a donc fallu demander une prolongation : un immense merci à François Laurent et Luc Champolivier qui ont cru en moi et permis ainsi qu'ARVALIS et le CETIOM accordent une prolongation de financement.

La phase de rédaction était maintenant arrivée : un immense merci à Eric et Bruno pour le temps qu'il m'ont accordé, pour leur exigence et leur rigueur ainsi que pour leurs encouragements. Merci à Daniel Wallach pour les corrections des résumés et articles en anglais.

Merci aussi à Laure et Pauline « Caliméro » qui étaient dans la même situation que moi au même moment : merci à Laure pour m'avoir tenu compagnie pendant ces week ends à l'INRA et merci à toutes les deux pour vos encouragements et pour le partage de conseils (We are together ! A trois on est parti, à trois on arrivera !!).

Je tiens également à remercier les rapporteurs Stefaan De Neve et Sylvain Plantureux ainsi que les membres du jury Philippe Leterme, Philippe Grieu, François Laurent, Bruno Mary et Eric Justes pour avoir accepté d'évaluer mon travail et pour l'intérêt qu'ils y ont porté.

Dans un autre registre, merci à Pierre et Cédric pour les soirées ISS pro et pour les bons concerts de métal (Yeah MotherF***er !!!) qui m'ont permis de tenir le coup. Merci également à Dream theater, System of a dowm, Fear Factory, Apocalyptica, Iron Maiden, Queen, Jack Kirby, Stan Lee, Frank Miller, Alex Ross, Jim Lee, Moebius, Leiji Matsumoto et Hayao Miyazaki pour leurs œuvres qui m'ont procuré des instants de bonheur, de détente et d'évasion, breaks indispensables et salvateurs tout au long de la thèse.

Merci enfin à ma famille, et surtout à mes parents, sans qui je n'aurais pas pu arriver jusque là. Merci pour avoir toujours cru en moi, pour m'avoir encouragé et aidé tout au long de ces 3 années (et demie), depuis l'installation à Castanet jusqu'aux séjours touristiques pour me changer les idées et me libérer des taches matérielles. Merci pour m'avoir poussé à toujours faire de mon mieux et m'avoir mis dans les meilleures conditions pour réussir.

Donc merci à tous (et également à ceux que j'ai oubliés) pour m'avoir aidé tout au long de cette thèse confirmant (s'il en était besoin) que la recherche est avant tout un travail d'équipe.

<u>Sommaire</u>

INTRODUCTION GENERALE ET PROBLEMATIQUE	
CONTEXTE GENERAL	
CONTEXTE SCIENTIFIOUE	
Qu'est-ce que la minéralisation nette d'azote par le sol ?	
Calcul de la minéralisation nette d'azote in situ	25
Modélisation et prédiction de la minéralisation nette d'azote in situ	
PRESENTATION DU PROGRAMME DE CALCUL LIXIM	
Modèle de transport de l'eau et de l'azote minéral	
Modèle de minéralisation de l'azote du sol	
Fonctionnement du programme LIXIM	
Exemple d'utilisation du programme LIXIM	35
PROBLEMATIQUE – QUESTIONS DE RECHERCHE	
A - Quantification de la minéralisation nette d'azote in situ	<i>3</i> 8
<i>B</i> - <i>Explication et prédiction de la minéralisation nette d'azote</i>	41
CHOIX METHODOLOGIQUES	43
ORGANISATION DU MANUSCRIT	45
CHAPITRE 1. EFFET DE LA TEMPERATURE ET DE L'HUMIDITE SUR LA MINERALISA ET N DE LA MATIERE ORGANIQUE HUMIFIEE DU SOL	ATION C
1.1. INTRODUCTION	46
1.2. MATERIEL ET METHODES	47
1.2.1. Dispositif expérimental et analyses	47
1.2.2. Les modèles de minéralisation (C ou N) considérés	49
1.3. Resultats	54
1.3.1. Cinétiques de minéralisation du carbone et de l'azote	
1.3.2. Modélisation de la minéralisation du carbone et de l'azote et des effets de la température	et de
l'humidité	57
1.4. DISCUSSION	67
1.4.1. Modèle de cinétique de minéralisation du carbone et de l'azote	67
1.4.2. Effet de la température sur la minéralisation du carbone et de l'azote	68
1.4.3. Effet de l'humidité sur la minéralisation du carbone et de l'azote	69
1.5. SYNTHESE DES RESULTATS ET CONCLUSION PARTIELLE	
CHAPITRE 2. EFFET DE L'IRRIGATION SUR LA MINERALISATION DE L'AZOTE EN	
CONDITIONS DE CHAMP	
2.1. INTRODUCTION	
2.2. MATERIALS AND METHODS	
2.2.1. Experiments	
2.2.2. Analyses	

2.2.3. Soil incubation	
2.2.4. Models	
	76
2.3.1 Apparent N mineralization (experiments 1 and 2)	
2.3.2. Effect of irrigation on soil temperature and moisture (experiment 2)	78
2.3.2. Effect of infigurion on soli temperature and moisture (experiment 2)	70
2.3.4 Simulation of depitrification using NFMIS model (experiment 2)	
2.3.4. Simulation of soil nitrate using LIXIM model (experiment 2)	
	0.4
2.4. DISCUSSION	
2.4.1. N mineralization under irrigated conditions	
2.4.2. Dentitification under irrigated conditions	
2.4.5. Extrapolation to cropped conditions	
2.5. SUMMARY OF RESULTS AND PARTIAL CONCLUSION	85
CHAPITRE 3. ROBUSTESSE ET ASPECTS METHODOLOGIQUES DU CALCUL DE LA	
MINERALISATION AZOTEE AU MOYEN DU MODELE LIXIM	
3.1. Problematioue	
3.2. DESCRIPTION DU RESEAU DE PARCELLES EXPERIMENTALES ET DU PROTOCOLE DE CALCUL DE I	_A
MINERALISATION AZOTEE	
3.3. ESTIMATION DE LA FIABILITE DU CALCUL DE LA MINERALISATION DE L'AZOTE IN SITU AVEC LE	Ξ
PROGRAMME LIXIM	
3.3.1. Hypothèses à tester	
3.3.2. Matériel et méthodes	
3.3.3. Résultats et discussion	
3.3.4. Conclusion partielle	
3.4. ESTIMATION DE LA VALIDITE DES FONCTIONS TEMPERATURE ET HUMIDITE ET DU CONCEPT DE	VITESSE
POTENTIELLE DE MINERALISATION (V_P)	
3.4.1. Hypothèses à tester	
3.4.2. Matériel et méthodes	
3.4.3. Résultats et discussion	100
3.4.4. Conclusion partielle	
3.5. ASPECTS METHODOLOGIQUES POUR LE CALCUL DE LA VITESSE DE MINERALISATION AVEC LE M	AODELE DE
CALCUL LIXIM	105
3.5.1. Hypothèses à tester	105
3.5.2. Matériels et méthodes	105
3.5.3. Résultats et discussion	107
3.5.4. Conclusion partielle	110
3.6. SYNTHESE DES RESULTATS ET CONCLUSION PARTIELLE	110
CHAPITRE 4. CARACTERISATION DE LA VARIABILITE ET PREDICTION DE LA	
MINERALISATION IN SITU DE L'AZOTE ORGANIQUE DU SOL	112
4.1. INTRODUCTION	

4.2. MATERIEL ET METHODES	113
4.2.1. Minéralisation du carbone et de l'azote en conditions contrôlées	113
4.2.2. Détermination des caractéristiques physico-chimiques et biologiques des sols étudiés	117
4.2.3. Modélisation de la minéralisation potentielle d'azote	120
4.3. RESULTATS ET DISCUSSION	128
4.3.1. Gamme des variables explicatives et régressions entre variables quantitatives	128
4.3.2. Variabilité de la vitesse potentielle de minéralisation in situ (V _P LIXIM)	133
4.3.3. Comparaison entre les vitesses potentielles de minéralisation in situ et in vitro	138
4.3.4. Comparaison avec le formalisme du K2	141
4.3.5. Corrélations simples entre V _P LIXIM et V _P incub et les différentes variables explicatives	143
4.3.6. Modélisation statistique de la minéralisation de l'azote organique du sol	150
4.4. DISCUSSION GENERALE	159
4.5. SYNTHESE DES RESULTATS ET CONCLUSION PARTIELLE	163
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	165
Synthese des resultats	165
PERSPECTIVES DE RECHERCHE	166
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	170
ANNEXES	183

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Caractéristiques physiques et chimiques des 3 sols étudiés (couche 0-30 cm). 48

Tableau 1.3 : Qualité d'ajustement des fonctions de température aux données expérimentales (valeurs de l) ; Le modèle cinétique choisi est le modèle MC2 pour le carbone et MC1 pour l'azote ; On suppose que la fonction température est la même pour tous les pools de MO....59

Tableau 1.5 : Analyse de sensibilité des paramètres des fonctions température aux donnéesexpérimentales et aux modèles de cinétique sur le sol de Auzeville 1.62

Tableau 1.7 : paramètres des modèles de température Arrhénius et logistique et du modèled'humidité (quadratique V) ainsi que les paramètres du modèle de cinétique deminéralisation (MC2 pour le carbone et MC1 pour l'azote), obtenus avec les deux approches(effet de la température identique ou différent sur les 2 pools).65

Tableau 1.8 : Paramètres du modèle de simulation des cinétiques de minéralisation del'azote.67

 Table 2.1 : Soil characteristics of the 0-30 cm layer in the two experiments.
 73

Table 2.3 : Average measured soil temperature (T) and moisture (θ), average calculated daily temperature and moisture functions (f(T) and $f(\theta)$) and net N mineralized (N_M) calculated with LIXIM model in the biologically active soil layers over the 8 weeks study....83

 Tableau 3.1 : principales caractéristiques physico-chimiques des 55 parcelles de notre étude.

 89

Tableau 3.4 : coefficient de détermination (R^2) des cinétiques de minéralisation de l'azote entemps normalisé calculé avec i) les anciennes fonctions température et humidité, ii) lesnouvelles fonctions température et humidité, iii) la nouvelle fonction température etl'ancienne fonction humidité; des lettres différentes indiquent une différence significative auseuil de 5%.100

Tableau 3.6 : quantité d'azote minéralisé et lixivié sous le profil de mesure (90 cm) ainsi quela vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculés par LIXIM pour les parcelles d'Auzevilledésherbées avec du winch ou mécaniquement.108

Tableau 4.1 : conditions expérimentales des incubations de sol et vitesses de minéralisationde l'azote et du carbone obtenues.114

Tableau 4.2 : liste des variables physico-chimiques et biologiques utilisées pour obtenir lesmodèles statistiques.119

Tableau 4.3 : classement des variables de la base de données en fonction de leur facilitéd'acquisition.127

Tableau 4.5 : statistiques descriptives des variables biologiques de la base de données. 129

Tableau 4.7 : quantité d'azote minéralisé et lixivié, vitesse potentielle de minéralisationcalculées par LIXIM et vitesse potentielle de minéralisation calculée à l'aide du formalismedu K2.134

Tableau 4.10 : critères statistiques d'évaluation de la qualité des comparaisons entre lesdifférentes vitesses potentielles de minéralisation.140

Tableau 4.13 : critères d'évaluation de la qualité explicative et prédictive des modèles deminéralisation de l'azote obtenus en régression linéaire multiple (RLM) ainsi que lesvariables sélectionnées dans ces modèles classées en fonction de leur facilité d'acquisition.152

Tableau 4.14 : critères d'évaluation de la qualité explicative et prédictive des modèles de minéralisation de l'azote obtenus en en PLS (Partial Least Squares regression) ainsi que les variables sélectionnées dans ces modèles classées en fonction de leur facilité d'acquisition.

Liste des figures

Figure 0.1	Transformations	biologiques et	non biologiques	affectant le	devenir de l'azote
dans les sol	l (d'après Nicolar	dot et al., 1997))		

Figure 1.2 : cinétiques de minéralisation de l'azote pour la parcelle Auzeville 1 (4 températures x 4 humidités) et les parcelles Auzeville 2 et Mons (4 températures) avec les valeurs mesurées (symboles) et simulées avec le modèle MC2 du carbone corrigé des rapports C/N des deux pools (lignes) ; les barres représentent les valeurs de l'écart type. ... 56

Figure 1.7 : variabilité de la réponse de la minéralisation de l'azote à l'humidité, RWC étant la teneur en eau relative entre le point de flétrissement (0) et la capacité au champ (1), Wm étant l'effet de l'humidité. Les carrés blancs représentent les valeurs obtenues dans notre étude, les autres symboles étant ceux compilés par Paul et al. (2003). La ligne épaisse représente la relation utilisée actuellement dans le modèle STICS et le programme LIXIM..69

Figure 2.2 : Evolution of soil temperature (a) and moisture contents (b-e) in the 4 irrigation treatments: b) no irrigation, c) 170 mm irrigation, d) 115 mm irrigation, e) 85 mm irrigation in experiment 2. The dashed line indicates the threshold of water content for denitrification.

Figure 3.9 : Comparaison des critères de qualité des ajustements des profils N et eau (RMSE et efficience) pour LIXIM utilisé en mode ajustement et en mode simulation. 103

Figure 3.12 : variation relative des critères de qualité des ajustements des profils N (RMSE et efficience) aux variations de la profondeur de minéralisation (Zm). 107

Figure 4.1 : relation entre le pH et le paramètre A_2 du modèle de premier ordre à 2 compartiments de la minéralisation du carbone mesurée en incubation ; courbe d'ajustement $A_2 = exp (pH - 4.21), R^2 = 0.83.....116$

Figure 4.11 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée à l'aide du formalisme du K2 (V_P K2) et celle calculée a) in situ avec le programme LIXIM (V_P LIXIM) et b) en incubation (V_P incub30) ; les barres représentent les valeurs de l'écart type. 141

Figure 4.13 : effet des variables qualitatives sur la vitesse potentielle de minéralisation calculée in situ (V_P LIXIM) *et en incubation* (V_P incub) *avec a*) *précédent, b*) *antéprécédent, c*) *historique cultural ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.*.....144

Figure 4.15 : relation entre les vitesses potentielles de minéralisation calculées in situ avec *LIXIM* (V_P LIXIM) *et en incubation* (V_P incub) *et diverses caractéristiques physico-chmiques des sols étudiés (argile, CaCO3, P Olsen, Humidité à la capacité au champ (HCC) et pH.* 148

Figure 4.17 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM observée et celle prédite par le modèle obtenu en régression linéaire multiple avec toutes les variables (méthode descendante) ; les barres représentent les valeurs de l'écart type. 153

Introduction générale et Problématique

Contexte général

La fertilisation azotée constitue un poste clé et souvent source de discussion en agriculture. Il s'agit de satisfaire les besoins de la culture en fonction des objectifs de production et de qualité des produits récoltés. La généralisation des engrais chimiques dans les années 50 a ainsi permis d'accroître les rendements et la productivité des cultures. Dans le contexte actuel où l'agriculture doit produire de façon durable, la gestion de l'azote doit être raisonnée de plus en plus finement pour limiter les pertes d'azote sous forme de nitrate (lixiviation) et sous forme gazeuse (dénitrification et volatilisation). Ainsi l'apport d'azote doit non seulement être ajusté au plus près des besoins de la culture, mais également être synchronisé avec le cycle de développement de la culture afin que la fertilisation soit effectuée au bon moment avec la dose appropriée pour répondre aux objectifs visés. En effet une fertilisation azotée excessive, supérieure aux besoins de la culture ou réalisée à un moment inapproprié, entraîne une absorption de l'azote par les plantes moindre (et donc une perte de rendement ou de qualité) et des pertes potentiellement plus élevées (Jolley et Pierre, 1977 ; Benbi et al., 1991). Cette gestion de la fertilisation azotée est d'autant plus complexe dans le contexte d'une agriculture durable lorsque l'utilisation d'intrants est réduite et les cultures et itinéraires techniques sont diversifiés, avec des objectifs de rendement et de qualité des produits récoltés multiples.

La nutrition azotée des plantes ne dépend pas uniquement de la fertilisation minérale. L'autre source d'azote minéral (NO_3^- et NH_4^+) provient de la dégradation, principalement biologique, des différentes matières organiques (MO) du sol : MO endogène (humifiée), résidus de récolte, résidus de cultures intermédiaires, produits organiques exogènes. Il est donc nécessaire de connaître assez précisément la dynamique saisonnière de la minéralisation des matières organiques du sol pour évaluer la fourniture en azote par le sol et ajuster en conséquence la fertilisation azotée. Ce besoin est d'autant plus crucial dans les systèmes de culture à bas niveau d'intrants. En effet la fertilisation azotée est fortement réduite voire absente dans ce type de système. L'estimation de la minéralisation de l'azote du sol doit donc être encore plus précise que pour les systèmes de culture conventionnels afin de réaliser des prévisions de rendement et de qualité réalistes.

Ces connaissances peuvent ensuite être mises en application dans des outils d'aide à la décision comme le logiciel AZOFERT [®] (Dubrulle *et al.*, 2004 ; Machet *et al.*, 2004). Ce logiciel est basé sur une approche dynamique de la méthode du bilan d'azote minéral entre la récolte de la culture précédente et la fin de l'hiver (cultures d'hiver) ou le semis de la culture suivante (cultures de printemps). L'utilisation des conditions climatiques (température, précipitations, évapotranspiration), des caractéristiques simples du sol (teneur en argile et en calcaire), des caractéristiques chimiques et du rapport C/N des différents résidus organiques (résidus de récolte, résidus de cultures intermédiaires, produits organiques exogènes) permet au logiciel de calculer la fourniture d'azote par le sol due à la minéralisation de la matière organique humifiée et des différents résidus organiques pendant cette période. La fertilisation azoté peut alors être calculée comme complément de la fourniture du sol pour atteindre des objectifs de rendement ou de qualité.

La demande est importante pour ce type d'outil en France (laboratoires d'analyse de sol, instituts techniques, chambres d'agriculture, services agronomiques des industries agroalimentaires). La minéralisation des résidus de récolte et de cultures intermédiaires a été abondamment étudiée et le phénomène a été modélisé avec succès (par exemple, Nicolardot et al., 2001; Justes et Mary, 2005). La minéralisation des apports exogènes de matière organique a fait l'objet de récentes études (par exemple, Morvan et al., 1997; Chantigny et al., 2004; Parnaudeau, 2005). Les modèles de prédiction de la minéralisation de la matière organique humifiée sont moins bien établis. Cela est sans doute dû à la difficulté de l'estimation fiable de la minéralisation nette de l'azote en conditions de champ (Mary et Justes, 2001). Dans ce contexte, l'étude présentée a pour objectif de proposer et de valider une démarche fiable et robuste de quantification de la minéralisation de l'azote in situ, pour ensuite déterminer un modèle de prédiction de la minéralisation de l'azote organique humifié robuste, c'est-à-dire utilisable dans une large gamme de pédoclimats et de systèmes de culture. L'étude présentée dans ce travail de thèse s'est focalisée exclusivement sur les situations en grande culture. Ces cultures représentent la majorité de la surface cultivée française (53%, source AGRESTE) et les modes de culture sont plus homogènes (a priori) et donc plus faciles à appréhender que pour les systèmes arboricoles, horticoles, viticoles ou herbagers.

Contexte scientifique

Qu'est-ce que la minéralisation nette d'azote par le sol?

La minéralisation brute de l'azote est le passage de la forme organique à la forme minérale. Cette transformation peut être d'origine physico-chimique dans des conditions extrêmes (pH très faible et fortes températures). Dans nos régions tempérées, la minéralisation brute de l'azote est principalement due à la dégradation biologique (par les macro et microorganismes) de la matière organique du sol (Jarvis et al., 1996). La première étape de ce processus, l'ammonification, concerne la conversion de l'azote organique en ammonium (NH_4^+) sous l'action de micro-organismes hétérotrophes qui utilisent des substrats carbonés comme source d'énergie. L'azote et le carbone sont également utilisés dans la constitution de la biomasse microbienne et des métabolites microbiens. En conditions non limitantes (pH et humidité pas trop faibles), l'ammonium est converti en nitrate (NO3-) par des bactéries autotrophes lors de la seconde partie du processus : la nitrification. La minéralisation brute est toujours associée au phénomène d'organisation de l'azote minéral qui consiste à l'assimilation de l'azote minéral par les micro-organismes du sol pendant l'oxydation de substrats carbonés. Ce phénomène est aussi appelé immobilisation car les plantes étant moins bonnes compétitrices que les micro-organismes pour l'azote minéral, elles ne peuvent accéder à l'azote incorporé dans la biomasse microbienne (Hart et al., 1994a). Cet azote minéral immobilisé peut ensuite être remis à disposition des plantes lors du renouvellement de la biomasse microbienne du sol. Ces phénomènes de minéralisation brute / organisation sont étroitement liés et donc difficilement dissociables en conditions de champ. La minéralisation nette d'azote, correspondant à la différence entre la minéralisation brute et l'organisation, est donc le phénomène le plus souvent estimé au champ. Cela ne représente pas un handicap dans le cadre de l'amélioration de la gestion de la fertilisation azotée car seul le flux net d'azote est accessible aux plantes. La minéralisation nette d'azote correspond donc à la fourniture azotée du sol disponible pour la culture. Ces processus microbiens sont sous l'influence du climat (température et humidité) et des caractéristiques du sol (texture, nature et quantité de la matière organique) (Jarvis *et al.*, 1996 ; Bechtold et Naiman, 2006). Ainsi l'argile protégeant la matière organique du sol de la dégradation par les micro-organismes, les sols ayant de fortes teneurs en argile montrent une minéralisation de la matière organique plus faible que des sols sableux ou limoneux avec des teneurs en matière organique semblables (Cabrera et Kissel, 1988a ; Hassink, 1992 ; Zinn *et al.*, 2005). Afin de raisonner la gestion de l'azote en agriculture, il faut connaître la dynamique saisonnière de la minéralisation de l'azote par le sol. Pour cela, la minéralisation nette doit d'abord être déterminée avec le plus de précision possible pour ensuite être prédite / simulée.

Calcul de la minéralisation nette d'azote in situ

La minéralisation nette n'est pas directement mesurable au champ. En effet, la différence de stock d'azote minéral entre deux dates de mesure ne résulte pas seulement de la minéralisation nette, mais d'autres éléments du cycle de l'azote (Figure 0.1) :

- le prélèvement par les plantes
- la fertilisation azotée éventuelle
- la lixiviation des nitrates (entraînement par les eaux de lessivage)
- les pertes gazeuses par volatilisation (transformation de l'ammonium en ammoniauqe), dénitrification et nitrification (transformation de l'azote minéral en forme gazeuse N_2O et N_2)
- la déposition atmosphérique
- la fixation libre.



Figure 0.1 Transformations biologiques et non biologiques affectant le devenir de l'azote dans les sol (d'après Nicolardot et al., 1997)

La minéralisation nette doit donc être calculée ou estimée à l'aide de différentes méthodes. La méthode du bilan azoté permet de calculer la minéralisation de l'azote en condition de champ (e.g. Jarvis *et al.*, 1996; Liu *et al.*, 2003). La teneur en azote minéral du sol doit être mesurée à la date initiale (N_{INI}) et à la date finale (N_{FIN}). Entre ces 2 dates de mesures, il faut évaluer le prélèvement azoté du couvert végétal (N_{VGX}) (dosage de la teneur en N des végétaux) ainsi que la quantité d'azote entraîné par lixiviation (N_{LIX}) (cases lysimétriques ou bougies poreuses). La dénitrification (N_{DENIT}) est considérée comme négligeable dans les sols non saturés en eau (la majorité des pédoclimats et des systèmes de culture français) mais cela reste à vérifier. Sinon la dénitrification peut être calculée à l'aide des mesures de dégagement de N₂O en chambre hermétique ou de mesure de bilan de ¹⁵N (isotope lourd) (Hénault et Germon, 1995). Il faut également connaître la quantité d'azote apporté par fertilisation et la part perdue par volatilisation. Cette dernière étant difficile à estimer, le bilan peut être réalisé dans des situations non fertilisées (Egelkraut *et al.*, 2003). La minéralisation nette d'azote (N_{min}) entre les deux dates de mesure sans fertilisation peut alors être calculée :

$$N_{MIN} = N_{FIN} - N_{INI} + N_{VGX} + N_{LIX} (+N_{DENIT})$$

Cette méthode est très lourde à mettre en place, donc peu adaptée pour étudier un grand nombre de situations pédoclimatiques. De plus il s'agit d'un bilan *a posteriori* qui ne permet pas de connaître la dynamique de la minéralisation de l'azote. Il faudrait pour cela mesurer chaque terme du bilan à différentes dates, ce qui est difficilement réalisable, et le résultat serait entaché d'une erreur importante due à la précision de mesure et à la variabilité spatiale.

Les incubations de sol en conditions contrôlées sont une alternative intéressante car on s'affranchit du prélèvement par les plantes et de la lixiviation (système clos). En choisissant une humidité d'incubation optimale (conditions non dénitrifiantes), la variation de stock d'azote minéral observée correspond à la minéralisation nette d'azote. De plus la dynamique de minéralisation de l'azote est facilement accessible par des mesures de cinétiques (Stanford et Smith, 1972; Wang *et al.*, 2003). Cependant les conditions d'incubation sont très différentes de celles *in situ*. La minéralisation mesurée en incubation n'est donc pas forcément représentative de la minéralisation en conditions réelles (Connell *et al.*, 1995).

Pour remédier à cela, des techniques d'incubation en conditions de champ ont été développées, comme la méthode des colonnes de sol intactes (Raison *et al.*, 1987 ; Connell *et al.*, 1995). Pour cela, des cylindres en PVC sont enfoncés sur des parcelles en sol nu puis sont clos aux deux extrémités. La variation de stock d'azote minéral mesuré correspond à la minéralisation (pas de prélèvement par les plantes, pas de lixiviation). La lixiviation peut aussi être estimée en comparant ces colonnes à d'autres colonnes ouvertes aux deux extrémités. Cette méthode présente aussi des biais car la colonne de sol est sujette aux mêmes variations de température mais pas d'humidité que le reste de la parcelle étudiée (la colonne couverte ne reçoit pas les précipitations). Cette méthode a donc été améliorée par l'utilisation de résines échangeuses d'ions (Kolberg *et al.*, 1997 ; Schomberg et Cabrera, 2001 ; Schomberg *et al.*, 2006). Placées en bas de la colonne de sol non couverte, les résines piègent les ions nitrates entraînés par drainage, permettant ainsi le calcul de la lixiviation. La mise en place des colonnes reste cependant une étape fastidieuse et cela limite le nombre de dates de mesure et le nombre de sites étudiés.

Une alternative consiste à mesurer *in situ* l'évolution du stock d'azote minéral et à calculer la lixiviation et la minéralisation azotée à l'aide d'un modèle dynamique. Le programme LIXIM (Mary *et al.*, 1999) a été développé dans ce but et sera décrit en détail

dans la partie suivante. Le programme LIXIM est basé sur le principe du bilan dynamique et calcule la cinétique de minéralisation de l'azote en sol nu à partir de mesures régulières des profils d'eau et d'azote.

Modélisation et prédiction de la minéralisation nette d'azote in situ

Quelle que soit la méthode utilisée, la mesure ou le calcul de la minéralisation nette de l'azote humifié du sol représente un investissement important en temps et en moyens. La cinétique de minéralisation de l'azote (mesurée principalement en incubation) doit donc être modélisée pour pouvoir être prédite par la suite. La plupart du temps, la modélisation est basée sur la détermination d'un ou plusieurs pools d'azote minéralisables (N potentiellement minéralisable) et de leur vitesse respective de minéralisation (taux constant). Ces paramètres sont majoritairement estimés à partir d'incubation de sol à température et humidité constantes (Stanford et Smith, 1972). Les cinétiques obtenues sont décrites à l'aide de modèle de premier ordre de type exponentiel :

$$N_{MIN} = \sum_{i=1}^{n} N_{0_i} (1 - e^{-k_i t})$$

 N_{MIN} étant la quantité d'azote minéralisé au temps t n étant le nombre total de pools d'azote i considérés N_{0i} étant l'azote potentiellement minéralisable du pool i k_i étant la vitesse de minéralisation du pool i.

Initialement, un seul pool d'azote était considéré (Stanford et Smith, 1972 ; Campbell *et al.*, 1984 ; Hadas *et al.*, 1986 ; Cabrera et Kissel, 1988a). La majorité des travaux définit 2 pools de matière organique : un pool « labile », facilement minéralisable (petit avec une vitesse de minéralisation élevée) et pool « stable », plus résistant (plus grand avec une vitesse de minéralisation faible) (Molina *et al.*, 1980 ; Wang *et al.*, 2004). Trois pools sont considérés quand les incubations sont réalisées sur des sols séchés avant la mise en place de l'expérimentation : un pool labile, un pool résistant et un pool stable (Richter *et al.*, 1982 ; Pansu et Thuriès, 2003). La vitesse de minéralisation des pools résistants ou stables est très faible et pour des incubations de courte durée (moins de six mois) la minéralisation de ces pools peut être décrite par une cinétique d'ordre zéro (Lindemann *et al.*, 1988). De plus certains auteurs ont suggéré que le pool labile résultait d'un artéfact de la procédure d'incubation, le séchage puis la réhumidification du sol provoquant un flush de minéralisation (Beauchamp *et al.*, 1986 ; Cabrera, 1993). Donc pour des sols conservés frais avant l'incubation (pas de séchage), la cinétique de minéralisation à court terme peut être décrite par un modèle linéaire (Tabatabai et Al-Khafaji, 1980 ; Addiscott, 1983 ; Houot *et al.*, 1989) :

 $N_{MIN} = Kt$

N_{MIN} étant la quantité d'azote minéralisé au temps t

K étant la vitesse de minéralisation de l'azote humifié.

La validité de ce modèle simple a été démontrée par De Willigen (1991), la minéralisation de l'azote n'étant pas mieux simulée avec un modèle de premier ordre à quatre pools qu'avec un modèle d'ordre zéro à un seul pool.

Ces modèles de minéralisation déterminés en incubation à température et humidité constantes doivent ensuite être adaptés afin de prédire la minéralisation de l'azote *in situ*.

Pour cela, l'influence des facteurs climatiques (température, humidité) et des facteurs liés au sol (granulométrie, pH, ...) sur la minéralisation nette d'azote doit être prise en compte. Dans la littérature, la relation entre la minéralisation azotée et la température est souvent exponentielle (lois d'Arrhenius ou Van't Hoff) (Rodrigo et al., 1997). La relation entre la minéralisation de l'azote et l'humidité est complexe car elle est très dépendante de la texture du sol (Cassman et Munns, 1980). Cette relation est souvent fonction de l'humidité au point de flétrissement et à la capacité au champ (Leiros et al., 1999). Les caractéristiques physicochimiques du sol ont d'abord été considérées sans effet sur la vitesse de minéralisation : Stanford et Smith (1972) considéraient un taux de minéralisation constant quel que soit le type de sol (seule la quantité d'azote minéralisable variait). Depuis l'influence des paramètres édaphiques tels que la teneur en argile et en CaCO₃ sur la vitesse de minéralisation de l'azote et la taille du pool d'azote minéralisable a été démontrée (Van Veen et al., 1985 ; Campbell et al., 1991a). Ces paramètres sont utilisés dans les modules de minéralisation de l'azote de nombreux modèles de simulation sol-plantes. En plus des effets de la température et de l'humidité, la vitesse de minéralisation de l'azote est corrigée de l'effet de l'argile dans les modèles SUNDIAL (Bradbury et al., 1993), DAISY (Hansen et al., 1991) et CENTURY (Parton et al., 1987). Les modèles AMINO (Rijtema et Kroes, 1991) et APSIM (Keating et al., 2003) qui est basé sur le modèle CERES pour la minéralisation de l'azote (Godwin et Jones, 1991), modifient la vitesse de minéralisation de l'azote en fonction du pH du sol. Le modèle STICS prend en compte les effets de la teneur en argile et en CaCO₃ du sol pour calculer la vitesse de minéralisation de l'azote humifié (Brisson et al., 1998; 2002). La minéralisation de l'azote étant fortement liée à celle du carbone (Parton et al., 1987; Kersebaum et Richter, 1994), certains modèles, comme APSIM, SUNDIAL et CENTURY, prédisent la minéralisation de l'azote en fonction de la minéralisation du carbone et du rapport C/N de la matière organique.

L'utilisation des modèles de minéralisation dans des situations pédoclimatiques différentes nécessite la détermination de la taille du ou des pools d'azote minéralisable (N_0) pour chaque situation, la vitesse de minéralisation (k) étant adapté à l'aide de fonctions température et humidité et de l'effet de caractéristiques de sol (comme décrit précédemment). Afin d'éviter de réaliser une incubation à chaque nouveau sol étudié, des techniques simples ont été testées afin d'estimer la taille des différents pools d'azote minéralisable. Ces tests permettent une séparation de la matière organique en fractions plus ou moins résistantes à des dégradations chimiques (extractions à l'eau chaude, au NaCl₂, dégradation à l'acide, ...) ou physiques (fractionnement par dispersion, tamisage, sonication, ...) (Bremner, 1965; Keeney et Bremner, 1966 ; Juma et Paul, 1983 ; Stockdale et Rees, 1994). Par exemple le pool d'azote dit « minéralisable » déterminé par électro-ultrafiltration (EUF-Norg) est bien corrélé avec les paramètres N_0 et k déterminés en incubation mais sa gamme de sensibilité faible le rend peu fiable pour prédire la minéralisation de l'azote au champ (Richter et al., 1994 ; Appel et Xu, 1995). Ainsi pour l'instant, aucune technique n'a permis de reproduire convenablement la dégradation microbienne de la matière organique et donc d'estimer la taille des différents pools d'azote minéralisable (Hadas et al., 1986 ; Stockdale et Rees, 1994). Ce problème peut être résolu par l'utilisation de modèles statistiques (obtenus par régression linéaire multiple) qui permettent d'expliquer et de prédire le pool d'azote minéralisable et/ou sa vitesse de minéralisation à l'aide de caractéristiques physico-chimiques et biologiques du sol (Connell et al., 1995; Gonzalez-Prieto et Villar, 2003).

Une autre approche de modélisation de la minéralisation azotée est la description des réseaux trophiques. Dans ce cas la minéralisation nette est prédite par la simulation des interactions entre les différentes communautés de micro-organismes et macro-organismes du sol (Ruiter *et al.*, 1993a; 1993b). Pour chaque groupe de micro-organismes, l'efficience d'utilisation du substrat, l'efficience de production et le taux de renouvellement (turnover de la biomasse) doivent être modélisés, de même que toutes les interactions entre ces communautés (prédation, compétition, ...). La minéralisation nette d'azote est bien simulée par ce type de modèle (Hassink, 1994), mais sa complexité le désigne plutôt comme un modèle de recherche pour aider à la compréhension du fonctionnement de la biomasse du sol.

La prédiction de la minéralisation nette d'azote au champ nécessite donc l'utilisation d'un modèle simple, prenant en compte les effets du sol et du climat. Le modèle STICS (Brisson *et al.*, 1998 ; 2002) semble *a priori* adapté à ce cahier des charges. Son module de minéralisation du sol repose sur deux pools conceptuels de MO (un actif et un inerte) dont la proportion est fixée : la fraction active représente 35 % de l'azote organique humifié (Andriulo *et al.*, 1999). La vitesse de minéralisation du sol dépend du stock d'azote organique actif, de la texture, de l'humidité et de la température du sol :

$$V_{MINH} = N_{HUM} * K_2 pot * FT * FH$$

 N_{HUM} représente la fraction « active » de l'azote organique humifié. La fonction température (*FT*) et la fonction humidité (*FH*) sont les mêmes que celles utilisées dans le programme LIXIM (cf. présentation du programme de calcul LIXIM). Le paramètre K_2pot correspond au taux de minéralisation potentiel rendant compte des effets de la texture du sol (teneur en argile et CaCO₃) sur la vitesse de minéralisation de l'azote (Machet *et al.*, 1990 ; Gabrielle *et al.*, 2003). STICS simule aussi la minéralisation des résidus organiques et leur humification en fonction de leur rapport N/C (Nicolardot *et al.*, 2001). Enfin, le calcul de la minéralisation réelle journalière est déterminé par les jours normalisés (temps combinant l'effet de la température et de l'humidité).

Présentation du programme de calcul LIXIM

LIXIM (Mary *et al.*, 1999) est un modèle de simulation d'évolution de la teneur en eau et de l'azote minéral sur plusieurs couches de sol. Il permet de calculer la minéralisation nette de l'azote au champ, dans le cas d'un sol nu (sans plante). Il comprend un modèle de transport de l'eau et de l'azote minéral et des fonctions de minéralisation dépendantes de la température et de l'humidité du sol. Le pas de temps du modèle est journalier. Il peut être utilisé en mode simulation ou en mode optimisation (inversion de modèle).

Modèle de transport de l'eau et de l'azote minéral

<u>Le modèle de transport de l'eau</u> est de type capacitif ou réservoir multicouches. Il simule l'infiltration en remplissant pas à pas les réservoirs successifs lorsque ceux-ci atteignent leur capacité maximale, à savoir l'humidité à la capacité au champ. L'évaporation est prise en compte par un calcul simplifié. La quantité totale évaporée chaque jour (E) est

égale au produit *k.ETP* où k est un paramètre compris entre 0 et 1, qui peut être soit imposé soit calculé par le modèle. Ensuite le modèle répartit cette évaporation dans le profil du sol en fonction de la profondeur et de la teneur en eau des couches. Le modèle considère 2 paramètres empiriques: la profondeur maximale affectée par l'évaporation (*Ze*, cm) et le coefficient de décroissance (α , sans unité). La contribution de chaque couche *i* à l'évaporation (*E_i*) est supposée décroître avec la profondeur et être proportionnelle à la "conductance évaporative" (*W_i*) de chaque couche de sol selon les équations :

$$E_i = E \cdot \left(1 - \frac{i}{Z_e}\right)^a W_i \tag{1}$$

avec
$$W_i = \frac{\theta_i - \theta_{PF}}{\theta_{CC} - \theta_{PF}}$$
 (2)

 θ_i , θ_{CC} et θ_{PF} désignant respectivement l'humidité réelle, l'humidité à la capacité au champ et l'humidité au point de flétrissement de la couche *i*. Le paramètre α peut varier entre 0.5 et 4. Le paramètre Ze sera d'autant plus important que le sol possède une forte conductivité hydraulique. Il peut varier entre 20 et 120 cm.

Le modèle de transport du nitrate repose sur le concept de "cellules de mélange" ou "mixing cells" (Van der Ploeg *et al.*, 1995). En régime d'infiltration, le nitrate se déplaçant de la couche *i-1* à la couche *i* est supposé se mélanger de manière homogène avec le nitrate contenu dans la couche *i*. Il s'équilibre avant de poursuivre sa descente dans le profil. Cette représentation discrète génère un phénomène de dispersion du nitrate qui dépend de l'épaisseur des couches de mélange. Van der Ploeg *et al.* (1995) ont montré que cette représentation donne les mêmes résultats que le modèle dispersif convectif classique (CDE) à condition que l'épaisseur des couches soit égale à 2 fois la longueur de dispersivité. Cette dispersivité varie selon les sols, en fonction de la texture ou de la compaction du sol, et doit donc être ajustée pour chaque nouveau site étudié. Dans le programme LIXIM, l'épaisseur des couches élémentaires peut aller de 1 cm (sol très peu dispersif de type argileux) à 30 cm (sol très fortement dispersif de type sableux).

Modèle de minéralisation de l'azote du sol

La minéralisation et la nitrification sont supposées se produire exclusivement en surface, jusqu'à une profondeur de minéralisation (Zm) qui est à définir par l'utilisateur. Celle-ci correspond approximativement à l'épaisseur de la couche labourée. Le modèle calcule d'abord la vitesse de nitrification (Vn), à partir de la variation des stocks de nitrate et en tenant compte des transferts de nitrate dans le profil. La vitesse de minéralisation (Vm) est ensuite calculée compte tenu de la variation du stock d'ammonium :

$$Vm = Vn - \Delta A / \Delta t \tag{3}$$

 ΔA étant la variation du stock d'azote ammoniacal de la première couche de sol sur l'intervalle de temps Δt . Dans la très grande majorité des situations rencontrées en grande culture en France, le stock d'azote ammoniacal est faible et varie très peu. La vitesse de minéralisation (*Vm*) peut alors être assimilée à la vitesse de nitrification (*Vm* \approx *Vn*).

Par défaut, nous supposons que la dénitrification est négligeable, tout comme la volatilisation. Il est toutefois possible de renseigner une vitesse de dénitrification non nulle.

A température et humidité constantes, la vitesse de minéralisation est supposée constante et égale à la vitesse potentielle normalisée de minéralisation. Pour simplifier, le symbole Vp (vitesse "potentielle" de minéralisation) sera utilisé par la suite. La vitesse de minéralisation au jour *j* est calculée comme suit :

$$Vm(j) = V_P f(T_j) \sum_{i=1}^n g(\theta_{ij})$$
(4)

n étant le nombre de couches contribuant à la minéralisation, f(T) et $g(\theta)$ étant les fonctions température et humidité, respectivement.

Afin de simplifier le modèle et les données d'entrée, la fonction température est calculée à partir d'une seule température pour toute la couche minéralisante (celle du sol à -10 cm ou celle de l'air à +1 m). La fonction humidité est quant à elle calculée à partir de la teneur en eau de chaque couche contribuant à la minéralisation car ces données sont calculées par le modèle de transport de l'eau et de l'azote minéral.

La quantité d'azote minéralisé cumulée pendant un intervalle de temps Δt s'écrit

$$N_m = \sum_{j=1}^{M} Vm(j)$$
⁽⁵⁾

et en la combinant avec l'équation 4

$$N_m = V_P t_n \tag{6}$$

avec
$$t_n = \sum_{j=1}^{\Delta t} \sum_{i=1}^n f(T_j) g(\theta_{ij})$$
(7)

 t_n étant le temps normalisé relatif à une température de référence (T_{ref}, choisie dans notre étude à 15°C) et une humidité de référence (à la capacité au champ (θ_{cc}) pour notre étude). Le choix de la température et de l'humidité de référence est cependant libre et ne modifie pas le calcul de *Vm*.

La fonction température utilisée est de type équation de Van't Hoff (Q_{10}) :

$$f(T) = \exp\left[K\left(T - T_{ref}\right)\right] = Q_{10} \left(\frac{T - T_{ref}}{10}\right)$$
(8)

K étant le coefficient de température ; K = 0.115, correspondant à un Q_{10} de 3.17 basé sur l'étude de Balesdent et Recous (1997).

La fonction humidité choisie (Rodrigo *et al.*, 1997) est une relation linéaire avec la teneur en eau, bornée aux 2 extrémités :

$$g(\theta) = 1 \qquad \text{si} \qquad \theta \ge \theta_{CG}$$
$$g(\theta) = 0 \qquad \text{si} \qquad \theta \le \theta_0$$

Dans l'intervalle [θ_0 , θ_{CC}], la fonction s'écrit comme suit :

$$g(\theta) = 1 - \frac{\theta_{CC} - \theta}{\theta_{CC} - \theta_0}$$
(9)

 θ est la teneur en eau effective du sol et θ_{CC} est la teneur en eau à la capacité au champ (pF compris entre 2.2 et 2.7), déterminée à partir de mesures d'humidité effectuées *in situ* après des pluies hivernales. Nous pouvons aussi relier θ_0 à la valeur de la fonction g pour la teneur en eau au point de flétrissement permanent g_{PF} :

$$\theta_0 = \theta_{CC} - \frac{\theta_{CC} - \theta_{PF}}{1 - g_{PF}} \tag{10}$$

Compte tenu des résultats de Rodrigo *et al.* (1997), la valeur g_{PF} a été fixée à 0.20, indiquant que la minéralisation à pF 4.2 correspond à 20% de la minéralisation optimale (supposée être celle à HCC).

Fonctionnement du programme LIXIM

Les données d'entrée nécessaires au programme sont, pour chaque couche de sol (profil) mesurée :

- l'épaisseur de la couche (cm)
- la densité apparente (densité terre fine, g.cm⁻³)
- l'humidité à la capacité au champ (θ_{cc} , %)
- l'humidité au point de flétrissement (θ_{PF} , %)
- les teneurs en eau (%) et en azote minéral (kg N.ha⁻¹) des différentes couches aux différentes dates de mesure.

La densité apparente doit être de préférence mesurée précisément pour chaque couche. Elle est considérée constante au cours du temps. Cette mesure est d'autant plus importante qu'elle sert aussi au calcul de la quantité d'azote minéral dans le sol (kg.ha⁻¹). L'humidité à la capacité au champ est déterminée en faisant la moyenne des teneurs en eau des sols mesurées pendant les mois d'hiver. L'humidité au point de flétrissement doit être déterminée de préférence par la mesure de la capacité de rétention en eau du sol à pF 4.2. Sinon, en première approche, elle peut être estimée en la considérant comme la moitié de l'humidité à la capacité au champ.

Les données climatiques journalières (température du sol à -10 cm ou de l'air à 1 m, pluviométrie, évapotranspiration potentielle) sont également nécessaires au fonctionnement du programme.

Le programme LIXIM comporte 2 paramètres à optimiser :

- 1. Le rapport k=ETR/ETP qui représente la fraction de l'évapotranspiration potentielle qui est réellement évaporée. Il est supposé compris entre 0.05 et 1.
- 2. La vitesse de minéralisation réelle (*Vm*) ou potentielle (*Vp*).

Chacun de ces 2 paramètres peut être soit imposé (simulation pure), soit calculé par ajustement non linéaire dans le cas où l'on dispose de mesures réalisées à différentes dates (option ajustement).

 \rightarrow En mode simulation, LIXIM se sert de la première mesure d'eau et d'azote minéral du sol pour s'initialiser. Ensuite il simule l'évolution des profils d'eau et d'azote en fonction de la vitesse potentielle de minéralisation (V_P), du climat (température,

pluviométrie et ETP) et du rapport k (ETR / ETP). Les paramètres k et V_P sont donc fixés par l'utilisateur : V_P est le plus souvent déterminé en incubation de laboratoire à température et humidité constantes et k est généralement compris entre 0.4 et 0.6 en sol nu non irrigué.

→ En mode ajustement, LIXIM reproduit au mieux les profils d'eau et d'azote mesurés en optimisant k et Vm entre chaque intervalle de mesure. L'optimisation est réalisée en minimisant la somme des carrés des écarts (normés) entre les valeurs observées et simulées des teneurs en eau et des quantités d'azote de chaque couche de sol. L'algorithme d'optimisation utilisé est celui de Haus-Marquardt avec des itérations sur les valeurs initiales permettant d'éviter les minima locaux. Vm est aussi calculée en fonction du transfert d'eau et d'azote et des profils d'humidité et de nitrate mesurés. Vm est calculée à chaque intervalle de temps (entre deux mesures) et peut être positive, nulle ou négative sans conditions (ajustement libre) afin de restituer au mieux les profils d'eau et d'azote minéral.

La qualité des ajustements ou des simulations obtenus est évaluée par 3 critères statistiques pour chacune des couches et pour l'ensemble du profil de mesure pour l'eau et pour l'azote (Smith *et al.*, 1996) :

• la différence moyenne

$$MD = \frac{1}{mn} \sum_{k=1}^{m} \sum_{i=1}^{n} (Y_{ik} - \widehat{Y}_{ik})$$

• la RMSE (Root Mean Square Error)

$$RMSE = \sqrt{\frac{1}{mn} \sum_{k=1}^{m} \sum_{i=1}^{n} (Y_{ik} - \widehat{Y}_{ik})^2}$$

• l'efficience du modèle

$$EF = 1 - \frac{\sum_{k=1}^{m} \sum_{i=1}^{n} (Y_{ik} - \widehat{Y}_{ik})^{2}}{\sum_{k=1}^{m} \sum_{i=1}^{n} (Y_{ik} - \overline{Y}_{ik})^{2}}$$

m étant le nombre de dates de mesure

n étant le nombre de couches mesuré

 Y_{ik} , \hat{Y}_{ik} et \overline{Y}_{ik} étant respectivement les valeurs observées, simulées et la moyenne des valeurs observées de la teneur en eau ou en azote du sol.

Un certain nombre de paramètres doit aussi être défini par l'utilisateur :

- l'épaisseur de la couche évaporante (Ze, cm)
- le coefficient de décroissance de l'évaporation (α)
- l'épaisseur de la couche minéralisante (*Zm*, cm)
- la concentration nitrique de l'eau de pluie (en général voisine de 2 mg N.l⁻¹, elle doit être ré-estimée en cas d'irrigation)
- l'épaisseur de dispersion (cm)

La vitesse de dénitrification (Vd) doit aussi être renseignée, soit en la mesurant par ailleurs, soit en la supposant nulle (hypothèse par défaut d'une dénitrification non significative).

Les valeurs de paramètres à définir par l'utilisateur (Ze, α , Zm et l'épaisseur de dispersion) sont déterminées par une démarche d'analyse de sensibilité à l'aide d'un algorithme permettant de tester un grand nombre de combinaisons des valeurs de ces paramètres. Les amplitudes des valeurs des paramètres testées sont les suivantes :

- l'épaisseur de la couche évaporante (Ze, cm) : de 20 à 120 cm avec un pas de 10 cm
- le coefficient de décroissance de l'évaporation (α) : de 1 (toute la couche évaporante participe de la même manière à l'évaporation) à 4 (l'évaporation a surtout lieu dans la couche de surface), mais également de 5 à 8 (autre fonction d'évaporation permettant une plus forte contribution des couches inférieures à l'évaporation)
- l'épaisseur de la couche minéralisante (*Zm*, cm) : de 15 à 45 cm avec un pas de 5 cm (des analyses préliminaires ont montré qu'une couche minéralisante de plus de 45 cm entraînait toujours de mauvais ajustements des profils d'azote du sol)
- l'épaisseur de dispersion (cm) : de 1 à 30 cm sachant que cette valeur doit être un multiple de l'épaisseur des couches mesurées. Pour des couches de 30 cm par exemple, les valeurs possibles sont 1, 2, 5, 10, 15 et 30 cm.

Le choix de la meilleure combinaison des valeurs de ces 4 paramètres s'effectue selon la qualité des ajustements des profils d'eau et d'azote mesurés définie par l'efficience pour l'eau et pour l'azote : la combinaison montrant la meilleure valeur d'efficience moyenne (définie comme 55% EF N et 45% EF eau) est retenue. Lorsque plusieurs parcelles d'un même site sont étudiées (avec des caractéristiques de sol voisines), l'utilisateur peut forcer le modèle pour avoir les mêmes paramètres pour toutes les parcelles.

L'utilisation du programme LIXIM présente donc certains avantages :

- les mesures des entrées du modèles (profils N et eau) sont certes nombreuses mais simples à réaliser (prélèvement de sol puis analyses azote minéral par colorimétrie et humidité par gravimétrie).
- les mesures sont réalisées *in situ* donc i) la structure du sol n'est pas modifiée (pas de perturbation des transferts d'eau) et ii) l'influence du climat réel peut être prise en compte (par exemple, les variations brutales d'humidité dues aux cycles dessiccation / humectation et l'effet de la température)

→ LIXIM permet donc d'obtenir une estimation de la minéralisation réelle au champ correspondant à la minéralisation nette apparente de l'azote organique du sol.

Le calcul de la minéralisation par le programme LIXIM présente cependant quelques limites dont il faut tenir compte lors de l'analyse des résultats :

• le calcul est basé sur un bilan qui considère généralement la dénitrification négligeable, faute de mesures ou de références. Cette hypothèse reste à vérifier,

notamment lors de forts apports d'eau par irrigation ou précipitation qui pourraient saturer le sol et créer des conditions favorables à la dénitrification.

- la lixiviation est calculée par LIXIM et est donc sujette à l'erreur. Le modèle de transport de l'eau et du nitrate pourrait ne pas être adapté à toutes les situations rencontrées (différents types de sol et intensité de précipitation). De plus ce type de modèle ne permet pas de rendre compte d'infiltrations préférentielles liées à des fissures ou fentes de retrait.
- le choix des valeurs des paramètres Ze, α, Zm et l'épaisseur de dispersion repose sur une optimisation et peut aussi entraîner une erreur sur le calcul de la minéralisation de l'azote.

Exemple d'utilisation du programme LIXIM

Les profils d'eau et d'azote du sol ont été mesurés tous les mois pendant un peu plus d'un an sur la parcelle Y5 du domaine expérimental de l'INRA de Toulouse à Auzeville (31). Nous avons utilisé LIXIM pour ajuster au mieux les profils d'eau et d'azote mesurés en optimisant les paramètres k (ETR/ETP) et Vm sur chaque intervalle de mesure. Les sorties du modèle peuvent être comparées avec les stocks d'eau (Figure 0.2) et les stocks d'azote (Figure 0.3) observés.



Figure 0.2 : Evolution des stocks d'eau (% terre sèche) sur 4 couches pour la parcelle Y5 du site d'Auzeville ; les points représentant les mesures, les lignes représentant les ajustements LIXIM et les barres d'erreurs représentant les écarts types des mesures.



Figure 0.3 : Evolution des stocks de nitrate (kg N.ha⁻¹) sur 4 couches pour la parcelle Y5 du site d'Auzeville ; les points représentant les mesures, les lignes représentant les ajustements LIXIM et les barres d'erreurs représentant les écarts types des mesures.

Le modèle calcule les flux d'eau, d'évaporation et de drainage (Figure 0.4), ainsi que les flux d'azote de lixiviation sous la dernière couche de sol et de minéralisation nette d'azote (Figure 0.5).



Figure 0.4 : Evapotransipration potentielle (ETP) mesurée et réelle (ETR) optimisée et drainage sous le profil de mesure calculé par LIXIM pour la parcelle Y5 du site d'Auzeville.


Figure 0.5 : quantité d'azote lixivié cumulée sous le profil de mesure et cinétique de minéralisation de l'azote en jours calendaires calculés par LIXIM pour la parcelle Y5 du site d'Auzeville.

Le modèle fournit également un calcul du temps normalisé (t_n) à l'aide de l'équation 7. Il est alors possible de représenter la cinétique de minéralisation cumulée en fonction de ce temps normalisé (Figure 0.6). Lorsque la cinétique est linéaire, il est possible de calculer la régression linéaire entre N_m et t_n correspondant à la vitesse potentielle de minéralisation V_P exprimée en kg.ha⁻¹.jn⁻¹.



Figure 0.6 : Cinétique de minéralisation nette de l'azote organique du sol en jours normalisés pour la parcelle Y5 du site d'Auzeville (ici $V_P = 0.65 \text{ kg.ha}^{-1}.jn^{-1}$).

Dans cet exemple, le modèle de régression linéaire est statistiquement acceptable avec une ordonnée à l'origine nulle. L'ajustement indique que la vitesse potentielle de minéralisation de l'azote organique du sol (V_P) est de 0.65 kg N minéralisé ha⁻¹ jn⁻¹ à 15°C et HCC.

Problématique – Questions de recherche

L'objectif du travail de thèse est de **quantifier** et **simuler** la minéralisation nette de l'azote du sol *in situ* et sa dynamique saisonnière dans différents systèmes de grande culture français. Notre étude se focalisera sur la minéralisation de l'azote organique contenu dans la MO humifiée, pour des situations de grande culture. La problématique de thèse peut se structurer en 2 questions concernant la minéralisation nette d'azote au champ :

- comment la quantifier (calculer) ?
- comment la prédire (simuler) ou quelles sont les caractéristiques physicochimiques et biologiques (et autres facteurs) qui déterminent la minéralisation nette d'azote par le sol ?

A - Quantification de la minéralisation nette d'azote in situ

La majorité des travaux sur la mesure de la minéralisation nette de l'azote a été réalisée à partir d'incubations de sol. L'utilisation du programme LIXIM pour calculer la minéralisation azotée est donc assez originale car elle permet d'acquérir des références en conditions de champ.

Le programme LIXIM considère que la vitesse de minéralisation rapportée à une température et une humidité de référence est constante pendant l'intervalle de temps Δt entre 2 mesures : nous appelons cette vitesse "vitesse potentielle normalisée de minéralisation" (V_P) :

$$V_P = \frac{N_m}{t_n} \tag{1}$$

avec $t_n = \sum_{j=1}^{\Delta t} \sum_{i=1}^n f(T_j) g(\theta_{ij})$ (2)

 N_m étant la quantité d'azote minéralisée au temps t

 t_n étant le temps normalisé relatif à une température de référence (T_{ref}, choisie à 15°C) et une humidité de référence fixée à la capacité au champ (θ_{cc})

n étant le nombre de couches de sol contribuant à la minéralisation d'azote

f(T) et $g(\theta)$ étant les fonctions température et humidité, respectivement.

La validation de ce mode de représentation de la minéralisation de l'azote *in situ* nécessite la vérification de plusieurs hypothèses concernant i) la validité du concept de vitesse potentielle normalisée (V_P) , ii) la robustesse du calcul de la quantité d'azote minéralisé (N_m) avec LIXIM et iii) la validité du calcul du temps normalisé (t_n) , pour une large gamme de conditions pédoclimatiques.

A-1) Concept de vitesse potentielle de minéralisation de l'azote in situ

La vitesse de minéralisation de l'azote *in situ* est supposée constante à température et humidité constantes (cinétique de minéralisation linéaire exprimée en jours normalisés). Cependant la minéralisation mesurée en incubation est généralement décrite par un modèle de premier ordre (Stanford et Smith, 1972; Wang *et al.*, 2004). Cela implique que la

minéralisation de l'azote n'est pas constante au cours du temps. L'hypothèse d'une vitesse de minéralisation constante à température et humidité constantes mérite donc d'être vérifiée.

A-1. \rightarrow La cinétique de minéralisation de l'azote in situ exprimée en temps normalisé est elle bien linéaire à l'échelle d'une année calendaire (à court terme) ?

A-2) Calcul de la quantité d'azote minéralisé in situ

La quantité d'azote minéralisé *in situ* (N_{MIN}) est calculée au moyen de LIXIM, en conditions de sol nu, selon la méthode du bilan de masse :

$$N_{MIN} = \hat{N}_{FIN} - N_{INI} + N_{LIX} + N_{dénit}$$

 \hat{N}_{FIN} , N_{INI} et N_{LIX} représentent respectivement la quantité d'azote minéral finale (ajustée), initiale (mesurée) et lixiviée (calculée) sous le profil de mesure. La validité de ce calcul repose sur **plusieurs hypothèses qu'il convient de vérifier**, à savoir :

• Les modèles de transfert de l'eau et du nitrate formalisés dans le modèle de calcul LIXIM sont bien adaptés pour calculer la lixiviation dans une large gamme de situations pédoclimatiques.

Le formalisme du calcul de la lixiviation est basé sur un modèle réservoir multicouches, simulant le transfert de l'eau et la diffusion du nitrate entre couches. Ce modèle pourrait être mis en défaut i) dans certains types de sol et ii) en situations particulières comme lors de fortes précipitations (ruissellement) ou dans des sols argileux présentant des fentes de retrait (phénomènes d'infiltration préférentielle et de remontée capillaire).

A-2.a \rightarrow La lixiviation est-elle correctement calculée pour une large gamme de sols et de conditions climatiques (évaporation, pluviométrie) ?

• La dénitrification est considérée négligeable en conditions « standard ».

La dénitrification se produit quand les agrégats du sol sont saturés en eau et elle est favorisée par une température élevée et la présence de substrats (carbone organique et azote nitrique). Ces conditions peuvent être réunies en été (températures élevées) après une irrigation ou un orage (sol temporairement saturé en eau). Ces phénomènes pourraient produire une dénitrification non négligeable à l'échelle de la dynamique saisonnière de l'azote, surtout si des apports d'engrais ont été effectués précédemment.

 $A-2.b \rightarrow La$ dénitrification constitue-t-elle une perte d'azote significative à l'échelle de la saison culturale pour les situations irriguées ou soumises à de fortes précipitations en été (climat méditerranéen), ce qui pourrait biaiser l'estimation de la minéralisation de l'azote in situ au moyen du programme LIXIM ?

• Les contraintes méthodologiques imposées par l'utilisation du programme LIXIM permettent un calcul fiable de la minéralisation de l'azote organique (humifié) du sol qui est représentatif des conditions « réelles ».

La présence d'un couvert végétal est susceptible de modifier les conditions de température et d'humidité par rapport à un sol nu. Cet effet est normalement pris en compte au moyen des jours normalisés. Toutefois, les plantes pourraient aussi influer sur la minéralisation de l'azote par la libération de composés facilement minéralisables (phénomène de rhizodéposition).

A-2.c \rightarrow La quantité d'azote minéralisé sous culture est-elle du même ordre de grandeur que celle minéralisée en sol nu, rendant pertinente l'estimation de la minéralisation in situ en conditions de sol nu ?

Le calcul de la minéralisation azotée à l'aide du programme LIXIM nécessite un paramétrage site par site. Le choix de ces paramètres s'effectue en fonction de la qualité des ajustements des profils eau et azote. De plus, le désherbage chimique nécessaire au maintient de la parcelle d'étude en sol nu pourrait perturber les micro-organismes du sol et ainsi modifier la minéralisation de l'azote. Enfin le suivi des profils d'eau et d'azote nécessaire au calcul de la minéralisation azotée débute généralement après la récolte. Or il a été montré que l'incorporation des résidus de la culture précédente diminuait la minéralisation de l'azote par rapport à une situation avec résidus exportés ou brûlés (e.g. Mary et Recous, 1994 ; De Neve et Hofman, 1996 ; Govaerts *et al.*, 2006).

A-2.d \rightarrow Ces différentes contraintes (paramétrage site par site, désherbage chimique, exportation des résidus) ont-elle un effet significatif et perturbateur pour le calcul de la minéralisation de l'azote in situ au moyen de la « méthode LIXIM » ?

A-3) Concept du temps normalisé

Deux hypothèses doivent être vérifiées.

• Les fonctions température et humidité sont utilisables dans une large gamme de situations climatiques.

Les effets de la température et de l'humidité sur la minéralisation de l'azote organique ont été déterminés en incubation dans une gamme des valeurs moins étendue que celle rencontrée en condition de champ (Balesdent et Recous, 1997), notamment dans le Sud de la France (température élevée et humidité très faible). De plus, d'après la littérature, la réhumectation brutale d'un sol sec provoque un flush de minéralisation dû à la mise à disposition de matière organique auparavant protégée ainsi qu'à la mort des micro-organismes suite au dessèchement du sol (Lundquist *et al.*, 1999 ; Fierer et Schimel, 2002).

A-3.a \rightarrow Les fonctions température et humidité sont-elles adaptées à une large gamme de conditions pédoclimatiques ? Sont-elles mises en défaut lors de brutales variations d'humidité ? (Y a t-il une occurrence significative d'un flush de minéralisation consécutif à la réhumectation d'un sol sec en conditions de champ ?)

• <u>Il n'y a pas d'interaction entre l'effet de la température et celui de l'humidité sur la minéralisation de l'azote organique</u>.

Certains auteurs considèrent que la minéralisation de l'azote est affectée par température, l'humidité et leur interaction (température x humidité) (Quemada et Cabrera, 1997; Zak *et al.*, 1999), ce qui risque *a priori* de mettre en défaut le formalisme du concept de temps normalisé utilisé (équation 2).

A-3.b \rightarrow Y a t-il une interaction significative entre l'effet de la température et de l'humidité ? Si oui, sa prise en compte est-elle essentielle pour mieux rendre compte des effets de la température et de l'humidité sur la minéralisation de l'azote organique ?

B - Explication et prédiction de la minéralisation nette d'azote

L'objectif de notre travail est d'obtenir une méthode simple et robuste pour prédire la minéralisation de l'azote organique du sol. Pour cela les variables d'entrée doivent être faciles d'accès et le domaine de validité du modèle proposé doit être représentatif des conditions rencontrées en France. Les modèles basés sur la description des cinétiques de minéralisation mesurées en incubation nécessitent pratiquement une calibration site par site puisqu'il n'existe pas de méthode simple, robuste et universelle permettant d'estimer la taille du ou des pools d'azote minéralisable. La méthode de modélisation statistique choisie *a priori*, consistant à expliquer puis prédire la minéralisation de l'azote à l'aide de diverses variables semble plus appropriée i) si les variables retenues dans le modèle sont faciles d'accès et ii) si les variables mesurées s'avèrent pertinentes pour prédire la vitesse potentielle normalisée de minéralisation de l'azote (V_P) .

Deux questions essentielles se posent :

 \rightarrow Quelles variables permettent d'expliquer et de prédire la minéralisation nette d'azote au champ ?

 \rightarrow Est-il possible de proposer un modèle simple (peu de variables) et robuste (caractère prédictif élevé et domaine de validité étendu) pour prédire la minéralisation nette in situ de l'azote organique ?

Cette démarche de modélisation soulève plusieurs sous questions méthodologiques qui seront traitées dans cette étude.

B-1) Evaluation des formalismes actuels de prédiction de la minéralisation de l'azote

La majorité des modèles de minéralisation de l'azote reportés dans la littérature a été paramétrée à partir d'incubations de sol. En effet la minéralisation de l'azote est plus facile à mesurer en incubation qu'*in situ* : l'incubation de sol est plus rapide (entre 3 et 6 mois contre un an pour le calcul avec LIXIM par exemple) et certains laboratoires d'analyses la réalisent en routine. Cependant les conditions d'incubation peuvent différer grandement des conditions *in situ* (sol remanié / tamisé et parfois séché), ce qui peut entraîner un biais méthodologique.

B-1.a \rightarrow *La minéralisation mesurée en incubation est-elle comparable à la minéralisation calculée* in situ avec le programme LIXIM ? Constitue-t-elle, à elle seule, un indicateur pertinent et fiable de la minéralisation estimée in situ ?

Les teneurs en argile, en CaCO₃, le pH et la quantité d'azote organique du sol sont les caractéristiques le plus fréquemment prises en compte dans les modèles existants (comme par exemple le formalisme du K2 que l'on retrouve dans des modèles comme AZOFERT, STICS ou AZODYN).

 $B-1.b \rightarrow Ces$ formalismes actuels (utilisation des caractéristiques physico-chimiques seules) sont-ils valides pour une large gamme de sols et de systèmes de culture? Permettent-ils de prédire de manière satisfaisante la minéralisation calculée in situ, quelle que soit la situation pédoclimatique et le système de culture ?

B-2) Prédiction de la minéralisation calculée *in situ* à l'aide des caractéristiques de sol

Les paramètres permanents du sol (texture, teneurs en carbone et azote, CaCO₃, pH) peuvent cependant ne pas être suffisants pour prédire la minéralisation de l'azote. La fraction d'azote organique du sol minéralisable est souvent citée comme indicateur pertinent (Appel et Xu, 1995 ; Appel, 1998). Toutefois ce pool actif est difficilement accessible par des mesures simples. Différentes caractéristiques biologiques permettant de mesurer des pools de matière organique plus ou moins labile pourraient constituer un indicateur de la taille du pool d'azote minéralisable : la biomasse microbienne, le fractionnement de la matière organique, les métabolites microbiens (par exemple) (Janzen *et al.*, 1992 ; Agele *et al.*, 2005). Ces analyses sont cependant plus difficiles d'accès que les caractéristiques permanentes du sol car i) ces indicateurs sont souvent dépendants de l'itinéraire technique (résidus de récolte enfouis ou non) et de la saison de prélèvement (effet température et humidité), et surtout ii) ces indicateurs sont plus compliqués à mesurer en routine par les laboratoires d'analyses (Janzen *et al.*, 1992 ; Schomberg *et al.*, 2006).

B-2.a \rightarrow Les caractéristiques physico-chimiques du sol permettent-elles d'expliquer et de prédire correctement la minéralisation de l'azote à elles seules ?

B-2.b \rightarrow *La prise en compte des caractéristiques biologiques permet-elle d'améliorer significativement la prédiction de la minéralisation de l'azote calculée* in situ ?

L'historique cultural de la parcelle (rotation – système de culture, fertilisation organique) influence les caractéristiques du sol et notamment la taille et la nature du stock d'azote organique dans le sol (voire la taille des pools labiles de MO). Il est donc susceptible d'influer aussi sur la minéralisation de l'azote organique humifié (Cambardella et Elliott, 1992 ; Hassink *et al.*, 1997 ; Thomsen *et al.*, 2001).

 $B-2.c \rightarrow L'historique cultural est-il un indicateur pertinent de la vitesse de minéralisation de l'azote in situ ? Cet effet est-il différent de celui déterminé par les caractéristiques physico-chimiques et biologiques du sol ? Si oui, comment prendre en compte ces effets afin de prédire la minéralisation de l'azote ?$

Choix méthodologiques

Nous avons choisi d'étudier la minéralisation de l'azote organique en condition de champ sur une gamme représentative des situations rencontrées en grande culture en France. Dans ce but nous avons choisi d'utiliser le programme LIXIM afin de calculer la minéralisation de l'azote *in situ*, ceci pour plusieurs raisons :

- L'utilisation du programme de calcul LIXIM sous-tend que la démarche s'effectue en sol nu, ce qui permet de s'affranchir du prélèvement par les plantes et de l'erreur liée à l'estimation de l'azote absorbé ainsi que de la profondeur d'enracinement des plantes. Le calcul ainsi réalisé est donc plus précis que si l'azote exporté dans les plantes avait dû être mesuré. Cette démarche pose cependant la question de l'extrapolation des résultats obtenus sous culture. En effet les plantes sont susceptibles de fournir des substrats facilement minéralisables par le phénomène de rhizodéposition et ainsi favoriser l'activité des microorganismes comme la minéralisation de l'azote. Valé et al. (2005) ont cependant montré que l'enjeu de ces rhizodéposats était faible par rapport à la minéralisation nette d'azote (article en annexe 1). Par contre la rhizodéposition devrait certainement être prise en compte dans le cadre d'études des flux bruts de minéralisation, ce qui n'est pas notre cas. Donc l'hypothèse d'un calcul de la minéralisation nette d'azote en sol nu pouvant être transposé en conditions cultivées semble a priori acceptable si les effets de la température et de l'humidité dus à la présence des plantes sont bien pris en compte.
- Cette démarche se démarque des précédents travaux sur le sujet qui ont majoritairement été conduits en conditions contrôlées (incubation de sol).
- Cela permet d'acquérir des références *in situ* sans modification de la structure du sol. Cela permet également d'acquérir des références qui sont peu nombreuses dans le Sud de la France.
- Cette méthode est *a priori* plus fiable et plus simple à mettre en place qu'une étude en lysimètre ou en colonnes de sol intact avec résines échangeuses d'ions. Ces techniques nécessitent un dispositif expérimental assez lourd, ce qui limite le nombre de situations différentes pouvant être étudiées. Or l'étude ne pourra aboutir à des modèles de prédiction de la minéralisation de l'azote au champ robustes que si l'on dispose d'une gamme de variations importante pour les paramétrer.
- Le calcul de la minéralisation de l'azote par LIXIM nécessite cependant une masse de travail importante (prélèvements de sol et analyses tous les mois pendant un an pour un grand nombre de parcelles). Ce travail n'aurait pas pu être mené à bien sans la participation financière des instituts techniques ARVALIS et CETIOM ainsi que leur collaboration étroite lors du recueil de l'ensemble des données, en particulier par l'effort expérimental réalisé par ARVALIS grâce à la coordination réalisée par François Laurent.

Nous avons également choisi de mesurer la minéralisation de l'azote (et du carbone) en incubation (*in vitro*). Cela nous donne ainsi un moyen de comparaison avec les précédentes études, réalisées pour la plupart en conditions contrôlées. De plus cela nous permettra de confronter les résultats obtenus en incubation et ceux obtenus en conditions de champ.

- La mesure de la minéralisation du carbone est réalisée par piégeage dans de la soude (NaOH). Cette méthode est plus simple que le dosage du CO₂ sous forme gazeuse (incubation sous flux continu) et permet ainsi d'analyser un plus grand nombre d'échantillons sans appareillage complexe.
- La mesure de la minéralisation de l'azote minéral est réalisée par extraction à chaque date de mesure, ce qui implique autant d'échantillons que de dates de mesures (destruction de l'échantillon lors de la mesure). L'utilisation de cette technique accroît donc la variabilité de la mesure par rapport au système de mesure par lixiviation où toutes les mesures sont effectuées sur le même échantillon de sol. La technique de mesure de la minéralisation azotée par extraction a cependant été préférée car les conditions d'incubation se rapprochent le plus possible des conditions au champ. C'est aussi pour cela que les sols sont conservés frais avant l'incubation (pas de séchage).

L'objectif finalisé de cette étude est d'obtenir un modèle robuste et fiable de prédiction de la minéralisation de l'azote organique en conditions de champ.

- Parmi les modèles déjà existants, nous avons choisi comme référence le module de minéralisation de l'azote du modèle STICS. Ce choix se justifie par la simplicité du formalisme et la facilité d'acquisition des variables d'entrée nécessaires à son utilisation. De plus ce formalisme (effet de l'argile et du CaCO₃) est représentatif (du moins en partie) de ce qui existe dans d'autres modèles de culture (SUNDIAL, DAISY, CENTURY) mais aussi dans des outils d'aide à la décision comme AZOFERT, qui sert de référence en France pour calculer la fertilisation azotée des cultures sur la base du bilan prévisionnel d'azote (Rémy et Hébert, 1977).
- Nous avons choisi deux techniques de modélisation statistique pour prédire la minéralisation de l'azote : la Régression Linéaire Multiple (RLM) et la PLS (Partial Least Squares regression). Cette approche a été préférée à l'utilisation d'un modèle plus mécaniste décrivant tous les processus de fonctionnement du sol car les variables d'entrée souhaitées devaient être faciles d'accès. En effet, les modèles mécanistes peuvent être très complexes mais surtout nécessitent généralement beaucoup de variables d'entrée (taille des différents pools et vitesse des flux entre eux) dont l'acquisition nécessite des mesures et analyses non réalisables en routine (principalement à partir d'incubation de sol). De plus ces modèles, bien que se voulant génériques sur le plan du fonctionnement du système représenté, sont difficilement généralisables et leur robustesse est liée à la capacité de paramétrage. Ils doivent être calibrés pour chaque nouveau type de sol étudié. Enfin ces modèles ne sont pas (encore) adaptés pour reproduire la dynamique de l'azote observée au champ sur l'ensemble d'un cycle cultural (Ruiter et Van Faassen, 1994). Notre objectif est de proposer, si possible, un modèle simple de prédiction de la minéralisation de l'azote in situ. Notre objectif n'est pas de contribuer à la compréhension fine des processus microbiens gouvernant la dynamique de minéralisation. En conséquence, nous ne nous focaliserons pas sur les flux bruts liés à la décomposition de la matière organique du sol mais seulement aux flux nets issus de la minéralisation de l'azote organique.

Organisation du manuscrit

Le travail présenté est réparti dans quatre chapitres.

Le premier explique les effets de la température et de l'humidité sur la minéralisation nette du carbone et de l'azote mesurée en incubation dans une gamme de valeur étendue. La validité des fonctions actuelles est évaluée notamment pour des températures élevées et des humidités faibles. Cela permet de tester le domaine de validité du concept du temps normalisé pour une large gamme de conditions pédoclimatiques.

Le deuxième chapitre est consacré à l'évaluation de la robustesse du calcul de la quantité d'azote minéralisée par LIXIM et de la validité des fonctions température et humidité dans des conditions irriguées au champ en été (forte variation d'humidité et température élevée). Une attention particulière est portée sur l'importance de la dénitrification dans ces conditions ainsi que sur le flush de minéralisation attendu (cycles dessiccation - humectation provoqués par l'irrigation). Ce chapitre a fait l'objet d'un article sous presse dans Biology and Fertility of Soils et est donc présenté sous cette forme.

Le troisième chapitre traite de la robustesse du calcul de la vitesse potentielle de minéralisation par LIXIM dans une large gamme de conditions climatiques et pédologiques. A l'aide des résultats obtenus dans les deux premiers chapitres et l'utilisation du programme LIXIM sur un important réseau expérimental, la validité du calcul de la quantité d'azote minéralisé par LIXIM est évaluée (qualité des ajustements des profils d'eau et d'azote mesurés, comparaison avec la méthode du bilan sous culture non fertilisée). La validité du modèle de minéralisation de l'azote de LIXIM dans cette large gamme de situations est également testée (comparaison de différentes fonctions température et humidité, comparaison du modèle de minéralisation linéaire avec des modèles de premier ordre ou de type polynomial). Ce chapitre permet de justifier l'utilisation de la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM comme variable à expliquer pour obtenir un modèle statistique de prédiction de la minéralisation de l'azote *in situ*.

Le dernier chapitre concerne la caractérisation de la variabilité de la minéralisation calculée au champ sous divers pédoclimats et systèmes de culture ainsi que la prédiction de cette minéralisation à l'aide d'un modèle statistique. La base de données constituée de l'ensemble des informations récoltées sur les parcelles du réseau expérimental est décrite (données physico-chimiques, biologiques et relatives à l'histoire culturale), ce qui permet de proposer une première explication de la variabilité constatée de la vitesse de minéralisation calculée par LIXIM mais aussi en incubation (corrélations simples entre les différentes caractéristiques mesurées sur les sites et les vitesses de minéralisation de l'azote). La vitesse de minéralisation calculée par LIXIM est également comparée à celle mesurée en incubation et obtenue en utilisant le formalisme du modèle STICS. Enfin la modélisation statistique de la vitesse de minéralisation est effectuée à partir de l'ensemble des variables explicatives disponibles mais également à partir de variables sélectionnées selon leur facilité d'acquisition.

La conclusion générale résume les principaux résultats et leurs implications en terme de perspectives de recherche possibles pour compléter ce travail de thèse.

Chapitre 1. Effet de la température et de l'humidité sur la minéralisation C et N de la matière organique humifiée du sol

Adapté d'un article à soumettre à l'hiver 2006 à Ecological Modelling

1.1. Introduction

La minéralisation de la matière organique (endogène – humifiée) du sol est un processus biologique sous l'influence des conditions environnementales, principalement la température et l'humidité. La température régule l'activité des micro-organismes tandis que la teneur en eau du sol contrôle la diffusion de l'oxygène dans le sol (et donc les conditions aérobies / anaérobies). L'humidité du sol régule aussi la mise à disposition des substrats aux micro-organismes du sol. La modélisation de l'effet de la température et de l'humidité sur la minéralisation du carbone et de l'azote est une étape essentielle à la prédiction de la fourniture d'azote par le sol pour les cultures mais aussi de l'évolution du dégagement de CO_2 par le sol (problématique du réchauffement global). Ceci a fait l'objet de nombreuses études mais certains résultats sont contradictoires et la compréhension de ces phénomènes est encore partielle.

L'effet de la température sur la minéralisation du carbone et de l'azote est généralement décrite par une fonction d'Arrhénius ou de Van't Hoff avec un Q_{10} d'environ 2 (Stanford *et al.*, 1973 ; MacDonald *et al.*, 1995, Kätterer *et al.*, 1998). Mais certains auteurs ont remis en cause l'utilisation d'un Q_{10} constant : ils ont constaté que le Q_{10} diminuait pour des températures élevées (Ellert et Bettany, 1992 ; Dalias *et al.*, 2001a). Des fonctions hyperboliques, polynomiales ou logistiques ont alors été proposées pour rendre compte de la diminution de l'effet quand la température augmente (Marion et Black., 1987 ; Kirschbaum, 1995). La fonction utilisée dans des modèles tels que STICS (Brisson *et al.*, 1998), LIXIM (Mary *et al.*, 1999) et AZOFERT (Dubrulle *et al.*, 2003) est de type Van't Hoff, avec un Q_{10} de 3.17 paramétré en incubation entre 1 et 25°C (Balesdent et Recous, 1997). La validité de cette fonction pourrait être remise en cause pour des températures plus élevées.

La minéralisation du carbone est souvent simulée par une cinétique de premier ordre de type exponentiel comprenant plusieurs pools plus ou moins résistants à la dégradation microbienne (Richter *et al.*, 1982 ; Wang *et al.*, 2004). La problématique qui en résulte est de savoir si les différents pools de carbone présentent la même sensibilité à la température ou s'ils réagissent différemment. Des modèles tels que CENTURY (Parton *et al.*, 1987) et ROTHC (Jenkinson, 1990) considèrent un seul effet de la température pour les différents pools de carbone. D'autres auteurs considèrent que le pool résistant est moins sensible (voire tolérant) à la température que le pool labile (Liski *et al.*, 1999 ; Melillo *et al.*, 2002). Cette dernière hypothèse suppose qu'il existe une diminution de l'effet de la température pour les température pour des températures élevées : le pool labile (et sensible) s'épuise rapidement et il ne reste que le pool résistant et moins sensible à la température que le pool résistant est plus sensible à la température que le pool labile (Agren et Bosatta, 2002 ; Knorr *et al.*, 2005). Il n'existe donc pas encore de consensus sur la sensibilité des différents pools de carbone à la température. Ce problème est moins étudié pour la minéralisation de l'azote car elle est

souvent décrite par une cinétique d'ordre 1 avec un seul pool, voire même d'ordre zéro (Stenger *et al.*, 1995; Dalias *et al.*, 2002). De plus il est souvent considéré que la minéralisation du carbone pilote celle de l'azote (Parton *et al.*, 1987; Kätterer et Andren, 2001). En conséquence, nous proposons de tester l'hypothèse selon laquelle l'utilisation d'un modèle paramétré sur le carbone et du rapport N/C des différents pools permettrait une meilleure simulation de la minéralisation de l'azote que l'ajustement direct d'un modèle de type exponentiel à un seul pool.

L'effet de la teneur en eau du sol sur la minéralisation du carbone et de l'azote est moins clairement défini que celui de la température car il semble varier d'un sol à l'autre. Plusieurs auteurs ont proposé que cet effet dépendrait de la texture du sol, de la porosité, de la teneur en matière organique et du pH (Gonçales et Carlyle, 1994; Rodrigo et al., 1997). De plus les différentes unités d'expression de l'humidité n'étant pas compatibles entre elles (ou pas facilement convertibles), la comparaison des fonctions proposées dans la littérature n'est pas toujours possible. S'il est communément admis que la teneur en eau optimale correspond à l'humidité à la capacité au champ (Stanford et Epstein, 1974) la limite minimale est moins clairement définie mais se situe certainement en dessous de -1.5 MPa (Myers et al., 1982). L'effet de l'humidité à de faibles teneurs en eau reste donc à préciser, tout comme l'interaction supposée entre les effets de la température et de l'humidité (Quemada et Cabrera, 1997 ; Zak et al., 1999). Considérant le manque d'informations et les contradictions sur cet effet humidité, nous avons cherché à déterminer les fonctions température et humidité les mieux adaptées pour décrire la minéralisation de la matière organique humifiée (carbone et azote) dans une large gamme de situations. Nous avons privilégié le domaine de températures élevées et de teneurs en eau faibles afin de mieux comprendre la minéralisation en conditions estivales de fortes températures et d'humidité très diverses. Dans ce but, la minéralisation du carbone et de l'azote a été suivie en conditions contrôlées en croisant différents traitements température et humidité.

Un second objectif de notre travail a concerné la modélisation de la minéralisation du carbone et de l'azote. Nous avons considéré une cinétique du premier ordre selon différentes approches, testant i) des modèles à un, deux ou trois pools de carbone, ii) des effets température différents ou identiques pour chaque pool et iii) la présence ou l'absence d'interaction température / humidité. Dans chaque cas, différentes fonctions température et humidité ont été testées. Les modèles obtenus ont été comparés selon la qualité des ajustements sur des critères statistiques déjà éprouvés.

1.2. Matériel et Méthodes

1.2.1. Dispositif expérimental et analyses

Pour étudier l'effet de la température et de l'humidité sur la minéralisation du carbone et de l'azote du sol, une expérimentation en conditions contrôlées a été mise en place. Trois sols ont été testés : deux provenant du domaine expérimental de l'INRA de Toulouse (Auzeville 1 et Auzeville 2) et une provenant du domaine expérimental de l'INRA de Mons (Nord-Est de la France) qui sert de sol de référence. Le <u>tableau 1.1</u> donne les principales caractéristiques physico-chimiques et hydriques des 3 sols. Les trois sols ont été prélevés sur la couche 0-30

cm au mois de mars 2004. Ils ont été stockés frais à 4°C pendant 15 jours avant le début de l'incubation. La parcelle d'Auzeville a été cultivée en tournesol en 2002 (résidus enfouis) et est restée en sol nu pendant 18 mois. La parcelle Z2 a été cultivée en blé dur en 2002 (résidus exportés) et est restée en sol nu pendant 20 mois. La parcelle de Mons a été cultivée en blé en 2003 (résidus enfouis).

Le dispositif expérimental comprend des traitements température / humidité différents selon les sols. Les 3 sols ont été incubés à 4 températures différentes : 14.7, 20.9, 27.5 et 35.3 °C (température moyenne sur la durée de l'incubation mesurée par des sondes indépendantes des incubateurs réglés initialement sur 14, 21, 28 et 35°C). Les sols Auzeville 2 et Mons ont été incubés à une seule humidité jugée optimale pour la minéralisation du carbone et de l'azote : 90% de l'humidité à la capacité au champ (HCC, estimée par des mesures au champ en hiver). Cela correspond à 0.19 g.g⁻¹ ou 58 kPa pour Auzeville 2 et à 0.21 g.g⁻¹ ou 47 kPa pour Mons. Le sol Auzeville 1 a été incubé à 4 humidités différentes : 30, 50, 70 et 90% HCC (H1, H2, H3 et H4). Cela correspond respectivement à 0.065, 0.099, 0.137 et 0.177 g eau.g⁻¹ sol, soit à un potentiel hydrique respectif de 21880, 832, 195 et 72 kPa.

Tableau 1.1 : Caractéristiques physiques et chimiques des 3 sols étudiés (couche 0-30 cm)

		Auzeville 1	Auzeville 2	Mons
argile	g.kg ⁻¹	226	293	209
limon	g.kg ⁻¹	279	362	719
sable	g.kg ⁻¹	420	324	44
C org	g.kg ⁻¹	7.1	8.3	9.5
N total	g.kg ⁻¹	0.82	0.96	1.13
C/N		8.7	8.6	8.4
CaCO ₃	g.kg ⁻¹	31	2	11
pН		8.4	7.6	7.8
$\theta_{CC}{}^a$	$g \cdot g^{-1}$	0.20	0.21	0.23
	kPa	45	34	26
	pF	2.65	2.53	2.41
$\theta_{PF}{}^{b}$	$g \cdot g^{-1}$	0.09	0.11	0.09
(pF 4.2)	kPa	1600	1600	1600

^{*a*} : *humidité à la capacité au champ* ; ^{*b*} : *humidité au point de flétrissement*

Après tamisage à 5 mm, l'humidité des 3 sol a été ajustée à la valeur voulue, soit par ajout d'eau distillée quand le sol était trop sec, soit par séchage à l'air à température ambiante quand le sol était trop humide. Les sols ont été conditionnés dans des piluliers en polypropylène, à raison de 30 g équivalent terre sèche par pilulier. Les piluliers ont ensuite été placés dans 2 séries de bocaux en verre fermés hermétiquement. La première série étant destinée au suivi de la minéralisation du carbone, un bécher de soude (NaOH) 0.25 N servant à piéger le CO_2 est placé avec les piluliers de sol. Un petit pilulier contenant de l'eau distillée est ajouté pour éviter un dessèchement trop rapide des sols. Des bocaux contenant uniquement le pilulier d'eau distillée et le bécher de NaOH ont servi de blanc pour mesurer le CO_2 présent

dans l'air du bocal et ainsi le soustraire au CO_2 mesuré dans les bocaux contenant du sol. Pour la seconde série de bocaux servant au suivi de la minéralisation de l'azote, seuls les piluliers de sol et le pilulier d'eau distillée sont placés dans les bocaux. Les bocaux ont été placés dans des incubateurs réglés à la température souhaitée. Les sols ont ainsi été incubés entre 90 jours pour le traitement à 35.3°C et 196 jours pour le traitement à 14.7°C afin d'arriver au même niveau de minéralisation de la matière organique. Ainsi l'effet de la température sur la minéralisation pourra être déterminé avec plus de précision. Les différents pools de matière organique auront été dégradés de la même manière pour toutes les températures et les différences de vitesse de minéralisation seront seulement dues à l'effet de la température et pas à des niveaux différents de dégradation des pools de MO.

Le CO₂ piégé dans la soude est dosé par la technique de titration à l'acide chlorhydrique 0.25 N. Des mesures de contrôle ont été réalisées sur les blancs ainsi que quelques échantillons. Pour cela une solution de BaCl₂ (10%) a été ajoutée dans le bécher de soude au moment de la titration. La solution a ensuite été filtrée sous vide sur du papier Whatman (0,7 μ m) pour récupérer le précipité de BaCO₃ formé. La masse de précipité a été déterminée après séchage et la quantité de carbone piégée dans la soude ainsi calculée a été comparée aux résultats obtenus par titration, ce qui a permis la vérification de la qualité analytique.

Les dates de mesure du dégagement de CO_2 varient en fonction de la température d'incubation :

- 14.7°C : 6, 14, 28, 48, 76, 110, 153 et 196 jours
- 20.9°C : 7, 14, 21, 32, 54, 76, 110 et 153 jours
- 27.5°C : 7, 14, 19, 28, 41, 62, 90 et 119 jours
- 35.3°C : 7, 10, 21, 28, 41, 62 et 90 jours

L'azote minéral a été extrait par agitation du sol pendant 30 minutes dans une solution de KCl 1 M (100 mL de KCl pour 30 g de sol équivalent terre sèche). La solution a ensuite été filtrée sur du papier Whatman (0,7 μ m). L'azote minéral (nitrate et ammonium) a été dosé par colorimétrie en flux continu (Traacs 2000, Bran+Luebbe, Allemagne) par la réaction de Griess-Ilosvay pour le nitrate et la réaction de Berthelot modifiée utilisant le salicylate et le dichloroisocyanurate pour l'ammonium.

Les dates de mesures de l'azote minéral varient aussi en fonction de la température d'incubation :

- 14.7°C : 0, 6, 28, 48, 77, 110, 153 et 196 jours
- 20.9°C : 0, 7, 21, 32, 54, 77, 110 et 153 jours
- 27.5°C : 0, 7, 19, 28, 41, 62, 90 et 120 jours
- 35.3°C : 0, 7, 14, 21, 28, 41, 62 et 90 jours

A chaque date de mesure, l'humidité de tous les sols a été contrôlée par pesée et réajustée si besoin avec de l'eau distillée. Trois répétitions ont été effectuées pour chaque mesure.

1.2.2. Les modèles de minéralisation (C ou N) considérés

1.2.2.1. Les modèles de cinétique

Nous considérons des cinétiques de premier ordre par rapport au stock de carbone, classiquement utilisées et permettant de décrire les résultats d'incubation. Nous les limitons à un maximum de 3 compartiments, car il est impossible d'en identifier les paramètres au-delà de ce nombre. Nous considérons donc 4 modèles de cinétique : [MC1] Y = A, $(1 - \exp(-k, t))$ (1)

[MC1]
$$Y = A_1 (1 - \exp(-k_1 t))$$
 (1)

[MC2]
$$Y = A_1 \left(1 - \exp(-k_1 t) \right) + A_2 \left(1 - \exp(-k_2 t) \right)$$
(2)

[MC2c]
$$Y = A_1 \left(1 - \exp(-k_1 t) \right) + \left(A - A_1 \right) \left(1 - \exp(-k_2 t) \right)$$
 (3)

[MC3c]
$$Y = A_1 \left(1 - \exp(-k_1 t) \right) + A_2 \left(1 - \exp(-k_2 t) \right) + \left(A - A_1 - A_2 \right) \left(1 - \exp(-k_3 t) \right)$$
(4)

Y désigne la quantité de C (ou N) minéralisé au temps t

A désigne la quantité totale de C (ou N) organique du sol

A₁, A₂ désignent la quantité de C (ou N) de chaque pool organique

 k_1 , k_2 , k_3 désignent les constantes de vitesse de décomposition de chaque pool pour les conditions de température et d'humidité effectives du sol.

Le modèles MC2c et MC3c sont "contraints" puisque la somme des pools décomposables est égale à la quantité totale de C (ou N) organique du sol. Par contre dans les modèles MC1 et MC2 seule une partie de C (ou N) organique est décomposable (sur la période de temps considérée).

1.2.2.2. Les effets de la température et de l'humidité

Pour un sol donné, incubé sous différentes conditions de température et d'humidité, nous supposons que les pools décomposables restent identiques et que ce sont les constantes de vitesse qui varient. Nous supposons également que les lois d'action de ces facteurs peuvent varier en fonction de la nature des pools décomposables, ainsi que l'ont suggéré plusieurs auteurs (Knorr *et al.*, 2005 ; Davidson *et al.*, 2006). Nous avons donc :

$$k_1 = k_{10} f_1(T, \psi)$$
 (5)

$$k_2 = k_{20} f_2(T, \psi)$$
 (6)

$$k_{3} = k_{30} f_{3}(T, \psi) \tag{7}$$

où T et ψ désignent les conditions de température et d'humidité ou de potentiel hydrique de l'eau dans le sol,

et k_{10} , k_{20} , k_{30} représentent les constantes de vitesse de décomposition pour les conditions de référence T_{ref} et ψ_{ref} , ce qui revient à dire que :

$$f_1(T_{ref}, \psi_{ref}) = f_2(T_{ref}, \psi_{ref}) = f_3(T_{ref}, \psi_{ref}) = 1$$
(8)

1.2.2.3. Première approche

Nous ne ferons pas d'hypothèse sur la loi d'action de la température mais poserons deux autres hypothèses :

• **H1** : il n'y pas d'interaction significative entre les effets de la température et de l'humidité. On peut alors écrire :

$$f_i(T, \psi) = g_i(T) h_i(\psi)$$
 $i = 1, 3$ (9)

Les équations (5-7) peuvent s'écrire :

$$k_{i} = k_{i0} g_{i}(T) h_{i}(\psi)$$
(10)

H2 : les effets de la température et de l'humidité sont les mêmes pour les différents pools de C (ou N). L'équation (9) peut alors s'écrire :
 k_i = k_{i0} g(T) h(ψ) (11)

Dans le cas de notre étude, nous avons étudié l'effet de 4 températures (T_{j} , j = 1, 4) et de 4 humidités (ψ_k , k = 1, 4). Nous pouvons poser :

$$k_i(T_j, \psi_k) = k_{i0} \lambda_j \mu_k$$
(12)

où λ_j est le facteur température et μ_k le facteur humidité.

Nous chercherons à identifier tous les paramètres simultanément en considérant l'ensemble des traitements et en utilisant les équations (1-4) et (11). Si l'on prend le modèle MC2, nous aurons 10 paramètres à estimer :

 $A_1, k_{10}, A_2, k_{20}, \qquad \lambda_2, \lambda_3, \lambda_4, \quad \text{et } \mu_2, \mu_3, \mu_4$

en prenant comme conditions de référence la température T_I et le potentiel ψ_I (ce qui revient à poser $\lambda_I = \mu_I = 1$).

L'identification de ces paramètres sera faite avec une méthode bayésienne, en utilisant l'algorithme MCMC de Metropolis-Hastings (Hastings, 1970; Makowski *et al.*, 2002). Nous pourrons ensuite relier les paramètres λ_j aux modèles de température et les paramètres μ_k aux modèles d'humidité et de potentiel hydrique décrits ci-dessous.

1.2.2.4. Seconde approche : utilisation des modèles de réponse à la température

Différents modèles de réponse à la température ont été proposés dans la littérature. **Nous** en avons retenu trois parmi les plus utilisés :

• <u>Le modèle Van't Hoff (ou « loi du Q₁₀ »)</u> $g(T) = \exp(K_V (T - T_{ref}))$ (13)

où K_V est la constante d'action (°K⁻¹). La loi peut également s'écrire, en faisant apparaître le paramètre Q_{10} :

$$g(T) = Q_{10} \left(\frac{T - T_{ref}}{10}\right) \tag{14}$$

• Le modèle Arrhénius

$$g(T) = \exp\left(\frac{-E_A}{R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{ref}}\right)\right)$$
(15)

où E_A est l'énergie d'activation (J.mol⁻¹)

• <u>Le modèle logistique</u>

$$g(T) = \frac{A_L}{1 + (A_L - 1) \exp(-K_L (T - T_{ref}))}$$
(16)

Cette fonction est une extension de la fonction exponentielle précédente (12) avec un ralentissement de l'effet température et une asymptote A_L . La constante K_L (°K⁻¹) est analogue à celle du modèle exponentiel. Les modèles de réponse à l'humidité sont très nombreux dans la littérature, notamment à cause de la variabilité de l'expression de l'état hydrique du sol : humidité massique (g.g⁻¹), volumique (cm³.cm⁻³) ou relative (% par rapport à une humidité optimale), taux de saturation en eau (WFPS) ou potentiel hydrique (MPa). Ainsi, Quemada et Cabrera (1997) ont défini un modèle de réponse au potentiel hydrique de type logarithmique :

$$h(\psi) = a + b \ln(-\psi) \tag{17}$$

qui peut aussi s'écrire :

$$h(\psi) = a + b \ pF$$
 (18)

où a et b sont des constantes.

La majorité des lois d'action de l'humidité sont des modèles de réponse à l'humidité massique ou volumique, plus facile d'accès que le potentiel hydrique. Il s'agit le plus souvent de modèles linéaires ou quadratiques. **Nous en avons retenu trois** avec comme paramètres :

 θ_{PF} la teneur en eau au point de flétrissement permanent (pF = 4.2)

$$\theta_{CC}$$
 la teneur en eau à la capacité au champ (pF compris entre 2.2 et 2.7)

 θ la teneur en eau réelle (ou considérée) du sol

$$h_{PF}$$
 valeur de la fonction pour une teneur en eau égale à θ_{PF}

 d_1 constante

Ces modèles sont tous bornés comme suit :

$$h(\theta) = 1 \qquad \text{si} \qquad \theta \ge \theta_{CC}$$
$$h(\theta) = 0 \qquad \text{si} \qquad \theta \le \theta_0$$

Dans l'intervalle [θ_0 , θ_{CC}], les modèles sont les suivants :

• Le modèle quadratique L (Lomander *et al.*, 1998)

$$h(\theta) = 1 - d_1 \left(\theta_{CC}^2 - \theta^2\right)$$
(19)
$$\theta_0 = \sqrt{\theta_{CC}^2 - \frac{1}{d_1}}$$

avec

• Le modèle linéaire (Mary *et al.*, 1999)
$$h(\theta) = 1 - (1 - h_{PF}) \left(\frac{\theta_{CC} - \theta}{\theta_{CC} - \theta_{PF}} \right)$$
(20)

où

$$h(\theta) = 1 - \left(1 - h_{PF}\right) \left(1 - RWC\right)$$

 $\theta_0 = \theta_{CC} - \frac{\left(\theta_{CC} - \theta_{PF}\right)}{1 - h}$

 $RWC = \frac{\theta - \theta_{PF}}{\theta_{CC} - \theta_{PF}}$ (RWC = relative water content)

avec

en posant

• Le modèle quadratique V (notre proposition)

$$h(\theta) = 1 - \left(1 - h_{PF}\right) \left(\frac{\theta_{CC} - \theta}{\theta_{CC} - \theta_{PF}}\right)^2$$
(21)

où

 $h(\theta) = 1 - (1 - h_{PF}) (1 - RWC)^2$ $\theta_0 = \theta_{CC} - \frac{(\theta_{CC} - \theta_{PF})}{\sqrt{1 - h_{PF}}}$

avec

La différence entre les modèles quadratiques L et V est la courbure : la courbure est de type « exponentiel » (tournée vers le haut) pour le modèle L alors qu'elle est de type « asymptotique » (tournée vers le bas) pour le modèle V. Pour le modèle V, la tangente à la courbe est horizontale lorsque $\theta = \theta_{CC}$. Les valeurs de θ_{CC} et θ_{PF} sont indiquées dans le tableau 1.1.

Dans cette seconde approche, nous supposerons que la loi d'action de la température s'applique rigoureusement, et qu'il n'y a pas d'interaction significative entre les effets de la température et de l'humidité. Nous testerons la possibilité que les paramètres de la loi d'action de la température varient en fonction de la nature du C (ou N) décomposé. Concernant la réponse à l'humidité, nous conserverons la même approche que précédemment, à savoir que la loi d'action est la même pour les 2 ou 3 pools de C (et N). Nous utiliserons donc le modèle défini par les équations (1-4) et l'équation (10) modifiée :

$$k_i = k_{i0} g_i(T) h(\psi)$$
 (10b)

Nous chercherons à estimer tous les paramètres simultanément en considérant l'ensemble des traitements. Si nous choisissons le modèle MC2 et la fonction d'Arrhénius, nous aurons 9 paramètres à estimer :

 A_1, k_{10}, A_2, k_{20} E_{A1}, E_{A2} $\mu_2, \mu_3, \mu_4.$

Pour la fonction logistique, une première analyse a permis de déterminer une valeur commune pour l'asymptote A_L . Nous aurons donc aussi 9 paramètres à estimer :

 A_1, k_{10}, A_2, k_{20} K_{L1}, K_{L2} $\mu_2, \mu_3, \mu_4.$

1.2.2.5. Troisième approche

Nous supposons maintenant qu'il existe une interaction significative entre les effets de la température et de l'humidité. L'existence d'une interaction peut s'exprimer comme suit : l'effet de la température établi à des humidités proches de l'optimum est modifié en conditions de faible humidité. Nous proposons la formulation suivante pour décrire cette interaction :

$$f_i(T, \psi) = g_i(T) h_i(\psi) \left[1 - a \left(g_i(T) - 1 \right) \left(1 - h_i(\psi) \right) \right]$$
(22)

a étant un paramètre d'interaction.

L'interaction nulle correspond au cas où :

 $f_i(T, \psi) = g_i(T) h_i(\psi)$

L'équation (22) indique que l'interaction est nulle pour la température de référence T_{ref} et pour le potentiel de référence ψ_{ref} , puisqu'on a d'après l'équation (8) :

$$g_i(T_{ref}) = h_i(\psi_{ref}) = 1$$

L'interaction est d'autant plus forte que l'on s'éloigne de ces conditions de référence.

1.2.2.6. Prédiction des cinétiques azote en fonction des cinétiques carbone

Nous avons tenté de relier les cinétiques N à celles obtenues pour le carbone. Nous avons supposé que la décomposition du pool labile 1 pouvait induire une organisation d'azote alors que la décomposition du pool 2 correspondait à la décomposition de l'humus et induisait une minéralisation nette. La fonction ajustée pour les cinétiques azote peut alors s'écrire, dans le cas du modèle MC2 :

[MC2']
$$Y = -\omega_1 A_1 (1 - \exp(-k_1 t)) + \omega_2 A_2 (1 - \exp(-k_2 t))$$
(23)
avec
$$\omega_1 \quad \text{rapport N organisé / C minéralisé du pool labile} \\ \omega_2 \quad \text{rapport N minéralisé / C minéralisé du pool résistant}$$

1.3. <u>Résultats</u>

1.3.1. Cinétiques de minéralisation du carbone et de l'azote

Les cinétiques de minéralisation du carbone ont une allure clairement curvilinéaire, surtout pour les températures élevées (Figure 1.1). Un flush initial de minéralisation est bien visible dans tous les sols jusqu'à la première date de mesure (6 ou 7 jours). Nous supposons que cet effet n'est probablement pas dû à la préparation des échantillons car le sol a été conservé frais (non séché) avant d'être réhumecté, alors que le séchage et la réhumectation provoquent effectivement un flush de minéralisation (e.g. Nordmeyer et Richter, 1985). Pour le sol Auzeville 1, les quantités de C minéralisé varient de 161 mg.kg⁻¹ en 196 jours à 14.7°C et à 0.065 g.g⁻¹ (température et humidité les plus faibles) à 641 mg.kg⁻¹ en 90 jours à 35.3°C et à 0.177 g.g⁻¹ (température et humidité les plus élevées). On observe, sans surprise, une forte réponse des vitesses de minéralisation du carbone à la température et l'humidité. La réponse à l'humidité est cependant moins marquée que la réponse à la température : ainsi, la quantité minéralisée à l'humidité la plus faible (21.9 MPa ou pF = 5.34) représente en moyenne 56% de la minéralisation à l'humidité la plus forte (0.07 MPa ou pF = 2.86), alors que la minéralisation (à 90 jours) est diminuée d'un facteur 4 lorsque la température passe de 35.3°C à 14.7°C. L'augmentation de la température entraîne une forte augmentation de la minéralisation même dans le sol le plus sec (ayant une humidité très inférieure au point de flétrissement permanent) (Figure 1.1).

Ces résultats indiquent donc que la sensibilité de la minéralisation du carbone à l'humidité est plus modérée que celle à la température. Les quantités de carbone minéralisé pour le sol Auzeville 2 sont sensiblement identiques à celle d'Auzeville 1 à l'humidité élevée. Par contre, le sol de Mons présente une minéralisation bien supérieure, allant de 409 mg.kg⁻¹ en 196 jours à 14.7°C à 881 mg.kg⁻¹ en 90 jours à 35°C. Cela pourrait s'expliquer par sa teneur en carbone organique légèrement supérieure aux 2 autres sols et par

sa plus faible teneur en argile (<u>Tableau 1.1</u>). Cette plus forte minéralisation pourrait également s'expliquer par une contribution non négligeable de la décomposition des résidus de culture dans ce sol. En effet, des résidus de culture (blé) ont été enfouis 6 mois avant le prélèvement de ce sol, contrairement aux 2 parcelles d'Auzeville qui sont restées en sol nu pendant presque 2 ans avant l'échantillonnage.



Figure 1.1 : cinétiques de minéralisation du carbone pour la parcelle Auzeville 1 (4 températures x 4 humidités) et les parcelles Auzeville 2 et Mons (4 températures) avec les valeurs mesurées (symboles) et simulées avec le modèle MC2 (lignes) ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Les cinétiques de minéralisation de l'azote sont moins régulières que celles du carbone, notamment pour les premières dates de mesure (Figure 1.2). Contrairement au carbone, il n'apparaît pas de flush initial de minéralisation. On observe même une diminution des quantités minéralisées dans les sols ayant les plus faibles niveaux de température et humidité (Figure 1.2), ce qui peut être attribué à un phénomène d'organisation d'azote minéral. L'allure des cinétiques est aussi curvilinéaire. Comme pour le carbone, l'augmentation de la température ou de l'humidité entraîne un accroissement de la minéralisation de l'azote. Pour

le sol Auzeville 1, les quantités de N minéralisé varient de 4.6 mg.kg⁻¹ en 196 jours à 14.7°C et à 0.065 g.g⁻¹ (température et humidité les plus faibles) à 32.4 mg.kg⁻¹ en 90 jours à 35.3°C et à 0.177 g.g⁻¹ (température et humidité les plus élevées). L'effet de l'humidité semble être plus prononcé pour l'azote que pour le carbone, car la minéralisation de l'azote à l'humidité la plus faible (21.9 MPa ou pF = 5.34) représente en moyenne 39% de la minéralisation à l'humidité « optimale » (0.07 MPa ou pF = 2.86). Comme pour le carbone, le sol de Mons présente une minéralisation azotée plus importante que les 2 sols d'Auzeville (qui ont des valeurs proches), avec 19.9 mg.kg⁻¹ en 196 jours à 14.7°C et 66.4 mg.kg⁻¹ en 90 jours à 35°C.



Figure 1.2 : cinétiques de minéralisation de l'azote pour la parcelle Auzeville 1 (4 températures x 4 humidités) et les parcelles Auzeville 2 et Mons (4 températures) avec les valeurs mesurées (symboles) et simulées avec le modèle MC2 du carbone corrigé des rapports C/N des deux pools (lignes) ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

1.3.2. Modélisation de la minéralisation du carbone et de l'azote et des effets de la température et de l'humidité

1.3.2.1. Première approche

Dans ce cas, nous rappellerons que nous ne faisons pas d'hypothèse sur la nature des fonctions température et humidité, mais nous supposons qu'il n'y a pas d'interaction entre la température et l'humidité et que leur effet est le même sur tous les pools modélisés. Nous avons testé les quatre modèles de cinétique décrits précédemment (MC1 à MC3) pour le carbone et le modèle MC1 seul pour l'azote, étant donné l'absence de flush initial.

La qualité des ajustements des modèles de cinétique de minéralisation du carbone et de l'azote est évaluée par le calcul de la RMSE (Root Mean Square Error), reportée dans le tableau 1.2.

Tableau 1.2 : Qualité d'ajustement des cinétiques de minéralisation du carbone et de l'azote (RMSE) et paramètres des fonctions température (K, Ea et KL) en fonction du modèle cinétique choisi (MC1, MC2, MC2c, MC3c) et du sol étudié (Auz pour Auzeville) ; MC1 = modèle à 1 compartiment ; MC2 = modèle à 2 compartiments de taille non imposée ; MC2c = modèle à 2 compartiments dont la somme est égale à la quantité de carbone organique du sol ; MC3c = modèle à 3 compartiments dont la somme est égale à la quantité de carbone organique du sol.

			Minéralisation C				Min	éralisatio	n N
		Modèle cinétique	Auz 1	Auz 2	Mons	-	Auz 1	Auz 2	Mons
RMSE	$(mg.kg^{-1})$	MC1	24.2	22.1	26.5		1.3	0.9	1.4
		MC2	10.5	5.3	8.4				
		MC2c	15.2	10.4	14.3				
		MC3c	10.5	7.5	9.7				
Fonction	Van't Hoff								
$K_{\rm V}$	(K^{-1})	MC1	0.104	0.102	0.098		0.093	0.110	0.094
		MC2	0.113	0.108	0.101				
		MC2c	0.114	0.111	0.103				
		MC3c	0.113	0.108	0.101				
Fonction	Arrhenius								
Ea	(kJ.mol ⁻¹)	MC1	75.8	75.7	70.7		70.2	84.4	79.3
		MC2	79.2	77.8	71.2				
		MC2c	77.4	77.4	71.0				
		MC3c	79.2	77.8	71.2				
Fonction	logistique								
K_{L}	(K^{-1})	MC1	0.114	0.113	0.105		0.104	0.129	0.119
		MC2	0.120	0.117	0.106				
		MC2c	0.117	0.117	0.106				
		MC3c	0.120	0.117	0.106				

Les meilleurs ajustements pour la minéralisation du carbone sont obtenus pour les modèles à 2 compartiments sans contrainte (MC2) et à 3 compartiments avec contrainte (MC3c). Les cinétiques obtenues avec le modèle MC2 sont représentées dans la <u>figure 1.1</u>. Le modèle à un compartiment donne les plus mauvais ajustements (<u>Tableau 1.2</u>). En effet la prise en compte d'un seul compartiment ne permet pas de rendre compte du flush initial de minéralisation du carbone. Par contre, le modèle MC1 est assez bien adapté à la minéralisation de l'azote (résultats non présentés). La RMSE des ajustements des cinétiques de minéralisation de l'azote est inférieure à celle du carbone car les quantités minéralisées sont moindres (entre 161 et 881 mg.kg⁻¹ pour le carbone contre 4.6 à 66.4 mg.kg⁻¹ pour l'azote). La qualité des ajustements est comparable pour les 3 sols et suit la même tendance en regard du nombre de compartiments du modèle.

L'ajustement des modèles de minéralisation a permis d'obtenir les valeurs des facteurs température (λ_j) et humidité (μ_k) pour le carbone et l'azote. Ces paramètres ont ensuite été reliés aux modèles d'action de la température et de l'humidité décrits précédemment (voir Matériel et Méthodes). Pour la fonction température, nous avons pu calculer la valeur la plus probable des paramètres K_V de la fonction Van't Hoff, Ea de la fonction Arrhénius et A_L et K_L de la fonction logistique (Tableau 1.2). L'asymptote de la fonction logistique (A_L) étant peu variable d'un modèle de minéralisation à l'autre, nous avons décidé de la fixer à la valeur de 35. Ainsi la fonction logistique est plus facilement comparable aux autres fonctions car un seul paramètre varie. Le choix du modèle de minéralisation du carbone (nombre de compartiments) influe sur la valeur de ces paramètres. Le modèle à un compartiment (MC1) se distingue particulièrement par des valeurs de paramètres de fonction température systématiquement plus basses que les autres. Comme pour la RMSE, les modèles MC2 et MC3c donnent les mêmes résultats. Les facteurs température obtenus pour la minéralisation du carbone à l'aide du modèle MC2 sont présentés dans la figure 1.3.



Figure 1.3 : effet de la température sur la minéralisation du carbone mesuré (symboles) et simulé par une fonction logistique (ligne continue fine), Arrhénius (ligne discontinue) et Q_{10} (ligne continue épaisse) pour les 3 sols étudiés ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Les valeurs de Q_{10} obtenues à partir de la fonction de Van't Hoff sont cohérentes avec certains résultats de la littérature (Balesdent et Recous, 1997 ; Kätterer *et al.*, 1998 ; Wang *et al.*, 2006) puisqu'elles sont comprises entre 2.65 et 3.13 pour le carbone et 2.54 et 3.00 pour l'azote. La fonction de Van't Hoff n'est cependant pas la mieux adaptée pour décrire l'effet de la température sur la minéralisation du carbone et de l'azote. En effet l'utilisation de cette fonction entraîne une surestimation de l'effet de la température audelà de 25°C (Figure 1.3). Il en résulte que la RMSE de l'ajustement de cette fonction aux valeurs de λ (facteur température) est systématiquement plus élevée que celles des fonctions Arrhénius et logistique (Tableau 1.3). Ainsi ces dernières semblent mieux adaptées pour décrire l'effet de la température sur la minéralisation du carbone et de l'azote dans la gamme de température étudiée, notamment pour les températures élevées (entre 25 et 35°C).

Tableau 1.3 : Qualité d'ajustement des fonctions de température aux données expérimentales (valeurs de l) ; Le modèle cinétique choisi est le modèle MC2 pour le carbone et MC1 pour l'azote ; On suppose que la fonction température est la même pour tous les pools de MO.

	Min	éralisatio	on C	Min	éralisatic	on N
	Auz 1	Auz 2	Mons	 Auz 1	Auz 2	Mons
Fonction Van't Hoff	0.55	0.25	0.34	0.18	0.50	1.16
Fonction Arrhenius	0.11	0.02	0.08	0.15	0.22	0.40
Fonction logistique	0.08	0.06	0.07	0.16	0.32	0.46

Les 3 sols testés présentent des effets température légèrement différents pour le carbone, avec un effet plus faible pour le sol de Mons que pour les 2 sols d'Auzeville (<u>Tableau 1.3</u> et <u>figure 1.3</u>). Ces différences sont plus marquées pour l'azote, avec Auzeville 1 < Mons < Auzeville 2. La variabilité des effets température pour l'azote reste cependant faible, avec un coefficient de variation (CV) autour de 9%.

Les paramètres des différentes fonctions humidité varient peu en fonction du modèle de minéralisation et n'ont donc pas été repris dans le <u>tableau 1.2</u>. Les facteurs humidité obtenus (μ) pour la minéralisation du carbone à l'aide du modèle à 2 compartiments sans contrainte (MC2) sont représentés à la <u>figure 1.4</u>.

Les facteurs humidité pour la minéralisation de l'azote (obtenus à l'aide du modèle MC1) diffèrent peu de ceux du carbone, ce qui entraîne une faible variation des paramètres des différentes fonctions humidité ajustées (Tableau 1.4). Si l'on utilise le potentiel hydrique, on observe une relation linéaire ($\mathbf{R}^2 = 0.99$) entre le facteur humidité et le logarithme du potentiel hydrique (pF) (Figure 1.4), en accord avec la littérature (Myers *et al.*, 1982 ; Andren *et al.*, 1992 ; Quemada et Cabrera, 1997). Cette fonction présente la meilleure qualité d'ajustement aux valeurs de μ (Tableau 1.4). Les fonctions quadratique L et linéaire ne permettent pas de rendre compte correctement de l'effet de l'humidité sur la minéralisation du carbone et de l'azote, notamment pour les humidités faibles (Tableau 1.4 et Figure 1.4). L'utilisation de la fonction quadratique V offre une qualité d'ajustement proche de celle de la fonction pF. De plus, l'allure de cette fonction est plus logique que la fonction quadratique L qui ne s'annule pas même à une teneur en eau nulle et qui

présente une concavité tournée vers le haut avec un point singulier. Pour le sol d'Auzeville 1, la minéralisation du carbone au point de flétrissement représente 61% de la minéralisation à l'humidité optimale. Cette valeur est de 54% pour la minéralisation de l'azote. Cela confirme les premières observations faites à partir des cinétiques de minéralisation (cf. 1.3.1).



Figure 1.4 : effet de l'humidité exprimé en pourcentage de sol sec (a) et en potentiel hydrique (b) sur la minéralisation du carbone mesurée (symboles) et simulée par différentes fonctions (lignes); les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Tableau 1.4 : Paramètres et qualité d'ajustement des fonctions d'humidité aux données expérimentales (valeurs de m) pour Auzeville 1 ; le modèle cinétique choisi est le modèle MC2 pour le carbone et MC1 pour l'azote ; on suppose que la fonction humidité est la même pour tous les pools de MO.

	Minéralisation C	Minéralisation N
RMSE		
Fonction potentiel hydrique	0.019	0.059
Fonction quadratique L	0.119	0.093
Fonction linéaire	0.083	0.068
Fonction quadratique V	0.03	0.065
Fonction potentiel hydrique		
a	1.64	1.61
b	-0.23	-0.24
Fonction quadratique L		
d_I	14.3	15.6
Fonction linéaire		
h_{PF}	0.60	0.51
Fonction quadratique V		
h_{PF}	0.61	0.54

Dans cette première approche, nous avons fait l'hypothèse qu'il n'y avait pas d'interaction entre la température et l'humidité. Afin de vérifier cette hypothèse, nous avons comparé les facteurs température obtenus aux différentes humidités pour Auzeville 1. Une légère interaction semble apparaître pour le carbone puisque l'effet de la température est un peu moins important pour l'humidité la plus faible (Figure 1.5). L'interaction semble plus prononcée pour l'azote car les facteurs température diffèrent sensiblement à 35°C. Cependant l'ordre des λ_{35} n'est pas cohérent car l'humidité la plus faible (H1) a un des λ_{35} les plus élevés (Figure 1.5). Cela peut signifier que la qualité des mesures et des ajustements ne sont pas suffisants pour pouvoir considérer que l'interaction soit significative; cela indique également que si cette interaction existe, elle est finalement assez faible et peut être négligeable. Nous avons toutefois testé une fonction simulant l'interaction température x humidité dans les modèles des cinétiques de minéralisation pour tester la possible existence de cette interaction (troisième démarche de la partie Matériel et Méthodes). La qualité des ajustements n'a pas été significativement améliorée par la prise en compte de l'interaction entre la température et l'humidité (résultats non présentés). Nous avons considéré que cette interaction n'était pas significative et ne l'avons donc pas considérée par la suite.



Figure 1.5 : interaction entre les effets de la température et de l'humidité mesurés (symboles) et simulés (lignes) pour la minéralisation du carbone (a) et de l'azote (b) pour le sol d'Auzeville 1 ; l'effet de la température est simulé par la fonction logistique et l'effet de l'humidité est simulé par la fonction quadratique V ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Les résultats obtenus semblent être fortement dépendants des conditions expérimentales. Ainsi la durée d'incubation et le nombre de point de mesure sont très variables selon les études, allant de quelques jours avec une seule mesure (Leiros *et al.*, 1999) à presque un an avec 7 dates de mesures (Heumann et Bottcher, 2004). Nous avons donc réalisé une analyse de sensibilité des paramètres des fonctions température et humidité au nombre de données expérimentales. Nous avons testé 4 situations :

- S1) avec toutes les données expérimentales (conditions standard)
- S2) sans les 3 dernières dates, pour voir si une incubation de courte durée donne les mêmes résultats qu'une incubation plus longue pour les mêmes conditions expérimentales

- **S3**) avec ordonnée finale égale (suppression de dates, de sorte que la quantité minéralisée finale soit la même pour tous les traitements permettant ainsi une meilleure estimation des paramètres *a priori*),
- **S4**) avec abscisse finale égale (suppression de dates, de sorte que la durée d'incubation soit la même pour tous les traitements) comme cela se fait classiquement dans la littérature

Les résultats sont les suivants :

- Les paramètres des fonctions humidité se sont montrés très peu sensibles à la variation du nombre de données expérimentales, comme c'était déjà le cas pour le nombre de compartiments du modèle de minéralisation.
- Pour les paramètres des fonctions température, les 3 sols de l'étude ont montré le même type de réponse à cette analyse de sensibilité. Le <u>tableau 1.5</u> présente donc seulement les résultats pour les fonctions température sur le sol Auzeville 1. La RMSE de l'ajustement des cinétiques de minéralisation varie fortement quand le nombre de dates de mesure est modifié. La suppression des 3 dernières dates diminue la RMSE car les quantités minéralisées les plus fortes (et donc l'erreur d'ajustement la plus élevée) ont été retirées de l'ajustement. Cela ne signifie donc pas que les ajustements sont meilleurs.

		Modèle cinétique	toutes les données	sans les 3 dernières dates	ordonnée finale égale	abscisse finale égale
A) Miné	ralisation du	carbone				
RMSE	$(mg.kg^{-1})$	MC1	24.2	13.0	17.1	23.4
		MC2	10.5	4.4	5.5	8.6
		MC2c	15.2	6.6	7.4	15.3
		MC3c	10.5	4.4	5.5	8.6
Fonction	Van't Hoff					
K_V	(K^{-1})	MC1	0.104	0.089	0.103	0.074
		MC2	0.113	0.099	0.105	0.100
		MC2c	0.114	0.098	0.105	0.097
		MC3c	0.113	0.099	0.105	0.100
Fonction	Arrhenius					
Ea	(kJ.mol ⁻¹)	MC1	76	74	82	61
		MC2	79	78	82	75
		MC2c	77	75	81	72
		MC3c	79	78	82	75
Fonction	logistique					
$K_{\rm L}$	(K^{-1})	MC1	0.114	0.110	0.124	0.090
		MC2	0.120	0.118	0.124	0.112
		MC2c	0.117	0.113	0.122	0.107
		MC3c	0.120	0.118	0.124	0.112

Tableau 1.5 : Analyse de sensibilité des paramètres des fonctions température aux données expérimentales et aux modèles de cinétique sur le sol de Auzeville 1.

Les valeurs de RMSE du cas S4 (durée d'incubation finale égale) étant proches de celles en conditions standard (cas 1), cela implique une dégradation des ajustements des cinétiques de minéralisation. La modification du nombre de dates de mesure entraîne aussi une variation notable des paramètres de température (<u>Tableau 1.5</u>). De plus, **ces variations diffèrent selon le type de fonction température choisie**. Le paramètre de la fonction Van't Hoff diminue dans tous les cas de suppression de dates : la diminution est la plus forte en moyenne avec le cas S4 (abscisse finale égale). Pour les fonctions Arrhénius et logistique, la situation S3 (ordonnée finale égale) entraîne une augmentation des paramètres de température. Ces paramètres diminuent dans les cas S2 et S4, notamment quand la durée d'incubation est la même pour tous les traitements (S4). La qualité d'ajustement des fonctions température aux valeurs de λ est nettement détériorée par la modification du nombre de dates de mesure, sauf pour la fonction Van't Hoff (résultats non présentés ou <u>Tableau 1.5</u>). Cette analyse de sensibilité montre que le choix du protocole expérimental influe significativement sur le résultat obtenu. La comparaison avec d'autres études devra donc se faire en identifiant les différentes conditions expérimentales.

1.3.2.2. Deuxième approche

Dans ce cas, nous rappellerons que nous faisons l'hypothèse que la loi d'action de la température s'applique rigoureusement, et qu'il n'y a pas d'interaction significative entre les effets de la température et de l'humidité. Nous supposons que l'effet de la température peut varier en fonction du pool de carbone considéré. Cette hypothèse n'est pas testée sur l'azote car le modèle utilisé possède un seul pool (MC1). Suite aux résultats obtenus dans l'analyse de sensibilité précédente, nous avons retenu le modèle à 2 pools non contraints (MC2) pour simuler la minéralisation du carbone. La fonction Van't Hoff surestimant l'effet de la température au-delà de 25°C, seules les fonctions Arrhénius et logistique seront testées dans cette approche.



Figure 1.6 : effet de la température sur la minéralisation du carbone en supposant un effet de la température différent sur chaque pool de carbone simulé avec le modèle MC2 par la fonction Arrhénius (a) et la fonction logistique (b) pour les 3 sols étudiés.

La qualité d'ajustement des cinétiques de minéralisation ainsi obtenue est proche de celle obtenue dans la première démarche (<u>Tableau 1.6</u>, à comparer à 10.5, 5.3 et 8.4 mg C.kg⁻¹ pour Auzeville 1, Auzeville 2 et Mons, respectivement). Les fonctions Arrhénius et logistique donnent des résultats semblables et permettent toutes deux de bien décrire l'effet de la température dans nos conditions. Nous avons aussi réalisé une analyse de sensibilité au nombre de données expérimentales dans cette seconde approche (<u>Tableau 1.6</u>). Les conclusions confirment les résultats obtenus précédemment, à savoir que les paramètres des fonctions température sont très sensibles au plan de mesure expérimental (nombre et répartition des dates de mesures).

Tableau 1.6 : paramètres des fonctions température Arrhénius et logistique et qualité d'ajustement des cinétiques de minéralisation du carbone pour les 3 sol étudiés en considérant un effet de la température différent sur chacun des pools du modèle MC2.

				toutes les données	sans les 3 dernières dates	ordonnée finale égale	abscisse finale égale
a) pa	ramètres de l	a fonction tem	pérature				
Fonc	tion Arrheniu	us					
Ea	(kJ.mol ⁻¹)	Auzeville 1	Pool 1	48.1	36.4	40.4	44.2
			Pool 2	80.4	83.7	82.6	79.4
		Auzeville 2	Pool 1	59.8	53.1	58.7	58.7
			Pool 2	78.3	79.6	79.0	77.1
		Mons	Pool 1	48.1	32.8	41.9	44.9
			Pool 2	72.5	75.0	74.0	71.4
Fonc	tion logistiqu	ie					
K_{L}	(K^{-1})	Auzeville 1	Pool 1	0.068	0.058	0.063	0.062
			Pool 2	0.124	0.127	0.126	0.124
		Auzeville 2	Pool 1	0.085	0.083	0.082	0.080
			Pool 2	0.120	0.120	0.120	0.119
		Mons	Pool 1	0.067	0.054	0.064	0.063
			Pool 2	0.109	0.112	0.111	0.108
b) Rl	MSE des ciné	étiques de miné	ralisation	C (mg.kg ⁻¹)			
Fonc	tion Arrheniu	us					
		Auzeville 1		11.3	5.4	6.6	8.7
		Auzeville 2		5.1	4.9	6.1	4.9
		Mons		10.3	5.7	8.1	7.9
Fonc	tion logistiqu	ie					
		Auzeville 1		10.8	6.3	7.8	8.8
		Auzeville 2		5.3	5.8	6.9	5.6
		Mons		9.8	6.5	9.0	7.8

Tableau 1.7 : paramètres des modèles de température Arrhénius et logistique et du modèle d'humidité (quadratique V) ainsi que les paramètres du modèle de cinétique de minéralisation (MC2 pour le carbone et MC1 pour l'azote), obtenus avec les deux approches (effet de la température identique ou différent sur les 2 pools).

]	Minéralisa	tion du carbone			Minéra	alisation de l'az	zote
		f(T) identique	e pour chaque	pool	f(T) variable	pour chaque p	ool			
		Auzeville 1	Auzeville 2	Mons	Auzeville 1	Auzeville 2	Mons	Auzeville 1	Auzeville 2	Mons
a) Modèle	température: A	Arrhénius								
Paramètres	du modèle ter	npérature								
E_{A1}	(kJ.mol ⁻¹)	79	78	71	48	60	48	70	84	79
E_{A2}	(kJ.mol ⁻¹)	79	78	71	80	78	73	na	na	na
Paramètres	du modèle cir	nétique								
a1	$(mg.kg^{-1})$	21	31	37	52	65	71	64	121	129
k ₁₀	(jour ⁻¹)	0.101	0.045	0.043	0.143	0.069	0.100	0.0012	0.0004	0.0009
a2	(mg.kg ⁻¹)	1092	1311	1600	838	943	1227	na	na	na
k ₂₀	(jour ⁻¹)	0.0011	0.0009	0.0012	0.0015	0.0012	0.0016	na	na	na
b) Modèle	température: le	ogistique								
Paramètres	du modèle ter	npérature *								
K_{L1}	(K^{-1})	0.120	0.117	0.106	0.068	0.085	0.067	0.104	0.129	0.119
K _{L2}	(K^{-1})	0.120	0.117	0.106	0.124	0.120	0.109	na	na	na
Paramètres	du modèle cir	nétique								
a1	$(mg.kg^{-1})$	21	31	37	54	68	73	64	121	129
k ₁₀	(jour ⁻¹)	0.101	0.045	0.043	0.133	0.064	0.098	0.0012	0.0004	0.0009
a2	$(mg.kg^{-1})$	1092	1311	1600	860	978	1242	na	na	na
k ₂₀	(jour ⁻¹)	0.0011	0.0009	0.0012	0.0014	0.0011	0.0015	na	na	na

* pour le modèle logistique l'asymptote AL a été fixée a 36 dans toutes les simulations

Cependant l'analyse montre que, quel que soit le plan expérimental, les pools de carbone présentent des sensibilités différentes à la température. Le compartiment 1, plus labile, est moins sensible à la température que le pool 2 (Tableau 1.6). Les 3 sols testés présentent des réponses différentes : le pool 1 des sols d'Auzeville 1 et de Mons est moins sensible à la température que celui du sol d'Auzeville 2 (Figure 1.6). La relation est différente pour le pool 2 avec celui du sol de Mons moins sensible que celui des 2 sols d'Auzeville, ce qui correspond à la tendance obtenue dans la première approche (Figure 1.3 et Tableau 1.2).

Le tableau 1.7 donne les valeurs des paramètres des modèles de température Arrhénius et logistique ainsi que les paramètres du modèle de cinétique de minéralisation (MC2 pour le carbone et MC1 pour l'azote), obtenues avec les deux approches. Quelle que soit l'approche choisie, le sol d'Auzeville 1 a une constante de minéralisation du pool labile (k_{10}) nettement supérieure à celui des sols d'Auzeville 2 et Mons. La taille des pools labile et résistant suit la tendance inverse avec Auzeville 1 < Auzeville 2 < Mons. La vitesse de minéralisation du pool résistant diffère peu entre les sols (Tableau 1.7). Ces paramètres sont cohérents avec le fait que la quantité de carbone minéralisée soit plus importante pour le sol de Mons que pour les sols d'Auzeville. Il en va de même pour la minéralisation de l'azote. Les deux approches reflètent donc la même tendance. Les valeurs des paramètres du modèle de cinétique de minéralisation diffèrent cependant si on considère un effet de la température identique (approche 1) ou différent pour chaque pool de carbone (approche 2). Ainsi la taille et la constante de vitesse de minéralisation du pool labile (a_1 et k_{10} , respectivement) augmentent si la seconde approche est utilisée (Tableau 1.7). A l'opposé, la taille du pool résistant (a_2) diminue et sa constante de vitesse de minéralisation (k_{20}) augmente légèrement. Ces variations des paramètres des modèles de cinétiques sont le résultat de la prise en compte d'un effet de la température différent pour chaque pool. Dans cette seconde approche le pool labile minéralise plus rapidement mais est moins sensible à la température, ce qui reproduit les mêmes quantités minéralisées que dans la première approche. Notons enfin que le paramètre de la fonction température de la première approche (le même pour les 2 pools) est semblable à celui du pool résistant dans la deuxième approche.

1.3.2.3. Prédiction de la minéralisation de l'azote en fonction des cinétiques du carbone

Peu d'études se sont attachées à relier les cinétiques de minéralisation du carbone et celles d'azote, notamment en fonction des conditions de température et d'humidité. L'hypothèse fréquemment retenue est que la minéralisation de l'azote est contrôlée par la dynamique du carbone. Compte tenu de cette hypothèse, nous avons tenté de simuler la minéralisation de l'azote à partir des cinétiques de minéralisation du carbone, en passant par des rapports (constants) N minéralisé / C minéralisé. Nous avons appliqué la même démarche à partir du modèle de cinétique de minéralisation du carbone obtenu par la deuxième approche (effet de la température différent pour chaque pool). Les paramètres A et k de chaque pool étant déterminés à partir des cinétiques de minéralisation du carbone, le rapport N/C de chaque pool a été optimisé afin d'ajuster au mieux les cinétiques de minéralisation de l'azote. Les paramètres obtenus et la qualité des ajustements sont reportés dans le <u>tableau 1.8</u> et les cinétiques ajustées sont représentées dans la <u>figure 1.2</u>.

C	hapitre	1. Effet d	le la	a température	et de l	'humidité sur	la minéra	lisation	С	et l	N
	1			1							

			Ar	rhénius (I	Ea)	log	gistique (k	KL)
			Auz 1	Auz 2	Mons	Auz 1	Auz 2	Mons
paramètr	es de la fonction	on tempér	ature					
		Pool 1	48	60	48	0.068	0.085	0.067
		Pool 2	80	78	73	0.124	0.120	0.109
paramètr	es du modèle d	le cinétiqu	ue de l'azo	ote				
a1	$(mg.kg^{-1})$		52	65	71	54	68	73
k ₁₀	(jour ⁻¹)		0.143	0.069	0.100	0.133	0.064	0.098
a2	$(mg.kg^{-1})$		838	943	1227	860	978	1242
k ₂₀	(jour ⁻¹)		0.0015	0.0012	0.0016	0.0014	0.0011	0.0015
ω1			0.023	0.022	0.038	0.020	0.019	0.035
ω2			0.052	0.061	0.078	0.052	0.061	0.078
RMSE	$(mg N.kg^{-1})$		1.5	1.3	3.0	1.5	1.3	3.1

Tableau 1.8 : Paramètres du modèle de simulation des cinétiques de minéralisation de l'azote.

La qualité d'ajustement est peu dégradée par rapport à la première approche (<u>Tableaux 1.2 et 1.8</u>). Les valeurs de N/C du pool labile sont plus faibles que celles du pool résistant. Cela correspond à un C/N entre 30 et 50, proche de celui des résidus de culture dont l'incorporation peut entraîner une organisation nette d'azote. Le C/N du pool résistant se situe autour de 15, se rapprochant du C/N du sol (matière organique humifiée) et reflétant la décomposition de l'humus du sol entraînant une minéralisation nette de l'azote. Les valeurs de N/C sont plus faibles pour les sols d'Auzeville que pour le sol de Mons (<u>Tableau 1.8</u>). Cela pourrait s'expliquer par l'incorporation plus récente de résidus de culture dans le sol de Mons (6 mois avant prélèvement du sol) que dans les sols d'Auzeville (2 ans avant prélèvement du sol).

1.4. Discussion

1.4.1. Modèle de cinétique de minéralisation du carbone et de l'azote

Pour le carbone, nous avons obtenu les meilleurs ajustements avec le modèle à 2 compartiments sans contrainte sur la taille des pools et avec le modèle à 3 compartiments avec la somme de la taille des pools égale à la teneur en carbone total du sol. Cela est cohérent avec les résultats de Kätterer *et al.* (1998), pour qui l'utilisation d'un modèle à 2 compartiments donnait aussi les meilleurs ajustements. Le modèle contraint à 2 compartiments donne des ajustements nettement moins satisfaisants, ce qui pose la question de la signification biologique des différents pools modélisés. Il n'existe pas à l'heure actuelle de technique physique ou chimique satisfaisante pour séparer les différents pools de matière organique en fonction de leur vitesse de minéralisation (Hadas *et al.*, 1986; Wang *et al.*, 2001). Il en va de même pour l'estimation de la taille du pool d'azote minéralisable N₀ (Fox et Piekielek, 1978; Stockdale et Rees, 1994). Les pools modélisés ont

peut-être seulement une signification mathématique, étant donné la forte corrélation entre la taille du pool et sa vitesse de minéralisation. L'utilisation d'un modèle paramétré sur le carbone (avec 2 compartiments) et l'ajustement des rapports N/C des pools a cependant permis de simuler correctement les cinétiques de minéralisation de l'azote. De plus la valeur des N/C obtenus est cohérente avec les caractéristiques biologiques des pools, avec un C/N du pool labile proche de celui des résidus de culture et celui du pool résistant proche de la MO humifiée du sol.

Nous avons aussi montré que pour des conditions expérimentales identiques, la durée d'incubation et le nombre de dates de mesure influencent grandement la valeur des paramètres obtenus. En effet, l'incubation ne doit pas être trop courte pour permettre une bonne modélisation des paramètres du pool résistant. Cependant si elle est trop longue, il y a un risque d'épuisement de la ressource et un phénomène d'adaptation des micro-organismes peut alors se mettre en place et biaiser les résultats (Reichstein *et al.*, 2005a). Les expérimentations *in situ* ne seraient pas soumise à ce problème (cas des sols forestiers où l'apport de matière organique est continu) mais la minéralisation étant en interaction avec d'autres phénomènes, les mesures (indirectes ou flux sur une courte période) et les interprétations des résultats sont plus délicates. Dans le cas de l'étude de l'effet de la température sur la minéralisation, pour éviter de biaiser les ajustements des cinétiques et leur interprétation, il faut impérativement réaliser des incubations de durée différente selon la température (durée inversement proportionnelle à la température) afin d'incuber les sols jusqu'à la même quantité de C ou de N minéralisé.

1.4.2. Effet de la température sur la minéralisation du carbone et de l'azote

Nous montrons que l'effet de la température dans la gamme étudiée est mieux décrit par une fonction de type Arrhénius ou logistique que par une fonction de Van't Hoff qui surestime l'effet de la température au-delà de 25°C. Des publications récentes ont aussi proposé une fonction de type Arrhénius car elle présente l'avantage d'avoir une signification thermodynamique (Van Scholl *et al.*, 1997 ; Hyvonen *et al.*, 2005). Il s'agit cependant de fonctions continues d'allure quasi exponentielle, ce qui est en désaccord avec le fait que l'effet de la température (Q_{10}) soit plus important pour des températures basses (Kirschbaum, 1995). En effet les études aboutissant à ce résultat ont été réalisées sur des sols forestiers (avec litière) ou des sols agricoles avec ajout de résidus de culture (Niklinska *et al.*, 1999 ; Dalias *et al.*, 2002). Une distinction doit donc être faite entre la minéralisation des résidus de culture (ou litière), dont le Q_{10} varie avec la température, et la minéralisation de la matière organique humifiée (objet de notre étude) dont l'effet de la température est généralement supposé constant (Balesdent et Recous, 1997).

Cette constatation de la variation du Q_{10} avec la température a d'ailleurs servi de base à l'hypothèse d'acclimatation des micro-organismes à la température (Rustad, 2001). Cette hypothèse n'est cependant pas nécessaire pour expliquer la sensibilité plus faible des sols des climats chauds à une élévation de la température. En effet, à texture et teneur en matière organique (C et N) équivalentes, Grisi *et al* (1998) ont montré que la matière organique des sols tropicaux était plus humifiée que celle des sols tempérés. Ainsi la sensibilité moindre des sols tropicaux à la température peut s'expliquer par la théorie enzymatique / thermodynamique qui veut que l'énergie d'activation nécessaire à la dégradation du

pool résistant (matière organique humifiée) soit plus importante que celle du pool labile (Agren et Bosatta, 2002). **Nos résultats confirment cette hypothèse car nous montrons que le pool résistant est plus sensible à la température que le pool labile**. Les études récentes de Knorr *et al.* (2005) et Fierer *et al.* (2005) sont en accord avec cette conclusion. Des expérimentations spécifiques devront cependant être mises en place pour confirmer la plus forte sensibilité du pool résistant à la température.

1.4.3. Effet de l'humidité sur la minéralisation du carbone et de l'azote

Nous avons obtenu une apparente interaction entre la température et l'humidité mais sa prise en compte n'améliore pas l'ajustement des cinétiques de minéralisation, ce qui permet de penser que cette interaction n'est pas très importante et peut être négligée en première approche. Nos résultats sont donc en accord avec ceux de Rey *et al.* (2005).

Nous avons constaté une grande différence entre la représentation de l'effet de l'humidité par les différentes fonctions testées. La relation linéaire entre l'effet de l'humidité et le pF est intéressante mais plus difficilement applicable à un grand nombre de situations *in situ* car elle nécessite la détermination de la courbe de rétention pour chaque sol étudié. Dans cette optique, il est intéressant d'exprimer l'effet de l'humidité en fonction de l'humidité relative du sol. C'est le cas de la fonction linéaire testée, mais cette relation linéaire ne permet de rendre compte de l'accentuation de l'effet pour les humidités faibles. L'utilisation de la fonction quadratique V a permis une bonne représentation de l'effet de l'humidité sur la minéralisation du carbone et de l'azote, contrairement à celle proposée par Lomander *et al.* (1998).



Figure 1.7 : variabilité de la réponse de la minéralisation de l'azote à l'humidité, RWC étant la teneur en eau relative entre le point de flétrissement (0) et la capacité au champ (1), Wm étant l'effet de l'humidité. Les carrés blancs représentent les valeurs obtenues dans notre étude, les autres symboles étant ceux compilés par Paul et al. (2003). La ligne épaisse représente la relation utilisée actuellement dans le modèle STICS et le programme LIXIM.

La valeur de la fonction humidité à l'humidité au point de flétrissement est très différente de ce qui a été trouvé précédemment (Rodrigo *et al.*, 1997). Nous concluons de notre étude pour le sol considéré que la minéralisation de l'azote à Hpf correspond à 50% de celle à l'humidité optimale, alors que les modèles STICS (Brisson *et al.*, 1998) et LIXIM (Mary *et al.*, 1999) utilisent une valeur de 20%. Ce résultat est cependant en accord avec des études récentes (De Neve et Hofman, 2002; Reichstein *et al.*, 2005b). L'étude bibliographique effectuée par Paul *et al* (2003) montre une très grande variabilité dans la réponse de la minéralisation à l'humidité (Figure 1.7). Nos résultats sont, de ce fait, en accord avec ceux de Paul *et al* (2003) (Figure 1.7) mais cela indique la nécessité de mieux comprendre cette relation et les facteurs qui pourraient expliquer sa variabilité (effet de la texture, porosité et autres facteurs ...).

Il reste cependant des incertitudes sur la fonction choisie, étant donné les effets apparents du type de sol (texture, porosité) sur la réponse à l'humidité. La plus grande difficulté pour trouver une fonction générique expliquant l'effet de l'humidité, en comparaison avec la fonction température, pourrait s'expliquer par une hétérogénéité de la teneur en eau dans le sol à l'échelle microscopique. La température varie certes selon la profondeur mais probablement avec un gradient régulier. Ce n'est pas le cas de l'humidité qui peut varier au sein d'une même couche selon les micro – macro porosités : la teneur en eau moyenne peut donc résulter des conditions très différentes dans les porosités qui peuvent varier selon le type de sol. Cela rend d'autant plus difficile l'utilisation *in situ* d'une fonction paramétrée en conditions contrôlées (sur du sol le plus souvent remanié). Une solution à ce problème serait d'inclure un facteur texture ou porosité (accessible par la mesure de la densité apparente du sol *in situ* par exemple) dans la fonction humidité pour tenir compte de l'hétérogénéité de la réponse à la teneur en eau entre les différents types de sol.

1.5. Synthèse des résultats et conclusion partielle

Cette étude sur l'effet de la température et de l'humidité sur la minéralisation de la matière organique humifiée du sol a permis de dégager les résultats suivants :

- Un modèle de premier ordre avec 2 compartiments sans contrainte de taille ou à 3 compartiments à taille contrainte (la somme étant égale à la teneur en carbone total du sol) est bien adapté pour modéliser la cinétique de minéralisation du carbone pour la gamme de conditions obtenues dans nos expérimentations.
- La cinétique de minéralisation de l'azote est bien décrite par un modèle de premier ordre avec un seul compartiment. La cinétique de minéralisation de l'azote est également correctement simulée en utilisant un modèle à 2 compartiments paramétrés sur le carbone et le rapport N/C des 2 compartiments, ce qui confirme l'hypothèse de couplage de la minéralisation du C et N (ou du pilotage de celle de N par celle de C).
- Une fonction de type Van't Hoff (Q₁₀) n'est pas adaptée pour décrire l'effet de la température au-delà de 25°C. L'utilisation de fonctions de type Arrhénius ou logistique permet de rendre compte de l'effet de la température jusqu'à 35°C. Toutefois, si on souhaitait décrire l'effet de la température dans une gamme encore plus large de température (jusqu'à 45°C par exemple), il est probable que ce type fonction (Arrhénius

ou logistique) ne soit pas non plus bien adapté car la vitesse de minéralisation déclinera au-delà de la température optimale jusqu'à la température létale, comme c'est le cas de tout phénomène biologique. Ainsi Yin *et al.* (1995) ont utilisé une fonction continue non symétrique Béta (β) pour décrire la vitesse de germination du manioc en fonction de la température qui décroît au-delà de 30°C. Malheureusement, nous n'avons pas les données à disposition pour paramétrer cette fonction au-delà de 35°C.

- L'effet de la teneur en eau du sol sur la minéralisation est bien retranscrit par l'utilisation d'une fonction quadratique (appelée V dans notre étude), notamment pour les humidités faibles. La minéralisation de l'azote à l'humidité au point de flétrissement (-1.5MPa) représente environ 50% de la minéralisation à l'humidité optimale (-0.045 MPa), ce qui est nettement plus important que les références les plus couramment utilisées en France (20%) ou dans certains modèles comme STICS ou LIXIM. Cependant ce résultat nécessite d'être vérifié pour une large gamme de sols avant d'être généralisé. Aussi, compte tenu des résultats de la synthèse bibliographique de Paul *et al.* (2003) indiquant une forte variabilité de la réponse de la minéralisation de l'azote à l'humidité entre les sols, nous avons choisi de tester la sensibilité de cette fonction pour les expérimentations réalisées *in situ* et que nous présenterons dans le chapitre 3.
- L'effet de la température sur la minéralisation du carbone peut être considéré comme différent pour chaque pool, le pool résistant étant plus sensible à la température que le pool labile. Dans l'optique d'un réchauffement global, les modèles actuels considèrent le pool labile plus ou autant sensible à la température que le pool résistant et concluent donc sur un effet à court terme de l'élévation de la température sur la libération du CO₂ par le sol (minéralisation du carbone) car le pool labile, plus petit avec une vitesse de minéralisation élevée, s'épuisera rapidement (Jenkinson *et al.*, 1991; Melillo *et al.*, 2002). L'hypothèse d'un pool résistant plus sensible à la température que le pool labile implique au contraire un effet positif important à long terme de l'élévation de la température sur le dégagement de CO₂ par le sol car le pool résistant, plus grand avec une vitesse de minéralisation faible, ne s'épuisera pas rapidement (Knorr *et al.*, 2005).
- Les paramètres des fonctions température ajustées sont très sensibles au plan de mesure expérimental (nombre et répartition des dates de mesures). Le protocole doit donc être mis au point avec soin afin d'éviter une mauvaise estimation des paramètres des fonctions température : la durée d'incubation doit être adaptée en fonction de la température d'incubation pour que la quantité de carbone ou d'azote minéralisé soit la même pour les différentes températures étudiées.
- Pour le calcul du temps normalisés dans le programme LIXIM, la fonction logistique décrite dans l'équation 16 sera retenue pour décrire l'effet de la température, remplaçant la fonction actuelle de type Q_{10} . Les paramètres retenus sont $A_L = 36$ et $K_L = 0.119$, obtenus à partir d'un sol moyen. Etant donné la variabilité de la réponse de la minéralisation de l'azote à l'humidité et la différence importante entre la fonction paramétrée lors de cette étude et celle utilisée actuellement dans LIXIM, une analyse comparative devra être réalisée afin de déterminer quelle fonction est la mieux adaptée pour décrire l'effet de l'humidité du sol sur la minéralisation de l'azote dans une large gamme de situations pédologiques et climatiques.

Chapitre 2. Effet de l'irrigation sur la minéralisation de l'azote en conditions de champ

Adapté de : M. Valé, B. Mary, E. Justes (*in press*) Irrigation practices may affect denitrification more than nitrogen mineralization in warm climatic conditions. *Biology and Fertility of Soils*

Acknowledgments

We thank D. Chesneau, F. Barrois and O. Delfosse for valuable assistance in soil sampling and ¹⁵N analysis. We are grateful to M. Mangin and F. Laurent (ARVALIS) for providing the data in Etoile experiment and C. Hénault for helpful recommendations on the use of the NEMIS model. The research was partly supported by ARVALIS and CETIOM Institutes.

2.1. Introduction

Sustainable agriculture involves improvement of N fertilization management at the field scale. Optimum N management depends on cropping systems and agricultural practices, including irrigation. Irrigated lands concern 18% of the agricultural area but produce one third of the world food supply (Pimentel *et al.* 1997). Irrigation affects soil water content, one of the main factors controlling N dynamics in soil. Soil moisture affects N mineralization by controlling the activity of soil micro-organisms, directly through water and nutrient availability and indirectly by regulating oxygen diffusion into soil aggregates.

An increase in soil moisture due to irrigation can cause both gains and losses of mineral N. Increasing soil water content stimulates microbial activity. Rewetting a dry soil may also result in a 'flush' of mineralization which can be attributed to microbial death upon drying and subsequent mineralization of this microbial material (Lundquist et al. 1999). Conversely, nitrate can be lost from soil profile by leaching when soil moisture exceeds water holding capacity: this seems to be the major source of N loss in agricultural soils under temperate climates (Kroeze et al. 2003). Gaseous losses of nitrogen can also occur in wet soils due to denitrification. Laboratory studies have indicated that denitrification becomes significant when water filled pore space (WFPS) exceeds 60 % (Grundmann and Rolston 1987). This threshold is rarely reached in freely draining soils because it exceeds water holding capacity. Some authors consider that denitrification is a minor cause of N loss compared to nitrate leaching and ammonia volatilisation, even in irrigated fertilized systems (Zhang et al. 2004). However, other studies indicate that even brief increases in soil moisture due to rainfall or irrigation may lead to important denitrification (Aulakh et al. 1982; Sexstone et al. 1985; Davidson 1992). Then denitrification could be a process leading to significant N loss in irrigated systems. Moreover, it constitutes an important concern in the context of global warming, as N₂O losses from agricultural soils are the largest term in the total N₂O emissions budget (Mosier et al. 1998).

The objective of this study was to investigate the effects of important water additions (corresponding to irrigation or heavy rainfall) on soil N dynamics in summer, by focusing on mineralization and denitrification. Net mineralization was assessed by performing frequent measurements of mineral N in soil and using a calculation model. Denitrification was estimated indirectly using ¹⁵N balance and a simulation model.
2.2. Materials and methods

2.2.1. Experiments

Experiment 1 was carried out in actual field conditions to calculate *in situ* N mineralization under irrigated conditions, using water and N balances. It was performed at Etoile (South-East France, 44.5°N, 4.5°E) from March to September 2003. The soil is a sandy clay loam (33% clay, 36% loam and 31% sand) with a bulk density of 1.5 g.cm⁻³. Other characteristics of the ploughed layer (0-30 cm) are reported at Table 2.1. Crop residues of the preceding sunflower were buried after harvest. The soil was maintained bare fallow during the whole experiment. Total rainfall during the seven months of the experiment was 350 mm. The experiment included two treatments with four replications: one irrigated and the other not irrigated. There were seven irrigation episodes and total irrigation was 185 mm applied in 26 weeks. The irrigation intensity was ca. 50 mm.hour⁻¹. The amount of N in irrigation water was taken into account in the calculation of N balance.

Table 2.1 : Soil characteristics of the 0-30 cm layer in the two experiments.

	С	Ν	CaCO ₃	pН	θ_{FC}^a		$\theta_{WP}^{\ \ b}$	
	g.kg ⁻¹	g.kg ⁻¹	g.kg ⁻¹		cm ³ .cm ⁻³	kPa	cm ³ .cm ⁻³	kPa
Experiment 1	15.6	1.7	222	8.1	0.30	nd	0.14	nd
Experiment 2	7.2	0.9	31	8.4	0.28	-45	0.12	-1600

^a Water content and potential at field capacity and ^b soil moisture at permanent wilting point.

Experiment 2 was carried out in semi-controlled conditions from August to September 2003 (8 weeks) at the INRA Auzeville station, near Toulouse (South-West France, 48.4°N, 1.7° E). A sheltered field plot (13 m x 13 m) was used to control the water budget (rainfall and irrigation). The soil is a sandy clay loam (25 % clay, 29 % loam and 46 % sand) with a bulk density of 1.4 g.cm⁻³; the characteristics of the ploughed layer (0-30 cm) are presented at Table 2.1. The residues of the sunflower preceding crop were buried in September 2002. The soil was maintained bare fallow from that time up to the end of the experiment.

The experimental treatments consisted in four irrigation regimes: i) I-0: no irrigation; ii) I-170: irrigation once every week (total amount applied = 170 mm); iii) I-115: irrigation every two weeks (115 mm); iv) I-85: irrigation every two weeks (85 mm). Irrigation was performed in PVC cylinders (15 cm diameter) inserted in the soil to 15 cm depth, in order to maintain bulk density, control irrigation level and avoid lateral diffusion in the upper soil layer. The total number of cylinders was 108 corresponding to four treatments by three replicates by nine sampling dates. Deionized water was applied in 20 to 30 minutes, corresponding to an irrigation intensity of ca. 80 mm.hour-1. Pulses of ¹⁵N labelled nitrate (labelled at 89% atom% enrichment) were applied with irrigation water at four dates (every 2 weeks in irrigated treatments: I-170, I-115 and I-85) in order to trace the fate of soil nitrate. ¹⁵N was applied as KNO₃. Labelled irrigation was performed on August 5, August 19, September 2 and September 16. Sampling dates for ¹⁵N recovery were carried out fourteen days after labelled irrigation, corresponding to August 19, September 2, September 16 and September 30,

respectively. The amount of tracer added was small (5 kg N ha^{-1}) in order to minimise changes in soil mineral N.

Soil temperature and moisture were monitored continuously with thermistor probes and dielectric aquameter sensors (Decagon Devices, USA) connected to a CR10X datalogger (Campbell Scientific, UK). Soil moisture probes were calibrated in controlled conditions on the same soil. Soil temperature was measured at 5, 10, 20 and 30 cm depth. Soil moisture was measured at 5, 10, 15 and 20 cm depth. Gravimetric soil moisture was also measured every week in the 0-15, 15-30, 30-60 and 60-90 cm layers.

2.2.2. Analyses

In the first experiment (Etoile), soil cores were taken every month with a hydraulic coring device (auger diameter: 1.8 cm) up to 120 cm depth. Each sample was formed of 8 independent cores. Cores were divided into 4 layers: 0-30, 30-60, 60-90 and 90-120 cm. Soil samples were kept frozen (-20°C) before analysis. Each layer was analysed for water and mineral N contents. Soil moisture was determined gravimetrically. Soil inorganic N was extracted by KCl (200 mL 1 M KCl per 100 g fresh soil, shaken for 30 minutes) and analyzed by continuous flow colorimetry (Skalar Analytical, The Netherlands) using cadmium reduction and the Griess-Ilosvay reaction for nitrate and a modified Berthelot reaction using salicylate and dichloroisocyanurate for ammonium.

In the second experiment, sampling took place every week just before irrigation (9 sampling dates). At each sampling date, all the soil contained in PVC cylinder was extracted, corresponding to the first layer (0-15 cm). Then 5 soil cores were taken beneath each PVC cylinder with the hydraulic coring device. The cores were divided into 3 layers: 15-30, 30-60 and 60-90 cm. Mineral N contents of each layer were determined with the same analytical procedure than in the first experiment.

In the case of ¹⁵N labelled soil, the KCl extract was centrifuged (3800 g) for 5 minutes. Inorganic ¹⁵N was separated from the supernatant by micro-diffusion and evaporation (Brooks *et al.* 1989) and analyzed on the mass spectrometer after nitrate reduction into ammonia. The remaining soil was dried, finely crushed and analysed for total ¹⁵N analysis. The amount of inorganic ¹⁵N remaining in the soil (mainly ¹⁵NO₃) was calculated and subtracted to the total ¹⁵N to obtain organic ¹⁵N content. The ¹⁵N composition of organic and inorganic N was determined using a C-N analyser coupled to a mass spectrometer (Isochrom, Micromass, England). Then, ¹⁵N recovery was calculated as the ratio between the total ¹⁵N applied.

2.2.3. Soil incubation

A soil incubation was carried out to characterize the potential mineralization rate (Vp) of the soil of experiment 2; the Vp was used as a model parameter. Soil was sampled in the ploughed layer (0-30 cm) of Toulouse site, sieved (< 5 mm) and kept fresh at 4°C for one week. Soil moisture was then adjusted at 90% WHC (water holding capacity), i.e. 0.18 g.g⁻¹ soil, corresponding to -55 kPa. Soil was incubated for 4 months at 28°C, close to the mean top soil temperature encountered during the experiment. Soil mineral N was extracted at day 0, 7, 19, 28, 41, 62, 90 and 120 with 1 M KCl (30 g fresh soil in 100 mL KCl, shaken for 30 minutes) and measured with the method described above. The N mineralization rate (Vp) was calculated as the slope of cumulative mineral N accumulation vs. time, corrected for

temperature and moisture conditions. Its value was 0.99 kg.ha⁻¹.day⁻¹ expressed at a reference temperature and moisture of 28°C and WHC, respectively.

The effect of temperature and moisture on net N mineralization was also determined on the same soil in additional incubation studies (data not shown; Valé 2006). A logistic function was adopted to describe the effect of temperature (T) on net N mineralization:

$$f(T) = \frac{A}{1 + (A - 1)\exp\left[-K\left(T - T_{ref}\right)\right]}$$
(1)

where T_{ref} is the reference temperature, *K* is the temperature coefficient (*K* = 0.119) and *A* the asymptotic parameter (*A* = 36). The effect of moisture (θ) was described by a quadratic function:

$$g(\theta) = 1 - (1 - c) \left[\frac{\theta_{FC} - \theta}{\theta_{FC} - \theta_{WP}} \right]^2 \quad \text{if } \theta \le \theta_{Fc} \quad (2)$$
$$g(\theta) = 1 \quad \text{if } \theta \ge \theta_{Fc}$$

where θ_{FC} and θ_{WP} are the soil water contents at field capacity and wilting point respectively, and *c* is the relative mineralization rate at wilting point (*c* = 0.51). The amount of N mineralized simulated is:

$$N_M = V_P \cdot t_n \tag{3}$$

with

$$t_n = \sum_{i=1}^{\Delta t} f(T_i) g(\theta_i)$$
(4)

where t_n represents the 'normalized time', i.e. hydrothermal time, the equivalent time at reference temperature (T_{ref}) and moisture (θ_{FC}) conditions (Mary *et al.*, 1999).

2.2.4. Models

2.2.4.1. Calculation or simulation of nitrogen mineralization in field conditions

Net mineralization was calculated or simulated using LIXIM model (Mary *et al.* 1999). The model simulates water evaporation and drainage, N mineralization and leaching in bare fallow soils. Nitrate transport is simulated using the 'mixing cells' approach. LIXIM was first used in fitting mode (inverse mode) to calculate N mineralization in both experiments. Two parameters were optimized on each time interval (between two sampling dates) to simulate at best the amounts of water and mineral N in the various soil layers: the actual to potential evapotranspiration ratio (AET:PET) and the amount of N mineralized (NM). Input data are the soil water and mineral N contents, air/soil temperature, rainfall/irrigation, potential evapotranspiration, bulk density, water contents at permanent wilting point and field capacity of each soil layer and mineralization depth. All these variables were measured, except the mineralization depth which was set at 30 cm, corresponding to the ploughing depth. We first assumed that denitrification was negligible. The estimate of N mineralization provided by the model is then close to the variation in soil mineral N if leaching is nil and greater if leaching occurs. The quality of fit was assessed using the root mean square error (RMSE) and the modelling efficiency (EF) applied to soil water and nitrate contents (Smith *et al.* 1996).

In a second step, the model was used in simulation mode (in the second experiment only) to mimic nitrate and water contents in the different layers. The AET:PET ratio was set

to the value determined previously, and the potential rate of mineralization (Vp) was imposed using the value determined in the incubation study. The daily N mineralization was simulated using previous equations (1-4). Denitrification was either considered alternately: i) negligible; ii) fixed on the basis of ¹⁵N balance default; iii) simulated with NEMIS model described below.

2.2.4.2. Calculation of in situ denitrification

In situ denitrification was estimated in the second experiment using NEMIS model (Hénault and Germon 2000; Hénault *et al.* 2005). Actual denitrification is assumed to be the product of a potential denitrification rate and three functions depending on water-filled pore space (WFPS), nitrate content and temperature. The WFPS function considers that anaerobiosis and denitrification begin when soil WFPS exceeds a threshold value (62%). Soil bulk density in the second experiment was 1.37 g.cm^{-3} , so denitrification threshold corresponds to a water content of $0.29 \text{ cm}^3 \text{ cm}^{-3}$ (-36 kPa water potential). Input data are soil temperature, water and nitrate contents (measured) and potential denitrification rate (not determined). The potential denitrification rate was set at 15 kg N ha⁻¹ day⁻¹, as measured by Hénault *et al.* (2005) and Mahmood *et al.* (2005) for the same type of soil. We run the model either at a one day time step, or at a 1 hour time step using water content and temperature measured hourly. The daily and hourly nitrate contents were obtained by linear interpolation between weekly sampling dates.

2.3. <u>Results</u>

2.3.1. Apparent N mineralization (experiments 1 and 2)

The evolution of water and nitrate contents could be well reproduced in both experiments using LIXIM model in fitting mode, assuming that denitrification was negligible (kinetics not shown). The final mineral N contents were in good agreement with measurements (Table 2.2). Average model efficiencies (EF) were 0.65 and 0.69 for water and 0.78 and 0.77 for nitrate in the first (Etoile) and second experiment (Toulouse), respectively. The mean RMSE in the whole soil profile were 19 and 10 g.kg⁻¹ for water content and 9 and 11 kg.ha⁻¹ for nitrate content in the first and second experiment, respectively.

The amounts of N mineralized calculated by LIXIM were greater (experiment 1) or equal (experiment 2) to the observed variation in soil mineral N contents (Table 2.2). This is due to the fact that significant leaching was simulated in experiment 1 below 120 cm whereas no leaching occured in experiment 2 below 60 cm. Surprisingly, the amounts of N mineralized calculated were markedly smaller in the irrigated than in the non irrigated treatment for both experiments. Moreover, the mineralization kinetics differed in the two treatments (Fig. 2.1): they had a regular shape in the non irrigated treatments (and were almost linear when expressed vs. normalized time), while they were erratic in the irrigated treatments of the second experiment. These inconsistent results suggest that N mineralization calculations were not valid under irrigated and warm conditions. Significant denitrification losses could have occured in these conditions, which could explain apparent negative N mineralization between two sampling dates. A rough estimate of minimum denitrification is obtained by substracting mineralized N in irrigated and non irrigated treatments (Table 2.2). It corresponded to 55 kg N.ha⁻¹ in the first and 24-36 kg N.ha⁻¹ in the second experiment.

Table 2.2 : Soil mineral N contents at the beginning (N1) and the end (N2) of experiments, variation in stocks (ΔN), amounts of N leached and mineralized calculated by LIXIM model and Least Significant Difference (LSD) for measured values. The fitted values are obtained by LIXIM assuming no denitrification. All values are expressed in kg N ha⁻¹.

		Experime	Experiment 1 (0-120 cm)			Experiment 2 (0-60 cm)				
		I-0	I-185		I-0	I-170	I-115	I-85		
N1 (initial)	measured	89	89		119	135	138	159		
N2 (final)	measured	214	157		160	154	148	182		
	fitted	244	180		155	147	141	175		
$\Delta N = N2-N1$	measured	125	68		41	19	10	23		
	fitted	155	91		36	12	3	16		
LSD		20	16		4	21	17	15		
N mineralized	calculated	188	133		39	13	3	15		
N leached	calculated	41	61		0	0	0	0		



Figure 2.1 : Apparent cumulative mineralized N vs. time calculated with LIXIM model (fitting mode) for the different irrigation treatments in the first (a) and second experiment (b). Vertical bars indicate the irrigation events.



2.3.2. Effect of irrigation on soil temperature and moisture (experiment 2)

Figure 2.2: Evolution of soil temperature (a) and moisture contents (b-e) in the 4 irrigation treatments: b) no irrigation, c) 170 mm irrigation, d) 115 mm irrigation, e) 85 mm irrigation in experiment 2. The dashed line indicates the threshold of water content for denitrification.

The soil temperature in experiment 2 remained high during the 8 weeks study (Fig. 2.2a). The irrigation regime exerted a significant effect on soil temperature in the 0-15 cm layer (p < 0.05). The non irrigated treatment (I-0) had the highest average temperature (27.7°C) and the most irrigated treatment (I-170) had the lowest one (25.3°C): this is attributable to the higher evaporation in the irrigated treatments. Temperature in the 15-30 cm layer was not significantly different between treatments: the average was 27.3°C.

Soil moisture varied widely during the experiment in the irrigated treatments (Fig. 2.2be): from saturation to wilting point at 5 cm depth in treatments I-85 and I-115. It remained very low in the non irrigated treatment (mean = 0.076 cm3.cm-3 at 5 cm). The average WFPS (mean over 0-30 cm) varied from 0.14 to 0.18, 0.34 to 0.97, 0.23 to 1.00 and 0.16 to 1.00 in the I-0, I-170, I-115 and I-85 treatments, respectively. LIXIM outputs indicated that irrigation markedly enhanced soil evaporation, as expected. AET was strongly correlated to irrigation: AET = 0.85 irrigation + 2.8 ($r^2 = 0.95$). This means that water brought by irrigation was evaporated in less than a week and explains that no leaching occurred despite the important irrigation (Table 2.2).

2.3.3. ¹⁵NO₃ recovery (experiment 2)

The ¹⁵N recovery in soil, i.e. the sum of mineral- and organic- ¹⁵N, ranged from 45% (treatment I-170 at date 1) to 85% (treatments I-170 and I-85 at date 3) of the labelled KNO₃ applied (Fig. 2.3). ¹⁵N was mainly recovered in mineral form: it represented 95% of the ¹⁵N accounted for on average. The immobilised ¹⁵N fraction ranged from 1% to 7% of the ¹⁵N applied. The average ¹⁵N unrecovered (mean of all sampling dates) was correlated to the irrigation regime. Average ¹⁵N default was 34%, 32% and 24% in the I-170, I-115 and I-85 treatments, respectively. The I-85 treatment was significantly lower than the two others treatments (p < 0.05).



Figure 2.3 : Average ¹⁵N recovery (% of added ¹⁵N-NO₃) in the 3 irrigated treatments of experiment 2: a) 170 mm irrigation, b) 115 mm irrigation, c) 85 mm irrigation for the four dates of sampling corresponding to the four pulses of ¹⁵NO₃- labelled irrigation. Bars represent standard errors.

The labelled N was found exclusively in the top soil (0-30 cm). The ¹⁵N abundance measured below 30 cm was not significantly different from the natural abundance measured in I-0 treatment which had not received labelled KNO₃. No leaching was calculated with LIXIM model under 60 cm. So it could be hypothesised that no ¹⁵N was lost by leaching.

The variation in ¹⁵N default among sampling dates and treatments is partly explained by environmental factors. A positive correlation ($r^2 = 0.55$, p < 0.01) was found between the

unaccounted for ¹⁵N and soil temperature. The unaccounted for ¹⁵N was also significantly correlated to the amount of irrigation water ($r^2 = 0.62$, p < 0.01). These behaviour suggest that the unaccounted for ¹⁵N is attributable to denitrification.

2.3.4. Simulation of denitrification using NEMIS model (experiment 2)

We have simulated denitrification rates with NEMIS model in order to test this hypothesis. NEMIS was run either with a daily time step or with an hourly time step, using hourly measurements of soil moisture and temperature. As expected, no denitrification was simulated by NEMIS in treatment I-0. Denitrification rates simulated in the three irrigated treatments are shown in Figure 2.4.



Figure 2.4 : Denitrification rates simulated with NEMIS model (line) and water applied by irrigation (vertical bars) in the 3 irrigated treatments of experiment 2: a) 170 mm irrigation, b) 115 mm irrigation, c) 85 mm irrigation.

They occured immediately after irrigation and fell to zero after 1 to 3 days. The total amounts of N denitrified predicted over the 8 weeks were in good agreement with the unaccounted for ¹⁵N for the I-170 treatment (32% vs. 34%) at all dates (Fig. 2.5b) but were lower than the observed values in the I-115 (8% vs. 32%) and I-85 treatments (14% vs. 24%) (Fig. 2.5a). The prediction was better using the hourly than the daily measurements of soil water content and temperature. The simulations confirm the hypothesis of denitrification.



Figure 2.5 : Observed (unrecovered ^{15}N) and simulated N losses in experiment 2: a) mean of all dates in each irrigation treatment; b) values at each date in the I-170 treatment. The simulated losses correspond to total N denitrified simulated with NEMIS model using either an hourly or a daily time step.

Assuming that ¹⁵NO₃ had moved and diffused into the whole soil to be a good tracer of native nitrate, we could calculate total NO₃ losses from the unaccounted for ¹⁵N in the whole soil profile labelled by the added NO₃⁻. Denitrification was assumed to occur only in the biologically active topsoil (0-25 cm). The total denitrification losses over the 8 weeks experiment would represent 30, 38 and 37 kg N.ha⁻¹ in the I-170, I-115 and I-85 treatments, respectively. Although I-170 treatment had the largest unaccounted for ¹⁵N, its N loss was smaller because it had smaller initial soil nitrate content than the other two treatments.

2.3.5. Simulation of soil nitrate using LIXIM model (experiment 2)

The observed and simulated evolution of soil nitrate in the upper two layers of Toulouse soil is shown in Figure 2.6. The only significant increase in soil mineral N appears in the dry treatment I-0. The increase is noticeable in the layer 0-15 cm in spite of its very low water content (61 g kg⁻¹ corresponding to a mean water potential of -8.0 MPa).



Figure 2.6 : Evolution of measured (dots with standard error bars) and simulated nitrate contents in the upper soil layers in experiment 2. The simulated values were obtained with LIXIM model (simulation mode) either assuming no denitrification (bold black line) or accounting for denitrification assessed with the ¹⁵N default (bold grey line) or simulated with NEMIS (thin grey line).

No significant variation in mineral N was observed in the deeper layers (30-60 cm and 60-90 cm, results not shown), which indicated that i) no nitrate transfer occurred downwards during the course of the experiment and ii) the absence of N mineralization in these layers.

Soil water and nitrate dynamics were simulated using LIXIM model in simulation mode. The water contents were well reproduced in all treatments: the model efficiency (EF) was 0.95, 0.70, 0.87 and 0.96 in the I-0, I-170, I-115 and I-85 treatments, respectively. The quality of fit for nitrate contents varied widely. First, the evolution of nitrate content was well simulated in the non irrigated treatment: EF was 0.82, and the mean RMSE was 2.9 kg N.ha⁻¹, i.e smaller than the standard errors on measurements. This indicates that the water and temperature functions (Eq. 1 and 2) and the potential mineralization rate determined in laboratory conditions were appropriate to simulate the N mineralization. Secondly, the simulations greatly over-estimated the nitrate contents in the irrigated treatments when denitrification was considered negligible. RMSE were 13.7, 10.4 and 11.1 kg N.ha⁻¹ for I-170, I-115 and I-85 treatments, respectively and EF was negative for all irrigated treatments. Thirdly, the simulations were greatly improved when we considered denitrification losses. The simulations run using NEMIS predictions were good in two treatements out of three (I-170 and I-85) and over-estimated the nitrate contents measured in treatment I-115. The simulations made with denitrification estimated by ¹⁵N tracing were satisfactory for all irrigated treatments, with RMSE of 6.4, 4.1 and 6.9 kg N.ha⁻¹ for I-170, I-115 and I-85 treatments, respectively. Soil mineral N was well simulated in spite of the drying-rewetting cycles occuring in the irrigated treatments. This suggests that these cycles did not induce any mineralization flush.

		0-15 cm				15-30 cm				0-30 cm			
		I-0	I-170	I-115	I-85	I-0	I- 170	I-115	I-85	I-0	I- 170	I-115	I-85
Т	°C	27.7	25.3	26.3	26.5	27.5	26.5	27.5	27.5	27.6	25.8	26.7	26.9
θ	g kg ⁻¹	61	207	138	131	133	140	149	133	86	180	143	132
f(T)		0.97	0.77	0.85	0.87	0.95	0.87	0.95	0.95	0.96	0.81	0.89	0.90
g(θ)		0.44	1.00	0.89	0.86	0.87	0.89	0.92	0.87	0.62	0.99	0.90	0.86
$f(T).g(\theta)$		0.44	0.78	0.76	0.75	0.83	0.78	0.88	0.83	0.60	0.78	0.81	0.79
N_M	kg ha ⁻¹	14	25	25	24	20	19	21	20	34	44	46	44

Table 2.3: Average measured soil temperature (T) and moisture (θ), average calculated daily temperature and moisture functions (f(T) and $f(\theta)$) and net N mineralized (N_M) calculated with LIXIM model in the biologically active soil layers over the 8 weeks study.

The calculations made by LIXIM using equations 1 to 4 indicated that the net N mineralized during the 8 weeks experiment was 34, 44, 46 and 44 kg N.ha⁻¹ in the I-0, I-170, I-115 and I-85 treatments, respectively (Table 2.3). The differences between irrigated and non irrigated treatments are not so high, because the lower temperature in irrigated treatments partly offset the water effect and because water content in the lower biologically active layer (15-30 cm) did not vary among treatments (Table 2.3).

2.4. Discussion

2.4.1. N mineralization under irrigated conditions

The N balance technique has been widely used to calculate *in situ* net N mineralization (e.g. Jarvis *et al.* 1996; Liu *et al.* 2003). Satisfactory results were obtained under irrigated conditions if leaching N losses are well quantified (Moreno *et al.* 1996). Other studies have proned the interest of ion exchange resins to trap nitrate moving downwards (e.g. Kolberg *et al.* 1997; Hanselman *et al.* 2004). The use of LIXIM model is another alternative of the balance technique since it accounts for possible leaching and provides similar results when there is no leaching (Mary *et al.* 1999). However all these methods under-estimate N mineralization if denitrification is a significant phenomenon, which is favoured by irrigation and warm conditions.

It is well known that an increase in soil moisture enhances N mineralization (e.g. Cabrera 1993; Fierer and Schimel 2002). Incubations studies have shown that an extra N mineralization ("flush") can also occur after rewetting a dry soil (Cabrera 1993, Mikha *et al.* 2005). In our experiment, the net mineralized N was only 32% greater in the irrigated than in the non irrigated soils, and the difference can be explained by continuous moisture and temperature functions (Fig. 2.6). Therefore, the drying-wetting cycles induced by the irrigation practices did not induce any significant flush of N mineralization. Appel (1998) indicated that deep loess soils in field conditions in central Europe do not dry out sufficiently, even in the upper 2 cm, to induce a significant flush. Their lowest soil water content found was 60-80 g.kg⁻¹, which is very close to that recorded in our irrigated soils can be predicted by using continuous functions of temperature and moisture on N mineralization and by considering denitrification occuring soon after irrigation events.

2.4.2. Denitrification under irrigated conditions

The amounts of N denitrified were calculated by extrapolating the unaccounted for ¹⁵N in the top soil only (0-25 cm), on the basis of previous studies showing that denitrification was negligible in the deeper soil layers (Zwart 2004). In our experiment, 24-34% of labelled N was unaccounted for, which corresponds to 30-38 kg N.ha⁻¹ lost by denitrification. The range is consistent with literature, since denitrification loss measured in field conditions similar to ours vary from 20% to 50% of the applied N (Abbasi and Adams 2000; De Vries *et al.* 2003). The high amounts of N lost by denitrification could be explained by the high soil temperature obtained in our experiment. They occurred soon after the irrigation events, during the brief periods of saturation. Davidson (1992) and Burger *et al.* (2005) showed that denitrification can occur only a few minutes after water addition.

The hypothesis that ¹⁵N default was mainly due to denitrification was confirmed using NEMIS model. However, the agreement between denitrification estimated with ¹⁵N balance and simulated with NEMIS was not as good as expected for two of the three irrigated treatments. One reason could be that the model considers a unique soil porosity and WFPS. Soil heterogeneity is important, even at a small scale, creating important local variations of oxygen partial pressure (Sierra and Renault 1998). This is the challenge of predicting

denitrification. Accounting for the WFPS distribution in soil may be one way to answer this challenge.

Accounting for temporal variation is another challenge. NEMIS model was run using either an hourly or a daily time step and behaved better at the hourly time-step, as expected. Using daily averages may smooth soil moisture and under-estimate denitrification rates. The difference may be not important in winter, when soil moisture is more stable. In summer, sharp variations of soil moisture are likely to occur due to irrigation or heavy rain and high evaporation. The problem is then our capacity to simulate accurately the evolution of soil water and its distribution with depth soon after these events.

2.4.3. Extrapolation to cropped conditions

Our experiments were performed in bare fallow soils during summer, which are of course unusual conditions. Could comparable N losses occur under irrigated crops ? Firstly, plants reduce soil moisture since they favour evapotranspiration. Nevertheless soil saturation can occur, even briefly, if irrigation intensity is high. Secondly, mineral N contents in the topsoil can be higher under crop than bare soil, at least soon after fertilizer application. Lastly, the amount of available carbon for denitrification is enhanced by plant activity, though roots renewal and rhizodeposition (Kaye and Hart 1997). So denitrification is likely to occur in cropped conditions with irrigation. Simojoki and Jaakola (2000) found that irrigation doubled the N loss due to denitrification compared to non irrigated situation under fertilized barley. Other studies reported amounts of N lost by denitrification under irrigated crops similar to our results: 30 kg N.ha⁻¹ lost under irrigated maize (Mahmood *et al.* 2005) or bean crop (Weier *et al.* 1991). Denitrification loss can reach 300 kg.ha⁻¹.year⁻¹ in fertilized grasslands (Kroeze *et al.* 2003) and vegetable crops, which are highly fertilized and irrigated (Ryden and Lund 1980).

The loss of nitrogen and even more the likely increased emission of N_20 induced must be mitigated by adapting agricultural practices. These results and those of Burger *et al.* (2005) indicate that massive irrigation should be avoided, and particularly after fertilizer N application. Irrigation intensity should be adapted to soil infiltration rate in order to avoid high levels of WFPS even for short duration. Fertilizer N application should also be avoided when frequent and/or heavy rainfall occurs frequently (Burger *et al.* 2005). These conditions are frequently encountered under Mediterranean climates, together with high temperatures which enhance denitrification intensity.

2.5. Summary of results and partial conclusion

- Denitrification has to be accounted for in irrigated systems, particularly in warm conditions and when the topsoil contains high nitrate contents.
- The drying-rewetting cycles did not induce a significant flush of N mineralization in our field conditions.
- Temperature and moisture functions and normalized time concept are well adapted to predict soil net N mineralization in very variable conditions occurring all over the year.

Chapitre 3. Robustesse et aspects méthodologiques du calcul de la minéralisation azotée au moyen du modèle LIXIM

3.1. Problématique

L'utilisation du modèle ou programme de calcul LIXIM pour calculer la minéralisation nette d'azote au champ est une technique intéressante comparée à la mesure par bilan global ou en conditions contrôlées (Mary *et al.*, 1999). Ce calcul repose sur plusieurs hypothèses dont la validité pourrait être remise en question dans certaines conditions. Il convient donc de tester la robustesse de ce calcul dans une large gamme de conditions pédoclimatiques. Cette évaluation portera sur 3 points : le calcul de la lixiviation, le calcul du temps normalisé et de la vitesse potentielle de minéralisation et les conditions expérimentales nécessaires pour obtenir un calcul fiable de la minéralisation azotée au champ.

Le calcul de la minéralisation effectué au moyen de LIXIM repose sur un bilan tenant compte de la variation du stock d'azote minéral du profil de sol mesuré et de la lixiviation calculée par le modèle. La dénitrification est généralement supposée négligeable et est donc considérée comme n'influençant pas le bilan d'azote. Nous avons cependant montré qu'elle pouvait provoquer des pertes importantes d'azote sous forme gazeuse (N₂O et NO) lors de fortes irrigations ou précipitations estivales (cf. Chapitre 2). Il reste aussi à vérifier que le calcul de la lixiviation par un modèle de type réservoir (« mixing cells ») et convectif est robuste pour des régimes hydriques variés. De plus, la minéralisation de l'azote *in situ* a été calculée en conditions de sol nu car le calcul sous culture nécessiterait l'estimation du prélèvement d'azote minéral par les plantes à chaque date de mesure ; or, cela complexifierait les mesures et introduirait potentiellement une nouvelle source d'erreur. La présence de plantes modifiant la température et l'humidité du sol, il faut vérifier si la méthode en sol nu donne des résultats comparables à une mesure de la minéralisation azotée sous culture.

L'utilisation de fonctions température et humidité permet de calculer un temps hydrothermique, permettant de normaliser la minéralisation calculée in situ en référence à une température et une humidité données. La vitesse de minéralisation exprimée en jours normalisés étant supposée constante, une vitesse potentielle de minéralisation peut être calculée. Nous avons montré précédemment dans le chapitre 1 que les fonctions température et humidité initialement choisies dans le programme LIXIM n'étaient pas adaptées pour les températures élevées et les humidités faibles. Ces résultats sont cependant à confirmer pour la fonction humidité étant donné la variabilité des réponses observées dans la littérature (Paul et al., 2003) et du fait qu'un seul sol a été étudié lors de l'étude en conditions contrôlées. Les modèles utilisés pour décrire la cinétique de minéralisation de l'azote sont souvent du premier ordre (Stanford et Smith, 1972; Kätterer et Andren, 2001). Le programme LIXIM utilise un modèle d'ordre zéro, en accord avec d'autres auteurs (Stenger et al., 1995 ; Egelkraut et al., 2003). Des essais préliminaires ayant montré des cinétiques de minéralisation calculées par LIXIM d'allure curvilinéaire, l'hypothèse d'une vitesse de minéralisation constante pour une température et une humidité constantes (de référence) doit donc être testée pour des types de sol et des climats variés.

Le calcul de la minéralisation azotée au moyen de LIXIM nécessite la détermination d'un certain nombre de paramètres qui ne sont pas aisément accessibles par des mesures ou des calculs simples, comme la profondeur de minéralisation (Zm). Il est donc important de

connaître la sensibilité du calcul de la minéralisation aux valeurs de ces différents paramètres. L'utilisation de LIXIM nécessite le suivi au champ des stocks d'eau et de nitrate sur des parcelles en sol nu pendant environ un an, ce qui demande un investissement important en temps et en main d'œuvre. Il est donc important d'avoir un protocole bien défini afin d'éviter des effets indésirables de certaines pratiques culturales, notamment l'enfouissement des résidus de culture et le désherbage chimique de la parcelle étudiée.

Afin de tester les hypothèses énoncées ci-dessus et de valider les aspects méthodologiques, la minéralisation de l'azote du sol a été calculée avec le programme LIXIM pour 55 parcelles en grande culture réparties sur l'ensemble du territoire français à partir du suivi de l'évolution des stocks d'eau et d'azote dans le sol de ces parcelles.

3.2. <u>Description du réseau de parcelles expérimentales et du protocole de calcul de la minéralisation azotée</u>

Nous disposons de 55 parcelles différentes sur 32 sites en grande culture appartenant à ARVALIS, au CETIOM et à l'INRA. La majeure partie des zones de grande culture du territoire français est représentée dans ce réseau expérimental (Figure 3.1). L'acquisition des données sur ces sites s'est réalisée en étroite collaboration avec les instituts techniques partenaires (ARVALIS et CETIOM).



Figure 3.1 : localisation géographique des 32 macro-sites suivis en sol nu (eau et azote) pour le calcul de la minéralisation azotée avec le programme LIXIM (\bullet sites du Nord, \circ sites du Sud) des 55 essais de notre base de données.

Le choix des sites a été raisonné à partir des sites potentiellement disponibles afin de représenter la majorité des situations rencontrées en grande culture en France en terme de texture et de localisation géographique et en fonction des terrains d'étude d'ARVALIS et du CETIOM. Toutefois, pour des raisons matérielles, il n'a pas été possible de multiplier autant que souhaitable les combinaisons de facteurs potentiellement déterminants de la minéralisation de l'azote du sol. La proportion des différentes textures est assez bien équilibrée dans notre base de données, avec tout de même une sous représentation des sols sableux et une dominance des sols limoneux (Figure 3.2). Les études précédentes ayant principalement été conduites dans le Nord de la France (Boigneville, Mons et la Marne), nous avons porté une attention particulière à l'acquisition de références pour le Sud de la France, avec notamment le domaine expérimental de l'INRA de Toulouse (Auzeville) et les sites de Béziers (CETIOM), de Nîmes et d'Etoile / Rhône (ARVALIS) eu égard au peu de références disponibles sous ces pédo-climats. Les principales caractéristiques physico-chimiques des parcelles étudiées sont regroupées dans le tableau 3.1.



Figure 3.2 : variabilité et proportion des textures rencontrées dans les parcelles de notre réseau expérimental.

Le calcul de la minéralisation nette d'azote du sol à l'aide du programme LIXIM (mode ajustement) a été effectué sur chacune des parcelles à partir de suivis mensuels de l'évolution des stocks d'eau et d'azote du sol, comme décrit dans le chapitre précédent. LIXIM a été utilisé en mode ajustement, ce qui a permis de calculer la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) pour chacune des parcelles. Cette vitesse est exprimée en kilogrammes d'azote minéralisé par hectare et par jour normalisé (en référence à 15°C et à l'humidité à la capacité au champ) (kg N.ha⁻¹.jn⁻¹). Selon le protocole initial, les résidus de la culture précédente devaient être exportés afin de n'étudier que la minéralisation des matières organiques humifiées du sol (humus). L'enfouissement des résidus a eu lieu pour 36% des parcelles étudiées. Le nombre de couches de mesure considérées varie entre 3 et 4 (épaisseur comprise entre 20 et 30 cm) et la profondeur du profil étudié va de 90 à 120 cm. La durée des suivis varie entre 5 mois (phase hivernale) et un peu plus d'un an (ensemble du cycle cultural). Plus de la moitié des expérimentations ont été conduites dans le cadre de ce travail de thèse en 2003 et 2004 (parcelles du site INRA d'Auzeville et celles d'ARVALIS et du CETIOM). Une partie importante du réseau expérimental est cependant constituée d'expérimentations plus anciennes (de 1990 à 2001) dont les données nous ont été transmises par des collaborateurs de l'INRA (Tableau 3.1).

site	parcelle	départe-	région	expérimentateur	année	durée	profil de	répétitions	texture	CaCO3	С	N
		ment			de l'essai	mois	mesure (cm)	de mesure		g.kg-1	g.kg-1	g.kg-1
Béziers	Béziers	34	sud	CETIOM	2004	10	90	4	L-A-S	206	8.4	0.79
Blandy	Bla	91	nord	ARVALIS	2003	13	90	4	limoneux	8	11.5	1.38
Doignovillo	Boign99	91	nord	INRA - E. Justes	1999	13	90	3	limoneux	4	9.3	1.05
Doiglieville	Boignenv	91	nord	ARVALIS	2004	19	90	3	limoneux	2	9.4	1.10
Bouillac	Bouil	82	sud	ARVALIS	2003	11	80	1	limoneux	0	7.2	0.89
Boult / Suippe 01	boult01	51	nord	INRA - V. Parnaudeau	2001	10	120	3	sol de craie	558	22.3	2.08
En Crambade	Encram	31	sud	ARVALIS	2004	13	90	3	argileux	45	12.6	1.61
Etaila	ET03	26	sud	ARVALIS	2003	7	120	4	argileux	222	15.6	1.68
Etolle	ET04	26	sud	ARVALIS	2004	11	120	4	argileux	24	12.7	1.27
Grenneville	Gren	91	nord	ARVALIS	2003	12	90	4	sol de craie	419	18.2	1.99
Hancourt	HAN	80	nord	ARVALIS	2004	7	120	4	limoneux	9	8.8	0.89
La Jaillière	Jaill	44	nord	ARVALIS	2004	12	90	3	L-A-S	0	13.0	1.40
lusignan	Lusign99	86	nord	INRA - E. Justes	1999	13	90	3	limoneux	2	9.4	1.10
Mizérieux	Miz	1	sud	ARVALIS	2004	12	120	4	limono-sableux	0	8.1	0.86
Mono	Mons90	80	nord	INRA - B. Mary	1990	12	150	2	limoneux	10	12.0	1.20
WIOIIS	Mons91	80	nord	INRA - B. Mary	1991	13	150	2	limoneux	7	11.0	1.00
Montardon	Monta	64	sud	ARVALIS	2004	9	120	3	limoneux	0	29.5	2.00
Montgaillard	Montga	31	sud	ARVALIS	2003	9	90	1	argileux	3	8.7	1.21
Nimes	nim	30	sud	ARVALIS	2003	9	90	4	argileux	349	15.4	1.48
Noisy sur Ecole	Noi	77	nord	ARVALIS	2004	9	120	4	sableux	0	9.2	0.95
Ouzouer le Marché	ouz	45	nord	ARVALIS	2003	10	90	4	limoneux	5	11.4	1.36
Parisot	par	81	sud	ARVALIS	2003	12	90	3	limono-sableux	0	7.3	0.82
Presly	pre	18	nord	ARVALIS	2004	11	90	4	sableux	0	9.0	0.76
Rafidin	Rafidin95	51	nord	INRA - E. Justes	1995	9	120	3	sol de craie	783	22.0	1.99
Sabres	Sabr	40	sud	ARVALIS	2004	10	90	3	sableux	0	22.0	1.44
St exupéry - Satolas	Sat	69	sud	ARVALIS	2004	10	120	4	sableux	2	16.0	1.40
Saint Ililaina an	SHWbon	55	nord	ARVALIS	2003	12	90	4	limoneux	118	15.0	1.63
Saint fillaire en Woëvre	SHWbru	55	nord	ARVALIS	2004	10	90	3	limoneux	7	12.1	1.37
WOUVIC	SHWpre	55	nord	ARVALIS	2003	8	90	4	limoneux	2	14.7	1.54
St Hilaire au temple	STH	51	nord	ARVALIS	2003	14	110	4	sol de craie	611	18.3	2.00

Tableau 3.1 : principales caractéristiques physico-chimiques des 55 parcelles de notre étude.

Tableau 3.1 : suite et fin.

Site	parcelle	départe-	région	expérimentateur	année	durée	profil de	répétitions	texture	CaCO3	С	N
		ment			de l'essai	mois	mesure (cm)	de mesure		g.kg-1	g.kg-1	g.kg-1
	ThIV1	51	nord	ARVALIS	2003	9	110	2	sol de craie	804	17.0	1.75
Thibie	THIV2	51	nord	ARVALIS	2003	8	110	2	sol de craie	760	18.9	2.04
	THIV3	51	nord	ARVALIS	2004	10	110	3	sol de craie	858	12.9	1.41
Thizay	Thiz	36	nord	ARVALIS	2004	9	90	4	argileux	65	13.9	1.51
	TM1	22	nord	INRA – T. Morvan	1998	6	90	1	limono-sableux	0	20.5	1.78
Noe sèche	TM2	22	nord	INRA – T. Morvan	1998	5	90	1	limono-sableux	0	19.4	1.66
	TM3	22	nord	INRA – T. Morvan	1998	5	90	1	limono-sableux	0	19.6	1.63
Haut Gouessant	TM8	22	nord	INRA – T. Morvan	1998	6	90	1	limono-sableux	0	20.4	2.02
	TM10	22	nord	INRA – T. Morvan	1998	5	90	1	limono-sableux	0	34.7	3.00
Haut Blavet	TM12	22	nord	INRA – T. Morvan	1998	6	90	1	limono-sableux	0	32.7	2.73
	TM13	22	nord	INRA – T. Morvan	1998	6	90	1	limono-sableux	0	23.8	2.14
Warmanizilla	Warm98	51	nord	INRA – E. Justes	1998	11	120	3	sol de craie	527	16.3	1.78
w armerivme	Warm99	51	nord	INRA – E. Justes	1999	10	120	3	sol de craie	653	14.5	1.61
	Y1	31	sud	INRA – M. Valé	2003	12	90	2	L-A-S	8	8.4	1.05
	Y2	31	sud	INRA – M. Valé	2003	12	90	2	L-A-S	55	8.2	1.04
	Y3	31	sud	INRA – M. Valé	2003	12	90	2	L-A-S	1	7.5	0.89
	Y4	31	sud	INRA – M. Valé	2003	12	90	2	L-A-S	5	7.3	0.87
	Y5	31	sud	INRA – M. Valé	2003	15	90	2	L-A-S	3	6.5	0.84
A	Y6	31	sud	INRA – M. Valé	2003	15	90	2	L-A-S	1	7.1	0.82
Auzeville	Z1	31	sud	INRA – M. Valé	2003	15	90	2	argileux	21	8.7	1.07
	Z2	31	sud	INRA – M. Valé	2003	15	90	2	L-A-S	2	8.3	0.96
	Z3	31	sud	INRA – M. Valé	2003	15	90	2	L-A-S	9	8.7	1.02
	Z4	31	sud	INRA – M. Valé	2003	12	90	2	L-A-S	3	8.3	1.02
	Z5	31	sud	INRA – M. Valé	2003	12	90	2	L-A-S	2	8.3	1.01
	Z6	31	sud	INRA – M. Valé	2003	12	90	2	argileux	1	8.2	1.00

L-A-S : limono-argilo-sableux

3.3. <u>Estimation de la fiabilité du calcul de la minéralisation de l'azote *in situ* avec le programme LIXIM</u>

3.3.1. Hypothèses à tester

1) la qualité des ajustements des profils eau et azote par le programme LIXIM est satisfaisante quelle que soit la localisation ou la texture de la parcelle étudiée.

Le programme LIXIM calcule la minéralisation nette d'azote du sol en ajustant des profils d'eau et d'azote du sol mesurés à intervalle régulier. L'évaluation de la qualité des ajustements des profils N et eau pourra donc nous renseigner sur la fiabilité du calcul de la minéralisation par LIXIM. Le climat (pluviométrie et ETP) et la texture du sol sont des facteurs influant sur le calcul de la minéralisation par LIXIM car ils agissent sur le transfert de l'eau et donc du nitrate dans les différentes couches de sol. Le bilan dynamique détermine la quantité d'eau transférée d'une couche de sol à une autre ainsi que le drainage sous le profil mesuré. La texture influe sur la vitesse du transfert (dispersivité du nitrate dans le sol). Il sera donc intéressant de comparer la qualité des ajustements entre les sites du Nord et du Sud de la France (climat différent) et aussi entre les différents types de sol (texture).

2) le calcul de la lixiviation par LIXIM ne provoque pas de biais dans le calcul de la quantité d'azote minéralisé.

En mode ajustement, LIXIM calcule la quantité d'azote minéralisé par un bilan dynamique journalier où celle-ci correspond à la variation du stock d'azote minéral du sol à laquelle est ajoutée la quantité d'azote perdue par lixiviation. Si LIXIM ne calcule pas de lixiviation (période sèche sans précipitation ou irrigation), la quantité d'azote minéralisé correspond à la variation de stock d'azote minéral. La variation de stock d'azote minéral est moins sujette à l'erreur car elle est ajustée sur les données mesurées. Il est donc plus probable qu'une erreur dans le calcul de la minéralisation provienne d'une mauvaise estimation de la lixiviation qui n'est pas mesurée mais calculée par LIXIM grâce aux modèles de transfert. Pour vérifier cela, **la vitesse potentielle de minéralisation pour une même parcelle.**

3) La quantité d'azote minéralisé calculée par LIXIM en sol nu est comparable à celle calculée par la méthode du bilan sous culture non fertilisée.

Le programme LIXIM calcule la minéralisation de l'azote en sol nu afin de simplifier les mesures (pas de prélèvement par les plantes). La présence de plantes est cependant susceptible d'influer sur la minéralisation de l'azote en modifiant la température et l'humidité du sol mais également la taille du pool d'azote organique minéralisable par la rhizodéposition. La comparaison entre la minéralisation calculée par LIXIM et celle calculée par bilan sous culture non fertilisée permettra de voir si la présence de plantes a un effet significatif sur la minéralisation de l'azote *in situ*.

3.3.2. Matériel et méthodes

La qualité des ajustements de l'évolution des stocks d'eau et d'azote mesurés réalisés par LIXIM a été évaluée à l'aide de critères statistiques. L'efficience et la RMSE ont été calculées aussi bien pour l'eau que pour l'azote (cf. présentation du programme de calcul LIXIM). Nous avons également utilisé le critère *LOFIT* (lack of fit) pour évaluer la qualité des ajustements des profils d'azote minéral (Whitmore, 1991). Cet auteur a montré que la somme des carrés des écarts (*SCE*) peut se décomposer en somme de deux erreurs : l'erreur due à la variabilité de la mesure (*SSE*) et l'erreur due au mauvais ajustement des données par le modèle LIXIM (*LOFIT*). Ces erreurs sont calculées comme suit pour chaque variable (teneur en eau ou quantité d'azote dans chaque couche du profil):

$$SCE = \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{n_j} (\overline{Y}_{ij} - \hat{Y}_j)^2$$

$$SSE = \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{n_j} (Y_{ij} - \overline{Y}_j)^2 = \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{n_j} ((Y_{ij} - \hat{Y}_j) - (\overline{Y}_j - \hat{Y}_j))^2$$

$$LOFIT = \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{n_j} (\overline{Y}_j - \hat{Y}_j)^2 = \sum_{j=1}^{N} n_j (\overline{Y}_j - \hat{Y}_j)^2$$

N étant le nombre de dates de mesures

 n_j étant le nombre de répétitions à la date de mesure j

 Y_{ii} étant la valeur observée de l'observation *i* à la date *j*

 \vec{Y}_i et \hat{Y}_i étant respectivement la valeur moyenne observée et simulée à la date j

En divisant chacune de ces sommes des carrés par le nombre de degrés de liberté associé, on obtient la moyenne de ces sommes des carrés :

$$MLOFIT = \frac{LOFIT}{N}$$
$$MSSE = \frac{SSE}{\sum_{j=1}^{N} (n_j - 1)}$$

Les deux moyennes des sommes des carrés peuvent alors être comparées. Si l'erreur due à l'ajustement (*MLOFIT*) est inférieure ou statistiquement égale (déterminé par un test de Fisher) à l'erreur due à la variabilité des mesures (*MSSE*), l'ajustement des profils d'azote par LIXIM ne peut être amélioré (car inférieur à l'erreur à la variabilité de la mesure) :

- *MLOFIT* \leq *MSSE* \rightarrow l'ajustement ne peut pas être amélioré
- *MLOFIT* > *MSSE* \rightarrow l'ajustement peut être amélioré

Ce calcul ne peut bien sûr être réalisé que s'il y a eu des répétitions de mesures des profils d'azote : cela concerne 45 des 55 parcelles étudiées.

La qualité des ajustements évaluée par l'efficience et la RMSE a été comparée entre les sites du Nord et du Sud de la France, ainsi qu'entre les différentes textures de sol, à l'aide d'analyse de variance (ANOVA à un facteur).

Une méthode simple ne nécessitant pas de mesure a été utilisée pour savoir si le calcul de la lixiviation par LIXIM pouvait entraîner un biais dans le calcul de la minéralisation azotée. Nous avons séparé les cinétiques de minéralisation de chaque parcelle en période sans et avec lixiviation calculée par LIXIM. Les parcelles n'ayant pas de période sans lixiviation (suivis hivernaux de 6 mois) ont été exclues de cette analyse. Pour chaque site retenu, la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculée pendant la période sans lixiviation a été comparée à celle calculée pendant la période avec lixiviation. Cette comparaison a été effectuée à l'aide d'un test de Student pour échantillons appariés.

Le calcul de la minéralisation azotée réalisé par LIXIM en condition de sol nu a aussi été évalué en le comparant à un bilan réalisé sous culture sans fertilisation. Cet essai a été réalisé sur les parcelles du site INRA d'Auzeville Z3, Z4, Z5 et Z6 en 2003 et Z1 et Z2 en 2004. Les principales caractéristiques physico-chimiques de ces parcelles sont reportées dans le tableau 3.1. Sur chaque parcelle, deux groupes de deux blocs contigus ont été mis en place, toutes les mesures et calculs seront donc réalisés avec 2 répétitions. Chaque groupe comprend un bloc en sol nu avec résidus de la culture précédente exportés et un bloc cultivé avec du tournesol. Aucun travail du sol et aucune fertilisation n'a eu lieu sur les 2 blocs pendant toute la durée de l'expérimentation (6 mois). Un état initial des profils d'eau et d'azote du sol a été mesuré au semis du tournesol (mois de mai) sur les 2 blocs. Des prélèvements de sol ont ensuite été effectués tous les mois jusqu'en novembre sur le bloc en sol nu (7 dates de mesures en tout). Les profils d'eau et d'azote ont aussi été mesurés sur le bloc cultivé en tournesol à la dernière date de mesure (état final après récolte). Les mesures des teneurs en eau et en azote du sol ont été réalisées comme décrit dans le chapitre précédent. La quantité d'azote prélevé par les plantes a été estimée par prélèvement destructeur de la culture. Avant la récolte de la parcelle, 2 bottillons de 5 plantes ont été prélevés par parcelle. Le poids sec des graines et du reste de la plante a été mesuré afin de déterminer le rapport paille / grain. Les teneurs en azote des graines et du reste de la plante ont été mesurées par la méthode de Dumas avec un analyseur carbone / azote LECO-2000 (Leco, France). Les blocs cultivés en tournesol ont ensuite été récoltés avec une moissonneuse à micro-parcelles Hege. Le rendement a ainsi été estimé et à l'aide du rapport paille / grain et de la teneur en azote des graines et du reste de la plante, la quantité totale d'azote prélevé par la culture du tournesol a été calculée. La quantité d'azote minéralisé a été calculée par le programme LIXIM (en mode ajustement) sur les blocs en sol nu. La lixiviation calculée par LIXIM étant très faible sur les blocs en sol nu, elle a été supposée nulle sous les blocs cultivés en tournesol. La quantité d'azote minéralisé sur les blocs cultivés a donc été calculée par bilan, à savoir la différence entre les stocks finaux et initiaux d'azote dans le sol ajouté à la quantité d'azote prélevé par la culture de tournesol. Les quantités d'azote minéralisé calculées par les 2 méthodes ont ensuite été comparées par analyse de variance.

3.3.3. Résultats et discussion

La qualité des ajustements des profils d'eau et d'azote du sol est globalement satisfaisante. Pour l'azote, l'efficience est comprise entre 0.51 et 0.99, avec 80% des parcelles

ayant une efficience pour l'azote supérieure à 0.70 (Figure 3.3). L'efficience d'ajustement des profils d'azote est significativement meilleure au Nord (0.87) qu'au Sud (0.74) (p = 0.0002, Tableau 3.2). Il y a aussi un effet significatif de la texture : les sols sableux ont l'efficience la plus faible (0.67) et les sols limoneux la plus forte (0.90) (p = 0.006, Tableau 3.3). La qualité des ajustements est sensiblement moins bonne pour l'eau, car l'efficience est comprise entre 0 et 0.98 (Figure 3.3).



Figure 3.3 : histogramme des effectifs des efficiences d'ajustement des profils d'eau (a) et d'azote (b) par le programme LIXIM pour les sites du Nord, du Sud et de la totalité de la France.

		Total	nord	sud
Efficience	mov	0.81	0.87 a	0.74 b
d'ajustement	et	0.14	0.11	0.14
des profils	min	0.51	0.53	0.51
d'azote	max	0.99	0.99	0.96
Efficience	moy	0.63	0.64 <i>a</i>	0.61 <i>a</i>
d'ajustement	et	0.23	0.22	0.25
des profils	min	0.00	0.24	0.00
d'eau	max	0.98	0.97	0.98

Tableau 3.2 : efficience d'ajustement des profils d'eau et d'azote par le programme LIXIM en fonction de la localisation géographique des parcelles ; des lettres différentes indiquent une différence significative au seuil de 5%.

d'eau

0.98

max

0.87

uc 570.								
		Total	argileux	limoneux	limono- argilo- sableux	limono- sableux	sableux	sol de craie
Efficience	moy	0.81 ab	0.76 ab	0.90 a	0.75 b	0.81 ab	0.67 b	0.86 ab
d'ajustement	et	0.14	0.19	0.07	0.10	0.13	0.16	0.13
des profils	min	0.51	0.54	0.74	0.51	0.53	0.55	0.59
d'azote	max	0.99	0.96	0.99	0.88	0.92	0.88	0.97
Efficience	moy	0.63 a	0.64 <i>a</i>	0.60 a	0.72 a	0.59 a	0.38 a	0.69 a
d'ajustement	et	0.23	0.17	0.26	0.18	0.26	0.33	0.18
des profils	min	0.00	0.37	0.22	0.45	0.24	0.00	0.32

0.93

0.98

0.97

0.74

0.92

Tableau 3.3 : efficience d'ajustement des profils d'eau et d'azote par le programme LIXIM en fonction de la texture du sol des parcelles ; des lettres différentes indiquent une différence significative au seuil de 5%.

Un seul site possède une efficience nulle pour l'ajustement des profils d'eau (Satolas), la seconde valeur la plus faible étant 0.22. Les variations des teneurs en eau dans le profil de sol sont souvent moins importantes que celle des teneurs en azote. Ainsi les ajustements sont généralement proches de la moyenne des humidités observées, ce qui explique que les efficiences d'ajustement des profils d'eau soient plus faibles que pour les profils d'azote. Il n'y a pas d'effet significatif de la localisation géographique sur la qualité des ajustements des profils d'eau (p = 0.66, Tableau 3.2). Il en va de même pour la texture (p = 0.161), même si les sols sableux présentent encore en moyenne l'efficience la plus faible (Tableau 3.3). Les ajustements des profils d'eau et d'azote calculés par le programme LIXIM semblent moins bons pour les sols sableux. Cela pourrait s'expliquer par des transferts d'eau et d'azote plus rapides que LIXIM n'arriverait pas à reproduire. Ces résultats restent cependant à confirmer car notre base de données ne comprend que 4 sols sableux sur les 55 parcelles. De plus, si les efficiences des ajustements des profils eau et azote des sols sableux sont moins bonnes que celles des autres textures, ce n'est pas le cas de la RMSE. La texture n'a pas d'effet significatif sur la RMSE des ajustements des profils d'eau (p = 0.081) et d'azote (p = 0.090). Il est donc probable que la plus faible efficience des sols sableux reflète une faible variation des stocks d'eau et d'azote plutôt qu'une moins bonne adaptation du programme LIXIM aux sols sableux. La RMSE de l'ajustement des profils d'azote est significativement plus faible (p = 0.048) pour les sites du Nord (5.9 kg N.ha⁻¹) que pour les sites du Sud de la France (7.4 kg N.ha⁻¹). Par contre il n'y a pas d'effet significatif (p = 0.07) de la localisation géographique sur la RMSE de l'ajustement des profils d'eau (1.5 g.100g⁻¹ et 1.3 g.100g⁻¹ pour les sites du Nord et du Sud de la France, respectivement). Malgré une différence significative entre les sites du Nord et du Sud de la France, la qualité de l'ensemble des ajustements des profils d'eau et d'azote est satisfaisante eu égard à la variabilité généralement rencontrée au champ. Ainsi les éventuelles erreurs de calcul de la minéralisation par LIXIM ne peuvent vraisemblablement pas être exclusivement imputées à des problèmes d'ajustements.

Le test du LOFIT nous indique que la qualité des ajustements des profils d'azote par LIXIM est bonne (ne peut être améliorée) pour 60% des parcelles ayant des répétitions de mesure de l'azote minéral du sol (27 des 45 parcelles). Cela peut sembler peu car, d'après ce test, 40% des parcelles (18 sur 45) ont des mauvais ajustements des profils d'azote (pouvant

être améliorés). On peut cependant distinguer différents niveaux dans ces 18 parcelles ayant des mauvais ajustements. En effet, 8 parcelles (18% des 45 parcelles) ont une bonne qualité d'ajustement pour la couche de surface et une mauvaise pour les horizons profonds, ce qui peut s'expliquer par une plus grande variabilité spatiale en profondeur. Ensuite, 8 autres parcelles (18% des 45 parcelles) présentent un mauvais ajustement des profils d'azote estimé par le test du LOFIT à cause d'une seule mesure qui est mal ajustée. Si cette mesure est retirée, la MSLOFIT devient non significativement différente de la MSSSE et donc l'ajustement ne peut être amélioré. Il ne reste donc plus que 2 parcelles (4% des 45 parcelles) montrant des ajustements pouvant être réellement améliorés : Satolas (sol sableux) et Auzeville Y3. Ces parcelles présentent cependant des efficiences satisfaisantes (0.52 et 0.51, respectivement) même si elles sont les plus faibles de l'ensemble des parcelles. Ce test du LOFIT est donc très sévère mais fournit une information complémentaire à l'efficience et la RMSE.

La vitesse potentielle de minéralisation de l'azote (V_P) a été calculée à l'aide de la nouvelle fonction température proposée dans le chapitre 1 (fonction logistique) et de l'ancienne fonction humidité (fonction linéaire). Ce choix sera justifié dans la partie ci-après (3.4). Les vitesses potentielles de minéralisation calculées pendant les périodes avec et sans lixiviation sont représentées dans la figure 3.4.



Figure 3.4 : comparaison entre la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculée par le programme LIXIM pendant des périodes avec et sans lixiviation.

Il y a une différence significative au seuil de 10% entre les 2 V_P (p = 0.064), avec une vitesse potentielle de minéralisation supérieure en période de lixiviation. Cela pourrait indiquer que la lixiviation de l'azote minéral sous le profil de mesure serait légèrement surestimée par le programme LIXIM. L'effet de la localisation géographique est non

significatif (p = 0.16), tout comme celui de la texture (p = 0.09) même si les sols limoneux semblent montrer une tendance inverse des autres sols en ayant une V_P en période sans lixiviation supérieure à celle en période avec lixiviation (Figure 3.4). Même si la tendance est peu significative, il faudra garder à l'esprit cette possible surestimation de la minéralisation azotée (due à une surestimation de la lixiviation de l'azote) calculée par LIXIM quand des comparaisons avec d'autres méthodes de calcul / mesure de la minéralisation seront réalisées.

La comparaison entre la quantité d'azote minéralisé calculée par le programme LIXIM et par bilan sous culture de tournesol non fertilisée a montrée l'absence de différence significative entre les deux méthodes (p = 0.63). Pendant les 6 mois de l'expérimentation, les quantités d'azote minéralisé varient entre 55 et 96 kg N.ha⁻¹ pour le calcul par LIXIM et entre 62 et 87 kg N.ha⁻¹ pour le calcul par bilan (Figure 3.5). La variabilité des mesures explique sans doute l'absence de différence significative entre les deux méthodes. Ces résultats montrent que la minéralisation azotée calculée en sol nu est comparable à celle calculée sous culture de tournesol. La présence de plantes ne semble donc pas modifier de façon importante la minéralisation de l'azote humifié.



Figure 3.5 : quantité d'azote minéralisé sur 90 cm calculée en sol nu avec le programme LIXIM comparée à la quantité d'azote minéralisé sur 90 cm calculée sous culture de tournesol par bilan ; les barres représentent les valeurs de l'écart type (n=2).

Le calcul de la quantité d'azote minéralisé par LIXIM introduit une erreur car l'ajustement des profils d'eau et d'azote n'est jamais parfait. Cette erreur vient s'ajouter à l'erreur de mesure des données d'entrée de LIXIM (variabilité spatiale des profils d'eau et d'azote principalement). Ainsi, pour une quantité minéralisée sur un an de 160 kg.ha⁻¹, une erreur de 10 à 20 kg.ha⁻¹ semble être un minimum, aussi bien pour le calcul par LIXIM qu'avec d'autres méthodes d'estimation de la minéralisation au champ (*in situ*). Cela montre la difficulté d'obtenir des résultats précis en conditions non contrôlées. L'ensemble de ces résultats tend cependant à démontrer la validité / robustesse du calcul de la quantité d'azote minéralisé par le programme LIXIM dans une large gamme de situations pédoclimatiques. Il

reste à vérifier la validité des fonctions température et humidité ainsi que le concept de vitesse potentielle de minéralisation.

3.3.4. Conclusion partielle

- La qualité des ajustements des profils eau et azote par le programme LIXIM est satisfaisante quelle que soit la localisation ou la texture de la parcelle étudiée, même si les sols sableux présentent les moins bons ajustements.
- Le calcul de la lixiviation par LIXIM provoque un léger biais dans le calcul de la quantité d'azote minéralisé car la lixiviation a tendance à être surestimée par LIXIM.
- La quantité d'azote minéralisé calculée par LIXIM en sol nu est comparable à celle calculée par la méthode du bilan sous culture non fertilisée. Toutefois la précision du calcul est relativement faible, ce qui ne permet pas de s'assurer que la comparaison est satisfaisante ou non.

3.4. Estimation de la validité des fonctions température et humidité et du concept de vitesse potentielle de minéralisation (V_P)

3.4.1. Hypothèses à tester

La vitesse de minéralisation de l'azote est supposée constante à une température et une humidité constantes. La cinétique de minéralisation exprimée en temps normalisé (température et humidité de référence) doit donc être théoriquement linéaire pour valider cette hypothèse. Si cette cinétique s'éloigne de la linéarité, une fois la validité du calcul de la minéralisation azotée par LIXIM confirmée, deux hypothèses peuvent être émises :

- les fonctions température et humidité ne sont pas adaptées ;
- l'hypothèse de la linéarité (vitesse de minéralisation constante) n'est pas valide.

3.4.2. Matériel et méthodes

Pour vérifier la première hypothèse, le coefficient de détermination (\mathbb{R}^2) des cinétiques de minéralisation de l'azote en jours normalisés calculés avec les fonctions température et humidité initiales a été comparé au \mathbb{R}^2 des cinétiques de minéralisation calculées avec les fonctions proposées dans le chapitre 1, les \mathbb{R}^2 étant utilisés comme indicateur de la linéarité en première approche. L'effet de la localisation géographique (Nord – Sud) sur cette comparaison a aussi été évalué. La présence ou non de différence significative entre les différents traitements a été déterminée par analyse de variance.

Pour tester la seconde hypothèse, plusieurs méthodes ont été utilisées. Tout d'abord, des modèles autres que le modèle linéaire ont été ajustés aux cinétiques de minéralisation de l'azote exprimées en jours normalisés. Nous avons testé 4 modèles :

- un modèle exponentiel (Stanford and Smith, 1972) $N = N_0 (1 - e^{-km})$
- un modèle Gompertz (France and Thornley, 1984) $N = N_0 e^{-he^{-km}} - N_0 e^{-h}$
- un modèle « consécutif » (Andren and Paustian, 1987) $N = N_0 - N_0 e^{-ktn} (ktn + 1)$
- un modèle polynomial de degré 4 $N = atn + btn^2 + ctn^3 + dtn^4$

N étant la quantité d'azote minéralisé (kg N.ha⁻¹) N_0 étant la quantité d'azote minéralisable (kg N.ha⁻¹) *k* étant la constante de vitesse de minéralisation de l'azote (tn⁻¹) *tn* étant le temps normalisé (15°C, humidité à la capacité au champ) *h* étant une constante de proportionnalité

a, b, c et *d* étant les coefficients du polynôme de degré 1, 2, 3 et 4, respectivement. La sélection du meilleur modèle a été réalisée en comparant leur critère de vraisemblance (BIC – Bayesian Information Criteria) calculé à l'aide du logiciel SPLUS 6.2 (1988, 2003 Insightful Corp).

Ensuite, nous avons utilisé le programme LIXIM en mode simulation : la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) a été imposée (la valeur utilisée étant celle calculée en mode ajustement) et les profils d'eau et d'azote ont été simulés (sans fixer le rapport k = ETR/ETP). Si la cinétique de minéralisation en jours normalisés est bien linéaire (V_P constant), les ajustements des profils d'eau et d'azote ne devraient pas être dégradés par rapport à ceux obtenus par LIXIM en mode ajustement (inversion de modèle). Nous avons donc comparé la qualité des ajustements des profils d'eau et d'azote (efficience et RMSE) obtenus avec LIXIM en mode ajustement (V_P calculée) et ceux obtenus en mode simulation (V_P fixée) à l'aide d'analyse de variance.



Figure 3.6 : comparaison entre la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculée comme la pente de la régression linéaire avec ordonnée à l'origine nulle et V_P calculée en divisant la quantité finale par le temps final.

Enfin, le calcul de V_P s'effectue sur des données cumulées. V_P est défini comme étant la pente de la régression linéaire de la quantité d'azote minéralisé cumulée sur le temps normalisé (avec ordonnée à l'origine nulle). En cas de relation strictement linéaire, le calcul de V_P peut aussi être effectué en divisant la quantité minéralisée finale par le temps normalisé final (Figure 3.6). La comparaison entre ces 2 modes de calcul a été effectuée par analyse de variance afin de vérifier la concordance du calcul de minéralisation de l'azote en jours normalisés pour ces deux méthodes.

3.4.3. Résultats et discussion

Les coefficients de détermination (\mathbb{R}^2) des cinétiques de minéralisation exprimée en jours normalisés calculés par les fonctions température et humidité initialement proposées et par celles retenues dans le chapitre 1 sont reportés dans le tableau 3.4. Avec les anciennes fonctions température et humidité, les \mathbb{R}^2 sont globalement bons. Il sont tous supérieurs à 0.80 (Tableau 3.4).

Tableau 3.4 : coefficient de détermination (R^2) des cinétiques de minéralisation de l'azote en temps normalisé calculé avec i) les anciennes fonctions température et humidité, ii) les nouvelles fonctions température et humidité, iii) la nouvelle fonction température et l'ancienne fonction humidité; des lettres différentes indiquent une différence significative au seuil de 5%.

		Totalité sites	Nord	Sud
anciennes fonctions température et humidité	moy <i>et</i> min max	0.959 0.04 0.82 1.00	0.964 <i>a</i> 0.03 0.82 1.00	0.951 <i>a</i> 0.04 0.82 1.00
nouvelles fonctions température et humidité	moy <i>et</i> min max	0.950 0.04 0.80 1.00	0.960 <i>a</i> 0.04 0.80 1.00	0.935 <i>b</i> 0.04 0.80 0.99
nouvelle fonction température et ancienne fonction humidité	moy <i>et</i> min max	0.957 0.04 0.81 1.00	0.964 <i>a</i> 0.03 0.82 1.00	0.946 <i>a</i> 0.04 0.81 0.99

Une différence significative au seuil de 10% (p = 0.058) est mise en évidence entre les R² obtenus pour les parcelles du Nord et du Sud de la France (Tableau 3.4). Par contre il n'y a pas d'effet significatif de la texture (p = 0.40). L'utilisation des fonctions température et humidité proposées dans le chapitre 1 entraîne une baisse non significative (p = 0.41) des R² des cinétiques de minéralisation. La dégradation est plus prononcée pour les sites du Sud de la France, qui ont des R² significativement plus faibles (p = 0.011) que les sites du Nord de la France (Tableau 3.4). Les nouvelles fonctions température et humidité semblent donc moins bien adaptées aux conditions rencontrées dans le Sud de la France. Ce résultat est contradictoire avec le fait que ces fonctions soient mieux adaptées aux températures élevées et

aux humidités faibles, conditions plus souvent rencontrées au Sud qu'au Nord de la France. Nous avons testé les fonctions température et humidité indépendamment afin de voir si les deux fonctions étaient responsables de la diminution des coefficients de détermination. Il s'est avéré que seule la fonction humidité provoquait cette dégradation du R². En effet, l'utilisation de la nouvelle fonction température et de l'ancienne fonction humidité donne des résultats semblables à l'utilisation des anciennes fonctions température et humidité (Tableau 3.4). Ces résultats confirment les observations faites dans le premier chapitre sur la validité de la fonction humidité proposée dans une large gamme de situations pédoclimatiques. Pour la suite de notre étude, la nouvelle fonction température sera utilisée et l'ancienne fonction humidité sera conservée. L'ensemble des cinétiques de minéralisation obtenues avec ces fonctions est représenté dans l'annexe 3.

Sur les 55 parcelles de notre réseau expérimental, certaines cinétiques de minéralisation de l'azote exprimées en jours normalisés ne semblent pas linéaire graphiquement, même si leur coefficient de détermination est supérieur à 0.80 (Figure 3.7). Nous avons donc testé différents modèles afin de voir s'ils représentaient mieux la cinétique de minéralisation de l'azote calculée par LIXIM.



Figure 3.7 : ajustement de la cinétique de minéralisation calculée par LIXIM (symboles) pour les parcelles Auzeville Z1 (a) et Y1 (b) avec les modèles testés (lignes).

Le modèle exponentiel n'a pas pu être ajusté pour les parcelles présentant une faible minéralisation initiale (parcelles de Grenneville, Auzeville, Z2, Z3, Y4 et Montgaillard par exemple). Le modèle de Gompertz est particulièrement adapté à ces phases de latence en début de cinétique mais il n'a pas pu être ajusté sur les parcelles présentant une forte minéralisation initiale (Auzeville Y1, Y2, La Jaillière et Mons 91 par exemple). Le modèle « consécutif » a été ajusté avec succès sur toutes les parcelles. Ce modèle semble bien adapté pour représenter la minéralisation de l'azote car il considère une phase intermédiaire dans la transformation, ce qui est le cas pour la transformation de l'azote organique en nitrate qui passe par la forme ammoniacale. Cependant, le calcul de critère de vraisemblance indique que ce modèle est meilleur que le modèle linéaire pour seulement 28 parcelles sur 55 (51% des cas) (résultats non présentés). De plus, ce modèle nécessite la détermination de 2 paramètres (N_0 et k) par rapport à l'unique paramètre V_P du modèle linéaire. Le modèle « consécutif » n'a donc pas été préféré au modèle linéaire.

L'utilisation d'un polynôme de degré 4 a permis l'obtention de meilleurs ajustements que le modèle linéaire pour toutes les parcelles. Les coefficients de détermination sont tous supérieurs à 0.97. Cependant les quatre paramètres du modèle n'ont *a priori* pas de signification biologique. Nous n'avons pas réussi à expliquer les valeurs des paramètres du modèle polynomial en fonction des caractéristiques physico-chimiques et climatiques des parcelles à l'aide d'une analyse en composantes principales (ACP) réalisée avec le logiciel SPLUS 6.2 (1988, 2003 Insightful Corp). Nous avons alors essayé d'expliquer l'allure des cinétiques de minéralisation. Pour cela, nous avons distingué 3 groupes (Figure 3.8) : les cinétiques d'allure linéaire, les cinétiques à faible minéralisation initiale (courbe en « S ») et les cinétiques à forte minéralisation initiale (courbe en « S inversé »).



Figure 3.8 : allure des cinétiques de minéralisation de l'azote en jours normalisés calculées par LIXIM avec a) forme en « S », b) forme en « S inversé » et c) linéaire.

La réalisation d'un arbre de régression et d'une analyse en composante principale n'a pas permis d'expliquer l'allure des cinétiques de minéralisation en fonction de leurs caractéristiques physico-chimiques et climatiques. **Au final, le modèle linéaire est conservé**, les autres modèles n'apportant pas de solution pleinement satisfaisante. Ce choix est conforté par plusieurs arguments :

- tous les R² sont supérieurs à 0.8
- la linéarité de la cinétique de minéralisation est acceptable visuellement dans 71% des cas (39 parcelles sur 55)
- c'est le modèle le plus simple (un seul paramètre : V_P)

L'allure non linéaire de certaines cinétiques de minéralisation peut être due à la variabilité spatiale qui peut être importante au sein d'une même parcelle. Cela peut aussi provenir des problèmes de fonction d'humidité (cf. chapitre 1) ou de la qualité d'ajustement des profils d'eau et d'azote mais également d'une réalité expérimentale que nous ne savons pas expliquer actuellement.

La qualité des ajustements des profils d'azote est légèrement dégradée quand LIXIM est utilisé en mode simulation plutôt qu'en mode ajustement (Figure 3.9). La RMSE est significativement plus élevée en mode simulation (p = 0.036), de même que l'efficience est significativement plus faible (p = 0.007).



Figure 3.9 : Comparaison des critères de qualité des ajustements des profils N et eau (RMSE et efficience) pour LIXIM utilisé en mode ajustement et en mode simulation.

Cependant si les 3 parcelles montrant une cinétique de minéralisation la moins linéaire (Auzeville Z1, Z2 et Z3, cf. annexe 3) sont exclues de l'analyse, les différences ne sont plus significatives (p = 0.083 et 0.055 pour la RMSE et l'efficience, respectivement). Ces trois parcelles ont été désherbées avec du Winch (un anti-germinatif) au lieu du traitement habituel au glyphosate. Nous avons émis l'hypothèse que cette non linéarité pouvait être due à l'application du winch. Cette hypothèse a été testée et les résultats sont présentés dans la partie suivante (3.5).

Il n'y a pas de différence significative entre les deux modes d'utilisation de LIXIM pour la qualité d'ajustement des profils d'eau (p = 0.074 pour la RMSE et p = 0.126 pour l'efficience) (Figure 3.8). Ainsi l'utilisation de LIXIM en mode simulation dégrade légèrement la qualité d'ajustement des profils d'azote et ne dégrade pas celle des profils d'eau. L'hypothèse d'une vitesse potentielle de minéralisation constante à température et humidité de référence ne peut donc pas être réfutée.

Enfin la comparaison entre la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculée par régression linéaire sur les quantités minéralisées cumulées avec ordonnée à l'origine nulle et la V_P calculée en divisant la quantité minéralisée cumulée finale par le temps final n'a pas montré de différence significative (p = 0.60) entre les 2 méthodes de calcul (Figure 3.10). Cela confirme que l'hypothèse d'une cinétique de minéralisation linéaire est globalement acceptable quand elle est exprimée en jours normalisés.



Figure 3.10 : comparaison entre la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculée comme la pente de la régression linéaire avec ordonnée à l'origine nulle (V_P LIXIM) et la V_P calculée en divisant la quantité minéralisée finale et le temps normalisé final.

3.4.4. Conclusion partielle

• La fonction température proposée dans le chapitre 1 et la fonction humidité initialement proposée sont retenues pour le calcul des jours normalisés pour l'ensemble de notre réseau de parcelles. La fonction humidité proposée dans le chapitre 1 n'a pas été retenue car elle dégradait globalement la linéarité des cinétiques de minéralisation de l'azote calculées par LIXIM.

• Le modèle linéaire a été conservé pour décrire les cinétiques de minéralisation de l'azote calculées *in situ* par LIXIM car c'est le plus robuste et le plus simple. Son utilisation pourrait cependant entraîner un biais pour les quelques parcelles ayant des cinétiques curvilinéaires.

3.5. <u>Aspects méthodologiques pour le calcul de la vitesse de minéralisation</u> <u>avec le modèle de calcul LIXIM</u>

3.5.1. Hypothèses à tester

Le calcul de la minéralisation étant sujet à l'erreur par une mauvaise qualité d'ajustement, nous avons analysé les aspects du protocole du calcul de la minéralisation azotée par LIXIM jouant le plus sur la fiabilité du calcul.

Tout d'abord, un certain nombre de paramètres doivent être doivent être déterminés par optimisation pour calculer la minéralisation de l'azote *in situ* avec le programme LIXIM (cf. présentation du programme de calcul LIXIM). Ainsi la détermination de la profondeur de minéralisation (Zm) peut être critique pour le calcul de la minéralisation car cette valeur n'est pas mesurable avec beaucoup de précision. Il faut donc analyser la sensibilité des sorties de LIXIM à la variation de ce paramètre.

Ensuite le programme LIXIM calcule la minéralisation de l'azote organique humifié en sol nu. Cette situation de sol nu suit le plus souvent la récolte de la culture précédente. L'effet de l'enfouissement ou de l'exportation des résidus de culture sur le calcul de la minéralisation azotée par LIXIM doit donc être évalué.

Enfin, l'utilisation du programme LIXIM nécessite de conserver la parcelle expérimentale en sol nu pendant la durée de l'étude. Le désherbage chimique est couramment utilisé à cet effet. Or, lors de l'expérimentation sur l'effet de l'incorporation des résidus de récolte sur la minéralisation azotée (évoquée au paragraphe précédent), les parcelles désherbées avec un anti-germinatif (nom commercial : Winch) ont montré une minéralisation apparente supérieure à celles désherbées avec du glyphosate. Nous avons donc voulu vérifier si cette minéralisation plus importante était due à l'action du winch (ou à un autre facteur non déterminé) et si le désherbage chimique affectait la minéralisation de l'azote.

3.5.2. Matériels et méthodes

Pour tester la sensibilité des sorties de LIXIM au paramétrage initial, nous avons choisi des sites qui présentaient une bonne qualité d'ajustement. Nous en avons retenu 12, 2 pour chaque texture représentée dans notre base de données :

- sols de craie \rightarrow Grenneville et Saint Hilaire au Temple
- sols argileux \rightarrow Etoile 2004 et Thizay
- sols limoneux \rightarrow Mons 1991 et Lusignan
- sols limono-argilo-sableux → Auzeville Y5 et La Jaillière
- sols limono-sableux \rightarrow Parisot et Haut Blavet TM13
- sols sableux \rightarrow Noisy sur Ecole et Presly

Nous avons étudié l'effet de la variation de la profondeur de minéralisation (Zm) car c'est un paramètre difficilement mesurable et *a priori* primordial pour le calcul de la minéralisation. Zm est généralement considéré égal à la profondeur de labour (entre 20 et 30 cm). Nous avons fait varier ce paramètre de 15 à 70 cm par pas de 5 cm. Nous avons alors comparé les variations relatives (et les coefficients de variation) des critères statistiques de qualité des ajustements des profils d'eau et d'azote (efficience et RMSE).

L'effet de l'enfouissement des résidus de récolte sur le calcul de la minéralisation de l'azote par le programme LIXIM a été évalué par un essai mis en place sur les 12 parcelles du site d'Auzeville entre juillet 2002 et octobre 2003. Les principales caractéristiques physicochimiques de ces parcelles sont reportées dans le tableau 3.1. Sur chaque parcelle, deux groupes de deux blocs contigus ont été mis en place, toutes les mesures et calculs seront donc réalisés avec 2 répétitions. Chaque groupe comprend un bloc en sol nu depuis plus d'un an (pas de culture précédente) et un bloc en sol nu où les résidus de la culture précédente ont été incorporés. Les précédents culturaux (ainsi que la quantité de résidus incorporés) sont reportés dans l'annexe 2. Sur chaque bloc de chacune des parcelles, l'évolution des teneurs en eau et en azote a été suivie sur 4 couches (0-30, 30-50, 50-70 et 70-90 cm) par des prélèvements mensuels. Les mesures des teneurs en eau et en azote du sol ont été réalisées comme décrit dans le chapitre précédent. La minéralisation de l'azote a été calculée à l'aide du programme LIXIM (mode ajustement) pour les 2 traitements (sol nu et résidus). La comparaison entre la minéralisation calculée en sol nu et celle calculée avec incorporation des résidus a permis de calculer l'effet des résidus sur la minéralisation nette d'azote.

Nous avons testé l'effet de 2 désherbants totaux (non sélectif) sur la minéralisation de l'azote : le glyphosate (famille des aminophosphonates) et le winch, formulation commerciale composée d'oryzalin (famille des toluidines) et d'isoxaben (famille des benzamides). L'effet du glyphosate sur la minéralisation azotée a été testé en incubation, tout comme celui du winch qui a aussi été évalué *in situ*.

L'expérimentation au champ s'est déroulée de juillet à décembre 2004 sur la parcelle Z3 du dispositif expérimental de l'INRA d'Auzeville. Deux blocs en sol nu (résidus de culture exportés) ont subi différents traitements phytosanitaires : l'un a été désherbé avec du winch, l'autre a été désherbé manuellement. Le winch a été appliqué au pulvérisateur au début de l'expérimentation, avec une dose plus importante qu'en utilisation classique : 4 L.ha⁻¹ (au lieu de 2). Sur chaque bloc, l'évolution des teneurs en eau et en azote a été suivie sur 4 couches (0-30, 30-60, 60-90 et 90-120 cm) par des prélèvements mensuels (6 dates de mesure). Deux répétitions de mesure ont été effectuées. Les mesures des teneurs en eau et en azote du sol ont été réalisées comme décrit dans le chapitre précédent. La minéralisation de l'azote a été calculée à l'aide du programme LIXIM (mode ajustement).

L'incubation a été réalisée sur l'horizon 0-30 cm de la parcelle Z2. Le sol a été prélevé au mois de mars 2004. Il a été stocké frais à 4°C pendant 15 jours avant le début de l'incubation. Après tamisage à 5 mm, trois traitements ont été mis en place : ajout de glyphosate, ajout de winch et aucun ajout de produit phytosanitaire (sol témoin). A chaque fois, 50 μ L de produit ont été apportés après dilution afin de correspondre à une dose classique de produits : 8 L.ha⁻¹ pour le glyphosate et 2 L.ha⁻¹ pour le winch. L'humidité du sol a ensuite été ajustée à 90 % de l'humidité à la capacité au champ, ce qui correspond pour ce sol à 0.177 g.g⁻¹ ou 72 kPa. Le sol a été incubé à 28°C pendant 120 jours. La procédure d'incubation est la même que celle décrite dans le chapitre 1. L'azote minéral a été mesuré à 0, 7, 19, 28, 41, 62, 90 et 120 jours.

3.5.3. Résultats et discussion

La sensibilité du calcul de la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) à la profondeur de minéralisation (Zm) est relativement faible (Figure 3.11). Tandis que la variation relative de Zm va de -57% à +180%, celle de V_P va seulement de -21% à +41%. Le coefficient de variation de V_P est de 8%, comparé à un CV de 42% pour la profondeur de minéralisation. Les critères d'évaluation de la qualité des ajustements des profils d'azote (RMSE et efficience) sont par contre sensibles à la variation de Zm (Figure 3.12).



Figure 3.11 : analyse de la sensibilité de la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM (V_P) aux variations de la profondeur de minéralisation (Zm).



Figure 3.12 : variation relative des critères de qualité des ajustements des profils N (RMSE et efficience) aux variations de la profondeur de minéralisation (Zm).

Parcelle	Culture	N minéralisé kg.ha ⁻¹		N	N lixivié kg.ha ⁻¹		Vp .ha ⁻¹ .in ⁻¹	effet net résidus kg.ha ⁻¹ .in ⁻¹
		résidus exportés	résidus enfouis	résidus exportés	résidus enfouis	résidus exportés	résidus enfouis	
Z1	blé dur	260	193	248	69	0.61	0.35	-0.26
Z2	blé dur	277	142	309	79	0.65	0.30	-0.35
Z3	blé tendre	269	162	244	61	0.60	0.33	-0.28
Z4	sorgho	138	68	177	5	0.40	0.17	-0.23
Z5	sorgho	115	68	167	8	0.36	0.15	-0.20
Z6	sorgho	63	45	127	5	0.21	0.13	-0.08
Y1	tournesol	229	215	192	90	0.71	0.66	-0.05
Y2	tournesol	287	268	169	95	0.77	0.67	-0.10
Y3	soja	152	109	142	22	0.46	0.34	-0.12
Y4	pois de printemps	212	169	213	126	0.65	0.57	-0.09
Y5	pois d'hiver	260	231	198	113	0.65	0.55	-0.10
Y6	pois d'hiver	251	219	152	93	0.58	0.48	-0.11

Tableau 3.5 : quantité d'azote minéralisé et lixivié sous le profil de mesure (90 cm) ainsi que la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculés par LIXIM pour les parcelles d'Auzeville avec les résidus de récolte exportés ou enfouis.

Tableau 3.6 : quantité d'azote minéralisé et lixivié sous le profil de mesure (90 cm) ainsi que la vitesse potentielle de minéralisation (V_P) calculés par LIXIM pour les parcelles d'Auzeville désherbées avec du winch ou mécaniquement.

Traitement	N minéralisé kg.ha ⁻¹	N lixivié kg.ha ⁻¹	Vp kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹
désherbage avec winch	36	8	0.22
désherbage mécanique	37	11	0.25
La RMSE et l'efficience ont un coefficient de variation de 36%, presque équivalent à celui de *Zm*. Comme attendu, la RMSE et l'efficience de l'ajustement des profils d'eau sont moins sensibles à la variation de *Zm*. Il n'y a pas de différence significative entre les textures de sol concernant la sensibilité à la profondeur de minéralisation (p > 0.2 pour V_P , RMSE et efficience). Ces résultats montrent qu'une erreur de 5 ou 10 cm dans l'estimation de la profondeur de minéralisation ne provoque pas de forte différence dans le calcul de la vitesse potentielle de minéralisation, ce qui est en accord avec l'analyse de sensibilité réalisée par Mary *et al.* (1999). De plus, comme la sélection de *Zm* s'effectue par une analyse de sensibilité sur la RMSE et l'efficience, la grande sensibilité de ces critères de qualité des ajustements à la variation de *Zm* permet de choisir raisonnablement la meilleure valeur pour ce paramètre et donc la plus probable.

Les quantités d'azote minéralisé et lixivié ainsi que les vitesses potentielles de minéralisation calculées sur les parcelles d'Auzeville avec et sans incorporation de résidus de la culture précédente sont reportées dans le tableau 3.5. L'incorporation des résidus de culture entraîne une diminution de la quantité d'azote minéralisé sur 90 cm, mais cette réduction n'est pas significative pour l'ensemble des parcelles (p = 0.096). Cela est dû au phénomène d'organisation consécutif à l'enfouissement de matière organique avec un C/N élevé (Tableau 3.5). Même l'enfouissement des résidus de légumineuses entraîne une organisation nette d'azote (par rapport à une situation sans résidus). La quantité d'azote lixivié sous 90 cm est significativement plus faible (p < 0.001) sur les parcelles avec résidus enfouis que sur celles sans résidus (exportés). Cela est dû d'une part à l'état initial très différent (quantité d'azote restant dans le sol plus élevée sur les parcelles en sol nu car pas de culture avant) et d'autre part à l'organisation de l'azote importante dans les trois mois suivant l'incorporation des résidus de récolte. La vitesse potentielle de minéralisation se trouve aussi significativement réduite (p = 0.034) par l'incorporation des résidus de récolte (Tableau 3.5). Ainsi la minéralisation calculée en sol nu avec incorporation des résidus de la culture précédente est un bilan entre la minéralisation de l'azote humifié (positive) et la minéralisation des résidus (négative). Pour un calcul fiable de la minéralisation de l'azote humifié, il est donc nécessaire d'exporter complètement les résidus de récolte (parties aériennes au moins).

L'utilisation du winch pour conserver les parcelles en sol nu n'a *a priori* pas d'effet sur la minéralisation azotée calculée par LIXIM (Tableau 3.6). La minéralisation plus importante constatée sur les parcelles d'Auzeville Z1, Z2 et Z3 n'est donc pas due à l'utilisation de ce désherbant. La mesure des cinétiques de minéralisation de l'azote en conditions contrôlées aboutit aux mêmes conclusions (Figure 3.13). Il n'y pas de différence significative (p = 0.32) de la quantité d'azote minéralisé par le sol entre les différents traitements (23.3, 22.4 et 24.6 mg N.kg⁻¹ pour le témoin, le traitement winch et le traitement glyphosate, respectivement). L'utilisation du désherbage chimique n'entraîne donc pas un biais dans le calcul de la minéralisation au champ avec le programme LIXIM.



Figure 3.13 : minéralisation de l'azote en incubation (28°C, humidité à 90% de la capacité au champ) avec différents traitements : sol témoin, sol + winch, sol + glyphosate ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

3.5.4. Conclusion partielle

- La vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM n'est pas très sensible à la valeur de la profondeur de minéralisation (*Zm*). De plus, l'utilisation des critères de qualité des ajustements des profils N et eau pour le choix de *Zm* est judicieux car ils sont très sensibles aux variations de Zm.
- L'exportation des résidus de culture est nécessaire pour que LIXIM calcule uniquement la minéralisation de l'azote organique humifié et pas également l'organisation due à l'enfouissement des résidus.
- Le désherbage chimique avec du glyphosate ou du Winch n'a pas d'effet significatif sur la minéralisation de l'azote calculée par LIXIM ou mesurée en incubation.

3.6. Synthèse des résultats et conclusion partielle

Les expérimentations réalisées pour tester un certain nombre d'hypothèses ont permis de dégager les résultats et conclusions suivants :

- Le calcul de la minéralisation de l'azote organique du sol au moyen du programme LIXIM en mode ajustement est robuste dans une large gamme de situations pédoclimatiques, malgré une tendance à surestimer la lixiviation (et donc la minéralisation). Il reste à mieux prendre en compte la variabilité du fonctionnement hydrique du sol pour réduire ce problème.
- La minéralisation calculée avec LIXIM en sol nu est comparable à celle calculée par bilan sous culture de tournesol. L'utilisation de la vitesse potentielle de minéralisation de l'azote humifié (V_P) calculée en sol nu afin de prédire la minéralisation de l'azote humifiée sous culture ne doit donc pas entraîner de biais dans la mesure où l'effet de la culture sur la température et l'humidité du sol sont pris en compte.

- L'obtention d'un calcul de la minéralisation fiable avec le programme LIXIM nécessite un protocole adapté. Les mesures des profils d'eau et d'azote doivent être réalisées très régulièrement en fonction de la pluviométrie sur une parcelle maintenue en sol nu par désherbage chimique ou mécanique et dont les résidus aériens de la culture précédente ont été exportés. Les critères de qualité des ajustements des profils d'eau et d'azote (RMSE et efficience) étant très sensibles aux variations de paramètres nécessaires au fonctionnement du programme LIXIM (comme la profondeur de minéralisation *Zm*, par exemple), le choix de la meilleure combinaison de paramètres basé sur une analyse de sensibilité et sur les critères de qualité des ajustements est donc judicieux. De plus, la sensibilité de la valeur de la vitesse potentielle de minéralisation calculée (*V_P*) à la variation de *Zm* est faible, ce qui indique qu'une précision de l'ordre de 5 cm pour *Zm* est suffisante pour obtenir une valeur fiable de *V_P*.
- La nouvelle fonction humidité n'améliorant pas la linéarité des cinétiques de minéralisation de l'azote exprimées en jours normalisés, le calcul du temps normalisé pour les parcelles de la base de données a donc été réalisé avec la nouvelle fonction température (logistique) et l'ancienne fonction humidité (linéaire). Cela confirme la nécessité de mieux comprendre l'effet de l'humidité sur la minéralisation de l'azote pour différents types de sol.
- Le modèle linéaire est finalement correctement adapté et robuste pour décrire la cinétique de minéralisation de l'azote en jours normalisés. Cela indique que l'hypothèse d'une vitesse de minéralisation de l'azote humifié constante pour une température et une humidité de référence est acceptable dans nos conditions expérimentales (parcelles de grande culture en sol nu avec résidus de récolte exportés).

Chapitre 4. Caractérisation de la variabilité et prédiction de la minéralisation *in situ* de l'azote organique du sol

4.1. Introduction

Nous avons montré dans les chapitres précédents que l'utilisation du programme LIXIM permettait en général de faire une estimation fiable de la minéralisation de l'azote organique du sol au champ. Cette méthode, bien que relativement simple à mettre en œuvre, est cependant très coûteuse en temps et en moyens (suivi des profils eau et azote pendant un an en sol nu). Il est donc difficilement envisageable d'utiliser cette méthode en routine afin de calculer la minéralisation de l'azote sur chaque nouveau site étudié. La solution est donc de prédire la minéralisation de l'azote in situ à l'aide de variables faciles d'accès. Une méthode souvent employée est la mesure de la minéralisation de l'azote en conditions contrôlées (in vitro) en incubation en laboratoire (Smith et al., 1977; Russel et al., 2006). La technique in vitro reste encore difficile d'accès car elle est assez longue (3 à 6 mois) et peu de laboratoires d'analyses de sol l'effectuent en routine. La solution la plus simple consiste à relier la minéralisation de l'azote aux caractéristiques permanentes du sol, telles que les teneurs en argile, sable et calcaire et les stocks de carbone et azote du sol. Ces mesures sont réalisées en routine, et sont donc facilement accessibles. De plus ces variables sont stables dans le temps (à moyen terme pour la teneur en C et N) et ne nécessitent pas de mesures régulières. Ainsi ces variables sont utilisées dans de très nombreux modèles de simulation, tels que SUNDIAL (Bradbury et al., 1993), CENTURY (Parton et al., 1987), DAISY (Hansen et al., 1991), au plan international, STICS (Brisson et al., 1998) et AZOFERT (Dubrulle et al., 2004; Machet et al., 2004) au plan national. Plusieurs études ont montré que l'utilisation d'autres caractéristiques du sol, telles que la biomasse microbienne ou le fractionnement granulométrique de la matière organique, permettait d'améliorer l'explication de la minéralisation de l'azote (Janzen et al., 1992 ; Agele et al., 2005). Les modèles de simulation de la minéralisation de l'azote sont très souvent paramétrés à partir de mesures de la minéralisation de l'azote en incubation puis appliqués aux conditions de champ (Cabrera et Kissel, 1988b). Très peu d'études ont porté sur la prédiction de la minéralisation de l'azote à l'aide de données acquises en condition de champ, sans doute à cause de la difficulté de l'estimation de la minéralisation de l'azote in situ (Mary et Justes, 2001).

Ayant montré que la « méthode LIXIM » correspondant au suivi de parcelles en sol nu et à l'utilisation du modèle de calcul LIXIM permettait un calcul fiable de la minéralisation de l'azote au champ, notre objectif est d'expliquer la vitesse potentielle normalisée de minéralisation nette d'azote *in situ* (V_P LIXIM, normalisée à 15°C et HCC) en fonction des caractéristiques physico-chimiques et biologiques des différents sols étudiés. Les caractéristiques physico-chimiques classiques (texture, pH, C et N du sol, ...) et certains indicateurs biologiques (biomasse microbienne, métabolites microbiens, fractions de matière organique, ...) ont été déterminés sur les parcelles de notre réseau expérimental. Des incubations ont également été réalisées sur le sol de ces parcelles afin de comparer la minéralisation du carbone et de l'azote mesurée en incubation et celle de l'azote calculée au moyen du programme LIXIM au champ. Deux techniques de modélisation statistique, la régression linéaire multiple (RLM) et la Partial Least Squares regression (PLS), ont ensuite été employées pour expliquer et prédire la minéralisation de l'azote calculée *in situ* à l'aide de

variables quantitatives (caractéristiques physico-chimiques et biologiques) et qualitatives (historique cultural de la parcelle). Enfin, nous avons comparé les qualités explicatives et prédictives de modèles statistiques de la minéralisation de l'azote sélectionnés à partir de variables classées selon leur facilité d'acquisition.

4.2. Matériel et méthodes

4.2.1. Minéralisation du carbone et de l'azote en conditions contrôlées

Des incubations de sols ont été réalisées sur la majorité des parcelles de notre réseau expérimental, à l'exception des parcelles de Boigneville (1999), Lusignan et Mons (90 et 91). Sur les autres parcelles, la minéralisation de l'azote et du carbone a été mesurée in vitro, sauf pour les trois parcelles de Thibie où seule la minéralisation de l'azote a été mesurée. Les incubations ont été conduites la même année que le suivi des profils d'eau et d'azote en sol nu. Nous avons donc compilé les résultats déjà existants pour les expérimentations antérieures à 2003 et réalisé les incubations pour les autres (Tableau 3.1). Cela explique l'hétérogénéité des températures et humidités d'incubation (Tableau 4.1). Pour chaque parcelle, l'horizon 0-30 cm a été prélevé et conservé frais jusqu'au commencement de l'incubation (pas de séchage). La majorité des incubations (36 des 51 parcelles) a été réalisée à l'INRA de Toulouse. Les échantillons de ces sols ont été prélevés au printemps (mars - avril) et gardés en cylindres à l'extérieur et arrosés régulièrement durant trois mois afin de réduire l'effet d'organisation associé à la décomposition des résidus de culture et de s'assurer de bien caractériser la minéralisation du carbone et de l'azote organique du sol. Les sols des 36 parcelles analysées à Toulouse ont été incubés à 21°C et à 90% de l'humidité à la capacité au champ pendant 209 jours, avec 9 dates de mesures. Les conditions expérimentales des incubations réalisées antérieurement sur les autres essais sont regroupées dans le tableau 4.1. Pour toutes les parcelles, le protocole d'incubation est le même que celui décrit dans le chapitre 1, excepté pour les sols incubés à l'INRA de Toulouse où le CO₂ piégé dans la soude n'a pas été mesuré pas titration à l'acide chlorhydrique mais par colorimétrie (décoloration de la phénolphtaléine après acidification) avec une chaîne analytique à flux continu (Skalar Analytical, Pays-Bas). Trois répétitions correspondant aux trois blocs répétitions des expérimentations au champ ont été effectuées pour chaque mesure, sauf pour les sites de Bretagne et les 3 parcelles de Thibie.

Un modèle linéaire a été utilisé pour représenter la cinétique de minéralisation de l'azote en incubation. Ce modèle a été retenu car le coefficient de détermination du modèle linéaire est supérieur à 0.94 pour toutes les parcelles étudiées. Les mêmes fonctions température et humidité que celles utilisées pour le calcul des jours normalisés intégré au modèle LIXIM (cf. chapitre 3.2) ont été utilisées. La vitesse potentielle de minéralisation en incubation a ainsi été obtenue (V_P incub) en jour normalisé (jn) en référence à 15°C et à l'humidité à la capacité au champ et a été exprimée en mg.kg⁻¹.jn⁻¹. Afin de comparer V_P incub à la vitesse potentielle de minéralisation calculée in situ à l'aide de LIXIM (V_P LIXIM), V_P incub a aussi été exprimée en kg.ha⁻¹.jn⁻¹ (V_P incub30) en considérant une couche de sol minéralisante de 30 cm avec une masse volumique homogène calculée en utilisant la densité apparente mesurée au champ.

Site	parcelle	température	humidité	durée	dates de	V _P incub	$A_1k_1 C$	Alkl N	V _P incub30
(département)		(°C)	(% HCC)	(j)	mesure		mg.kg ⁻¹ .jn ⁻¹		kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹
Béziers (34)	Béziers	21	90	209	9	0,096	1,41	0,13	0,37
Blandy (91)	Bla	21	90	209	9	0,063	1,22	0,07	0,25
Boigneville (91)	Boignenv	15	95	168	8	0,101	0,84	0,11	0,45
Bouillac (82)	Bouil	21	90	209	9	0,066	1,88	0,07	0,33
Boult / Suippe (51)	boult01	15	95	168	8	0,266	4,64	0,34	1,04
En Crambade (31)	Encram	21	90	209	9	0,096	2,77	0,10	0,44
Etaila sur Phôna (26)	ET03	21	90	209	9	0,086	2,09	0,10	0,27
Etone sur Knone (20)	ET04	21	90	209	9	0,058	1,48	0,06	0,26
Grenneville (91)	Gren	21	90	209	9	0,178	4,24	0,18	0,61
Hancourt (80)	HAN	21	90	209	9	0,095	1,98	0,14	0,37
La Jaillière (44)	Jaill	21	90	209	9	0,072	1,46	0,09	0,34
Mizérieux (01)	Miz	21	90	209	9	0,059	1,23	0,08	0,26
Montardon (64)	Monta	21	90	209	9	0,094	2,01	0,16	0,32
Montgaillard (31)	Montga	21	90	209	9	0,036	0,93	0,04	0,15
Nimes (30)	nim	21	90	209	9	0,074	1,69	0,07	0,31
Noisy sur Ecole (77)	Noi	21	90	209	9	0,087	1,89	0,10	0,39
Ouzouer le Marché (45)	ouz	21	90	209	9	0,071	1,63	0,10	0,30
Parisot (81)	par	21	90	209	9	0,054	1,11	0,05	0,26
Presly (18)	pre	21	90	209	9	0,073	1,40	0,10	0,29
Rafidin (51)	Rafidin95	15	95	168	8	0,244	3,53	0,27	0,91
Sabres (40)	Sabr	21	90	209	9	0,051	1,31	0,05	0,20
St exupéry – Satolas (69)	Sat	21	90	209	9	0,059	0,97	0,08	0,18
Saint Uilaira an Waäyra	SHWbon	21	90	209	9	0,066	1,54	0,07	0,28
	SHWbru	21	90	209	9	0,131	2,06	0,18	0,59
(55)	SHWpre	21	90	209	9	0,107	1,57	0,11	0,45
St Hilaire au temple (51)	STH	21	90	209	9	0,111	2,32	0,16	0,40

Tableau 4.1 : conditions expérimentales des incubations de sol et vitesses de minéralisation de l'azote et du carbone obtenues.

Tableau 4.1 : suite et fin.

Site	parcelle	température	humidité	durée	dates de	V _P incub	$A_1k_1 C$	Alkl N	V _P incub30
		(°C)	(% HCC)	(j)	mesure		mg.kg ⁻¹ .jn ⁻¹		kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹
	ThIV1	28	100	364	12	0,122	na	0,17	0,46
Thibie (51)	THIV2	28	100	364	12	0,121	na	0,16	0,46
	THIV3	28	100	364	12	0,122	na	0,18	0,46
Thizay (36)	Thiz	21	90	209	9	0,110	2,95	0,11	0,45
• · ·	TM1	15	95	257	9	0,213	5,01	0,23	0,96
Noe sèche (22)	TM2	15	95	257	9	0,195	4,34	0,22	0,88
	TM3	15	95	257	9	0,209	4,52	0,23	0,94
Haut Gouessant (22)	TM8	15	95	257	9	0,206	4,48	0,24	0,93
	TM10	15	95	257	9	0,391	8,21	0,44	1,64
Haut Blavet (22)	TM12	15	95	257	9	0,295	6,69	0,37	1,33
······································	TM13	15	95	257	9	0,251	5,98	0,29	1,13
Warmarivilla (51)	Warm98	15	95	168	8	0,223	2,78	0,30	0,86
wannenvine (31)	Warm99	15	95	168	8	0,223	2,78	0,30	0,86
	Y1	21	90	209	9	0,064	1,23	0,06	0,27
	Y2	21	90	209	9	0,052	1,26	0,05	0,22
	Y3	21	90	209	9	0,044	0,91	0,05	0,19
	Y4	21	90	209	9	0,065	1,36	0,09	0,30
	Y5	21	90	209	9	0,031	1,19	0,03	0,14
Auzovillo (21)	Y6	21	90	209	9	0,057	1,31	0,06	0,25
Auzeville (31)	Z1	21	90	209	9	0,075	1,89	0,08	0,31
	Z2	21	90	209	9	0,043	1,13	0,04	0,19
	Z3	21	90	209	9	0,062	1,25	0,07	0,24
	Z4	21	90	209	9	0,053	1,23	0,05	0,20
	Z5	21	90	209	9	0,061	1,32	0,08	0,21
	Z6	21	90	209	9	0,079	1,76	0,10	0,31

Les cinétiques de minéralisation du carbone montrant une allure curvilinéaire, un modèle de premier ordre de type exponentiel à 2 compartiments a été retenu :

$$C = A_0 (1 - e^{-k_0 t}) + A_2 (1 - e^{-k_2 t})$$

 A_0 et A_2 étant la taille des pools de carbone (mg C.kg⁻¹) k_0 et k_2 étant les constantes de vitesse de minéralisation des pools (j⁻¹).

Cependant, plusieurs travaux récents indiquent que les carbonates du sol (précipités ou en solution) peuvent contribuer notablement à la production de CO_2 du sol au même titre que la décomposition des matières organiques ; cette production de CO_2 augmentant fortement avec le pH du sol (Stevenson et Verburg, 2006 ; Bertrand *et al.*, 2006). Nos résultats indiquent que la taille du pool A_2 (le petit compartiment ayant le temps de renouvellement court) est fortement corrélée au pH du sol (Figure 4.1).



Figure 4.1 : relation entre le pH et le paramètre A_2 du modèle de premier ordre à 2 compartiments de la minéralisation du carbone mesurée en incubation ; courbe d'ajustement $A_2 = \exp(pH - 4.21)$, $R^2 = 0.83$.

Ce résultat permet de supposer que ce compartiment A_2 correspond en réalité à une libération rapide de CO₂ due aux carbonates du sol, et que le compartiment A_1 (à temps de renouvellement lent) correspond pour sa part à la « vraie » minéralisation du C organique du sol (*Cvrai*) :

$$Cvrai = C - A_2 (1 - e^{-k_2 t})$$

Les cinétiques obtenues ont alors été ajustées par un modèle de premier ordre de type exponentiel à un compartiment :

$$Cvrai = A_1(1 - e^{-k_1 t})$$

Cependant, les cinétiques de minéralisation « vraie » du carbone ayant une allure proche de la linéarité, les paramètres A_1 et k_1 se sont révélés très corrélés et donc estimés avec beaucoup d'imprécision. En conséquence, plutôt que des les utiliser individuellement comme variables explicatives éventuelles de la minéralisation de l'azote, il était plus judicieux, pour éviter des mauvaises interprétations, de retenir leur produit $(A_1 k_1)$ comme d'autres auteurs l'ont déjà proposé (Campbell *et al.*, 1991a). Le produit $A_1 k_1$ correspond à la vitesse initiale de minéralisation du carbone, exprimée en mg C.kg⁻¹.j⁻¹.

Un modèle de premier ordre de type exponentiel à un compartiment a aussi été utilisé pour représenter la cinétique de minéralisation de l'azote. Les cinétiques étant d'allure linéaire, le produit $A_I k_I$ a là aussi été retenu. Les vitesses initiales de minéralisation du carbone ($A_I k_{IC}$) et de l'azote ($A_I k_{IN}$) ont été normalisées à 15°C et à l'humidité à la capacité au champ avec les fonctions température et humidité et sont donc exprimées en mg.kg⁻¹.jn⁻¹.

Ces variables obtenues en incubation (V_P incub, $A_1 k_{1C}$ et $A_1 k_{1N}$) seront utilisées comme variables explicatives éventuelles de la minéralisation de l'azote *in situ* au moyen de la « méthode LIXIM » (V_P LIXIM). La variable V_P incub a cependant un double statut puisqu'elle peut aussi être la variable à expliquer s'il s'avérait qu'elle soit plus représentative que V_P LIXIM de la minéralisation observée *in situ*. Cette variable V_P incub nous semble *a priori* plus fiable que V_P LIXIM car la variation du stock d'azote mesuré en incubation correspond à la minéralisation nette d'azote (sans lixiviation ni dénitrification). La minéralisation *in vitro* devrait être moins « bruitée » et donc plus facile à expliquer en fonction des caractéristiques physico-chimiques et biologiques du sol (moins de variabilité due aux erreurs de mesure). Ainsi, s'il y a une bonne corrélation entre la vitesse de minéralisation en incubation et celle *in situ*, V_P LIXIM pourra être expliquée et prédite à l'aide de variables déterminées pour V_P incub et d'un facteur de correction pour le passage de V_P *incub* à V_P LIXIM. Cette hypothèse sera donc testée par la suite.

4.2.2. Détermination des caractéristiques physico-chimiques et biologiques des sols étudiés

Les caractéristiques physico-chimiques des sols de notre réseau expérimental ont été déterminées au Laboratoire Départemental d'Analyses et de Recherche (LDAR de Laon), à l'exception des essais anciens dont les analyses avaient déjà été réalisées. Les déterminations suivantes ont été effectuées sur la couche 0-30 cm :

- granulométrie 5 fractions après décarbonatation
- CaCO₃ total
- C total (méthode Anne par oxydation)
- N total (minéralisation Kjeldahl puis dosage NH₄⁺ par colorimétrie)
- pH eau (mesuré après deux heures)
- capacité d'échange cationique effective (méthode cobaltihexammine)
- Phosphore méthode Olsen
- Teneur en eau à pF 4.2 (1.6 Mpa), qui correspond à l'humidité au point de flétrissement (Hpf)

La teneur en azote organique a aussi été mesurée sur la couche 30-60 cm. Sur chaque parcelle, la densité apparente de la terre fine des couches 0-30 cm et 30-60 cm (ainsi que pour les couches inférieures) a été estimée par la méthode des anneaux. Une grande attention a été portée au fait que le volume de sol prélevé corresponde exactement au volume du cylindre. Le sol prélevé a été séché, tamisé à 5 mm afin d'enlever les cailloux puis pesé. La masse volumique de la terre fine (g.cm⁻³) a été calculée en divisant la masse de sol sec par le volume de cylindre.

Différentes caractéristiques biologiques ont également été déterminées sur la couche 0-30 cm : le carbone de la biomasse microbienne, la fraction de carbone et d'azote organique supérieure à 50 µm et des « métabolites microbiens ». Ces analyses permettent d'estimer différents pools de matière organique qui sont considérés comme labiles. Elles pourraient ainsi nous renseigner sur la taille du pool minéralisable. La biomasse microbienne a été mesurée par fumigation – extraction (Vance et al., 1987). Après tamisage à 6 mm, les échantillons de sol ont été séparés en deux lots : un qui a été fumigé et l'autre non. La fumigation a consisté à exposer le sol aux vapeurs de chloroforme (CHCl₃, purifié pour enlever les traces d'éthanol) sous vide pendant 18 heures. Ce traitement permet de tuer l'essentiel des micro-organismes du sol et de rendre extractible les composés microbiens. Les lots fumigés et non fumigés ont ensuite été agités pendant 30 minutes dans du K₂SO₄ 0.025 M (100 mL pour 25 g de sol sec) afin d'extraire les composés organiques labiles. Après centrifugation (5000 g pendant 10 minutes), le surnageant a été filtré (0.45 µm) et la teneur en carbone organique dissout a été déterminée par oxydation persulfate à 100°C avec un analyseur 1010 (OI Analytical, Etats-Unis). La biomasse microbienne a ensuite été calculée comme la différence entre les lots fumigés et non fumigés, corrigée d'un facteur d'extractabilité de la biomasse microbienne carbonée (k_{EC}) fixé à 0.38 (Joergensen, 1996).

Le fractionnement de la matière organique a été réalisé par tamisage sous eau à 50 μ m. La fraction de sol supérieure à 50 μ m a été récupérée, séchée puis broyée. Sa teneur en carbone et en azote a été déterminée par combustion catalytique à haute température (méthode Dumas) avec un analyseur élémentaire NA 2000 (Thermo Electron Corporation). Les teneurs en carbone et en azote de la fraction inférieure à 50 μ m ont été calculées comme la différence entre les teneurs du sol total et celles de la fraction supérieure à 50 μ m. Ces mesures de fractionnement et de biomasse microbienne carbonée ont été réalisées à l'INRA de Reims.

Les mesures de « métabolites microbiens » ont été effectuées au Service d'Etudes en Microbiologie des Sols et de l'Environnement (Université de Bourgogne / INRA de Dijon). Il s'agit d'extraire un pool labile de carbone (identifié comme étant les métabolites microbiens) par un procédé physique ou chimique. Deux techniques d'extraction ont été utilisées : une méthode basée sur une extraction à l'eau chaude sous pression équilibrante (autoclavage) et une méthode basée sur une extraction par un réactif alcalin complexant (le tétraborate de sodium) (Lemaître et al., 1995a, 1995b). L'extraction à l'autoclave est basée sur la désorption-solubilisation des matières organiques labiles par l'eau chaude sous pression équilibrante. Les échantillons de sol (20 g équivalent sec) ont été agités pendant 45 minutes dans 100 mL de K₂SO₄ 0.025 M. Les échantillons ont été ensuite autoclavés pendant 16 h à 121°C sous pression équilibrante (1 bar). Après centrifugation (6000 g pendant 5 minutes), le surnageant a été récupéré pour doser sa teneur en carbone organique. L'extraction chimique a été réalisée à l'aide du tétraborate de sodium (Na₂B₄O₇). Les échantillons de sol (20 g équivalent sec) ont été agités pendant une heure dans 100 mL de Tétraborate de di-Sodium 0.25 M. Après centrifugation (6000 g pendant 5 minutes), le surnageant a été récupéré pour doser sa teneur en carbone organique. La teneur en carbone organique dissout extrait par les 2 méthodes a été déterminée par oxydation persulfate à 100°C avec un analyseur DC 80 (Dohrmann).

Les variables physico-chimiques et biologiques utilisées pour la modélisation statistique sont listées dans le tableau 4.2. Les deux fractions de limon et de sable ont été regroupées afin de réduire le nombre de variables. Les stocks d'azote organique sur 30 et 60 cm (*TNorg30* et

TNorg60) ont été obtenus en multipliant la teneur en azote organique par la densité apparente de la terre fine et l'épaisseur de la couche. Pour les mesures liées au fractionnement de la matière organique du sol, seules les variables relatives à la fraction supérieure à 50 μ m ont été utilisées car la teneur totale en C et N étant déjà mesurée, l'ajout de la fraction inférieure à 50 μ m aurait apporté une information redondante. Le rapport C/N de la fraction inférieure à 50 μ m.

Variables	Description	unités
А	teneur en argile du sol	g.kg ⁻¹
LT	teneur en limon total (fin + grossier) du sol	$g.kg^{-1}$
ST	teneur en sable total (fin + grossier) du sol	$g.kg^{-1}$
CaCO ₃	teneur en carbonate de calcium (calcaire) du sol	g.kg ⁻¹
Corg	teneur en carbone organique du sol	$g.kg^{-1}$
Norg	teneur en azote organique du sol	g.kg ⁻¹
CN	rapport C/N du sol	
pН	potentiel hydrogène dans l'eau	
CEC	capacité d'échange cationique du sol	cmol+.kg ⁻¹
POlsen	teneur en phosphore du sol	g.kg ⁻¹
Hpf	humidité du sol au point de flétrissement	g.kg ⁻¹
HCC	humidité du sol à la capacité au champ	g.kg ⁻¹
TNorg30	stock d'azote organique sur 30 cm	t N.ha ⁻¹
TNorg30	stock d'azote organique sur 60 cm	t N.ha⁻¹
biomasse	biomasse microbienne carbonée	% Corg
Corgsup	fraction de carbone organique supérieure à 50 µm	% Corg
Norgsup	fraction d'azote organique supérieure à $50 \mu m$	% Norg
CNsup	rapport C/N de la fraction supérieure à $50\mu m$	
CNIII	rapport C/N de la fraction inferieure a 50µm	
Metabauto	autoclavage	% Corg
Metabtetra	métabolites microbiens mesurés par extraction avec le tétraborate	% Corg
A1k1C	vitesse initiale de minéralisation in vitro du carbone	mg C.kg ⁻¹ .jn ⁻¹
A1k1N	vitesse initiale de minéralisation in vitro de l'azote	mg N.kg ⁻¹ .jn ⁻¹
V_P incub	vitesse potentielle de minéralisation in vitro de l'azote	mg N.kg⁻¹.jn⁻¹

Tableau 4.2 : liste des variables physico-chimiques et biologiques utilisées pour obtenir les modèles statistiques.

Nous avons sélectionné quatre types de variables qualitatives :

• <u>Résidus de récolte</u> : variable codée en 2 modalités concernant l'enfouissement ou l'exportation des résidus de récolte (la restitution des résidus a eu lieu dans 36% des cas, contrairement à ce qui était souhaité dans le protocole expérimental)

- <u>Précédent</u> : variable codée en 6 modalités concernant la culture effectuée avant les mesures de cinétique de minéralisation
 - ✓ céréales à paille
 - ✓ sorgho, maïs, tournesol
 - ✓ légumineuse
 - ✓ betterave
 - ✓ colza
 - ✓ autre (maraîchage, ...)
- <u>Antéprécédent</u> : variable codée en 5 modalités concernant l'avant-dernière culture effectuée sur la parcelle
 - ✓ céréales à paille
 - \checkmark sorgho, maïs, tournesol
 - ✓ légumineuse
 - ✓ betterave
 - ✓ colza
- <u>Historique</u> : variable codée en 5 modalités concernant l'historique des cultures réalisées sur la parcelle
 - \checkmark céréales = rotation céréalière
 - ✓ céréales + légumineuse = rotation céréalière avec légumineuse au moins 1 an sur 4
 - \checkmark céréales + colza = rotation céréalière avec colza au moins 1 an sur 4
 - ✓ céréales +betterave= rotation céréalière avec betterave au moins 1 an sur 4
 - \checkmark céréales + MO = rotation céréalière avec apport régulier de matières organiques exogènes (fumier, lisier, ... apportés tous les ans)

Notre base de données est malheureusement incomplète car il y des données manquantes pour certains sites. Ainsi aucune des caractéristiques biologiques (biomasse, fractionnement, métabolites, incubation) n'a été mesurée pour les sites provenant d'expérimentations plus anciennes (Lusignan, Mons 90, Mons 91 et Boigneville 99); il n'était pas judicieux de revenir sur les parcelles pour mesurer ces caractéristiques qui ne sont pas « permanentes ». De même la minéralisation du carbone *in vitro* n'a pas été mesurée sur les trois parcelles de Thibie (pas de A_1k_{1C}). Enfin la teneur en azote organique de la couche 30-60 cm n'a pas été mesurée pour 16 des 55 parcelles (sites de Bretagne, Lusignan, Mons 90 et 91, Rafidin, Warmeriville 98 et 99, Boult-sur-Suippe et Boigneville 99).

4.2.3. Modélisation de la minéralisation potentielle d'azote

4.2.3.1. Formalismes évalués

Nous avons tout d'abord évalué un formalisme déjà existant, le K2, utilisé dans le modèle STICS et dans l'outil d'aide à la décision AZOFERT. Dans ces modèles, la vitesse potentielle de minéralisation de l'azote organique du sol (Vp, kg N ha⁻¹ jour⁻¹) est prédite à partir d'une fraction active de l'azote organique et des teneurs en argile et en CaCO₃ du sol:

$$V_P K2 = N_{HUM} * K_2 pot \tag{1}$$

avec
$$N_{HUM} = N_{org} * F_{ACT} * DA * PROFHUM * 100$$
 (2)

$$K_2 pot = \frac{65}{(110 + Arg)(600 + CaCO_3)}$$
(3)

 N_{HUM} étant le stock d'azote organique actif (kg N ha⁻¹), K_2pot étant la constante de vitesse de minéralisation (jour⁻¹), N_{org} étant la teneur en azote organique du sol (g.kg⁻¹), F_{ACT} étant la fraction active d'azote organique, fixée à 0.35, DA étant la densité apparente de la terre fine de la couche de sol minéralisante (g.cm⁻³), PROFHUM étant la profondeur de minéralisation (cm), Arg étant la teneur en argile du sol (g.kg⁻¹), $CaCO_3$ étant la teneur en calcaire du sol (g.kg⁻¹).

Le formalisme des relations (1) et (2) est dérivé du modèle d'évolution des matières organiques du sol (MO) de Hénin-Dupuis (1945), largement utilisé en France pour simuler l'évolution des MO. La prise en compte d'une fraction "active" de matière organique a permis d'améliorer notablement le modèle pour simuler l'évolution du stock de C organique à long terme (Andriulo *et al.*, 1999; Thevenet *et al.*, 2002), mais n'est pas nécessaire pour simuler la minéralisation du C et N à court terme (année). Enfin la relation (3) est une formulation initialement proposée par Rémy et Marin-Laflèche (1974) et dont le paramétrage actuel s'appuie sur plusieurs études d'incubation de différents types de sols (Mary, comm. pers.). Les valeurs de V_P K2 obtenues pour chaque parcelle ont ensuite été comparées à celles calculées *in situ* par LIXIM (V_P LIXIM) et celles calculées *in vitro* en incubation (V_P *incub*).

4.2.3.2. Méthodes statistiques utilisées

Afin de voir s'il existait des relations entre les variables explicatives et les vitesses potentielles de minéralisation (V_P LIXIM et V_P incub), nous avons testé la pertinence de corrélations simples entre les variables quantitatives, évaluées à l'aide du coefficient de corrélation (r de Pearson). L'effet des variables qualitatives sur les variables à expliquer a été évalué par analyse de variance (ANOVA).

Nous avons ensuite utilisé deux techniques de modélisation statistique afin d'expliquer la variabilité de V_P *LIXIM* (et aussi de V_P *incub*) et de prédire la vitesse de minéralisation potentielle : la Régression Linéaire Multiple (RLM) et la Partial Least Squares regression (PLS). Tout d'abord, toutes les données (variables à expliquer et explicatives) ont été centrées et réduites. Ceci permet de travailler sur des variables ayant des unités très différentes sans risque que cela influe sur le choix des variables du modèle statistique. De plus cela rend possible la comparaison entre les modèles obtenus par les deux techniques car la PLS fonctionne uniquement avec des données centrées réduites.

La sélection des meilleurs modèles a été effectuée à l'aide de 2 critères :

• le coefficient de détermination de la régression linéaire entre les données observées et les données prédites (R²), qui évalue la qualité explicative du modèle

• le critère de validation croisée *MSEP* (Mean Square Error of Prediction), qui évalue la qualité prédictive du modèle (Wallach *et al.*, 2001 ; Chavent et Patouille, 2003).

Le principe de la validation croisée consiste à estimer le modèle statistique avec tous les individus (*n*) sauf un (*i*). L'individu restant est alors prédit avec le modèle obtenu et l'erreur de prédiction est calculée (observé moins prédit). L'opération est itérée pour tous les individus et la moyenne de la somme des erreurs au carré est calculée. En désignant par $\hat{y}_{(i)}$ la prédiction de $y_{(i)}$ calculée sans tenir compte de la i^{ème} observation ($y_i, x_i^1, ..., x_i^p$), la moyenne de la somme des erreurs quadratiques de prédiction (MSEP) est définie par :

$$MSEP = \frac{\sum_{i=1}^{n} (y_i - \hat{y}_{(i)})^2}{n}$$

Ce critère est compris entre 0 et 1 car les données sont centrées réduites et leur variance maximale est 1. Plus le critère *MSEP* est proche de 0, meilleure est la qualité prédictive du modèle (plus faible sera l'erreur de prédiction). Le critère de validation croisée permet aussi de calculer l'écart type de la prédiction. Pour cela, la MSEP, qui correspond à un pourcentage d'erreur de la variance des données centrées – réduites, est multipliée par la variance de la variable à expliquer et l'écart type est calculé par la racine de ce produit.

Le modèle de régression linéaire multiple est l'outil statistique le plus habituellement mis en œuvre pour l'étude de données multidimensionnelles. Ce modèle sert à expliquer ou à prédire une variable explicative quantitative à l'aide d'un ensemble de p variables quantitatives explicatives, éventuellement des variables qualitatives mais recodées en indicatrices. Les données se présentent sous la forme d'un échantillon composé de nobservations de la variable dépendante Y et des p variables, notées $x_1, ..., x_p$. Pour i = 1, ..., n, la régression entre Y et $x_1, ..., x_p$ est donnée sous la forme d'un modèle linéaire :

$$y_i = b_0 + b_1 x_{1i} + b_2 x_{2i} + \dots + b_p x_{pi} + u_i$$

Les constantes b_i sont appelées les coefficients de régression partiels du modèle et les u_i sont des constantes. On teste la significativité du modèle en testant l'hypothèse nulle $\{H_0: b_1 = b_2 = ... = b_{p-1} = 0\}$ contre $\{H_1: nonH_0\}$ à l'aide du test de Fisher standard. Lorsque p est grand, il n'est pas raisonnable de penser explorer les 2^p modèles possibles afin de sélectionner le « meilleur ». Nous avons donc procédé par sélection progressive à l'aide des méthodes dites « descendante » (backward) et « ascendante » (forward) décrites cidessous.

- *Méthode descendante* (élimination) : cette méthode consiste tout d'abord à considérer le modèle complet (saturé) avec les *p* variables, et ensuite à en retirer la variable la moins significative (au sens du test de Student donc celle qui a la plus forte p-value). La procédure itérative s'arrête lorsque toutes les variables sont significatives (seuil de 5%).
- *Méthode ascendante* (sélection) : cette méthode considère comme premier modèle celui comportant la variable qui maximise la corrélation linéaire avec y. Ensuite elle introduit à chaque étape la variable qui fait le plus augmenter le R^2 . Elle s'arrête lorsque la variable introduite n'est pas significative (seuil de 5%).

Cependant, la régression linéaire multiple présente certains défauts. Ainsi un nombre trop important de variables explicatives par rapport au nombre d'individus la rend invalide. Cela implique que les variables qualitatives ne peuvent pas être prise en compte, leur recodage en indicatrices entraînant un trop grand nombre de variables explicatives. Nous savons également que cette méthode de régression nécessite l'inversion de la matrice X 'X, si X est la matrice de dimension n' p des variables explicatives, supposée de rang p (n individus et p variables avec $n^3 p+1$ et p^3 1). Or les variables explicatives sont souvent assez corrélées et, par conséquent, l'inversion de la matrice X 'X est numériquement instable, plus précisément, les difficultés proviennent de la non orthogonalité des x_i . Enfin, cette méthode de modélisation statistique ne prend pas en compte les données manquantes. Cela entraîne donc la suppression d'individus n'ayant pas une valeur pour toutes les variables explicatives.

La seconde méthode de modélisation statistique (la PLS) est mieux adaptée à nos données car elle n'a pas les défauts de la RLM. La PLS est un compromis entre la RLM et l'analyse en composante principales (Wold *et al.*, 1983). Elle est utilisée lorsque l'on cherche à réaliser une régression d'une ou plusieurs variables à expliquer sur des variables explicatives $x_1, ..., x_p$, qui peuvent être fortement corrélées entre elles (Tenenhaus, 1998). La présence de données manquantes est acceptée et il peut y avoir un grand nombre de variables explicatives, même supérieur au nombre d'observations. Ainsi les variables qualitatives peuvent être prise en compte après recodage en indicatrices. Ce modèle statistique est basé sur des composantes de régression (*t*). La première étape de la PLS consiste à trouver un compromis entre :

- maximiser la corrélation entre la première composante *t*₁ et la variable à expliquer *y* (régression ordinaire)
- maximiser la variance de la première composante t_1 afin que la composante représente au mieux toutes les variables explicatives (ACP des prédicteurs).

Une fois la composante calculée, on réalise la régression simple de y sur t_1 . Puis on itère le procédé pour le calcul des autres composantes. Enfin, on calcule la régression globale suivante :

$$y = c_1 t_1 + c_2 t_2 + \dots + c_n t_n + b$$

 c_1 , c_2 , c_n étant les coefficients des composantes t_1 , t_2 , t_n *b* étant une constante de régression.

Les composantes du modèle PLS étant des combinaisons linéaires des variables initiales, on peut donc revenir facilement aux variables explicatives pour avoir un modèle linéaire comparable à celui obtenu en RLM. Le choix du nombre de composantes est déterminé par le critère de validation croisée (MSEP). Le modèle est ajusté avec un nombre de composantes croissant (par défaut jusqu'à 12). Le nombre de composantes conduisant à la MSEP la plus faible est retenu (Figure 4.2 : 6 composantes retenues dans ce cas).



Figure 4.2 : nombre de composantes du modèle obtenu en PLS en fonction de la MSEP (données centrées réduites).

La méthode PLS n'effectue pas de sélection de variables automatiquement. Le modèle initial obtenu comporte l'ensemble des variables classées par ordre d'importance dans le modèle. La sélection des variables s'effectue donc manuellement en retirant celles qui contribuent le moins au modèle. L'algorithme de la PLS est de nouveau utilisé pour obtenir un nouveau modèle avec les variables sélectionnées. Le R² et la MSEP de ce nouveau modèle sont de nouveau calculés. L'objectif final étant de prédire la minéralisation de l'azote, les variables retenues sont celles qui permettent d'obtenir le modèle ayant la plus faible MSEP. Cela s'apparente à la méthode descendante en RLM : les variables sont retirées jusqu'à ce qu'on ne puisse plus réduire (améliorer) la MSEP.

Pour chacune des deux méthodes de modélisation statistique, des graphiques de contrôle sont réalisés permettant de juger de la qualité des modélisations (Figure 4.3) :

- Le graphique des résidus en fonction des valeurs prédites (Figure 4.3a) permet de vérifier qu'il n'y a pas de structure dans les résidus ; sinon il faudrait transformer la variable explicative afin de s'assurer que la variance des résidus soit constante.
- Le graphique des résidus en fonction des quantiles de la loi normale (Figure 4.3b) permet de voir si *i*) la distribution des résidus suit une loi normale où pas plus de 5% des résidus doivent être en dehors des bornes -2 et +2, et *ii*) si les résidus sont indépendants (le graphique doit se rapprocher le plus possible d'une droite).
- Le graphique de la distance de Cook (Figure 4.3c) permet de repérer les individus les plus éloignés de la droite de régression correspondant à des individus aberrants (la distance de Cook est supérieure à 2).
- Le graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prédites (Figure 4.3d) permet de juger graphiquement de la qualité prédictive du modèle : bon alignement resserré des points autour de la première bissectrice.



Figure 4.3 : graphiques de contrôle des modèles statistiques obtenus en RLM et PLS avec A) résidus en fonction des valeurs prédites, B) graphique pour la normalité des résidus, C) distance de Cook, D) valeurs observées en fonction des valeurs prédites.

Pour chaque modèle statistique sélectionné, d'autres critères d'évaluation de la qualité du modèle ont été calculés :

• l'efficience du modèle (Smith et al., 1996)

$$EF = 1 - \frac{\sum_{i=1}^{n} (Y_i - \widehat{Y}_i)^2}{\sum_{i=1}^{n} (Y_i - \overline{Y}_i)^2}$$

• le biais

$$biais = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} (Y_i - \hat{Y}_i)$$

• La MSE (Mean Square Error)

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} (Y_i - \widehat{Y}_i)^2$$

n étant le nombre de dates de mesure

 Y_{ik} , \hat{Y}_{ik} et \overline{Y}_{ik} étant respectivement les valeurs observées, simulées et la moyenne des valeurs observées de vitesse de minéralisation.

La MSE a été décomposée comme proposé par Kobayashi et Salam (2000) :

$$MSE = (biais)^2 + SDSD + LCS$$

avec

et $LCS = 2\sigma_{Y}\sigma_{\hat{Y}}(1-r)$

 $SDSD = (\sigma_{y} - \sigma_{\hat{y}})^{2}$

 σ_{Y} et $\sigma_{\hat{Y}}$ étant les écarts types des valeurs observées et prédites, respectivement *r* étant le coefficient de corrélation entre les valeurs observées et les valeurs prédites.

SDSD représente la différence entre la gamme de variation des valeurs mesurées et celle des valeurs prédites. Un SDSD élevé signifiera que l'amplitude des valeurs prédites diffère de celle des valeurs observées (la gamme de variation n'est pas la même). LCS correspond au manque de corrélation entre les valeurs observées et prédites pondéré par les écarts types. Un LCS élevé signifiera que le modèle ne reproduit pas bien les variations des valeurs observées d'une situation à l'autre. La figure 4.4 représente graphiquement ces erreurs. Ainsi la comparaison de ces trois termes permet d'identifier la plus importante source d'erreur du modèle retenu.



Figure 4.4: type d'erreurs rencontrées dans la comparaison observés / simulés avec a) biais, b) différence d'amplitude (SDSD), c) variation de la relation observés / simulés selon les individus (LCS).

L'ensemble de ces analyses statistiques (RLM et PLS) a été effectué avec le logiciel SPLUS 6.2 (1988, 2003 Insightful Corp). Les algorithmes de la PLS, de la méthode ascendante en RLM et de la validation croisée (MSEP) n'existant pas sous SPLUS, ils ont été codés en collaboration avec des statisticiens de l'INRA de Toulouse dans le cadre d'un stage de Master Professionnel en statistiques réalisé par Virginie Hénin.

4.2.3.3. Description de la base de données

Le nombre de variables disponibles est important : 24 variables quantitatives et 18 variables qualitatives recodées en indicatrices. L'objectif est d'expliquer et de prédire au mieux la minéralisation de l'azote organique au champ. Pour que le modèle sélectionné soit facilement utilisable en outil d'aide à la décision, il faut que le nombre de variables nécessaires soit restreint et que ces dernières soient faciles d'accès. Pour répondre à ces contraintes, nous avons choisi de classer les variables explicatives en fonction de leur difficulté d'acquisition (Tableau 4.3).

Variables	faciles	moins faciles	difficiles
А	++		
LT	++		
ST	++		
CaCO ₃	++		
Corg	++		
Norg	++		
CN	++		
pН	++		
CEC	++		
POlsen	++		
Hpf		+	
HCC			0
TNorg30		+	
TNorg60		+	
biomasse			0
Fractionnement		+	
Métabolites			0
A1k1C			0
A1k1N			0
précédent	++		
résidus de récolte	++		
anteprécédent	++		
historique	++		
V _P incub			0

Tableau 4.3 : classement des variables de la base de données en fonction de leur facilité d'acquisition.

Ainsi les modèles sélectionnés à partir de variables i) faciles, ii) moins faciles et iii) difficiles d'acquisition seront comparés. Cela permettra de juger du rapport effort d'acquisition / gain de prédiction (ou ratio coût/efficacité) des variables plus difficiles à mesurer. Nous avons considéré les caractéristiques physico-chimiques obtenues par analyse de routine en laboratoire comme faciles d'acquisition (Tableau 4.3). L'humidité au point de flétrissement (Hpf) a été jugée un peu moins facile car ce n'est pas une mesure effectuée en routine par tous les laboratoires. Les stocks d'azote organique sur 30 et 60 cm (TNorg30 et

TNorg60) ont aussi été jugés plus difficile d'accès car il faut mesurer précisément la densité apparente de la terre fine au champ (en tenant compte de la proportion de graviers et de cailloux). Les caractéristiques biologiques ont été jugées difficiles d'accès car elles ne sont pas effectuées en routine et elles peuvent demander beaucoup de temps de travail (incubation). Le fractionnement de la MO a été considéré plus facile d'acquisition car l'appareillage nécessaire est moins conséquent que pour les autres caractéristiques biologiques. L'humidité à la capacité au champ (H_{CC}) est difficile d'accès car elle est estimée à partir de mesures de teneurs en eau effectuées en hiver lors des suivis en sol nu après ressuyage du sol. Les variables qualitatives ont été jugées facilement accessibles, même si l'acquisition de ces données demande un effort de recherche après deux ans. Cela devrait cependant être simplifié à l'avenir avec l'obligation de détention de cahiers d'épandage par l'agriculteur dans le cadre de la nouvelle PAC.

4.3. Résultats et discussion

4.3.1. Gamme des variables explicatives et régressions entre variables quantitatives

Les principales statistiques descriptives des variables quantitatives sont regroupées dans le tableau 4.4 pour les caractéristiques physico-chimiques et dans le tableau 4.5 pour les caractéristiques biologiques.

		Moyenne	médiane	min	max
А	g.kg ⁻¹	194	204	24	365
L	g.kg ⁻¹	416	393	36	814
S	g.kg ⁻¹	240	243	3	895
CaCO3	g.kg ⁻¹	130	4	0	858
C org	g.kg ⁻¹	13,8	12,1	6,5	34,7
N org (0-30)	g.kg ⁻¹	1,4	1,4	0,8	3,0
N org (0-60)	g.kg ⁻¹	1,0	1,0	0,6	1,9
C/N		9,6	9,2	7,2	15,3
pН		7,5	7,7	5,6	8,4
CEC	cmol+.kg ⁻¹	14,3	13,7	2,6	37,3
P Olsen	g.kg ⁻¹	0,089	0,080	0,020	0,211
Hpf	g.kg ⁻¹	94	95	24	189
HCC	g.kg ⁻¹	229	230	120	335
T Norg30	t N.ha ⁻¹	5,7	5,3	3,0	12,6
T Norg60	t N.ha ⁻¹	8,6	8,3	4,4	14,4

Tableau 4.4 : statistiques descriptives des variables physico-chimiques de la base de données.

Ces variables présentent une distribution normale car la moyenne est proche de la médiane, excepté pour la teneur en $CaCO_3$ car de nombreux sols ont une valeur nulle ou très faible. La gamme de variation des variables physico-chimique est assez étendue : par exemple la teneur en argile va de 20 à 365 g.kg⁻¹ et le pH va de 5.6 à 8.4 (Tableau 4.4). La base de données comprend également des situations très contrastées en terme de teneur en carbone (de

6.5 à 34.7 g.kg⁻¹) et de stock d'azote organique sur 30 cm (de 3 à 12.6 t.ha⁻¹). La biomasse microbienne représente en moyenne 2% du carbone organique (Tableau 4.5), ce qui est conforme aux références de la littérature (Menasseri *et al.*, 1994 ; Barbhuiya *et al.*, 2004). La fraction de matière organique supérieure à 50 µm a un C/N bien plus élevé que celui de la fraction inférieure à 50 µm. Cela s'explique par une plus grande proportion de carbone dans la fraction supérieure à 50 µm (Tableau 4.5). Les deux techniques d'extraction des « métabolites » montrent des résultats assez contrastés : la méthode par autoclavage extrait beaucoup plus de carbone organique que l'extraction avec le tétraborate, ce qui confirme que les deux techniques ne caractérisent pas le même pool de carbone du sol. Enfin la vitesse initiale de minéralisation de l'azote *in vitro* (V_P *incub*), ce qui confirme la linéarité des cinétiques de minéralisation de l'azote mesurée en incubation.

		moyenne	médiane	min	max
biomasse C	% Corg	1,9%	1,8%	0,5%	3,5%
$Corg > 50 \mu m$	% Corg	17,6%	15,4%	8,9%	40,7%
$Norg > 50 \mu m$	% Norg	8,8%	8,3%	4,4%	18,6%
$C/N > 50 \mum$		19,8	19,5	12,9	30,5
$C/N < 50 \mu m$		8,7	7,9	6,2	14,4
Métab-auto	% Corg	15,1%	14,6%	9,4%	25,7%
Métab-tetra	% Corg	5,2%	4,4%	1,5%	12,4%
A1k1 C	mg C.kg ⁻¹ .jn ⁻¹	2,35	1,66	0,84	8,21
A1k1 N	mg N.kg ⁻¹ .jn ⁻¹	0,14	0,10	0,03	0,44
Vp incub	mg N.kg ⁻¹ .jn ⁻¹	0,11	0,09	0,03	0,39

Tableau 4.5 : statistiques descriptives des variables biologiques de la base de données.

La fréquence des modalités des variables qualitatives « précédent », « antéprécédent » et « historique cultural » est représentée par la figure 4.5. La majorité des précédents sont des céréales à paille, suivie par le groupe sorgho / maïs / tournesol et par les légumineuses. La betterave et le colza sont minoritaires. La modalité « autre » de la variable « précédent cultural » regroupe essentiellement des cultures maraîchères et du sol nu (absence de culture). La répartition entre les différentes modalités est plus équilibrée pour la variable « historique cultural ». Les rotations céréalières avec légumineuses au moins 1 an sur 4 sont majoritaires, suivies des rotations céréalières pures (Figure 4.5). La modalité « apport régulier de matières organiques exogènes » concerne uniquement les sites localisés en Bretagne (Noë Sèche, Haut Gouessant et Haut Blavet). Les résidus de la culture précédente ont été exportés sur 64% des parcelles et restitués dans 34% des cas. Tout cela indique le caractère déséquilibré de notre base de données, information à mémoriser pour discuter des résultats montrés ultérieurement.



Figure 4.5 : pourcentage de chaque modalité de 3 variables qualitatives avec a) précédent cultural, b) antéprécédent cultural, c) historique cultural.

Il existe de nombreuses corrélations entre les variables quantitatives (annexe 4). Ainsi la teneur en argile est positivement corrélée à la CEC (r = 0.73) et à l'humidité au point de flétrissement Hpf (r = 0.69) (Figure 4.6).



Figure 4.6 : corrélations entre la teneur en argile (mg.kg⁻¹), *la CEC (cmol+.kg*⁻¹) *et l'humidité au point de flétrissement (Hpf, g.kg*⁻¹).

CEC et Hpf sont aussi bien corrélées entre elles (r = 0.66). Ces relations sont en accord avec celles reportées dans la littérature (Osty, 1971 ; Baize, 1988 ; Bruand, 1990) et valident indirectement la représentativité de notre base de données concernant les caractéristiques physico-chimiques. Comme attendu, les teneurs en carbone et en azote de la couche 0-30 cm sont très fortement corrélées entre elles (r = 0.94).

	С		Norg	org P Olsen HCC		Métal autoc	Métabolites autoclavage		olites oorate
		g.kg ⁻¹	g.kg ⁻¹	g.kg ⁻¹	g.kg ⁻¹	mg.kg ⁻¹	% Corg	mg.kg ⁻¹	% Corg
biomasse	mg.kg⁻¹	0,69	0,81	0,52	0,58	0,79	0,43	0,39	-0,04
	% Corg	-0,32	-0,16	-0,30	-0,04	-0,14	0,34	-0,39	-0,41
$Corg > 50 \ \mu m$	mg.kg ⁻¹	0,84	0,80	0,65	0,51	0,86	0,37	0,60	0,20
	% Corg	0,13	0,13	0,30	0,01	0,29	0,55	0,01	-0,02
$Norg > 50 \ \mu m$	mg.kg ⁻¹	0,92	0,86	0,66	0,71	0,92	0,31	0,80	0,36
	% Corg	0,60	0,45	0,57	0,42	0,63	0,36	0,61	0,39
$CN > 50 \; \mu m$		-0,12	-0,13	-0,06	-0,41	-0,11	0,09	-0,30	-0,19
$CN < 50 \ \mu m$		0,71	0,46	0,47	0,27	0,53	-0,20	0,78	0,56
métabolites	mg.kg ⁻¹	0,92	0,91	0,75	0,72	1,00	0,48	0,79	0,38
autoclavage	% Corg	0,12	0,20	0,41	0,26	0,48	1,00	0,22	0,27
métabolites	mg.kg ⁻¹	0,79	0,63	0,39	0,54	0,79	0,22	1,00	0,79
tétraborate	% Corg	0,32	0,11	0,61	0,14	0,38	0,27	0,79	1,00

Tableau 4.6 : corrélations entre les variables biologiques et les teneurs en C, N, P Olsen et l'humidité à la capacité au champ.

Les variables biologiques relatives à la biomasse, aux fractions de MO et aux métabolites microbiens exprimées en mg (C ou N).kg⁻¹ sont également fortement corrélées aux teneurs en C et N (Tableau 4.6). Ce n'est cependant pas le cas pour le rapport C/N de la fraction supérieure à 50 µm qui montre des corrélations très faibles avec les teneurs en carbone et en azote du sol (Tableau 4.6). Ces corrélations diminuent fortement lorsque ces variables sont exprimées en % de C ou N organique. La corrélation reste étroite pour la teneur en azote de la fraction supérieure à 50 µm (Tableau 4.6). L'humidité à la capacité au champ (H_{CC}) n'est pas significativement corrélée à la teneur en argile (r = 0.004) mais est par contre bien corrélée aux teneurs en carbone (r = 0.64) et en azote (r = 0.69) ainsi qu'aux différentes variables biologiques (Tableau 4.6), conformément à la littérature (Agele et al., 2005 ; Shukla et al., 2006). Ainsi les sols sableux ont la plus faible H_{CC} (154 g.kg⁻¹ en moyenne) alors que les sols limono-sableux riches en matière organique et les sols argileux ont la plus forte H_{CC} (274 et 224 g.kg⁻¹, respectivement). La quantité et la qualité de la matière organique du sol sont les principaux déterminants de la capacité de rétention en eau du sol (Abadin et al., 2002). La teneur en P Olsen est également corrélée avec le carbone (r = 0.60) et l'azote (r =0.58) du sol, ainsi qu'avec les caractéristiques biologiques, notamment les métabolites extraits par autoclavage (Tableau 4.6). Il n'y a sans doute pas de relation fonctionnelle entre le

phosphore et la minéralisation des différents pools de matière organique. Il semble plus probable que ces corrélations soient dues au fait que le P Olsen soit un indicateur de la fertilité globale du sol, notamment d'un historique où des matières organiques exogènes ont été apportées régulièrement. En effet ce sont les sols de Bretagne (qui ont reçu des apports de MO exogène régulièrement) qui permettent d'avoir une corrélation significative : s'ils ne sont pas pris en compte, il n'y a plus de corrélation significative entre le P Olsen et les teneurs en C et N et les variables biologiques. Les métabolites microbiens extraits par autoclavage sont globalement mieux corrélés avec les teneurs en C et N et les autres variables biologiques que les métabolites microbiens extraits avec le tétraborate (Tableau 4.6). Ceci est probablement dû à la forte sensibilité de l'extraction au tétraborate au pH du sol (Lemaître *et al.*, 1995a, 1995b), ce qui est confirmé par la forte corrélation (r = -0.81) entre les métabolites extraits avec le tétraborate et le pH du sol dans notre base de données (Figure 4.7).



Figure 4.7 : relation entre le pH du sol et les métabolites microbiens extraits avec le tétraborate de sodium.

L'ensemble de ces corrélations pourra entraîner des confusions ou des compensations d'effets lors de l'étape de modélisation statistique. Ainsi pour la régression linéaire multiple (RLM), les variables biologiques seront exprimées en % de C ou N organique afin de limiter les corrélations entre variables explicatives. La méthode PLS étant adaptée aux variables corrélées, les caractéristiques biologiques seront exprimées en différentes unités, à savoir : i) en mg (C ou N).kg⁻¹, ii) en % et iii) en stock sur 30 cm (t.ha⁻¹). Cela permettra de voir si l'une des trois unités permet une meilleure explication et prédiction de la minéralisation azotée.

Il existe également des relations entre les différentes variables qualitatives pouvant entraîner des confusions d'effet. Ainsi toutes les parcelles ayant reçu des apports de matières organiques exogènes (historique cultural rotation céréalière + MO) ont une texture de sol limono-sableuse et représentent la majorité des sols de cette texture (7 sur 9). De même la culture de la betterave se retrouve essentiellement sur les sols de craie du Nord-Est de la France. Ces relations entre variables qualitatives seront à prendre en compte lors de l'interprétation des modèles statistiques de minéralisation de l'azote sélectionnés avec la méthode PLS.

4.3.2. Variabilité de la vitesse potentielle de minéralisation in situ (V_P LIXIM)

Dans les parcelles de notre réseau expérimental, les quantités d'azote minéralisé calculées *in situ* avec LIXIM varient entre 58 kg.ha⁻¹en 117 jours et 305 kg.ha⁻¹en 398 jours calendaires (Tableau 4.7). La quantité minéralisée en un an est de 158 kg.ha⁻¹ en moyenne, avec un écart type de 60 kg.ha⁻¹. La vitesse potentielle de minéralisation *in situ* est en moyenne de 0.74 kg.ha⁻¹.jn⁻¹, variant de 0.21 à 1.62 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ (Tableau 4.7).

Nous avons vérifié qu'il n'y avait pas de relation significative entre cette vitesse (V_P *LIXIM*) et la qualité de simulation des profils d'eau et d'azote du sol par le modèle LIXIM (p = 0.49 pour l'azote minéral et p = 0.63 pour l'eau) sur la vitesse de minéralisation calculée). Le mode de calcul de la minéralisation azotée n'induit donc pas de biais dans l'explication de la variabilité de la minéralisation observée *in situ*.

La vitesse potentielle de minéralisation est significativement plus élevée (p < 0.001) pour les parcelles du Nord ($V_P LIXIM = 0.89 \text{ kg.ha}^{-1}.jn^{-1}$) que pour les parcelles du Sud de la France ($V_P LIXIM = 0.56 \text{ kg.ha}^{-1}.jn^{-1}$) (Figure 4.8a).



Figure 4.8 : histogramme des effectifs des vitesses potentielles de minéralisation calculées par LIXIM pour les parcelles situées au Nord et au Sud de la France avec a) vitesse exprimée en kg N.ha⁻¹.jn⁻¹ et b) taux de minéralisation exprimé en kg N.t Norg⁻¹.jn⁻¹.

site	parcelle	texture	durée	jn ⁽¹⁾	N minéralisé	N lixivié	V _P LIXIM	écart type ⁽²⁾	V _P K2
(département)			mois	(15°C, HCC)	kg.ha ⁻¹	kg.ha ⁻¹	kg.h	a ⁻¹ .jn ⁻¹	kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹
Béziers (34)	Béziers	limono-argilo-sableux	10	235	163	60	0,65	0,02	0,32
Blandy (91)	Bla	limoneux	13	288	171	56	0,54	0,02	0,60
Poignovillo (01)	Boign99	limoneux	13	277	95	32	0,34	0,02	0,41
Bolgheville (91)	Boignenv	limoneux	19	324	168	126	0,54	0,01	0,42
Bouillac (82)	Bouil	limoneux	11	348	161	125	0,49	0,03	0,53
Boult / Suippe (51)	boult01	sol de craie	10	140	111	122	0,79	0,02	0,52
En Crambade (31)	Encram	argileux	13	345	305	179	0,94	0,05	0,55
Etaile sur Phône (26)	ET03	argileux	7	241	197	41	0,81	0,03	0,47
Lione sur Knone (20)	ET04	argileux	11	249	121	78	0,49	0,03	0,60
Grenneville (91)	Gren	sol de craie	12	287	187	72	0,66	0,03	0,29
Hancourt (80)	HAN	limoneux	7	162	148	11	0,94	0,02	0,65
La Jaillière (44)	Jaill	limono-argilo-sableux	12	161	146	82	1,01	0,06	0,66
Lusignan (86)	Lusign99	limoneux	13	252	228	92	0,90	0,02	0,72
Mizérieux (01)	Miz	limono-sableux	12	237	111	82	0,49	0,01	0,57
$M_{one}(90)$	Mons90	limoneux	12	154	142	4	1,03	0,05	0,58
Molis (80)	Mons91	limoneux	13	207	166	34	0,97	0,05	0,47
Montardon (64)	Monta	limoneux	9	312	117	76	0,40	0,03	0,80
Montgaillard (31)	Montga	argileux	9	234	113	32	0,54	0,05	0,44
Nimes (30)	nim	argileux	9	185	143	14	0,77	0,08	0,42
Noisy sur Ecole (77)	Noi	sableux	9	154	110	47	0,77	0,03	0,54
Ouzouer le Marché (45)	ouz	limoneux	10	230	218	10	0,86	0,04	0,65
Parisot (81)	par	limono-sableux	12	187	84	30	0,46	0,03	0,56
Presly (18)	pre	sableux	11	201	129	70	0,66	0,04	0,60
Rafidin (51)	Rafidin95	sol de craie	9	143	79	21	0,58	0,02	0,59
Sabres (40)	Sabr	sableux	10	329	121	172	0,39	0,02	1,37
St exupéry – Satolas (69)	Sat	sableux	10	169	60	51	0,31	0,03	0,68

Tableau 4.7 : quantité d'azote minéralisé et lixivié, vitesse potentielle de minéralisation calculées par LIXIM et vitesse potentielle de minéralisation calculée à l'aide du formalisme du K2.

¹ jours normalisés ; ² écart type de la régression entre N minéralisé et jour12s normalisés

1 ubieuu +.7 . suite ei jin	Tableau	4.7	:	suite	et fi	in
-----------------------------	---------	-----	---	-------	-------	----

Site	parcelle	texture	durée	jn ⁽¹⁾	N minéralisé	N lixivié	V _P LIXIM	écart type ⁽²⁾	V _P K2
(département)			mois	(15°C, HCC)	kg.ha ⁻¹	kg.ha ⁻¹	kg.l	na ⁻¹ .jn ⁻¹	kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹
Saint Hilaira an Waäyra	SHWbon	limoneux	12	259	221	99	0,89	0,04	0,60
(55)	SHWbru	limoneux	10	105	88	25	0,76	0,06	0,60
(55)	SHWpre	limoneux	8	223	111	1	0,55	0,03	0,57
St Hilaire au temple (51)	STH	sol de craie	14	308	184	80	0,56	0,02	0,82
	ThIV1	sol de craie	9	222	151	15	0,55	0,05	0,70
Thibie (51)	THIV2	sol de craie	8	72	79	53	1,15	0,07	0,65
	THIV3	sol de craie	10	185	165	11	0,87	0,04	0,36
Thizay (36)	Thiz	argileux	9	236	176	68	0,81	0,03	0,39
	TM1	limono-sableux	6	88	141	114	1,62	0,05	1,16
Noe sèche (22)	TM2	limono-sableux	5	49	59	51	0,84	0,05	1,17
	TM3	limono-sableux	5	85	58	113	0,94	0,12	1,06
Haut Gouessant (22)	TM8	limono-sableux	6	88	116	112	1,29	0,07	1,18
	TM10	limono-sableux	5	65	67	132	1,49	0,12	1,59
Haut Blavet (22)	TM12	limono-sableux	6	66	106	132	1,32	0,11	1,58
	TM13	limono-sableux	6	83	114	159	1,49	0,17	1,17
Warmarivilla (51)	Warm98	sol de craie	11	188	114	62	0,57	0,03	0,47
warmenvine (31)	Warm99	sol de craie	10	155	168	114	1,15	0,07	0,43
	Y1	limono-argilo-sableux	12	371	229	192	0,71	0,04	0,57
	Y2	limono-argilo-sableux	12	406	287	169	0,77	0,04	0,53
	Y3	limono-argilo-sableux	12	331	152	142	0,46	0,03	0,52
	Y4	limono-argilo-sableux	12	333	212	213	0,65	0,03	0,49
	Y5	limono-argilo-sableux	15	411	260	198	0,65	0,03	0,49
$\Delta uzeville (31)$	Y6	limono-argilo-sableux	15	441	251	152	0,58	0,02	0,44
Auzevine (31)	Z1	argileux	15	548	260	248	0,61	0,06	0,46
	Z2	limono-argilo-sableux	15	535	277	309	0,65	0,06	0,47
	Z3	limono-argilo-sableux	15	503	302	216	0,60	0,05	0,46
	Z4	limono-argilo-sableux	12	389	138	177	0,40	0,03	0,43
	Z5	limono-argilo-sableux	12	348	115	167	0,36	0,02	0,40
	Z6	argileux	12	326	63	127	0,21	0,01	0,43

¹ jours normalisés ; ² écart type de la régression entre N minéralisé et jours normalisés

En fait, la quantité d'azote minéralisé pendant la durée de l'expérimentation dans les parcelles du Nord (136 kg.ha⁻¹ en moyenne) est significativement plus faible que celle des parcelles du Sud (177 kg.ha⁻¹ en moyenne), mais cette différence est due à une durée d'expérimentation plus importante au Sud (349 jours) qu'au Nord (283 jours) (Tableau 4.8). L'effet net est une vitesse de minéralisation par jour calendaire égale au Nord et au Sud.

La température pendant la période d'expérimentation est significativement plus élevée au sud (14.7°C) qu'au nord (11.1°C), de même que l'évapotranspiration (ETP et ETR) et l'intensité des précipitations (p < 0.001) (Tableau 4.8). Par contre l'importance des précipitations n'est pas significativement différente entre le nord (825 mm par an en moyenne) et le sud (860 mm par an en moyenne). Ces conditions climatiques différentes expliquent que le nombre de jours normalisés soit plus grand au Sud qu'au Nord (Tableau 4.8).

Ces conditions (température plus élevée notamment) auraient pu entraîner une minéralisation plus importante dans les parcelles du Sud de la France, ce qui n'est pas le cas parce que le stock d'azote organique est plus faible dans les parcelles du Sud de la France (Tableau 4.8). Le taux de minéralisation calculé avec LIXIM (exprimée en kg N par tonne N organique et par jour normalisé) n'est pas significativement différent (p = 0.266) entre les parcelles du Nord et du Sud de la France (Tableau 4.8 et Figure 4.8b). Ce constat reste valable même si l'on exclut de l'analyse les parcelles ayant reçu des apports réguliers de matière organique (sites de Bretagne). Le stock d'azote organique plus fort dans les parcelles du Nord permet de compenser les conditions climatiques moins favorables à la minéralisation. Cela confirme aussi le potentiel de minéralisation plus élevé des parcelles du Nord de la France (minéralisation par jour normalisé plus importante au Nord qu'au Sud), y compris sans tenir compte des sols de Bretagne.

La figure 4.8b nous permet également de prouver que la variabilité de V_P *LIXIM* n'est pas expliquée exclusivement par le stock d'azote organique du sol. En effet la vitesse de minéralisation exprimée en kg N par tonne N organique et par jour normalisé n'est pas identique pour toutes les parcelles : elle varie de 0.05 à 0.27 kg N.t Norg.jn⁻¹ (Tableau 4.8). La variabilité de V_P *LIXIM* doit donc également s'expliquer par une différence intrinsèque de vitesse de minéralisation due à d'autres caractéristiques du sol.

La texture du sol a un effet significatif (p = 0.02) sur la vitesse potentielle de minéralisation mesurée *in situ.* V_P *LIXIM* est maximale dans les sols limono-sableux et forte dans les sols calcaires (Figure 4.9). Ce résultat n'est cependant pas interprétable car il peut y avoir confusion d'effet : les sols limono-sableux correspondent presque exclusivement aux parcelles ayant reçu des apports de matière organique réguliers. L'effet de la texture pourrait donc être confondu à un effet cumulatif des apports d'amendement organique. Cela démontre la nécessité d'une analyse statistique rigoureuse pour éviter des confusions d'effets. Toutefois aucune méthode statistique ne présente les garanties suffisantes pour éviter ces confusions d'effets trouvés significatifs par l'analyse statistique.

	Nb jours	Tmoy	ΣP	∑ETP	ETP moyen	$\sum P / nb_j_pluie$	JN	jn/jour	Vp LIXIM	N min*	Nmin* / jour	N org (0-30)	T Norg 30 cm	Taux de minéralisation
		°C	mm	mm	mm.j ⁻¹	mm.j ⁻¹	(15°C, HCC)		kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹	kg.ha ⁻¹	kg.ha ⁻¹ .j ⁻¹	g.kg ⁻¹	t.ha ⁻¹	kg.t ⁻¹ .jn ⁻¹
total														
moy	312	12,7	765	935	3,0	5,0	245	0,76	0,74	154	0,51	1,40	5,7	0,13
et	96	2,1	208	388	1,0	2,3	121	0,24	0,31	65	0,19	0,50	2,1	0,05
min	100	9,3	427	230	1,6	2,6	49	0,31	0,21	58	0,18	0,76	3,0	0,05
max	555	16,0	1625	1712	5,7	17,7	548	1,25	1,62	305	1,00	3,00	12,6	0,27
Nord														
moy	283	11,1	717	681	2,4	4,0	176	0,62	0,89	136	0,52	1,61	6,6	0,14
et	107	0,9	222	276	0,6	0,8	80	0,14	0,32	47	0,18	0,51	2,2	0,05
min	100	9,3	427	230	1,6	2,6	49	0,31	0,34	58	0,25	0,76	3,0	0,07
max	555	13,1	1625	1177	3,6	6,2	324	0,92	1,62	228	0,95	3,00	12,6	0,27
Sud														
mov	349	14.7	828	1264	3.7	6.2	334	0.95	0.56	177	0.50	1.13	4.6	0.13
et	64	1,4	173	231	0,9	2,9	106	0,20	0,17	78	0,20	0,32	1,1	0,04
min	197	11,3	674	832	2,5	4,2	169	0,53	0,21	60	0,18	0,79	3,0	0,05
max	441	16,0	1355	1712	5,7	17,7	548	1,25	0,94	305	1,00	2,00	7,4	0,21
p (Nord / Sud)	0,01	< 0.001	0,055	< 0.001	< 0.001	< 0.001	< 0.001	< 0.001	< 0.001	0,019	0,803	< 0.001	< 0.001	0,266

Tableau 4.8 : données climatiques et données relatives à la minéralisation calculée par LIXIM pour les sites du Nord et du Sud de la France, avec la probabilité de différence significative entre le Nord et le Sud pour chaque variable.

* N minéralisé



Figure 4.9 : vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM en fonction de la texture du sol (une lettre différente indique une différence significative au seuil de 5%); les barres représentent les valeurs de l'écart type.

4.3.3. Comparaison entre les vitesses potentielles de minéralisation in situ et in vitro

La vitesse potentielle de minéralisation de l'azote mesurée *in vitro* (en incubation) varie de 0.14 à 1.64 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ (Tableau 4.9). Cette amplitude est semblable à celle obtenue avec $V_P LIXIM$ (entre 0.21 et 1.62 kg.ha⁻¹.jn⁻¹).

Tableau 4.9 : statistiques descriptives des différentes vitesses potentielles de minéralisation calculées avec LIXIM (V_P LIXIM), avec LIXIM en période sans lixiviation (V_P LIXIM 0 lix), en incubation (V_P incub30), avec le formalisme du K2 (V_P K2), avec la vitesse initiale de minéralisation de l'azote calculée en incubation (A_1k_{1N}) et avec la vitesse initiale de minéralisation du carbone calculée en incubation (A_1k_{1C}).

	V _P LIXIM	$V_P LIXIM (0 lix)$	V _P incub30	$V_P K2$	A_1k_{1N}	$V_P\left(A_1k_{1C}\right)$
moy	0,74	0,63	0,47	0,64	0,57	0,74
et	0,31	0,27	0,34	0,30	0,41	0,40
min	0,21	0,17	0,14	0,29	0,14	0,38
max	1,62	1,26	1,64	1,59	1,86	2,14

La relation entre V_P *LIXIM* et V_P *incub30* n'est cependant pas aussi étroite que ce qu'on pourrait attendre (Figure 4.10), malgré un coefficient de détermination satisfaisant ($\mathbf{R}^2 = 0.51$). Les vitesses potentielles de minéralisation moyennes sont assez différentes (0.74 et 0.47 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ pour V_P *LIXIM* et V_P *incub30*, respectivement). La relation montre un biais important qui est responsable de plus de la moitié de l'erreur totale (Tableau 4.10) : V_P *LIXIM* est majoritairement supérieur à V_P *incub30*, sauf pour une partie des sols calcaires où c'est le contraire et les sols limono-sableux (ou avec apport de MO) où on a obtenu la même gamme de valeurs. L'efficience de modélisation est négative (Tableau 4.10), ce qui signifie que l'utilisation de V_P *incub30* pour prédire les valeurs individuelles des V_P *LIXIM* donne de moins bons résultats que l'utilisation d'une valeur moyenne de V_P *LIXIM*.



Figure 4.10 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée en incubation (V_P incub30) et celle calculée in situ avec le programme LIXIM (V_P LIXIM) a) sur toutes la période d'expérimentation, b) seulement sur la période sans lixiviation ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

	$V_P LIXIM =$ f($V_P incub30$)	$V_P LIXIM(0 \text{ lix}) = f(V_P \text{ incub30})$	$V_P LIXIM = f(V_P K2)$	$V_P LIXIM = f(A_1k_1N)$	$V_P LIXIM = f(V_P(A_1k_1C))$
R ²	0,51	0,18	0,31	0,48	0,56
RMSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0,36	0,32	0,30	0,34	0,26
Efficience	-0,16	-0,82	-0,05	0,29	0,57
Biais (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	-0,26	-0,20	-0,10	-0,17	0,01
(Biais) ² (% MSE)	0,54	0,37	0,10	0,25	0,00
SDSD (% MSE)	0,00	0,00	0,00	0,08	0,10
LCS (% MSE)	0,46	0,63	0,90	0,67	0,90

Tableau 4.10 : critères statistiques d'évaluation de la qualité des comparaisons entre les différentes vitesses potentielles de minéralisation.

Dans le chapitre précédent, nous avons montré que la minéralisation *in situ* pouvait être surestimée, en raison d'une surestimation de la lixiviation. Nous avons donc comparé V_P *incub30* avec V_P *LIXIM* calculé en période sans lixiviation (V_P *LIXIM* (*0 lix*)). La relation entre les deux V_P n'est pas améliorée (l'efficience est toujours négative et l'erreur est peu réduite), même si la part du biais dans l'erreur globale diminue (Tableau 4.10 et Figure 4.10). Le R² est nettement plus faible mais cela est dû au nombre plus réduit de parcelles utilisées dans cette relation (45 contre 55 au total). En effet, pour une partie des expérimentations, il n'a pas été possible d'avoir deux phases distinctes avec et sans lixiviation pendant la durée de l'expérimentation au champ. La mauvaise relation entre V_P *LIXIM* et V_P *incub30* n'est donc pas attribuable à l'éventuelle surestimation de la minéralisation calculée avec le programme LIXIM.

Cette corrélation faible entre la vitesse de minéralisation calculée in situ (V_P LIXIM) et celle en laboratoire pourrait aussi venir de l'expression des résultats d'incubation (V_P incub 30) en kg.ha⁻¹ sur une épaisseur fixe de 30 cm. En effet l'épaisseur de la couche minéralisante varie entre les sols et peut être supérieure à 30 cm. Donc le fait de fixer une couche minéralisante commune à tous les sols peut entraîner un biais. Nous avons donc exprimé la vitesse de minéralisation en incubation en kg.ha⁻¹ en utilisant la couche minéralisante optimisée dans le programme LIXIM pour chaque sol. Cela n'améliore pas la relation entre V_P LIXIM et V_P incub ($\mathbb{R}^2 = 0.50$) et le biais est toujours aussi important (résultats non présentés). D'autres causes doivent donc être recherchées pour comprendre ces différences. Il est possible que la méthode d'évaluation de la minéralisation in vitro (en incubation) favorise trop l'organisation nette par rapport à la réalité, due à la préparation « artificialisante » des sols avant l'incubation (tamisage conduisant à une désagrégation partielle et à une libération des petites fractions de matière organique). Une autre explication pourrait être la non linéarité de certaines cinétiques de minéralisation calculées in situ avec LIXIM (Chapitre 3.4) : le calcul d'une vitesse potentielle de minéralisation constante dans ces situations pourrait entraîner un biais. Cependant ce biais éventuel ne concernerait que 16 des 55 parcelles, ce qui ne résoudrait pas la totalité du manque de corrélation entre V_P LIXIM et V_P incub 30 (Figure 4.10).

4.3.4. Comparaison avec le formalisme du K2

La vitesse potentielle de minéralisation de l'azote calculée à l'aide du formalisme du K2 varie entre 0.29 et 1.59 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ (Tableau 4.9). V_P K2 est un meilleur prédicteur de V_P *LIXIM* que V_P *incub30*. En effet, bien que le R² de la relation entre V_P *LIXIM* et V_P K2 soit moins bon, la MSE est plus faible et le biais ne représente plus que 10% de cette erreur (Tableau 4.10). De plus l'efficience du modèle est meilleure, même si elle reste inférieure à zéro. Le faible R² est notamment dû aux sols sableux et calcaires dont la minéralisation azotée *in situ* est mal prédite par le formalisme du K2 (Figure 4.11). Cette constatation est confirmée par la comparaison entre V_P K2 et V_P *incub30*, ce qui prouve que ce n'est pas un artéfact dû au calcul de la minéralisation par le modèle LIXIM.



*Figure 4.11 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée à l'aide du formalisme du K2 (V*_P K2) *et celle calculée a)* in situ *avec le programme LIXIM (V*_P LIXIM) *et b) en incubation (V*_P incub30) *; les barres représentent les valeurs de l'écart type.*

Par exemple $V_P K2$ calculée sur la parcelle de Sabres, sol très sableux et riche en matière organique, est très élevée (1.37 kg.ha⁻¹.jn⁻¹) tandis que celle calculée au moyen de LIXIM ou mesurée en incubation est très faible (0.39 et 0.20 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ pour V_P LIXIM et V_P incub, respectivement). De même le formalisme du K2 prévoit une V_P faible pour les sols à teneur en calcaire élevée, contrairement à ce qui a été calculé pour V_P LIXIM ou V_P incub (Figure 4.11).

Ces résultats suggèrent que l'effet des facteurs pris en compte dans le formalisme du K2 (teneurs en argile et en CaCO₃) est mal simulé et que d'autres variables doivent être prises en compte pour prévoir la minéralisation avec plus de précision. Un premier exemple est donné par l'utilisation des vitesses initiales de minéralisation du carbone et de l'azote calculées en incubation ($A_1 k_{1C}$ et $A_1 k_{1N}$) (Figure 4.12).



Figure 4.12 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée in situ avec le programme LIXIM (V_P LIXIM) et a) la vitesse initiale de minéralisation de l'azote en incubation (A_1k_{1N}) et b) la vitesse potentielle de minéralisation calculée à partir de la vitesse initiale de minéralisation du carbone ($V_P A_1k_{1C}$); les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Ces variables exprimées en mg.kg⁻¹.jn⁻¹ sont très bien corrélées avec V_P LIXIM (r = 0.63 pour $A_1 k_{IN}$ et r = 0.76 pour $A_1 k_{IC}$). $A_1 k_{IN}$ exprimée en kg.ha⁻¹.jn⁻¹ pour une couche de 30 cm (à l'aide de la densité apparente) est bien corrélée avec V_P LIXIM (R² = 0.49) (Figure 4.12). La MSE est plus importante qu'avec $V_P K2$ mais l'efficience est bien meilleure et supérieure à 0 (Tableau 4.10). Il y a un léger biais mais le problème des mauvaises prédictions en sols calcaires et sableux (notamment le site de Sabres) n'est plus aussi important. Une meilleure relation est obtenue en utilisant $A_1 k_{IC}$ pour prédire $V_P LIXIM$ (en calculant $V_P (A_1 k_{IC})$ à l'aide de la régression linéaire entre V_P LIXIM et $A_I k_{IC}$). Le R² est supérieur à la relation avec V_P incub30, la MSE est la plus faible de toutes les relations et il n'y a pas de biais (Tableau 4.10). La différence de gamme de variation (SDSD) est cependant bien plus importante que pour les autres modèles, puisque $V_P(A_1 k_{1C})$ varie de 0.38 à 2.14 kg.ha⁻¹.jn⁻¹, ce qui diffère grandement de l'amplitude de V_P LIXIM (Tableau 4.9 et 4.10). La borne supérieure élevée est due à 2 parcelles dont la minéralisation est fortement surestimée (Figure 4.12). La V_P LIXIM des sols limono-argilo-sableux (22% des parcelles) est cependant très mal prédite par V_P ($A_1 k_{1C}$) car les valeurs mesurées vont de 0.36 à 1.01 kg.ha⁻¹.jn⁻¹, tandis que les valeurs simulées ($A_1 k_{1C}$) ne varient qu'entre 0.40 et 0.53 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ (Figure 4.12). Ces résultats montrent donc que des mesures de cinétiques seules ne sont pas suffisantes et que d'autres informations (relatives au type de sol ou au système de culture) sont nécessaires pour prédire précisément la vitesse potentielle de minéralisation au champ.

4.3.5. Corrélations simples entre V_P LIXIM et V_P incub et les différentes variables explicatives

4.3.5.1. Variables qualitatives

Le précédent cultural n'a pas d'effet significatif sur V_P *LIXIM* et sur V_P *incub*. Il en va de même pour l'anté-précédent. Cependant, contrairement à ce que l'on pourrait penser *a priori*, les parcelles ayant eu une culture de légumineuses ont la vitesse potentielle de minéralisation moyenne la plus faible (Figure 4.13). Le précédent « céréales à paille » correspond à la V_P *LIXIM* moyenne la plus élevée, suivi par le précédent « colza ». La culture de colza se distingue également comme ayant la V_P *LIXIM* moyenne la plus élevée (avec la culture de betterave) des différents antéprécédents (Figure 4.13). Pour V_P *incub*, le précédent cultural « autre » correspond à la valeur la plus élevée. Ce sont des parcelles sans culture précédente (restées en sol nu). De plus ce type de parcelles a la valeur moyenne de V_P *incub* se rapprochant le plus de la valeur moyenne de V_P *LIXIM* (V_P *incub* = 0.74 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ et V_P *LIXIM* = 0.62 kg.ha⁻¹.jn⁻¹) (Figure 4.13). Cela est en accord avec l'hypothèse d'une V_P *incub* plus faible à cause d'un phénomène d'organisation de l'azote minéral associé à la décomposition des résidus de culture et qui serait favorisé par le tamisage du sol.

L'historique cultural exerce un effet très significatif (p < 0.001) sur la vitesse potentielle de minéralisation *in situ*. On constate que les parcelles ayant reçu des amendements organiques réguliers présentent la V_P LIXIM la plus élevée (Figure 4.13). Cet effet significatif de l'histoire culturale se retrouve aussi pour V_P *incub* (p < 0.001), rendant plausible l'hypothèse de l'effet des apports de MO sur l'augmentation de V_P LIXIM.



Figure 4.13 : effet des variables qualitatives sur la vitesse potentielle de minéralisation calculée in situ (V_P LIXIM) et en incubation (V_P incub) avec a) précédent, b) antéprécédent, c) historique cultural ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.
L'incorporation de résidus de légumineuses à graines au sein de la rotation céréalière n'induit pas une V_P plus importante (Figure 4.13). La fréquence des légumineuses dans la rotation (un an sur quatre) n'est sans doute pas assez élevée pour voir un effet significatif sur la minéralisation de l'azote organique du sol. En plus de l'historique « apport de matière organique », V_P *incub* est significativement plus important pour les parcelles ayant eu des betteraves dans leur rotation céréalière (Figure 4.13). La betterave est une culture produisant des résidus de culture verts, riches en azote. Ces résidus restituent de fortes quantités de N organique (en moyenne 100 kg N ha⁻¹) avec de faibles C/N (de l'ordre de 20-30), ce qui semble favoriser la minéralisation ultérieure d'azote organique (J.M. Machet, comm. pers.). Il est important de noter que les parcelles ayant eu des cultures de betterave (correspondant aux sols calcaires) et celles ayant eu des apports de matière organique ont une V_P *incub* moyenne semblable à la V_P *LIXIM* moyenne, contrairement aux autres parcelles où V_P *LIXIM* est largement supérieure à V_P *incub* (Figure 4.13).

L'enfouissement des résidus de la culture précédente n'a pas d'effet significatif sur V_P LIXIM (p = 0.351). Nous avions montré dans le chapitre précédent que l'enfouissement des résidus de récolte pouvait provoquer à court terme un phénomène d'organisation et donc une diminution de la minéralisation nette d'azote. Cet effet n'a pas été observé dans notre base de données, probablement car le suivi des profils d'eau et d'azote a toujours commencé plus de six mois après l'enfouissement des résidus (quand il a eu lieu). Cela a ainsi permis d'éviter la phase d'organisation des résidus. Contrairement à la situation au champ, V_P incub est significativement plus faible (p = 0.037) dans les parcelles dont les résidus de récolte ont été enfouis. Cela va encore dans le sens de l'hypothèse où l'organisation de l'azote minéral est favorisée en incubation suite au remaniement du sol. Il faut cependant noter que les résidus de récolte ont été exportés dans les parcelles ayant les V_P incub30 les plus élevées (celles cultivées en betterave, en sols calcaires ou avec apport de matière organique). Si les parcelles avec apports de matière organique sont retirées de l'analyse, l'effet de l'enfouissement des résidus sur V_P incub n'est plus significatif.

Il ressort de cette première analyse que l'apport de matières organiques exogènes a un effet positif sur la vitesse potentielle de minéralisation de l'azote au champ et en incubation. Il faut donc s'attendre à voir la variable historique cultural ressortir dans les modèles statistiques, comme par exemple un effet négatif du précédent légumineuse et positif du précédent betterave sucrière.

4.3.5.2. Variables quantitatives

Les coefficients de corrélation entre les vitesses potentielles de minéralisation *in situ* et en incubation et les caractéristiques physico-chimiques des sols sont reportés dans le tableau 4.11. Les variables relatives à la matière organique totale du sol (teneurs en C et N organique sur la couche 0-30 cm) montrent les corrélations les plus élevées avec les vitesses potentielles de minéralisation, aussi bien pour V_P *LIXIM* que pour V_P *incub* (Figure 4.14). Deux parcelles se distinguent dans les relations avec le carbone organique et de rapport C/N : Sabres et Montardon. La parcelle de Sabres est un sable noir des Landes et la parcelle de Montardon est un sol de touya (ancienne lande à ajoncs du Sud Ouest de la France). Bien que ces sols soient riches en carbone organique, ils présentent des V_P faibles par rapport aux autres parcelles ayant des teneurs en carbone organique est semblable à celle des autres parcelles (Figure 4.14). Cela explique leur rapport C/N très élevé pour des sols de grande culture (15.3 pour Sabres et 14.8 pour Montardon). Ces parcelles sont certainement d'anciennes zones forestières reconverties récemment en terres agricoles (post révolution agraire après les années 1950), ce qui expliquerait que la matière organique du sol n'ait pas encore atteint l'équilibre (C/N autour de 10). Les faibles V_P mesurées sur ces deux parcelles sont en accord avec l'étude de Springob et Kirchmann (2003) qui ont observé que la minéralisation de l'azote en sol sableux forestier était fortement réduite quand le rapport C/N était supérieur à 15.

Tableau 4.11 : coefficient de corrélation entre les vitesses potentielles de minéralisation calculées avec LIXIM (V_P LIXIM) et en incubation (V_P incub) et les caractéristiques physico-chimiques du sol des parcelles de notre réseau expérimental ; *significatif au seuil de 5%, ** significatif au seuil de 1%, *** significatif au seuil de 0.1%.

Coefficient de	corrélation	Vp LIXIM	Vp incub		
(r)		kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹	mg.kg ⁻¹ .jn ⁻¹		
Α	g.kg ⁻¹	-0.26	-0.38*		
L	g.kg ⁻¹	0.13	-0.06		
S	g.kg ⁻¹	-0.07	-0.14		
$CaCO_3$	g.kg ⁻¹	0.05	0.31*		
C org	g.kg ⁻¹	0.50^{***}	0.79^{***}		
N org (0-30)	g.kg ⁻¹	0.55^{***}	0.82^{***}		
N org (0-60)	g.kg ⁻¹	0.19	0.37^{*}		
<i>C/N</i>		0.21	0.41^{**}		
рН		-0.28	-0.32*		
CEC	cmol+.kg ⁻¹	-0.04	-0.06		
P Olsen	g.kg ⁻¹	0.46^{***}	0.70^{***}		
Hpf	g.kg ⁻¹	0.17	0.20		
НСС	g.kg ⁻¹	0.45^{***}	0.69***		
T Norg 30 cm	t N.ha ⁻¹	0.65^{***}	0.84^{***}		
T Norg 60 cm	t N.ha ⁻¹	0.30^{*}	0.27		

Le stock d'azote organique sur 30 cm est la variable la mieux corrélée avec V_P *LIXIM* et V_P *incub30* (r = 0.65 et 0.84, respectivement). Comme attendu, la teneur en argile granulométrique est corrélée négativement avec la vitesse potentielle de minéralisation, même si la corrélation est peu étroite (Tableau 4.11). De plus cette relation est surtout due aux sols limono-sableux (équivalant aux parcelles avec apport de matière organique) et calcaires qui présentent des V_P élevées et de faibles teneurs en argile (Figure 4.15). La corrélation est également faible pour la teneur en CaCO₃, probablement due au grand nombre de parcelles ayant une teneur inférieure à 1% (37 des 55 parcelles). La teneur en P Olsen est corrélée positivement avec la vitesse de minéralisation, en accord avec les résultats de Parfitt *et al.* (2005). Cela confirme son statut d'indicateur de la fertilité des sols et en particulier celle vis-

à-vis de l'azote. L'humidité à la capacité au champ (H_{CC}) est également très significativement corrélée positivement avec les deux V_P . Cela peut s'expliquer par la bonne corrélation entre H_{CC} et les teneurs en C et N organique (partie 4.3.1), mettant en exergue le caractère de bon indicateur de HCC vis-à-vis de la fertilité du sol pour la minéralisation de l'azote.



Figure 4.14 : relation entre les vitesses potentielles de minéralisation calculées in situ avec LIXIM (V_P LIXIM) et en incubation (V_P incub) et diverses caractéristiques de la matière organique du sol (teneurs en C et N, C/N et stock d'azote organique sur 30 cm).



Figure 4.15 : relation entre les vitesses potentielles de minéralisation calculées in situ avec LIXIM (V_P LIXIM) et en incubation (V_P incub) et diverses caractéristiques physico-chmiques des sols étudiés (argile, CaCO3, P Olsen, Humidité à la capacité au champ (HCC) et pH.

La corrélation entre V_P et pH est faible et à tendance négative (bien qu'une corrélation de type linéaire ne semble pas la mieux adaptée (allure en « U »)). Ceci est contradictoire avec une étude montrant que la minéralisation (surtout la nitrification) est inhibée à pH faible (Jarvis *et al.*, 1996). Ce résultat s'explique par le fait que les sols les plus acides se retrouvent sur les parcelles de Bretagne qui ont reçu des apports de matière organique. Si les parcelles de Bretagne sont retirées de l'analyse, la corrélation entre V_P et pH devient positive (r = 0.38 pour V_P *incub* et r = 0.36 pour V_P *LIXIM*). Il est à noter que les corrélations sont toujours meilleures pour V_P *incub* que pour V_P *LIXIM*. Cela provient probablement d'une variabilité plus grande pour V_P *LIXIM* due à l'hétérogénéité spatiale *in situ* pour les mesures temporelles des stocks d'eau et d'azote minéral du sol. Cela peut également être dû au problème de non linéarité apparente de certaines cinétiques de minéralisation de l'azote *in situ* en fonction des jours normalisés calculés par LIXIM qui amènerait un biais dans le calcul de V_P *LIXIM*.

Tableau 4.12 : coefficient de corrélation entre les vitesses potentielles de minéralisation calculées avec LIXIM (V_P LIXIM) et en incubation (V_P incub) et les caractéristiques biologiques du sol des parcelles de notre réseau expérimental ; *significatif au seuil de 5%, ** significatif au seuil de 1%, *** significatif au seuil de 0.1%.

Coofficient de	nomélation (n)	Vp LIXIM	Vp incub	
Coefficient de C		kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹	mg.kg ⁻¹ .jn ⁻¹	
biomasse	mg.kg ⁻¹	0.63***	0.80^{***}	
$Corg > 50 \mu m$	mg.kg ⁻¹	0.35**	0.63***	
$Norg > 50 \mu m$	mg.kg ⁻¹	0.50^{***}	0.73***	
Métab-auto	mg.kg ⁻¹	0.63***	0.83***	
Métab-tetra	mg.kg ⁻¹	0.48^{***}	0.61***	
biomasse T	t.ha ⁻¹	0.70^{***}	0.80^{***}	
Corg > 50µm T	t.ha ⁻¹	0.45^{***}	0.70^{***}	
$Norg > 50 \mu m T$	t.ha ⁻¹	0.58^{***}	0.77^{***}	
Métab-auto T	t.ha ⁻¹	0.70^{***}	0.84^{***}	
Métab-tetra T	t.ha ⁻¹	0.53***	0.63***	
biomasse %	% Corg	0.08	-0.05	
Corg > 50µm %	% Corg	-0.03	0.11	
Norg > 50µm %	% Norg	0.27^{*}	0.43**	
C/N > 50µm		-0.32*	-0.15	
C/N < 50µm		0.24	0.41^{**}	
Métab-auto %	% Corg	0.32^{*}	0.33^{*}	
Métab-tetra %	% Corg	0.23	0.26	
Alkl C	mg C.kg ⁻¹ .jn ⁻¹	0.76^{***}		
Alkl N	mg N.kg ⁻¹ .jn ⁻¹	0.63***		

Les coefficients de corrélation entre les vitesses potentielles de minéralisation mesurées *in situ* et en incubation et les caractéristiques biologiques des sols sont reportés dans le tableau 4.12. Comme pour les caractéristiques physico-chimiques, V_P *incub* est mieux corrélé avec les variables biologiques que V_P *LIXIM*. La parcelle de Montardon (et dans une moindre mesure celle de Sabres) se singularise à nouveau en sortant du nuage de corrélation avec la fraction de C organique supérieur à 50 µm, le rapport C/N de la fraction inférieure à 50 µm et les métabolites microbiens. La parcelle de Montardon se distingue de la même manière dans la relation avec la fraction N organique supérieure à 50 µm, ce qui explique que la relation entre le C/N de la fraction supérieure à 50 µm et V_P soit semblable à celles des autres sols. Ces 2 parcelles ne se distinguent pas des autres dans la relation V_P / biomasse microbienne. Ces résultats confirment l'hypothèse d'une matière organique non stabilisée dans ces sols.

Nous avons comparé les différentes unités d'expression possibles pour ces variables : mg (C ou N).kg⁻¹, % (C ou N) et t (C ou N).ha⁻¹. L'expression de ces variables en pourcentage de carbone ou d'azote organique dégrade fortement les corrélations avec les deux V_P (Tableau 4.12). Cette dégradation est moins prononcée pour les métabolites microbiens, surtout ceux extraits par autoclavage (Métab-auto). Comme pour l'azote organique, les variables biologiques exprimées en stock sur 30 cm (t.ha⁻¹) présentent les meilleures corrélations avec les vitesses potentielles de minéralisation (Tableau 4.12). Cette constatation est en accord avec les résultats d'Egelkraut et al. (2003) qui ont montré que des caractéristiques du sol (telles que l'argile et l'azote organique) étaient mieux corrélées à la minéralisation in situ quand elles étaient exprimées en stock en prenant en compte la densité apparente du sol. Les métabolites microbiens extraits par autoclavage présentent une meilleure corrélation avec les deux V_P que les métabolites extraits avec le tétraborate (Tableau 4.12). L'extraction au tétraborate étant sensible au pH du sol, l'extraction des métabolites microbiens par autoclavage semble être la technique la plus adaptée et robuste pour estimer la minéralisation de l'azote dans une large gamme de conditions pédologiques. La variable biologique la mieux corrélée avec V_P LIXIM est la vitesse initiale de minéralisation du carbone en incubation (A₁ k_{1C} (Tableau 4.12). La minéralisation du carbone in vitro est mieux corrélée avec la minéralisation de l'azote au champ que V_P incub (r = 0.66) ou $A_I k_{IN}$ (r = 0.63). Cependant, comme souligné dans la partie 4.3.3, l'utilisation de cette variable seule ne permet pas de prédire avec précision V_P LIXIM dans toutes les situations pédoclimatiques étudiées. L'utilisation de modèles statistiques combinant plusieurs variables est donc nécessaire pour obtenir une prédiction fiable et robuste de la minéralisation de l'azote organique au champ (V_P LIXIM).

4.3.6. Modélisation statistique de la minéralisation de l'azote organique du sol

Les modèles présentés ont leurs variables classées par ordre d'importance : la première est celle qui contribue le plus au modèle, la dernière est celle qui apporte le moins d'information (mais qui est quand même significative). Les modèles sélectionnés en données centrées réduites ont été reconvertis en données initiales pour que les coefficients des variables soient directement applicables aux données mesurées.

4.3.6.1. Modèles sélectionnés par Régression Linéaire Multiple (RLM)

Nous avons tout d'abord réalisé une RLM avec les variables utilisées dans le formalisme du K2 (teneurs en argile, CaCO₃ et azote organique) pour expliquer et prédire V_P LIXIM. Le modèle obtenu est le suivant :

$$V_P$$
 in situ = -0.0007 Arg - 0.0003 CaCO₃ + 0.37 Norg + 0.40 (R1)

Ce modèle montre un R² de 0.37, ce qui est semblable à celui du modèle avec les paramètres initiaux mais pour un formalisme et un paramétrage différents (Tableau 4.13 à comparer au Tableau 4.10). L'efficience est améliorée par rapport à V_P K2 ; il n'y a pas de biais mais l'amplitude des V_P LIXIM prédites est plus faible que celle des V_P LIXIM mesurées (Tableau 13). En effet, il n'y a pas de V_P LIXIM simulée inférieure à 0.50 kg.ha⁻¹.jn⁻¹ alors que cela représente 22% des V_P LIXIM mesurées (Figure 4.16). De plus l'erreur de prédiction est assez élevée (MSEP = 0.75), ce qui amène à faire 41% d'erreur par rapport à une quantité minéralisée moyenne d'environ 160 kg.ha⁻¹.an⁻¹ (Tableau 4.13).



Figure 4.16 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM observée et celle prédite à l'aide des paramètres utilisés dans le formalisme du K2 ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

En régression linéaire multiple, le nombre de parcelles utilisées est au maximum de 47 à cause des données manquantes qui obligent à supprimer des individus avec cette méthode. De plus les variables qualitatives n'ont pas pu être utilisées avec cette technique de modélisation statistique. D'une manière générale, la méthode descendante en RLM permet de sélectionner les modèles ayant les meilleures qualités explicatives et prédictives. La méthode ascendante donne de moins bons résultats, même si le nombre de variables sélectionnées est toujours plus faible. Le meilleur modèle sélectionné en RLM avec la méthode descendante est composé de 7 variables (Figure 4.17) :

$$V_P \text{ in situ} = -0.15 Corg + 1.06 Norg + 0.18 CNinf + 0.14 TNorg30 + 0.15 A_1 k_{1C} - 2.71$$
$$POlsen - 0.002 Arg - 0.89 \tag{R2}$$

Tableau 4.13 : critères d'évaluation de la qualité explicative et prédictive des modèles de minéralisation de l'azote obtenus en régression linéaire multiple (RLM) ainsi que les variables sélectionnées dans ces modèles classées en fonction de leur facilité d'acquisition.

Modèle		R 1	R2	R3	R3 R4	
Variables sélectionnées		paramètres	toutes	toutes	faciles à	
dans les modèles (x)		K2	K2 (descendante)		acquérir	
	А	Х	X			
faciles	LS				Х	
	CaCO3	х			Х	
	pH					
	Corg		Х		Х	
	Norg	Х	Х		Х	
	C/N					
	P Olsen		X			
	CEC colbalti					
	Qualitatives					
moins faciles	HCC					
	TNorg30		Х			
	TNorg60					
encore	biomasse					
	Norg > 50 μ m					
faciles	$C/N < 50 \ \mu m$		Х			
	metab auto					
difficiles	A_1k_1C		Х	Х		
R ²		0.37	0.76	0.60	0.49	
DMSE $(lra ha^{-1} in^{-1})$		0.24	0.16 0.25		0.22	
RMSE (kg.na .jn)		0.24	0.10	0.25	0.22	
Efficienc	e	0.37	0.76	0.40	0.49	
Biais (kg	.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.000	-0.019	-0.004	-0.007	
(Biais) ² (% MSE)	0.00	0.01 0.00		0.00	
SDSD (% MSE)		0.25	0.07 0.08		0.18	
LCS (% MSE)		0.75	0.92	0.92	0.82	
MSEP		0.75	0.37	0.44	0.68	
écart type (kg.ha⁻¹.j	e de la prédiction n ⁻¹)	0.27	0.19	0.20	0.25	
% d'errei Nmin mo	ur par rapport à oyen (160 kg.ha ⁻¹)	41%	28%	31%	38%	



Figure 4.17 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM observée et celle prédite par le modèle obtenu en régression linéaire multiple avec toutes les variables (méthode descendante) ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Ce modèle présente un R² de 0.76 tout à fait correct, mais il est légèrement biaisé. Toutefois l'amplitude des valeurs prédites correspond à celle des valeurs observées (Tableau 4.13). La MSEP est égale à 0.37, bien meilleure que celle du modèle avec uniquement les variables retenues dans le formalisme du K2. Ces variables apparaissent néanmoins dans ce nouveau modèle, accompagnées du P Olsen, du stock d'azote organique sur 30 cm ainsi que du rapport C/N de la fraction inférieure à 50 μ m et de la vitesse initiale de minéralisation du carbone *in vitro*. C'est certainement l'ajout de ces deux caractéristiques biologiques qui a permis d'améliorer l'explication et la prédiction de V_P LIXIM. La variable V_P incub ne ressort pas dans ce modèle, remplacée par A_I k_{IC} qui présentait une meilleure corrélation avec V_P LIXIM.

Bien que corrélés positivement avec V_P *LIXIM*, le carbone organique et le P Olsen ont un effet négatif dans ce modèle. Ce manque de logique peut s'expliquer par des effets de compensation entre variables, indiquant le manque de robustesse et le peu de signification fonctionnelle de certains modèles statistiques sélectionnés. Ainsi l'effet négatif du carbone organique pourrait être en réalité une variable compensatrice de certaines fortes valeurs de A_1 k_{1C} .

En méthode ascendante, une seule variable est sélectionnée dans le modèle (Figure 4.18), à savoir A_1k_{1C} selon l'équation suivante :

$$V_P$$
 in situ = 0.24 $A_I k_{IC} + 0.18$ (R3)

Ce modèle présente un moins bon R^2 et une RMSE plus importante que le modèle obtenu en méthode descendante (Tableau 4.13). La vitesse initiale de minéralisation du carbone mesurée *in vitro* explique cependant à elle seule 60% de la variabilité de V_P LIXIM, ce qui est mieux que le modèle avec uniquement les variables retenues dans le formalisme du K2. Il est également meilleur prédicteur que le modèle obtenu en utilisant uniquement les variables faciles d'acquisition (Figure 4.19), à savoir :

$$V_P \text{ in situ} = 1.09 Norg - 0.06 Corg + 0.002 LT + 0.002 ST + 0.001 CaCO_3 - 1.16$$



Figure 4.18 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM observée et celle prédite par le modèle obtenu en régression linéaire multiple avec toutes les variables (méthode ascendante); les barres représentent les valeurs de l'écart type.



Figure 4.19 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM observée et celle prédite par le modèle obtenu en régression linéaire multiple avec les variables faciles d'accès uniquement (méthode descendante) ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Ce modèle explique en effet seulement 49% de la variabilité de V_P *LIXIM* et l'amplitude des valeurs prédites est plus réduite que celle des valeurs observées (Tableau 4.13). L'erreur de prédiction est de 0.68, légèrement meilleure que celle du modèle avec les variables utilisées dans le formalisme du K2. Le calcaire est sélectionné dans ce modèle mais avec un effet positif, en contradiction avec un effet généralement décrit comme protecteur sur la matière organique du sol (Rémy et Marin-Laflèche, 1974 ; Jarvis *et al.*, 1996). Cela pourrait s'expliquer par une correction de l'effet moyen (ici -1.16).

Nous avons vu que la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM était très bien corrélée au stock d'azote organique sur 30 cm. Cette variable apparaît bien dans le meilleur modèle RLM. Nous avons donc essayé d'expliquer et de prédire V_P LIXIM exprimé en kg.t Norg⁻¹.jn⁻¹. Le meilleur modèle obtenu comprend 10 variables, a un R² de 0.72 et une MSEP de 0.56 (Annexe 5). Il est moins bon que ceux obtenus pour V_P LIXIM exprimé en kg.ha⁻¹.jn⁻¹. Il est donc plus intéressant de conserver le stock d'azote organique sur 30 cm dans les variables explicatives afin de prédire avec précision la minéralisation *in situ*.

4.3.6.2. Modèles sélectionnés par PLS (Partial Least Squares regression)

L'ensemble des 55 parcelles a pu être utilisé avec cette technique qui est adaptée aux analyses avec des données manquantes. De plus les variables qualitatives ont pu être intégrées aux variables explicatives. Le meilleur modèle obtenu en PLS est le suivant (Figure 4.20) :

 V_P in situ = 0.26 biomasseT + 0.38 anteprec betteraves + 0.04 TNorg60 + 0.37 prec colza -

 $0.002 \ HCC + 0.28 \ anteprec \ colza + 0.046 \ A_I \ k_{IC} - 0.16 \ histo \ céréales + légumineuses - 2.23 \ Norgsup + 0.21 \ histo \ céréales + MO - 0.16 \ histo \ céréales + betteraves + 0.15 \ anteprec \ légumineuses - 0.008 \ CEC + 0.008 \ MetabautoT + 0.04 \ pH - 0.0002 \ A + 0.42$ (P1)

Ce modèle présente un R² de 0.81 sans biais et une MSEP de 0.17, ce qui correspond à une erreur de 19% sur une quantité minéralisée de 160 kg.ha⁻¹.an⁻¹ (Tableau 4.14). Ce modèle est nettement meilleur que ceux obtenus en RLM, le nombre de variables retenu est cependant important. Les variables sélectionnées diffèrent de celles retenues en RLM : seuls le pH et $A_{l}k_{lc}$ sont en commun. Les caractéristiques biologiques ont une part importante dans le modèle, notamment la biomasse microbienne. Il est important de noter que les unités de ces variables biologiques ne sont pas homogènes : le carbone de la biomasse microbienne et les métabolites « autoclavage » sont exprimés en t C.ha⁻¹ tandis que la teneur en azote de la fraction supérieure à 50 µm est exprimée en pourcentage de l'azote organique total. Des essais préliminaires avaient montré que les trois unités (%, mg.kg⁻¹ et t.ha⁻¹) utilisées séparément donnaient des modèles équivalents en terme d'explication et de prédiction. L'utilisation des unités mixtes a permis un gain significatif en explication et en prédiction. Ces résultats confirment les observations faites avec les corrélations simples entre V_P LIXIM et les variables biologiques (la correction par la densité apparente du sol améliorant la corrélation). Cela confirme aussi le fait que la méthode d'extraction des métabolites microbiens par autoclavage est plus adaptée pour la prédiction de la minéralisation de l'azote dans une large gamme de situations pédoclimatiques que l'extraction au tétraborate.



Figure 4.20 : relation entre la vitesse potentielle de minéralisation calculée par LIXIM observée et celle prédite par le modèle obtenu en PLS avec toutes les variables ; les barres représentent les valeurs de l'écart type.

Dans ce modèle, c'est le stock d'azote sur 60 cm et non pas 30 cm qui est sélectionné. L'utilisation de *TNorg60* au lieu de *TNorg30* a permis une amélioration importante de la qualité explicative et prédictive des modèles statistiques (résultats non présentés). Le *TNorg60* ne ressortait pas en RLM probablement à cause des données manquantes (16 des 55 parcelles pour cette variable). L'humidité à la capacité au champ ressort en négatif dans ce modèle alors qu'elle est corrélée positivement avec V_P *LIXIM* (Tableau 4.11). Cela s'explique probablement par la compensation de A_1 k_{1C} pour les valeurs élevées puisque H_{CC} est bien corrélée avec les variables biologiques et les teneurs en matière organique (C et N) (Tableau 4.6). La CEC apporte une information significative dans ce modèle, bien que sa corrélation avec V_P *LIXIM* soit très faible (Tableau 4.11). La teneur en CaCO₃ est absente de ce modèle, remplacée certainement par le pH et les variables qualitatives relatives à la présence de la betterave dans la rotation.

Les variables qualitatives ont une part importante dans le modèle sélectionné. La présence de betteraves dans la rotation céréalière agit positivement sur V_P *LIXIM*. L'apport régulier de matières organiques favorise la minéralisation, comme cela a été constaté dans les corrélations simples entre variables qualitatives et V_P *LIXIM*. La présence de légumineuses à graines dans la rotation apporte une information significative, positive, bien que son effet simple soit différent. L'antéprécédent légumineuses a un effet positif sur V_P *LIXIM* tandis que la présence de légumineuses dans la rotation céréalière a un effet négatif. L'effet dépressif est en accord avec la plus faible minéralisation trouvée dans les parcelles ayant été cultivées avec des légumineuses. L'effet positif de l'antéprécédent légumineuses peut s'expliquer par une compensation d'effet. Le précédent et l'antéprécédent colza ont un effet significatif positif sur V_P *LIXIM*, comme le laissait supposer leur V_P *LIXIM* élevée par rapport aux autres types de précédents et antéprécédents culturaux (Figure 4.13). Cela peut s'expliquer par la biomasse verte importante produite par cette culture. Le colza perd toutes ses feuilles avant la récolte et

ces feuilles ont des teneurs en azote élevées et donc des C/N relativement bas. Les feuilles de colza sont donc susceptibles de se minéraliser plus rapidement que les pailles de céréales. Les quantités de feuilles perdues durant la culture peuvent être importantes et restituer 50 à 100 kg N.ha⁻¹ au sol (Justes *et al.*, 2000). La majeure partie de cet azote organique est rapidement incorporé dans la MO du sol et favorise la minéralisation ultérieure de l'azote organique du sol. Cette augmentation de la minéralisation de l'azote suite à une culture de colza ne perdure pas sur plusieurs années (effet à court terme), ce qui est confirmé par l'absence de l'historique cultural « rotation céréalière avec colza » dans le modèle obtenu.

La variable V_P *incub* ne ressort pas dans ce modèle ni dans aucun modèle obtenu en PLS. Bien qu'elle soit significativement corrélée avec V_P *LIXIM*, l'information apportée par V_P *incub* a moins d'intérêt pour prédire la minéralisation *in situ* que celle fournie par $A_I k_{IC}$ et les autres variables biologiques (biomasse et métabolites autoclavage), sans doute à cause du biais fort entre V_P *LIXIM* et V_P *incub* pour certains types de sol.

La variable $A_I k_{IC}$ étant la plus difficile à mesurer (incubation de sol pendant 6 mois), nous avons utilisé la PLS en enlevant cette variable. Le modèle obtenu présente des qualités prédictives et explicatives presque équivalentes au modèle avec toutes les variables, puisque le R² passe de 0.81 à 0.80 et la MSEP passe de 0.17 à 0.21 (Tableau 4.14).

Nous avons ensuite réalisé différents essais en enlevant ou en ajoutant des variables selon leur difficulté d'acquisition afin d'évaluer leur importance dans l'explication et la prédiction de V_P *LIXIM* :

- toutes les variables sans les qualitatives (P 2)
- toutes les variables sans les difficiles (variables biologiques) (P 3)
- les variables faciles quantitatives et qualitatives (P 4)
- les variables faciles quantitatives uniquement (P 5)
- toutes les variables sans les faciles (mais avec les qualitatives) (P 6)
- les variables difficiles uniquement (P 7)

Les modèles sélectionnés sont regroupés dans le tableau 4.14. Les équations complètes des modèles ainsi que les graphiques prédits / observés sont reportés en annexe 5. La non prise en compte des variables qualitatives dégrade fortement la qualité explicative et prédictive du modèle (Tableau 4.14, modèle P2) : le R² passe de 0.81 à 0.59 et la MSEP est doublée (0.21 à 0.44). De plus la gamme de variation des valeurs simulées est plus réduite que celle des valeurs observées (SDSD élevé) : les faibles $V_P LIXIM$ (inférieures à 0.50 kg.ha⁻¹.jn⁻¹) sont surestimées, comme pour le modèle obtenu par régression linéaire avec les variables utilisées dans le formalisme du K2 (Tableau 4.13, modèle R1). Le retrait des variables difficiles dégrade bien moins les qualités explicatives et prédictives du modèle obtenu (Tableau 4.13, modèle P3). L'exclusion supplémentaire des variables moins faciles à acquérir (H_{CC} et stock N organique sur 30 et 60 cm) ne dégrade pas trop l'explication mais diminue fortement la qualité prédictive, la MSEP étant de 0.51 (Tableau 4.13, modèle P4). Le modèle sélectionné en utilisant uniquement les variables faciles d'acquisition est le moins bon des modèles sélectionnés en PLS (Tableau 4.13, modèle P5). Bien que les variables sélectionnées diffèrent, ce modèle possède des qualités explicatives et prédictives équivalentes au modèle obtenu en RLM à partir des variables faciles à acquérir (Tableau 4.13, modèle R4). Cela démontre qu'avec des données initiales équivalentes (mêmes variables et même nombre d'individus), les méthodes RLM et PLS donnent des résultats semblables.

1	modèle	P1	P1 (bis)	P2	P3	P4	P5	P6	P7
Variable	s sélectionnées (x)	toutes	toutes sans $A_1 k_1 C$	sans qualitatives	sans difficiles	faciles + qualitatives	faciles	sans faciles	difficiles
faciles	А	Х	Х	Х	Х				
	LS				Х				
	CaCO3				Х				
	pH	х	Х	Х		Х	х		
	Corg								
	Norg					Х	х		
	C/N				Х	Х	х		
	P Olsen						х		
	CEC colbalti	Х	Х	Х	Х				
	Qualitatives	Х	Х		Х	Х		Х	
moins	HCC	Х	Х	Х				Х	
faciles	TNorg30				Х				
	TNorg60	Х	Х	Х	Х			Х	
encore moins faciles	biomasse	х	Х	Х				Х	Х
	Norg > 50 μ m	х	Х	Х				х	
	C/N < 50 µm								Х
	metab auto	Х	Х	Х					
difficiles	A_1k_1C	Х		Х					Х
R ²		0.81	0.80	0.59	0.69	0.67	0.36	0.65	0.60
RMSE (kg	g.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.13	0.14	0.20	0.17	0.17	0.24	0.18	0.20
Efficience		0.81	0.80	0.59	0.70	0.67	0.19	0.65	0.60
Biais (kg.	ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
(Biais) ² (%	6 MSE)	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
SDSD (%	MSE)	0.05	0.06	0.14	0.09	0.10	0.26	0.11	0.13
LCS (% N	ASE)	0.96	0.96	0.88	0.93	0.92	0.74	0.91	0.89
MSEP		0.17	0.21	0.44	0.30	0.51	0.70	0.32	0.40
écart type (kg.ha ⁻¹ .jn	de la prédiction	0.13	0.14	0.20	0.17	0.22	0.26	0.17	0.20
% d'erreu Nmin moy (160 kg.ha	r par rapport à yen a ⁻¹)	19%	21%	31%	25%	33%	39%	26%	29%

Tableau 4.14 : critères d'évaluation de la qualité explicative et prédictive des modèles de minéralisation de l'azote obtenus en en PLS (Partial Least Squares regression) ainsi que les variables sélectionnées dans ces modèles classées en fonction de leur facilité d'acquisition.

Bien que les variables faciles d'accès ne soient pas suffisantes pour prédire avec précision la minéralisation de l'azote au champ, leur retrait provoque une dégradation non négligeable de l'explication et de la prédiction de V_P *LIXIM* (Tableau 4.14, modèle P6). Enfin l'utilisation des variables biologiques (difficiles d'accès) seules aboutit à un modèle de qualité prédictive et explicative intermédiaire, mais présente l'avantage de n'avoir que trois variables ($A_I k_{IC}$, biomasse microbienne en mg.kg⁻¹ et C/N de la fraction supérieure à 50 µm) (Tableau 4.14, modèle P7). Il ressort de ces modèles statistiques que les variables faciles d'accès ne suffisent pas pour prédire correctement la minéralisation de l'azote. Ces variables sont donc nécessaires mais pas suffisantes pour expliquer et prédire la vitesse de minéralisation de l'azote *in situ* (V_P *LIXIM*). Il en va de même pour les variables biologiques.

Les variables qualitatives semblent indispensables, tout comme la connaissance de la densité apparente du sol qui sert au calcul du stock d'azote organique sur 30 et 60 cm. Le meilleur modèle sélectionné présente une erreur de 19% par rapport à une quantité minéralisée moyenne annuelle de 160 kg.ha⁻¹. Cela peut sembler important, mais cette erreur est double du coefficient de variation de la teneur en azote organique (Bruchou et Mary, 2006) et voisine du coefficient de variation de l'azote minéral (entre 15 et 30%) (Mary et Justes, 2001; Bruchou et Mary, 2006). La variabilité spatiale semble donc être une des principales limites à une prédiction précise de la minéralisation de l'azote en condition de champ.

Les modèles d'explication et de prédiction de V_P incub sont meilleurs que ceux obtenus pour V_P LIXIM (annexe 5). Les R² sont tous supérieurs à 0.88 et les MSEP sont inférieures à 0.20. Cela confirme les meilleures corrélations observées entre V_P incub et les variables quantitatives. Cependant comme V_P LIXIM et V_P incub ne sont pas bien corrélées, la minéralisation au champ ne peut être prédite avec précision en utilisant les variables définies pour la prédiction de V_P incub corrigées d'un coefficient comme initialement envisagé. Afin d'essayer de limiter le nombre de variables difficiles d'acquisition dans les modèles, nous avons remplacé la variable V_P incub par ces prédicteurs. Cette substitution a dégradé fortement les qualités explicatives et prédictives des modèles obtenus (résultats non présentés). Cela démontre que V_P incub apporte une information qui ne peut pas être totalement résumée par d'autres variables plus simples à acquérir.

4.4. Discussion générale

Nous attendions une relation plus étroite entre la vitesse potentielle de minéralisation mesurée en incubation et celle déterminée *in situ* avec le modèle LIXIM. Ce résultat pose la question de l'extrapolation des résultats obtenus en conditions contrôlées aux conditions de champ. Les résultats reportés dans la littérature sont contradictoires. Mary *et al.* (1999), Oorts *et al.* (2006) ont obtenu un bon accord entre les résultats d'incubation et ceux de terrain, en utilisant des mesures de masse volumique et en faisant des hypothèses plausibles sur la profondeur de minéralisation. D'autres travaux ont reporté une mauvaise corrélation entre les vitesses de minéralisation observées en incubation et celles calculées *in situ* soit par bilan sous culture non fertilisée (Egelkraut *et al.*, 2003), soit par la méthode des colonnes de sol intactes (Connell *et al.*, 1995).

Différentes hypothèses peuvent être avancées pour expliquer cette mauvaise corrélation entre V_P *LIXIM* et V_P *incub30*. Tout d'abord nous avons montré que l'utilisation de la couche minéralisante optimisée dans le programme LIXIM pour exprimer la vitesse de minéralisation mesurée en incubation en kg.ha⁻¹ n'améliorait pas la relation avec la vitesse de minéralisation calculée *in situ*. Cependant l'utilisation de LIXIM permet seulement une estimation de cette profondeur de minéralisation basée sur la qualité d'ajustement des profils d'eau et d'azote par LIXIM. Cette estimation est donc sujette à l'erreur, ce qui pourrait expliquer que son utilisation pour l'expression de V_P *incub* en kg.ha⁻¹ n'améliore pas la relation avec V_P *LIXIM*.

Cette différence entre V_P *LIXIM* et V_P *incub30* est en partie probablement due aux conditions expérimentales en incubation. Le sol est remanié et tamisé, ce qui peut fractionner les macro-agrégrats et ainsi libérer de la matière organique jusque là protégée de la dégradation (Franzluebbers, 1999). Comme il s'agit dans notre cas de parcelles en grande culture à dominante céréalière, la matière organique libérée a probablement un C/N élevé (résidus de culture) ce qui peut provoquer un phénomène d'organisation de l'azote minéral et donc une diminution de la minéralisation azotée nette *in vitro*.

Une autre source d'erreur pourrait venir de l'estimation de la masse volumique. En effet l'obtention d'une valeur représentative de la parcelle étudiée nécessite des mesures au champ précises et nombreuses pour tenir compte de la variabilité spatiale.

La mauvaise corrélation entre V_P *LIXIM* et V_P *incub30* pourrait également être due à des fonctions température et humidité mal adaptées (incorrectes). En effet la comparaison est basée sur les vitesses et non sur les quantités minéralisées. Une mauvaise normalisation du temps par des fonctions température et humidité inappropriées pourrait donc fausser la comparaison entre la minéralisation calculée en laboratoire et celle mesurée au champ. De plus nous avons utilisé les mêmes lois pour tous les sols (en particulier pour l'humidité), ce qui pourrait introduire une erreur supplémentaire. En effet nous avons vu que la réponse à l'humidité variait grandement entre les sols (Chapitre 1) et l'utilisation d'une fonction unique pourrait aboutir à un calcul de vitesse de minéralisation erroné (aussi bien au champ qu'en incubation).

Enfin la raison la plus plausible est certainement la forte incertitude sur les mesures, aussi bien au champ (variabilité spatiale) qu'en incubation (variabilité due à la méthode de mesure de l'azote minéral). La prise en compte de la variabilité spatiale semble donc indispensable, ce qui pourrait être envisageable en structurant les données mesurées dans l'espace (Bruchou et Mary, 2006).

Cette mauvaise relation entre les vitesses de minéralisation calculées au champ et en laboratoire a aussi une répercussion sur les modèles statistiques de minéralisation de l'azote. Les modèles obtenus pour la minéralisation de l'azote calculée avec la méthode LIXIM diffèrent de ceux obtenus pour la minéralisation de l'azote calculée en incubation, bien qu'ils présentent certaines variables en commun (Annexe 5). Ces résultats sont en accord avec des études précédentes qui ont conclu à une mauvaise prédiction de l'évolution des stocks d'azote minéral au champ à l'aide de modèles paramétrés à partir d'incubations de sol (Cabrera et Kissel, 1988b; Johnson *et al.*, 1999).

Les modèles statistiques obtenus font intervenir des variables déjà retenues dans des études précédentes, même si leur effet diffère parfois de celui reporté dans la littérature. Ainsi la culture de légumineuses à graines a un effet dépressif sur la minéralisation de l'azote calculée par LIXIM. Cela est en contradiction avec plusieurs études qui ont montré une minéralisation de l'azote plus importante quand des légumineuses (trèfle, luzerne et soja) étaient incorporées dans la rotation culturale (Campbell *et al.*, 1991b, Russel *et al.*, 2006). Smith et Sharpley (1990) ont cependant montré que l'incorporation des résidus de légumineuses (luzerne et soja) pouvait réduire la minéralisation nette d'azote en favorisant l'organisation (immobilisation) de l'azote juste après l'incorporation des résidus (suivi par une reminéralisation ultérieure). Une étude récente a conclu que l'effet des légumineuses sur la minéralisation de l'azote variait selon l'espèce considérée (Hall *et al.*, 2006).

L'introduction des variables qualitatives a permis une amélioration importante de la qualité explicative et prédictive du modèle statistique de minéralisation de l'azote. De nombreuses études ont démontré l'effet des pratiques culturales sur les caractéristiques biologiques du sol comme les fractions de matière organique (Cambardella et Elliott, 1992 ; Hassink *et al.*, 1997) ou le stock d'azote organique (Thomsen *et al.*, 2001) et aussi sur la minéralisation de l'azote calculée en incubation (Debosz et Ersboll, 1994 ; Russel *et al.*, 2006) ou au champ (Schomberg *et al.*, 2006). Ces variables relativement faciles d'accès apportent donc une information qui pourrait remplacer celle fournie par certaines variables biologiques quantitatives plus difficiles à acquérir (Tableau 4.13). Le meilleur modèle de prédiction de minéralisation de l'azote est cependant obtenu en utilisant à la fois des variables biologiques et qualitatives.

L'utilisation du stock d'azote organique sur 60 cm (TNorg60) a permis d'améliorer grandement la prédiction de V_P LIXIM par rapport à l'utilisation du stock d'azote organique sur 30 cm (TNorg30). Cela peut paraître surprenant que TNorg60 apporte plus d'information que TNorg30 car la profondeur de minéralisation qui donne les meilleurs résultats de simulation avec LIXIM excède rarement 30 cm (35 cm au maximum). Des incubations de sol prélevé à différentes profondeurs ont cependant montré que la minéralisation de l'azote mesurée sur un sol prélevé à un mètre de profondeur pouvait représenter jusqu'à 15% de la minéralisation d'un sol prélevé en surface (0-20 cm) (Cassman et Munns, 1980 ; Dodd et al., 2000). Cette différence de minéralisation de l'azote mesurée en incubation entre le sol prélevé en surface et celui prélevé en profondeur s'explique par le plus faible stock d'azote organique en profondeur. En effet, Roelcke et al. (2002) ont montré que la minéralisation azotée mesurée en incubation exprimée en pourcentage de l'azote organique était pratiquement équivalente entre les couches 0-30 et 30-60 cm d'un sol agricole limoneux mais plus faible pour la couche 60-90 cm. Rovira et Vallejo (1997) ont constaté que la minéralisation de résidus enfouis dans des sacs à 20 cm de profondeur était équivalente à celle de résidus enfouis à 40 cm. Il est donc probable que la matière organique du sol se minéralise en dessous de la couche labourée (20 à 30 cm). L'utilisation de TNorg60 pourrait donc permettre de rendre compte de cette minéralisation en profondeur qui est très dépendante de la teneur en azote du sol. Il est également possible que la variable la plus pertinente corresponde à une profondeur intermédiaire entre 30 et 60 cm, comme 45 cm par exemple (TNorg45).

La capacité d'échange cationique effective (mesurée par la méthode cobaltihexammine) n'est pas un paramètre classiquement utilisé dans les modèles de prédiction de la minéralisation de l'azote. Côté *et al.* (2000) attribuent son effet négatif sur la minéralisation de l'azote à sa corrélation positive avec la teneur en argile, qui a elle-même un effet dépressif sur la minéralisation de l'azote. Ils considèrent qu'il n'y a pas d'explication fonctionnelle (biologique) à cette relation. La CEC augmente cependant avec le degré d'humification de la matière organique du sol (Baize, 1988). Une CEC élevée pourrait donc être un indicateur d'une nature de matière organique plus stabilisée et donc d'une minéralisation de l'azote organique plus faible.

Les vitesses initiales de minéralisation du carbone et de l'azote en incubation ($A_I k_{IC}$ et $A_I k_{IN}$) sont les variables les mieux corrélées avec V_P LIXIM. Cependant seul $A_I k_{IC}$ ressort significativement dans les modèles statistiques (RLM et PLS). Les études précédentes sur ces paramètres avaient essentiellement portées sur l'azote ($A_I k_{IN}$), concluant que c'était le meilleur paramètre (biologique) pour différencier les effets des rotations culturales et des systèmes de culture sur la minéralisation de l'azote (Campbell *et al.*, 1991a, 1991b ; Simard et N'dayegamiye, 1993). Dans notre étude, $A_I k_{IC}$ est mieux adapté que $A_I k_{IN}$ pour prédire la minéralisation de l'azote calculée avec LIXIM. Cela pourrait résulter de la moindre variabilité de la mesure de la minéralisation du carbone par rapport à celle de l'azote. En effet la mesure de la minéralisation du carbone que nous avons utilisée (piégeage du CO₂ dans la soude) s'effectue sur le même échantillon de sol tout au long de l'expérimentation. Ce n'est pas le cas pour la mesure de la minéralisation de l'azote car la technique choisie (extraction de l'azote minéral) nécessite un échantillon différent à chaque date de mesure (méthode destructive), ce qui augmente la variabilité de la mesure de la mesure de la variabilité de la mesure de la mesure de la variabilité de la mesure de la variabilité de la mesure de la variabilité de la mesure de la variabilite de l'azote car la technique choisie (extraction de l'azote minéral) nécessite un échantillon différent à chaque date de mesure (méthode destructive), ce qui augmente la variabilité de la mesure de $A_I k_{IN}$.

Cette meilleure explication de la minéralisation de l'azote *in situ* par $A_I k_{IC}$ pourrait aussi être expliqué par l'hypothèse du pilotage de la minéralisation azotée par le carbone (Parton *et al.*, 1987 ; Kätterer et Andren, 2001 ; Pansu et Thuriès, 2003). Si cette relation semble bien établie pour les résidus de culture (Nicolardot *et al.*, 2001), elle reste à confirmer pour la minéralisation de la matière organique humifiée. Plusieurs auteurs ont montré sur des incubations de sol que la minéralisation du carbone, qui est un flux brut, n'avait pas de relation avec la minéralisation nette de l'azote mais avec la minéralisation brute (Hart *et al.*, 1994b ; Giardina *et al.*, 2001). Ces conclusions sont à vérifier *in situ*, sachant que la mesure de la minéralisation brute reste laborieuse en condition de champ. Comme d'autres auteurs, nous avons constaté que les différents pool de carbone du sol (C organique total, biomasse microbienne, métabolites microbiens et fraction supérieure à 50 µm) apportaient une information significative pour la prédiction de la minéralisation de l'azote (Côté *et al.*, 2000 ; Parfitt *et al.*, 2005), ce qui confirme la relation étroite entre la minéralisation du carbone et la minéralisation nette de l'azote.

Les meilleurs modèles statistiques sélectionnés dans cette étude expliquent 76% (RLM) et 81% (PLS) de la vitesse potentielle de minéralisation. Le nombre de variables utilisées est cependant important : 7 pour le modèle obtenu en RLM et 12 pour celui obtenu avec la PLS. Bien que nous ayons constaté une plus forte variabilité de la minéralisation au champ que certains auteurs au laboratoire, nos modèles de minéralisation de l'azote sont plus explicatifs. Ainsi Connell *et al.* (1995) expliquent 56% de la minéralisation de l'azote en incubation à l'aide d'un modèle obtenu en régression linéaire à 14 variables comprenant entre autre les teneurs en C et N, le C/N, les teneurs en argile, limon et sable et le pH. Gonzalez-Prieto et Villar (2003) proposent un modèle à 4 variables (sables grossiers, pouvoir tampon, CEC et N organique) qui explique 57% de la minéralisation de l'azote. La qualité explicative de ce modèle est comparable à celle des modèles que nous avons obtenus en n'utilisant que les variables faciles d'accès. La prise en compte du précédent cultural en plus de la texture et de l'azote total a permis à Debosz et Ersboll (1994) de proposer un modèle expliquant 62% de la minéralisation de l'azote. Le vitual dans l'explication et la prédiction de la minéralisation de l'azote. Le

modèle de minéralisation de l'azote d'un sol de prairie proposé par Simard et N'dayegamiye (1993) comprend 5 variables (teneur en argile, C, N, P et pH) et présente un R² de 0.78. Ce modèle semble *a priori* plus intéressant que les nôtres car pour une explication équivalente, il ne comprend que 5 variables (comparées aux 7 ou 12 variables de nos modèles). Les conditions expérimentales sont cependant très différentes des nôtres (sol de prairie en incubation contre sol cultivé *in situ*) et il est probable que ce modèle ne soit pas adapté à la minéralisation de l'azote *in situ* dans une large gamme de situations en grande culture. De plus, nous n'avons aucune information sur la qualité prédictive de ce modèle : il est bien adapté pour décrire la minéralisation de l'azote sur les sols étudiés (20 sols en prairie permanente) mais sa robustesse dans une large gamme de situations reste à démontrer.

Les modèles statistiques que nous proposons sont donc très satisfaisants en comparaison de ceux reportés dans la littérature pour expliquer la minéralisation de l'azote *in situ* dans une gamme étendue de pédoclimats et de systèmes de culture. Leur qualité prédictive évaluée par validation croisée (MSEP) est également satisfaisante. Une validation indépendante des modèles que nous proposons à l'aide de nouvelles données (calcul de la minéralisation de l'azote par LIXIM sur d'autres parcelles) est cependant indispensable avant toute proposition de modification du formalisme des modèles existants et une extrapolation de nos résultats à une large échelle.

4.5. Synthèse des résultats et conclusion partielle

En conclusion, les principaux résultats de cette étude sont les suivants :

- Dans la large gamme de conditions pédoclimatiques étudiées, la vitesse potentielle de minéralisation estimée *in situ* avec la méthode LIXIM est faiblement corrélée avec celle mesurée en incubation ($\mathbb{R}^2 = 0.51$, biais important avec V_P *incub* < V_P *LIXIM*).
- L'utilisation du formalisme du K2 (argile, CaCO₃ et quantité d'azote organique) pour le calcul de la vitesse potentielle de minéralisation *in situ* n'entraîne pas de biais significatif mais l'explication n'est pas satisfaisante (R² =0.31), surtout pour les sols sableux et calcaires.
- La vitesse initiale de minéralisation du carbone en incubation (A_1k_1C) explique mieux V_P *LIXIM* que V_P *incub*, même si l'utilisation de cette variable seule ne suffit pas à expliquer correctement la minéralisation de l'azote au champ.
- La méthode PLS permet de proposer des modèles statistiques ayant une meilleure qualité prédictive et explicative que la méthode RLM car :
 - \checkmark les variables qualitatives relatives au système de culture peuvent être prises en compte
 - ✓ les parcelles ayant des données manquantes ne sont pas supprimées lors de l'analyse, ce qui augmente la variabilité de la base de données de départ et donc améliore la robustesse du modèle obtenu.

- Les variables qualitatives améliorent grandement la qualité prédictive des modèles et semblent indispensables à l'obtention d'un modèle de prédiction de la minéralisation de l'azote fiable.
- La teneur en azote organique et les variables biologiques exprimés en stock (t.ha⁻¹) explique une part importante de la variabilité dans les modèles de prédiction de minéralisation de l'azote.
- Le stock d'azote organique sur 60 cm apporte plus d'information et permet une meilleure prédiction de la minéralisation de l'azote *in situ* que le stock d'azote organique sur 30 cm. La minéralisation pourrait donc être significative sous la couche labourée pour certains types de sol.

 \rightarrow Donc la mesure précise de la densité réelle du sol (terre fine) est indispensable pour prédire la minéralisation *in situ*.

- Les variables retenues habituellement pour prédire la minéralisation de l'azote (argile et CaCO₃) sont sélectionnées dans les modèles proposés, même si leur importance est moindre qu'attendu initialement.
- Les variables biologiques exprimées en t.ha⁻¹ (corrigées de la densité du sol) sont bien corrélées avec la minéralisation de l'azote calculée par LIXIM et contribuent grandement au modèle de prédiction de cette minéralisation. L'utilisation des variables biologiques seules n'est cependant pas suffisante pour une prédiction satisfaisante de la minéralisation de l'azote en conditions de champ.

Deux types d'utilisation des modèles proposés peuvent être envisagés.

• intégration comme module de la minéralisation du sol dans des modèles sol – plante à vocation de recherche (comme STICS) afin d'améliorer la prédiction du fonctionnement du système de culture.

 \rightarrow Dans ce cadre le modèle P1 obtenu en PLS (Tableau 4.14) semble le plus approprié car il permet la meilleure explication et prédiction de la minéralisation de l'azote *in situ* pour la vaste gamme de situations étudiées.

• Utilisation dans des outils d'aide à la décision pour calculer la fertilisation azotée nécessitant une méthode simple et robuste de prédiction de la minéralisation de l'azote *in situ*.

→ ici le modèle P3 obtenu en PLS (Tableau 4.14) serait plus adapté car il ne nécessite pas l'acquisition de variables biologiques et est donc plus facile à renseigner que le modèle P1, tout en conservant des qualités explicatives et surtout prédictives très satisfaisantes. La modèle P3 est surtout significativement meilleur que le modèle K₂pot servant de référence pour le calcul des fournitures du sol et de la fertilisation azotée des grande culture.

Conclusion générale et perspectives

Synthèse des résultats

Le calcul de la variable à expliquer (vitesse potentielle de minéralisation *in situ*) au moyen du modèle de calcul LIXIM est robuste dans la gamme de situations pédologiques et climatiques étudiées.

- Le calcul de la quantité d'azote minéralisé par bilan dynamique au moyen du programme de calcul LIXIM s'est avéré bien adapté pour l'ensemble des parcelles de notre étude, même si une légère tendance à la surestimation de la lixiviation a été supposée. De plus, un calcul correct de la minéralisation de l'azote *in situ* avec LIXIM, en conditions fortement irriguées en été, nécessite la mesure ou l'estimation précise de la quantité d'azote perdu par dénitrification, perte qui peut être importante. Enfin cette minéralisation *in situ* estimée en sol nu se situe dans les mêmes ordres de grandeur que celle calculée sous couvert végétal non fertilisé, ce qui indique que la minéralisation calculée par LIXIM est probablement réaliste.
- Le modèle de minéralisation du programme de calcul LIXIM qui considère une vitesse de minéralisation de l'azote constante pour une température et une humidité de référence (cinétique de minéralisation en temps normalisé linéaire) est acceptable pour la gamme de situations étudiées malgré quelques problèmes de linéarité observés sans explication plausible sur une partie des parcelles du site d'Auzeville.
- La modélisation de la réponse de la minéralisation à la température par une fonction de type logistique est plus appropriée que les fonctions exponentielles couramment utilisées (Q_{10}), notamment pour les températures élevées variant de 25°C à 35°C.
- La réponse de la minéralisation à l'humidité varie probablement assez fortement entre les sols, ce qui rend difficile la détermination d'une fonction adaptée à tous les types de sols. La fonction humidité retenue permet cependant d'obtenir une cinétique de minéralisation en temps normalisé linéaire pour la plupart des sols étudiés, quelque soit le pédoclimat, car sa sensibilité est plus faible que pour la fonction température. Un travail spécifique reste donc à réaliser sur l'effet de l'humidité.
- La prise en compte de l'interaction entre la température et l'humidité n'améliore pas la modélisation de la réponse de la minéralisation à la température et à l'humidité. Nous considérons donc qu'il n'y a pas d'interaction significative pour le calcul du temps normalisé, comme sous-tendu dans le formalisme de calcul.
- Les fonctions température et humidité utilisées permettent d'expliquer sans biais rédhibitoire les variations brutales de température et d'humidité indiquant qu'il est peu probable que des phénomènes de flush de minéralisation se produisent après plusieurs cycles dessiccation humectation en conditions de champ pour des pédoclimats français, y compris en zone méditerranéenne.
- Le modèle linéaire semble le mieux adapté pour décrire les cinétiques de minéralisation de l'azote organique du sol calculées *in situ* par le programme LIXIM en fonction du temps normalisé, même si certaines cinétiques ont une allure curvilinéaire que nous n'avons pas pu expliquer et dont une part de biais peut être due à la variabilité spatiale de la teneur en azote minéral et organique du sol.

Les modèles statistiques sélectionnés prenant en compte des variables physicochimiques, biologiques et relatives à l'histoire culturale de la parcelle (système de culture) permettent une bonne explication de la variabilité des vitesses potentielles de minéralisation calculées sur les parcelles de notre réseau expérimental. De plus, ces modèles présentent également une qualité prédictive satisfaisante, évaluée par validation croisée, ce qui permet d'envisager leur utilisation à brève échéance.

- La vitesse de minéralisation de l'azote organique mesurée *in vitro* en incubation n'est pas suffisamment bien corrélée avec la vitesse de minéralisation de l'azote calculée *in situ* pour pouvoir l'expliquer et la prédire de manière satisfaisante.
- Le formalisme du K2 utilisé dans le modèle STICS (qui est représentatif de celui utilisé dans d'autres modèles largement diffusé en France) n'est pas adapté pour prédire la minéralisation de l'azote *in situ* dans toutes les conditions étudiées, notamment les sols sableux et certains sols calcaires. De plus, les effets de l'argile et du CaCO₃ ne sont pas aussi pertinents pour une large gamme de sols qu'initialement paramétrés dans les modèles généralement utilisés en France.
- Les modèles sélectionnés à partir de variables faciles à acquérir (analyses classiques de sol) ne permettent pas une explication et une prédiction satisfaisante de la minéralisation de l'azote organique en conditions de champ (ni en incubation).
- L'utilisation de variables qualitatives relatives à l'historique cultural de la parcelle et au système de culture ainsi qu'au stock d'azote organique (teneur corrigée de la densité apparente du sol) améliore très significativement la qualité explicative mais surtout prédictive des modèles statistiques de minéralisation de l'azote *in situ* retenus.
- L'utilisation de variables biologiques (carbone de la biomasse, vitesse de minéralisation initiale du carbone *in vitro*) améliore également les modèles de minéralisation de l'azote mais sont difficiles à acquérir, ce qui ne va pas dans le sens d'un modèle facile à renseigner. Le rapport coût d'acquisition / gain d'information doit donc être évalué pour choisir le (ou les) modèle(s) les mieux adaptés pour l'aide à la décision.

Perspectives de recherche

La première suite à donner à cette étude est la validation indépendante des modèles de minéralisation de l'azote organique sélectionnés par analyse statistique. En effet la méthode de validation croisée (MSEP) permet une estimation de la qualité prédictive des modèles sans pour autant pouvoir déterminer la robustesse et le réel domaine de validité des modèles sélectionnés et retenus. Avant de proposer des modifications du formalisme des modèles existants (STICS, AZOFERT), nos modèles doivent être confrontés à des nouvelles données (minéralisation calculée au moyen de LIXIM mais sur de nouvelles parcelles ayant des caractéristiques différentes). Le choix des nouvelles parcelles doit être réfléchi afin de lever les doutes sur les possibles confusions d'effets liées à notre base de données. Ainsi il serait judicieux de disposer de sites de texture limono-sableuse (en Bretagne et ailleurs) n'ayant pas reçu régulièrement de matières organiques exogènes, ainsi que des sols calcaires n'ayant pas eu de culture de betterave, et inversement. Cela permettrait de découpler les effets et de voir si

ces variables sont toujours aussi pertinentes pour prédire la minéralisation de l'azote. Il serait également important que le jeu de données de validation comporte des situations peu représentées dans notre base de données, comme les sols sableux ou des système de culture avec la culture du colza comme tête de rotation afin de pouvoir confirmer son impact positif sur la vitesse de minéralisation de l'azote *in situ*.

Les modèles statistiques pourront également être affinés. Par exemple, la vitesse initiale de minéralisation du carbone in vitro (A_1k_{1C}) est une variable apportant une grande part d'explication de la variabilité dans les modèles mais qui est difficile d'acquisition (incubation de 6 mois). Une solution pourrait être de prédire les valeurs de $A_{1}k_{1C}$ à l'aide de variables plus faciles d'accès et de le remplacer par ces variables dans le modèle de prédiction de la minéralisation de l'azote. La simplification de la méthode d'acquisition de $A_{I}k_{IC}$ pourrait être également une solution envisageable (calcul du temps d'incubation minimal pour obtenir une précision suffisante de la valeur de cette variable à une température supérieure de 28°C par exemple). D'autres variables biologiques apportent une information significative (biomasse microbienne, fractionnement de la MO, « métabolites microbiens ») et sont actuellement plus ou moins difficiles d'accès. A l'aide du jeu de données de validation, le choix de la (ou les) variable(s) biologique(s) améliorant le plus la prédiction de la minéralisation de l'azote organique pourra être réalisé en calculant un ratio correspondant à l'effort d'acquisition / gain de prédiction. Cette démarche permettrait de choisir la variable biologique sur laquelle des efforts pourraient être portés (normalisation de la technique) pour qu'elle soit mesurée en routine par les laboratoires d'analyses de sol, la rendant ainsi plus facile d'accès.

D'autres méthodes de modélisation statistiques pourraient être testées, comme la technique du réseau de neurones. Un premier essai a été réalisé sur nos données. L'utilisation de quatre variables (argile, CaCO₃, teneur en azote organique et stock d'azote organique sur 30 cm) a permis l'explication de 86% de la variabilité de la vitesse potentielle de minéralisation calculée *in situ* avec LIXIM, avec une erreur de prédiction (MSEP) estimée à 0.25. Cette méthode aboutit à un modèle aussi performant que ceux que nous avons proposé mais avec moins de variables. Le réseau de neurones présente cependant certains inconvénients :

- Il ne permet pas de prendre en compte les individus avec des données manquantes.
- Il ne propose pas de méthode de sélection de variables, elles doivent être choisies *a priori*.
- Le modèle de sortie est difficilement interprétable, car certains termes du modèle sont des combinaisons non linéaires des variables d'entrée.

Cela reste cependant une piste de recherche intéressante une fois les problèmes énoncés ci-dessus résolus.

Nous avons montré que le calcul de la vitesse de minéralisation de l'azote au moyen du programme LIXIM n'était pas toujours aussi précis que souhaité. Plusieurs pistes de recherche sont envisageables pour améliorer ce calcul et réduire l'erreur sur l'estimation de *Vp LIXIM*. Tout d'abord, il est nécessaire de poursuivre les travaux sur les effets de l'humidité sur la minéralisation de l'azote. Un seul sol a été testé lors de cette étude, il est donc nécessaire d'étendre le domaine de validité. La capacité de rétention en eau d'un sol étant fortement liée à sa texture et sa teneur en matière organique, les sols étudiés devront avoir des textures les plus différentes possibles (sable et argile), croisées avec des teneurs en

matière organique contrastées (riche / pauvre en MO). Cela permettrait de balayer une large gamme de réponses de la minéralisation à l'humidité et peut être de trouver les facteurs explicatifs de la variabilité de cette réponse (teneur en argile et en MO, type / nature de la MO, autre variable, ...) afin de les intégrer dans la fonction humidité.

Ensuite, le calcul de la lixiviation avec le programme LIXIM doit être mieux validé pour les différents types de sol car nous avons supposé une légère tendance à la surestimation, ce qui induit en conséquence une sur-estimentation de la minéralisation nette. De plus le calcul de la minéralisation avec LIXIM pourrait être mis en défaut dans les conditions climatiques du Sud de la France (fortes précipitations estivales) sans mesure concomitante de dénitrification ou d'estimation de la proportion d'eau infiltrée lors de précipitations intenses. Des études en lysimètre semblent les plus appropriées pour résoudre les erreurs supposées de calcul de la lixiviation mais sont difficiles à mettre en place dans un nombre conséquent de situations. La technique des colonnes de sol intactes avec résines échangeuses d'ions pourrait représenter une alternative intéressante car elle semble plus facile à mettre en place qu'une étude en lysimètre, même si la somme de travail reste importante. De plus, le problème de l'estimation des pertes gazeuses n'est pas davantage résolu avec ce type de méthode. Là encore le choix des sites devra être réalisé avec soin pour disposer de situations contrastées, l'accent devant être mis sur les sols sableux, puisque c'est avec ce type de sol que nous avons obtenu les moins bons ajustements des profils d'eau et d'azote avec LIXIM.

Nous avons montré que la dénitrification pouvait représenter une perte d'azote importante quand les apports d'eau sont importants et la température élevée. Il est donc nécessaire de prendre la précaution de mesurer ou d'estimer les pertes azotées par dénitrification dans les situations « à risque » que sont les cultures irriguées en été ou les parcelles en climat méditerranéen (forts orages en été). Il est donc important de pouvoir disposer de modèles fiables d'estimation de la dénitrification (au pas de temps *ad hoc*) car la dénitrification est un phénomène très fugace.

La profondeur de minéralisation est un paramètre critique dans le calcul de la minéralisation de l'azote. Nous avons émis l'hypothèse que sa mauvaise estimation pouvait être une des causes de la non concordance étroite entre les vitesses de minéralisation calculées *in situ* avec LIXIM et celles mesurées en incubation. Il serait donc utile de disposer d'une méthode plus précise d'estimation de cette profondeur de minéralisation (détermination de profils d'activité microbienne, estimation à partir du profil de teneur en azote du sol ou de diffusion de l'oxygène).

Enfin, bien que nous connaissions l'erreur de mesure des données d'entrée (teneur en eau et en azote), nous ne disposons d'aucune estimation fiable de l'erreur du calcul de la minéralisation due au programme LIXIM. Ainsi, nous n'avons pas assorti la valeur de vitesse potentielle de minéralisation calculée avec LIXIM d'une plage d'incertitude autre que l'écart type de la régression, qui est très dépendant du nombre de mesure de la cinétique. Une solution aurait été de réaliser le calcul bloc répétition par bloc répétition, mais compte tenu de la variabilité spatiale à très courte distance observée (quelques centimètres à quelques décimètres) cette solution simple n'est pas satisfaisante (Bruchou et Mary, 2006). En effet, il est difficile de s'assurer que l'on ne mesure pas davantage la variation spatiale que la variation temporelle, phénomène que l'on cherche à déterminer. Les ajustements réalisés bloc par bloc se sont avérés nettement moins robustes que ceux obtenus avec la moyenne des blocs répétition. L'estimation de l'erreur due au calcul de la minéralisation avec LIXIM pourrait, par exemple, nous permettre de donner moins de poids dans la modélisation statistique à une

vitesse potentielle de minéralisation entachée d'une erreur importante bien que cela ne soit pas aussi simple sur le plan statistique et de l'analyse des résultats. La méthode « bootstrap » semble plus appropriée pour estimer cette erreur. Elle consiste à générer aléatoirement un nombre important de données d'entrée à partir de combinaison aléatoire des répétitions des données d'entrée et de calculer une vitesse de minéralisation avec chaque jeu de données d'entrées. La variabilité de la vitesse potentielle de minéralisation (variable de sortie) pourrait alors être estimée. Toutefois pour obtenir un résultat acceptable, la technique bootstrap nécessite la création de plusieurs dizaines de milliers de jeu de données initiales aléatoires. Un travail de programmation important doit donc être réalisé afin d'utiliser cette technique avec le programme LIXIM, temps dont nous n'avons malheureusement pas pu disposer durant ce travail de thèse. Ce travail pourrait cependant être utile pour évaluer l'intervalle de confiance de la minéralisation calculée avec LIXIM, et pourrait permettre de mieux juger la fiabilité et la robustesse de ce calcul.

A travers l'acquisition de nombreuses références de minéralisation de l'azote humifié *in situ* dans une large gamme de pédoclimats et de systèmes de grande culture, ce travail de thèse a permis de proposer des voies d'amélioration de la prédiction de la minéralisation de l'azote dans les sols français. Les modèles de prédiction de la minéralisation de l'azote *in situ* proposés pourront être utilisés dans des modèles « de recherche » ou des outils d'aide à la décision, en fonction des variables sélectionnées. Ils pourraient ainsi contribuer à l'amélioration de la gestion de la fertilisation azotée en grande culture, par une meilleure prévision de la fourniture d'azote minéral par le sol suite à la minéralisation de l'azote organique, communément appelé humus du sol.

Références bibliographiques

- Abadin J, Gonzalez-Prieto SJ, Sarmiento L, Villar MC, et Carballas T (2002) Successional dynamics of soil characteristics in a long fallow agricultural system of the high tropical Andes. *Soil Biology & Biochemistry* 34: 1739-1748
- Abbasi MK et Adams WA (2000) Gaseous N emission during simultaneous nitrificationdenitrification associated with mineral N fertilization to a grassland soil under field conditions. *Soil Biology & Biochemistry* 32: 1251-1259
- Addiscott TM (1983) Kinetics and temperature relationships of mineralization and nitrification in Rothamsted soils with differing histories. *Journal of Soil Science* 34: 343-353
- Agele S, Ewulo B, et Oyewusi I (2005) Effects of Some Soil Management Systems on Soil Physical Properties, Microbial Biomass and Nutrient Distribution Under Rainfed Maize Production in a Humid Rainforest Alfisol. *Nutrient Cycling in Agroecosystems* 72: 121-134
- Agren, G. I. et Bosatta, E. (2002) Reconciling differences in predictions of temperature response of soil organic matter. *Soil Biology & Biochemistry* 34: 129-132
- Andren O et Paustian K (1987) Barley straw decomposition in the field: a comparison of models. *Ecology* 68: 1190-1200
- Andren, O., Steen, E. and Rajkai, K. (1992) Modeling the Effects of Moisture on Barley Straw and Root Decomposition in the Field. *Soil Biology & Biochemistry* 24: 727-736
- Andriulo A, Guerif J, et Mary B (1999) Evolution of soil carbon with various cropping sequences on the rolling pampas. Determination of carbon origin using variations in natural 13C abundance. *Agronomie* 19: 349-364
- Appel T (1998) Non-biomass soil organic N -the substrate for N mineralization flushes following soil drying-rewetting and for organic N rendered CaCl₂-extractable upon soil drying. Soil Biology & Biochemistry 30: 1445-1456
- Appel T et Xu F (1995) Extractability of N-15-Labeled Plant Residues in Soil by Electroultrafiltration. *Soil Biology & Biochemistry* 27: 1393-1399
- Aulakh MS, Rennie DA et Paul EA (1982) Gaseous nitrogen losses from cropped and summer-fallowed soils. *Canadian Journal of Soil Science* 62: 187-196
- Baize D (1988) Guide des analyses pédologiques. INRA éditions, Paris, pp 1-257
- Balesdent J et Recous S (1997) Les temps de residence du carbone et le potentiel de stockage de carbone dans quelques sols cultivés français. *Canadian Journal of Soil Science* 77 : 187-193
- Barbhuiya AR, Arunachalam A, Pandey HN, Arunachalam K, Khan ML, et Nath PC (2004) Dynamics of soil microbial biomass C, N and P in disturbed and undisturbed stands of a tropical wet-evergreen forest. *European Journal of Soil Biology* 40: 113-121

- Beauchamp E, Reynolds W, Brasche-Villeneuve D, et Kirby K (1986) Nitrogen mineralization kinetics with different soil pretreatments and cropping histories. Soil Sci Soc Am J 50: 1478-1483
- Bechtold SJ et Naiman RJ (2006) Soil texture and nitrogen mineralization potential across a riparian toposequence in a semi-arid savanna. *Soil Biology & Biochemistry* 38: 1325-1333
- Benbi D, Biswas C, et Kalkat J (1991) Nitrate distribution and accumulation in an Ustochrept soil profile in a long term fertilizer experiment. *Fertilizer Research* 28: 173-177
- Bertrand I, Delfosse O et Mary B (2006) Carbon and nitrogen mineralization in acidic, limed and calcareous agricultural soils: apparent and actual effects. *Soumis à Soil Biology & Biochemistry*.
- Bradbury NJ, Whitmore AP, Hart PBS, et Jenkinson DS (1993) Modeling the Fate of Nitrogen in Crop and Soil in the Years Following Application of N-15-Labeled Fertilizer to Winter-Wheat. *Journal of Agricultural Science* 121: 363-379
- Bremner J (1965) Nitrogen Availability indexes. In: Black C (ed) *Methods of soil analysis*. American Society of Agronomy, Madison WI, pp 1324-1345
- Brisson N, Mary B, Ripoche D, Jeuffroy MH, Ruget F, Nicoullaud B, Gate P, Devienne-Barret F, Antonioletti R, Durr C, Richard G, Beaudoin N, Recous S, Tayot X, Plenet D, Cellier P, Machet JM, Meynard JM, et Delecolle R (1998) STICS: a generic model for the simulation of crops and their water and nitrogen balances. I. Theory and parameterization applied to wheat and corn. *Agronomie* 18: 311-346
- Brisson N, Ruget F, Gate P, Lorgeau J, Nicoullaud B, Tayot X, Plenet D, Jeuffroy MH, Bouthier A, Ripoche D, Mary B, et Justes E (2002) STICS: a generic model for simulating crops and their water and nitrogen balances. II. Model validation for wheat and maize. *Agronomie* 22: 69-92
- Brooks PD, Stark JM, McInteer BB et Preston T (1989) Diffusion method to prepare soil extracts for automated nitrogen-15 analysis. *Soil Sci Soc Am J* 53: 1707-1711
- Bruand A (1990) Improved prediction of water-retention properties of clayey soils by pedological stratification. *Journal of Soil Science* 41: 491-497
- Bruchou C. et Mary B. (2006) Analyse statistique de caractéristiques permanentes et non permanentes du sol d'une parcelle agricole. In: *Hétérogénéité parcellaire et gestion des cultures*, M. Guérif (éd.), Science Update, INRA Editions, sous presse.
- Burger M, Jackson L, Lundquist E, Louie D, Miller R, Rolston D et Scow K (2005) Microbial responses and nitrous oxide emissions during wetting and drying of organically and conventionally managed soil under tomatoes. *Biology and Fertility of Soils* 42: 109-118
- Cabrera M (1993) Modeling the flush of nitrogen mineralization caused by drying and rewetting soils. *Soil Sci Soc Am J* 57: 63-66
- Cabrera M et Kissel D (1988a) Potentially mineralizable nitrogen in disturbed and undisturbed soil samples. *Soil Sci Soc Am J* 52: 1010-1015
- Cabrera M et Kissel D (1988b) Evaluation of a method to predict nitrogen mineralized from soil organic matter under field conditions. *Soil Sci Soc Am J* 52: 1027-1031

- Cambardella C et Elliott E (1992) Particulate soil organic-matter changes across a grassland cultivation sequence. *Soil Sci Soc Am J* 56: 777-783
- Campbell C, Jame Y, et Winkleman G (1984) Mineralization rate constants and their use for estimating nitrogen mineralization in some Canadian prairie soils. *Canadian Journal of Soil Science* 64: 333-343
- Campbell CA, Biederbeck VO, Zentner RP, et Lafond GP (1991a) Effect of crop rotations and cultural practices on soil organic matter, microbial biomass and respiration in a thin black chernozem. *Canadian Journal of Soil Science* 71: 363-376
- Campbell CA, Lafond GP, Leyshon AJ, Zentner RP, et Janzen HH (1991b) Effect of cropping practices on the initial potential rate of N mineralization in a thin black chernozem. *Canadian Journal of Soil Science* 71: 43-53
- Campbell, C., Jame, Y. et Winkleman, G. (1984) Mineralization rate constants and their use for estimating nitrogen mineralization in some Canadian prairie soils. *Canadian Journal* of Soil Science 64: 333-343
- Cassman K et Munns D (1980) Nitrogen mineralization as affected by soil moisture, temperature, and depth. *Soil Sci Soc Am J* 44: 1233-1237
- Chantigny MH, Angers DA, Morvan T, et Pomar C (2004) Dynamics of pig slurry nitrogen in soil and plant as determined with N-15. *Soil Sci Soc Am J* 68: 637-643
- Chavent M et Patouille B (2003) Calcul des coefficients de régression et du PRESS en régression PLS1. *Modulad* 30: 1-11
- Connell MJ, Raison RJ, et Khanna PK (1995) Nitrogen mineralization in relation to site history and soil properties for a range of Australian forest soils. *Biology and Fertility of Soils* 20: 213-220
- Cote L, Brown S, Pare D, Fyles J, et Bauhus J (2000) Dynamics of carbon and nitrogen mineralization in relation to stand type, stand age and soil texture in the boreal mixedwood. *Soil Biology & Biochemistry* 32: 1079-1090
- Dalias, P., Anderson, J. M., Bottner, P. et Couteaux, M. M. (2001a) Temperature responses of carbon mineralization in conifer forest soils from different regional climates incubated under standard laboratory conditions. *Global Change Biology* 7: 181-192
- Dalias, P., Anderson, J. M., Bottner, P. et Couteaux, M. M. (2001b) Long-term effects of temperature on carbon mineralisation processes. Soil Biology & Biochemistry 33: 1049-1057
- Dalias, P., Anderson, J. M., Bottner, P. et Couteaux, M. M. (2002) Temperature responses of net nitrogen mineralization and nitrification in conifer forest soils incubated under standard laboratory conditions. Soil *Biology & Biochemistry* 34: 691-701
- Davidson EA (1992) Sources of nitric-oxide and nitrous-oxide following wetting of dry soil. Soil Sci Soc Am J 56: 95-102
- Davidson, E. A., Janssens, I. A. et Luo, Y. Q. (2006) On the variability of respiration in terrestrial ecosystems: moving beyond Q(10). *Global Change Biology* 12: 154-164
- De Neve S et Hofman G (1996) Modelling N mineralization of vegetable crop residues during laboratory incubations. *Soil Biology and Biochemistry* 28: 1451-1457

- De Neve, S. et Hofman, G. (2002) Quantifying soil water effects on nitrogen mineralization from soil organic matter and from fresh crop residues. *Biology and Fertility of Soils* 35: 379-386
- De Vries W, Kros J, Oenema O et de Klein J (2003) Uncertainties in the fate of nitrogen II: A quantitative assessment of the uncertainties in major nitrogen fluxes in the Netherlands. *Nutrient Cycling in Agroecosystems* 66: 71-102
- De Willigen P (1991) Nitrogen turnover in the soil-crop system; comparison of fourteen simulation models. *Fertilizer Research* 27: 141-149
- Debosz K et Ersboll A (1994) A simple statistical model for predicting N mineralization during soil incubation. *European Journal of Agronomy* 3: 361-365
- Dodd MB, Lauenroth WK, et Burke IC (2000) Nitrogen availability through a coarse-textured soil profile in the shortgrass steppe. *Soil Sci Soc Am J* 64: 391-398
- Dubrulle P, Machet J, et Damay N (2004) Azofert: a new decision support tool for fertiliser N recommendations. *Controlling nitrogen flows and losses* 12th Nitrogen Workshop, University of Exeter, UK, 21-24 September 2003 500-501
- Egelkraut TM, Kissel DE, Cabrera ML, et Adkins W (2003) Predicting N mineralized in a Georgia Coastal Plain field. *Nutrient Cycling in Agroecosystems* 66: 1-12
- Ellert, B. et Bettany, J. (1992) Temperature dependence of net nitrogen and sulfur mineralization. *Soil Science Society of America Journal* 56: 1133-1141
- Fierer N et Schimel J (2002) Effects of drying-rewetting frequency on soil carbon and nitrogen transformations. *Soil Biology & Biochemistry* 34: 777-787
- Fierer N, Craine JM, McLauchlan K, et Schimel JP (2005) Litter quality and the temperature sensitivity of decomposition. *Ecology* 86: 320-326
- Fox R et Piekielek W (1978) Field testing of several nitrogen availability indexes. Soil *Sci* Soc Am J 42: 747-750
- France J et Thornley J (1984) Mathematical Models in Agriculture. butterworths, London,
- Franzluebbers AJ (1999) Potential C ans N mineralization and microbial biomass from intact and increasingly disturbed soil of varying texture. *Soil Biology & Biochemistry* 31: 1083-1090
- Gabrielle B, Mary B, Roche R, Smith P, et Gosse G (2003) Simulation of carbon and nitrogen dynamics in arable soils: a comparison of approaches. *European Journal of Agronomy* 18: 107-120
- Giardina C, Ryan M, Hubbard R, et Binkley D (2001) Tree species and soil textural controls on carbon and nitrogen mineralization rates. *Soil Sci Soc Am J* 65: 1272-1279
- Godwin D et Jones C (1991) Nitrogen dynamics in soil-plant systems. In: Hanks J and Ritchie JT (eds) *Modeling plant and soil systems*. ASA, Madison, pp 287-321
- Gonçalves, J. L. M. et Carlyle, J. (1994) Modelling the influence of moisture and temperature on net nitrogen mineralization in a forested sandy soil. *Soil Biology & Biochemistry* 26: 1557-1564

- Gonzalez-Prieto SJ et Villar MC (2003) Soil organic N dynamics and stand quality in Pinus radiata pinewoods of the temperate humid region. *Soil Biology & Biochemistry* 35: 1395-1404
- Govaerts B, Sayre K, Ceballos-Ramirez J, Luna-Guido M, Limon-Ortega A, Deckers J, et Dendooven L (2006) Conventionally tilled and permanent raised beds with different crop residue management: effects on soil C and N dynamics. *Plant and Soil* 280: 143-155
- Grisi, B., Grace, C., Brookes, P. C., Benedetti, A. et Dell'Abate, M. T. (1998) Temperature effects on organic matter and microbial biomass dynamics in temperate and tropical soils. *Soil Biology & Biochemistry* 30: 1309-1315
- Grundmann G et Rolston DE (1987) A water function approximation to degree of anaerobiosis associated with denitrification. *Soil Science* 144: 437-441
- Hadas A, Feigenbaum S, Feigin A, et Portnoy R (1986) Distribution of nitrogen forms and availability indices in profiles of differently managed soil types. *Soil Sci Soc Am J* 50: 308-313
- Hall N, Kaya B, Dick J, Skiba U, Niang A, et Tabo R (2006) Effect of improved fallow on crop productivity, soil fertility and climate-forcing gas emissions in semi-arid conditions. *Biology and Fertility of Soils* 42: 224-230
- Hanselman TA, Graetz DA et Obreza TA (2004) A comparison of *in situ* methods for measuring net nitrogen mineralization rates of organic soil amendments. *J Env Qual* 33: 1098-1105
- Hansen S, Jensen H, Nielsen N, et Svendsen H (1991) Simulation of nitrogen dynamics and biomass production in winter wheat using the Danish simulation model DAISY. *Fertilizer Research* 27: 245-259
- Hart SC, Nason GE, Myrold DD, et Perry DA (1994b) Dynamics of gross nitrogen transformation in an old-growth forest: the carbon connection. *Ecology* 75: 880-891
- Hart SC, Stark J, Davidson EA, et Firestone M (1994a) Nitrogen mineralization, immobilization and nitrification. In: Weaver RW, Angle S, and Bottomley P (eds) *Methods of soil analysis, Part 2. Microbiological and biochemical properties.* Soil Science Society of America, Madison, pp 985-1018
- Hassink J (1992) Effects of soil texture and structure on carbon and nitrogen mineralization in grassland soils. *Biology and Fertility of Soils* 14: 126-134
- Hassink J (1994) Active organic matter fractions and microbial biomass as predictors of N mineralization. *European Journal of Agronomy* 3: 257-265
- Hassink J (1997) The capacity of soils to preserve organic C and N by their association with clay and silt particles. *Plant and Soil* 191: 189-199
- Hastings W. (1970) Monte Carlo sampling methods using Markov chains and their applications. *Biometrika* 57: 97-109
- Henault C et Germon JC (1995) Quantification de la dénitrification et des émissions de protoxyde d'azote (N₂O) par les sols. *Agronomie* 15: 321-355

- Henault C et Germon JC (2000) NEMIS, a predictive model of denitrification on the field scale. *European Journal of Soil Science* 51: 257-270
- Hénault C, Bizouard F, Laville P, Gabrielle B, Nicoullaud B, Germon JC et Cellier P (2005) Predicting *in situ* soil N₂O emission using NOE algorithm and soil database. *Global Change Biology* 11: 115-127
- Hénin S et Dupuis M (1945) Essai de bilan de la matière organique des sols. Annales Agronomiques 15: 161-172
- Heumann, S. et Bottcher, J. (2004) Temperature functions of the rate coefficients of net N mineralization in sandy arable soils: Part I. Derivation from laboratory incubations. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* 167: 381-389
- Houot S, Molina J, Chaussod R, et Clapp C (1989) Simulation by NCSOIL of net mineralization in soils from the Deherain and 36 Parcelles fields at Grignon. Soil Sci Soc Am J 53: 451-455
- Hyvonen, R., Agren, G. I. et Dalias, P. (2005) Analysing temperature response of decomposition of organic matter. *Global Change Biology* 11: 770-778
- Janzen H, Campbell C, Brandt S, Lafond G, et Townley-Smith L (1992) Light-fraction organic matter in soils from long-term crop rotations. *Soil Sci Soc Am J* 56: 1799-1806
- Jarvis S, Stockdale E, Shepherd M, et Powlson D (1996) Nitrogen mineralization in temperate agricultural soils: processes and measurement. *Advances in Agronomy* 57: 187-235
- Jenkinson DS (1990) The turnover of organic carbon and nitrogen in soil. *Philos Trans R Soc Lond B* 329: 361-368
- Jenkinson DS, Adams DE, and Wild A (1991) Model estimates of CO2 emissions from soil in response to global warming. *Nature* 351: 304-306
- Joergensen RG (1996) The fumigation-extraction method to estimate soil microbial biomass: Calibration of the k(EC) value. *Soil Biology & Biochemistry* 28: 25-31
- Johnson AD, Cabrera ML, McCracken DV et Radcliffe DE (1999) LEACHN Simulations of Nitrogen Dynamics and Water Drainage in an Ultisol. *Agronomy Journal* 91: 597-606
- Jolley V et Pierre W (1977) Profile accumulation of fertilizer-derived nitrate and total nitrogen recovery in two long-term nitrogen-rate experiments with corn. *Soil Sci Soc Am J* 41: 373-378
- Juma N et Paul E (1984) Mineralizable soil nitrogen: amounts and extractability ratios. *Soil Sci Soc Am J* 48: 76-80
- Justes E, Denoroy P, Gabrielle B, et Gosse G (2000) Effect of crop nitrogen status and temperature on the radiation use efficiency of winter oilseed rape. European *Journal of Agronomy* 13: 165-177
- Justes E et Mary B (2005) N mineralisation from decomposition of catch crop residues under field conditions: measurement and simulation using the STICS soil-crop model. In Hatch DJ et al. (eds) Controlling nitrogen flows and losses. Wageningen Academic Publishers, Wageningen, pp 122-130

- Katterer T et Andren O (2001) The ICBM family of analytically solved models of soil carbon, nitrogen and microbial biomass dynamics descriptions and application examples. *Ecological Modelling* 136: 191-207
- Katterer, T., Reichstein, M., Andren, O. et Lomander, A. (1998) Temperature dependence of organic matter decomposition: a critical review using literature data analyzed with different models. *Biology and Fertility of Soils* 27: 258-262
- Kaye JP et Hart SC (1997) Competition for nitrogen between plants and soil microorganisms. *Trends in Ecology & Evolution* 12: 139-143
- Keating BA, Carberry PS, Hammer GL, Probert ME, Robertson MJ, Holzworth D, Huth NI, Hargreaves JNG, Meinke H, et Hochman Z (2003) An overview of APSIM, a model designed for farming systems simulation. *European Journal of Agronomy* 18: 267-288
- Keeney D et Bremner J (1966) Characterization of mineralizable nitrogen in soils. *Soil Sci* Soc Am Pro 30: 714-719
- Kersebaum K et Richter O (1994) A model approach to simulate C and N transformations through microbial biomass. *European Journal of Agronomy* 3: 355-360
- Kirschbaum, M. (1995) The temperature dependence of soil organic matter decomposition, and the effect of global warming on soil organic storage. *Soil Biology & Biochemistry* 27: 753-760
- Knorr, W., Prentice, I. C., House, J. I. et Holland, E. A. (2005) Long-term sensitivity of soil carbon turnover to warming. *Nature* 433: 298-301
- Kobayashi K et Salam MU (2000) Comparing simulated and measured values using mean squared deviation and its components. *Agronomy Journal* 92: 345-352
- Kolberg RL, Rouppet B, Westfall DG et Peterson GA (1997) Evaluation of an *in situ* net soil nitrogen mineralization method in dryland agroecosystems. *Soil Sci Soc Am J* 61: 504-508
- Kroeze C, Aerts R, van Breemen N, van Dam D, van der Hoek K, Hofschreuder P, Hoosbeek M, de Klein J, Kros H, van Oene H, Oenema O, Tietema A, van der Veeren R et de Vries W (2003) Uncertainties in the fate of nitrogen I: An overview of sources of uncertainty illustrated with a Dutch case study. *Nutrient Cycling in Agroecosystems* 66: 43-69
- Leiros M, Trasar-Cepeda C, Seoane S, et Gil-Sotres F (1999) Dependence of mineralization of soil organic matter on temperature and moisture. *Soil Biology & Biochemistry* 31: 327-335
- Lemaitre A, Chaussod R, Tavant Y, *and* Bruckert S (1995a) An attempt to determine a pool of labile organic matter associated with the soil microbial biomass. *European Journal of Soil Biology* 31: 121-125
- Lemaître A, Tavant Y, Chaussod R, et Andreux F (1995b) Characterization of microbial components and metabolites isolated from a humic calcic soil. *European Journal of Soil Biology* 31: 127-133
- Lindemann W, Connell G, et Urquhart N (1988) Previous sludge addition effects on nitrogen mineralization in freshly amended soil. *Soil Sci Soc Am J* 52: 109-112

- Liski J, Ilvesniemi H, Makela A, et Westman CJ (1999) CO2 emissions from soil in response to climatic warming are overestimated - The decomposition of old soil organic matter is tolerant of temperature. *Ambio* 28: 171-174
- Liu XJ, Ju XT, Zhang FS, Pan JR et Christie P (2003) Nitrogen dynamics and budgets in a winter wheat-maize cropping system in the North China Plain. *Field Crops Research* 83: 111-124
- Lomander, A., Katterer, T. et Andren, O. (1998) Carbon dioxide evolution from top- and subsoil as affected by moisture and constant and fluctuating temperature. *Soil Biology & Biochemistry* 30: 2017-2022
- Lundquist E, Jackson L et Scow K (1999) Wet-dry cycles affect dissolved organic carbon in two California agricultural soils. *Soil Biology & Biochemistry* 31: 1031-1038
- MacDonald, N., Zak, D. et Pregitzer, K. (1995) Temperature effects on kinetics of microbial respiration and net nitrogen and sulfur mineralization. *Soil Sci Soc Am J* 59: 233-240
- Machet J, Dubrulle P, et Louis P. (1990) AZOBIL: a computer program for fertilizer N recommendations based on a predictive balance sheet method. Congress of the European Society of Agronomy: 21-22
- Machet J, Recous S, Jeuffroy M, Mary B, Nicolardot B, et Parnaudeau V (2004) A dynamic version of the predictive balance sheet method for fertiliser N advice. *Controlling nitrogen flows and losses 12th Nitrogen Workshop*, University of Exeter, UK, 21-24 September 2003 191-193
- Mahmood T, Ali R, Malik K, Aslam Z et Ali S (2005) Seasonal pattern of denitrification under an irrigated wheat-maize cropping system fertilized with urea and farmyard manure in different combinations. *Biology and Fertility of Soils* 42: 1-9
- Makowski D., Wallach D. et Tremblay M. (2002) Using a Bayesian approach to parameter estimation; comparison of GLUE and MCMC methods. *Agronomie* 22: 191-203
- Marion, G. et Black, C. (1987) The effect of time and temperature on nitrogen mineralization in arctic tundra soils. *Soil Sci Soc Am J* 51: 1501-1508
- Mary B et Recous S (1994) Measurement of nitrogen mineralization and immobilization fluxes in soil as a means of predicting net mineralization. *European Journal of Agronomy* 3: 291-300
- Mary B et Justes E (2001) La fourniture d'azote par les matières organiques du sol. *Cinquièmes rencontres de la fertilisation raisonnée et de l'analyse de terre*. [Colloque GEMAS-COMIFER]. Blois (FRA)
- Mary B, Beaudoin N, Justes E et Machet J (1999) Calculation of nitrogen mineralization and leaching in fallow soil using a simple dynamic model. *European Journal of Soil Science* 50: 549-566
- Melillo JM, Steudler PA, Aber JD, Newkirk K, Lux H, Bowles FP, Catricala C, Magill A, Ahrens T, et Morrisseau S (2002) Soil warming and carbon-cycle feedbacks to the climate system. *Science* 298: 2173-2176

- Menasseri S, Houot S, et Chaussod R (1994) Field test of biological and chemical methods for estimating soil nitrogen supply in a temperate climate. *European Journal of Agronomy* 3: 273-279
- Mikha M, Rice C et Milliken G (2005) Carbon and nitrogen mineralization as affected by drying and wetting cycles. *Soil Biology & Biochemistry* 37: 339-347
- Molina J, Clapp C, et Larson W (1980) Potentially mineralizable nitrogen in soil : the simple exponential model does not apply for the first 12 weeks of incubation. *Soil Sci Soc Am J* 44: 442-443
- Moreno F, Cayuela J, Fernandez J, Fernandez-Boy E, Murillo J et Cabrera F (1997) Water balance and nitrate leaching in an irrigated maize crop in SW Spain. *Agricultural Water Management* 32: 71-83
- Morvan T, Leterme P, Arsene GG, et Mary B (1997) Nitrogen transformations after the spreading of pig slurry on bare soil and ryegrass using N-15-labelled ammonium. *European Journal of Agronomy* 7: 181-188
- Mosier A, Kroeze C, Nevison C, Oenema O, Seitzinger S, et van Cleemput O (1998) Closing the global N2O budget: nitrous oxide emissions through the agricultural nitrogen cycle -OECD/IPCC/IEA phase II development of IPCC guidelines for national greenhouse gas inventory methodology. *Nutrient Cycling in Agroecosystems* 52: 225-248
- Myers RJK, Campbell C, et Weier KL (1982) Quantitative relationship between net nitrogen mineralization and moisture content of soils. Canadian Journal of Soil *Science* 62: 111-124
- Nicolardot B, Mary B, Houot S, et Recous S (1997) Nitrogen dynamics in cultivated soils. *Maitrise de l'azote dans les agrosystemes*, Reims, France, 19-20 novembre 1996 87-103
- Nicolardot B, Recous S, et Mary B (2001) Simulation of C and N mineralisation during crop residue decomposition: a simple dynamic model based on the C:N ratio of the residues. *Plant and Soil* 228: 83-103
- Niklinska, M., Maryanski, M. et Laskowski, R. (1999) Effect of temperature on humus respiration rate and nitrogen mineralization: Implications for global climate change. *Biogeochemistry* 44: 239-257
- Nordmeyer H et Richter J (1985) Incubation experiments on nitrogen mineralization in loess and sandy soils. *Plant and Soil* 83: 433-445
- Oorts K., Laurent F., Mary B., Thiébeau P., Labreuche J. et Nicolardot B. (2006) Long-term effect of tillage systems on soil nitrogen mineralization under field conditions in Northern France. *Soumis à Soil and Tillage Research*
- Osty PL (1971) Influence des conditions du sol sur son humidité à pF 3. Annales Agronomiques 22: 451-476
- Pansu M et Thuries L (2003) Kinetics of C and N mineralization, N immobilization and N volatilization of organic inputs in soil. *Soil Biology & Biochemistry* 35: 37-48
- Parfitt RL, Yeates GW, Ross DJ, Mackay AD, et Budding PJ (2005) Relationships between soil biota, nitrogen and phosphorus availability, and pasture growth under organic and conventional management. *Applied Soil Ecology* 28: 1-13

- Parnaudeau V (2005) Caractéristiques biochimiques de produits organiques résiduaires, prédiction et modélisation de leur minéralisation dans les sols. 87pp. *thèse de doctorat en Biologie et Agronomie*, Agrocampus Rennes
- Parton W, Schimel D, Cole C, V, et Ojima D (1987) Analysis of factors controlling soil organic matter levels in Great Plains grasslands. *Soil Sci Soc Am J* 51: 1173-1179
- Paul K, I, Polglase P, O'Connell A, Carlyle J, Smethurst P, et Khanna P (2003) Defining the relation between soil water content and net nitrogen mineralization. *European Journal of Soil Science* 54: 39-47
- Pimentel D, Houser J, Preiss E, White O, Fang H, Mesnick L, Barsky T, Tariche S, Schreck J et Alpert S (1997) Water resources: agriculture, the environment, and society. *Bioscience* 47: 97-106
- Quemada M et Cabrera M (1997) Temperature and moisture effects on C and N mineralization from surface applied clover residue. *Plant and Soil* 189: 127-137
- Raison R, Connell M, et Khanna P (1987) Methodology for studying fluxes of soil mineral-N *in situ. Soil Biology & Biochemistry* 19: 521-530
- Reichstein M, Katterer T, Andren O, Ciais P, Schulze ED, Cramer W, Papale D, et Valentini R (2005a) Temperature sensitivity of decomposition in relation to soil organic matter pools: critique and outlook. *Biogeosciences* 2: 317-321
- Reichstein, M., Subke, J. A., Angeli, A. C. et Tenhunen, J. D. (2005b) Does the temperature sensitivity of decomposition of soil organic matter depend upon water content, soil horizon, or incubation time? *Global Change Biology* 11: 1754-1767
- Remy J et Marin-Lafleche A (1974) Soil analysis: realisation of an automatic interpretation programme. *Annales Agronomiques* 25: 607-632
- Rémy JC et Hébert J (1977) Le devenir des engrais azotés dans le sol. C.R. Acad. Agric. Fr. 63 (11): 700-710
- Rey, A., Petsikos, C., Jarvis, P. G. et Grace, J. (2005) Effect of temperature and moisture on rates of carbon mineralization in a Mediterranean oak forest soil under controlled and field conditions. *European Journal of Soil Science* 56: 589-599
- Richter G, Widmer P, et Richter J (1994) Biological relevance of easily extractable organic nitrogen (EUF-Norg) for the estimation of nitrogen mineralization. European *Journal of Agronomy* 3: 281-289
- Richter J, Nuske A, Habenicht W, et Bauer J (1982) Optimized N-mineralization parameters of loess soils from incubation experiments. *Plant and Soil* 179: 379-388
- Rijtema P et Kroes J (1991) Some results of nitrogen simulations with the model ANIMO. *Fertilizer Research* 27: 189-198
- Rodrigo A, Recous S, Neel C, et Mary B (1997) Modelling temperature and moisture effects on C-N transformations in soils: comparison of nine models. *Ecological Modelling* 102: 325-339
- Roelcke M, Han Y, Cai ZC, et Richter J (2002) Nitrogen mineralization in paddy soils of the Chinese Taihu Region under aerobic conditions. *Nutrient Cycling in Agroecosystems* 63: 255-266

- Rovira P et Vallejo V (1997) Organic carbon and nitrogen mineralization under Mediterranean climatic conditions: the effects of incubation depth. *Soil Biology & Biochemistry* 29: 1509-1520
- Ruiter P et Faassen H (1994) A comparison between an organic matter dynamics model and a food web model simulating nitrogen mineralization in agro-ecosystems. *European Journal of Agronomy* 3: 347-354
- Ruiter P, Moore J, Zwart K, Bouwman L, Hassink J, Bloem J, Vos J, Marinissen J, Didden W, Lebbink G, et Brussaard L (1993a) Simulation of nitrogen mineralization in the below-ground food webs of two winter wheat fields. *Journal of Applied Ecology* 30: 95-106
- Ruiter P, Veen J, Moore J, Brussard L, et Hunt H (1993b) Calculation of nitrogen mineralization in soil food webs. *Plant and Soil* 157: 263-273
- Russell AE, Laird DA, et Mallarino AP (2006) Nitrogen Fertilization and Cropping System Impacts on Soil Quality in Midwestern Mollisols. *Soil Sci Soc Am J* 70: 249-255
- Rustad L (2001) Global change Matter of time on the prairie. Nature 413: 578-579
- Ryden J et Lund L (1980) Nature and extent of directly measured denitrification losses from some irrigated vegetable crop production units. *Soil Sci Soc Am J* 44: 505-511
- Schomberg H, Endale D, Calegari A, Peixoto R, Miyazawa M, et Cabrera M (2006) Influence of cover crops on potential nitrogen availability to succeeding crops in a Southern Piedmont soil. *Biology and Fertility of Soils* 42: 299-307
- Schomberg HH et Cabrera ML (2001) Modeling *in situ* N mineralization in conservation tillage fields: comparison of two versions of the CERES nitrogen submodel. *Ecological Modelling* 145: 1-15
- Sexstone A, Parkin T et Tiedje J (1985) Temporal response of soil denitrification rates to rainfall and irrigation. *Soil Sci Soc Am J* 49: 99-103
- Shukla MK, Lal R, et Ebinger M (2006) Determining soil quality indicators by factor analysis. *Soil and Tillage Research* 87: 194-204
- Sierra J et Renault P (1998) Temporal pattern of oxygen concentration in a hydromorphic soil. *Soil Sci Soc Am J* 62: 1398-1405
- Simard RR et N'dayegamiye A (1993) Nitrogen mineralization potential of meadow soils. Canadian Journal of Soil Science 73: 27-38
- Simojoki A *and* Jaakkola A (2000) Effect of nitrogen fertilization, cropping and irrigation on soil air composition and nitrous oxide emission in a loamy clay. European *Journal of Soil Science* 51: 413-424
- Smith J, Smith P, et Addiscott TM (1996) Quantitative methods to evaluate and compare Soil Organic Matter (SOM) Models. In: Powlson D, Smith P, and Smith J (eds) *Evaluation* of Soil Organic Matter Models. Springer-Verlag, Berlin, pp 181-199
- Smith S et Sharpley A (1990) Soil nitrogen mineralization in the presence of surface and incorporated crop residues. *Agronomy Journal* 82: 112-116
- Smith S, Young L, et Miller G (1977) Evaluation of soil nitrogen mineralization potentials under modified field conditions. *Soil Sci Soc Am* J 41: 74-76
- Springob G et Kirchmann H (2003) Bulk soil C to N ratio as a simple measure of net N mineralization from stabilized soil organic matter in sandy arable soils. *Soil Biology & Biochemistry* 35: 629-632
- Stanford G et Epstein E (1974) Nitrogen mineralization-water relations in soils. *Sci Soc Am Pro* 38: 103-107
- Stanford G et Smith S (1972) Nitrogen mineralization potentials of soils. *Soil Sci Soc Am Pro* 36: 465-472
- Stanford, G., Frere, M. et Schwaninger, D. (1973) Temperature coefficient of soil nitrogen mineralization. Soil Science 115: 321-323
- Stenger R, Priesack E, et Beese F (1995) Rates of net nitrogen mineralization in disturbed and undisturbed soils. *Plant and Soil* 171: 323-332
- Stevenson, B.A. et Verburg, P.S.J., 2006. Effluxed CO₂-¹³C from sterilized and unsterilized treatments of a calcareous soil. *Soil Biology & Biochemistry, in press.*
- Stockdale E et Rees RM (1994) Relationships between biomass nitrogen and nitrogen extracted by other nitrogen availability methods. *Soil Biology & Biochemistry* 26: 1213-1220
- Tabatabai M et Al Khafaji A (1980) Comparison of nitrogen and sulfur mineralization in soils. *Soil Sci Soc Am J* 44: 1000-1006
- Tenenhaus M (1998) La régression PLS, théorie et pratique. Technip, Paris,
- Thevenet G, Mary B, et Wylleman R (2002) Carbon sequestration and soil cultivation in temperate climate: results of a 30 years' experimentation of arable crops. *Comptes rendus de l'Academie d'Agriculture de France* 88: 71-78
- Thomsen IK, Olesen JE, Schjonning P, Jensen B, et Christensen BT (2001) Net mineralization of soil N and N-15-ryegrass residues in differently textured soils of similar mineralogical composition. *Soil Biology & Biochemistry* 33: 277-285
- Valé M, Nguyen C, Dambrine E, and Dupouey JL (2005) Microbial activity in the rhizosphere soil of six herbaceous species cultivated in a greenhouse is correlated with shoot biomass and root C concentrations. *Soil Biology & Biochemistry* 37: 2329-2333
- Van Veen J, Ladd J, et Amato M (1985) Turnover of carbon and nitrogen through the microbial biomass in a sandy loam and a clay soil incubated with [14C(U)]glucose and [15N](NH4)2SO4 under different moisture regimes. Soil Biology & Biochemistry 17: 747-756
- Vance E, Brookes P, et Jenkinson D (1987) An extraction method for measuring soil microbial biomass C. Soil Biology & Biochemistry 19: 703-707
- Vanderploeg RR, Ringe H, et Machulla G (1995) Late Fall Site-Specific Soil Nitrate Upper Limits for Groundwater Protection Purposes. *Journal of Environmental Quality* 24: 725-733

- VanScholl, L., Vandam, A. M. et Leffelaar, P. A. (1997) Mineralisation of nitrogen from an incorporated catch crop at low temperatures: Experiment and simulation. *Plant and Soil* 188: 211-219
- Wallach D, Goffinet B, Bergez JE, Debaeke P, Leenhardt D, et Aubertot JN (2001) Parameter estimation for crop models: A new approach and application to a corn model. *Agronomy Journal* 93: 757-766
- Wang C, Wan S, Xing X, Zhang L, et Han X (2006) Temperature and soil moisture interactively affected soil net N mineralization in temperate grassland in Northern China. Soil Biology & Biochemistry 38: 1101-1110
- Wang W, Smith C, Chalk P, et Chen D (2001) Evaluating chemical and physical indices of nitrogen mineralization capacity with an unequivocal reference. *Soil Sci Soc Am* J 65: 368-376
- Wang W, Smith C, et Chen D (2003) Towards a standardised procedure for determining the potentially mineralisable nitrogen of soil. *Biology and Fertility of Soils* 37: 362-374
- Wang W, Smith C, et Chen D (2004) Predicting soil nitrogen mineralization dynamics with a modified double exponential model. *Soil Sci Soc Am J* 68: 1256-1265
- Weier KL, Macrae IC et Myers RJK (1991) Seasonal variation in denitrification in a clay soil under a cultivated crop and a permanent pasture. Soil Biology & Biochemistry 23: 629-635
- Whitmore A (1991) A method for assessing the goodness of computer simulation of soil processes. *Journal of Soil Science* 42: 289-299
- Wold, S., Martens, H. et Wold, H. (1983) The multivariate calibration problem. In: Ruhe, A. and Kagstrom, B. (eds) *Chemistry solved by the PLSR method*. Matrix Pencils, Lecture Notes in Mathematics. Springer Verlag, Berlin, pp. 286-293
- Yin XY, Kropff MJ, Mclaren G, et Visperas RM (1995) A Nonlinear Model for Crop Development As A Function of Temperature. Agricultural and Forest Meteorology 77: 1-16
- Zak D, Holmes W, MacDonald N, et Pregitzer K (1999) Soil temperature, matric potential, and the kinetics of microbial respiration and nitrogen mineralization. *Soil Sci Soc Am J* 63: 575-584
- Zhang YM, Chen DL, Zhang JB, Edis R, Hu CS et Zhu AN (2004) Ammonia volatilization and denitrification losses from an irrigated maize-wheat rotation field in the North China Plain. *Pedosphere* 14: 533-540
- Zinn YL, Lal R, et Resck DVS (2005) Texture and organic carbon relations described by a profile pedotransfer function for Brazilian Cerrado soils. *Geoderma* 127: 168-173
- Zwart K (2004) Denitrification in top soil and sub soil, data and model results. In: *Controlling nitrogen flows and losses*, Hatch DJ, Chadwick DR, Jarvis SC and Roker JA eds., Wageningen Academic Publishers 375-377

Annexes

- <u>Annexe 1</u>: Valé M, Nguyen C, Dambrine E, and Dupouey JL (2005) Microbial activity in the rhizosphere soil of six herbaceous species cultivated in a greenhouse is correlated with shoot biomass and root C concentrations. *Soil Biology & Biochemistry* 37: 2329-2333
- Annexe 2 : Caractéristiques des résidus des cultures précédentes sur l'expérimentation d'Auzeville
- Annexe 3 : Cinétiques de minéralisation de l'azote *in situ* calculées par LIXIM exprimés en jours normalisés pour les 55 parcelles du réseau expérimental (symboles) et droite de régression linéaire avec ordonnée à l'origine nulle (ligne)
- Annexe 4 : Tableau des corrélations entre les différentes variables quantitatives de notre base de données
- <u>Annexe 5</u> : modèles statistiques obtenus par régression linéaire multiple (RLM) et par PLS (Partial Least Squares regression)

Annexe 1 :

Valé M, Nguyen C, Dambrine E, and Dupouey JL (2005) Microbial activity in the rhizosphere soil of six herbaceous species cultivated in a greenhouse is correlated with shoot biomass and root C concentrations. *Soil Biology & Biochemistry* 37: 2329-2333



Soil Biology & Biochemistry 37 (2005) 2329-2333

Biochemistry

Soil Biology &

www.elsevier.com/locate/soilbio

Short communication

Microbial activity in the rhizosphere soil of six herbaceous species cultivated in a greenhouse is correlated with shoot biomass and root C concentrations

M. Valé^a, C. Nguyen^{a,*}, E. Dambrine^b, J.L. Dupouey^c

^aEquipe Rhizosphère, UMR INRA/INPL-ENSAIA Agronomie et Environnement Nancy-Colmar, 2, avenue de la forêt de Haye, 54505 Vandoeuvre Les Nancy, France ^bBiogéochimie des écosystèmes forestiers, INRA Nancy, 54280 Champenoux, France ^cEquipe Phyto-écologie forestière, UMR EEF INRA, 54280 Champenoux, France

Received 2 September 2004; received in revised form 8 April 2005; accepted 14 April 2005

Abstract

The stimulation of rhizosphere microorganisms by exudates released from roots is important for nutrient cycling and differs between plant species. The reasons for this between-species variability are poorly understood. We studied correlations between shoot biomass, soluble and non-soluble root C concentrations and rhizosphere bacterial abundance (CFU: colony forming units) and an index of microbial activity (in vitro utilization of $[U^{-14}C]$ glucose by soil microorganisms). We studied *Briza media* and *Rumex acetosella* (nutrient-poor habitats), *Epilobium hirsutum, Eupatorium cannabinum, Rumex obtusifolius* and *Urtica dioica* (nutrient rich habitats) cultivated in a greenhouse for 5 weeks in a forest soil. We found significant differences among species for the bacterial abundance and microbial activity in the rhizosphere. These differences poorly reflected the nutrient richness of the common habitats for these species, possibly because the soil conditions were not optimal. Nevertheless, microbial activity was positively correlated with root soluble C concentration and shoot biomass and negatively correlated with the concentration of non-soluble C in roots. These preliminary results suggest that the carbon economy could be an important control of the between-species variability of microbial activity in the rhizosphere. © 2005 Elsevier Ltd. All rights reserved.

e 2005 Elsevier Ed. 7 in fights feser (ed.

Keywords: Exudation; Microbial activity; Rhizosphere; Between-species variability

In natural ecosystems, the availability of nutrients to plants depends to a large extent on the heterotrophic microbial activity, which is central to the net mineralization of the soil organic matter (Molina and Smith, 1998; Norton, 1999). In the rhizosphere, root exudation of easily available organic compounds stimulates microorganisms, which in return favour the availability of minerals (Grayston et al., 1996; Kuzyakov and Cheng, 2001; Kuzyakov, 2002). Rhizosphere microbial activity has been reported to be different among plant species (Van der Krift and Berendse, 2001) and differences in root exudation among species are assumed to be the major reason for that (Van der Krift et al., 2001; Warembourg et al., 2003). Root exudation originates as the diffusion of root solutes from the cytosol to the soil solution (Nguyen, 2003). Rhizosphere microbial activity is thus expected to be higher in plant species that have a high concentration in root solutes, a rapid growth (important flux of photoassimilates) and a small amount of root structural C, which may limit the passive diffusion of exudates through the root tissue. This hypothesis was evaluated in the present work by comparing the overall rhizosphere microbial activity (in vitro mineralization of a small amount of [U-¹⁴C]glucose; Nguyen and Henry, 2002) and the bacterial abundance (CFU: colony forming units) between six herbaceous species grown in a greenhouse in relation to the plant biomass and the root C concentrations (soluble and non-soluble C).

Assuming that through microbial stimulation, exudation might accelerate nutrient cycling and favour mineral

^{*} Corresponding author. Tel.: +33 383 59 57 87; fax: +33 383 59 57 99. *E-mail addresses:* christophe.nguyen@ensaia.inpl-nancy.fr

⁽C. Nguyen), dambrine@nancy.inra.fr (E. Dambrine), dupouey@nancy.inra.fr (J.L. Dupouey).

 $^{0038\}text{-}0717/\$$ - see front matter 0 2005 Elsevier Ltd. All rights reserved. doi:10.1016/j.soilbio.2005.04.014

availability to the plant (Grayston et al., 1996; Hamilton and Frank, 2001; Van der Krift et al., 2001), we chose species with contrasting requirements according to the Ellenberg N indicator 'EN' (Ellenberg et al., 1992). The species associated with low nutrient requirements were *Briza media* L. (EN=2) and *Rumex acetosella* L. (EN=2) and those associated with high requirements were *Epilobium hirsutum* L. (EN=8), *Eupatorium cannabinum* L. (EN=8), *Rumex obtusifolius* L. (EN=9) and *Urtica dioica* L. (EN= 9). We expected that plant species with high nutrient requirements have a greater microbial abundance and activity in their rhizosphere, which could possibly be related to a high concentration of soluble C in roots.

We used a forest soil collected (5-30 cm depth) at Champenoux, (North-East of France). It had the following characteristics: 26.5% clay, 48.8% silt, 24.7% sand, pH(H₂O) 4.8, 1.56% organic C, 0.13% total N, C/N ratio of 12.2, 2.2 mg $NO_3^- N \text{ kg}^{-1}$, 19.9 mg $NH_4^+ - N \text{ kg}^{-1}$. After collection and sieving (<5 mm), 800 g of soil at 70% of its water holding capacity (23% of gravimetric water content) were packed into PVC square pots (height 10.5 cm, width 10 cm). The plant material was kindly provided by the Botanical Garden of Nancy (France). Plants of R. obtusifolius were derived from seeds whereas all other plants were obtained from cuttings. Eight cuttings or seeds per species were planted/ sown in the aforementioned pots, in the greenhouse at 25 °C \pm 7. The soil humidity was maintained at 70% of the water holding capacity by addition of water at least once a day. Five weeks after germination or after the re-growth of cuttings, the plants were sampled. Due to the death of some cuttings and to the partial failure of germination, the final number of replicates was as follows: B. media n=3, R. acetosella n=8, E. hirsutum n=6, E. cannabinum n=8, R. obtusifolius n=5 and U. dioica n=6.

The soil not adhering to roots after gentle shaking the plants was discarded. For each plant, the initial explant was discarded and all visible roots and the soil adhering to them were soaked in 100 ml of phosphate buffer and shaken for 10 min at 40 rev min⁻¹. Afterwards, the slurry of rhizosphere soil was sieved (500 µm) to collect roots. Shoots and washed roots were separated, freeze-dried and weighed. Root total C concentration was determined by a micro-analyser (Flash EA 1112 series, Thermo Finnigan). The root soluble C was extracted sequentially twice from a 20 mg dry matter aliquot of root powder with 10 ml ethanol at 80 °C

for 30 min. The pooled ethanol fractions were evaporated under vacuum, the residue was dissolved in 20 ml of 1% phosphoric acid (to limit microbial development) and the extracts were analysed for the C concentration by a TOC analyser (TOC 5000, Shimadzu). The root non-soluble C concentration was calculated as the difference between the total and the soluble C concentrations.

After serial dilutions, the slurry of rhizosphere soil was plated on 10% TSA (Trypticase Soy Agar) and incubated at 22 °C. The colonies were counted after 2 days and expressed as bacterial abundance (Log(CFU g^{-1} soil)). The microbial activity was evaluated from a ¹⁴C-glucose assay as described by Nguyen and Henry (2002). Two milliliter of the soil slurry were incubated 6 d with a small amount of [U-¹⁴C]glucose (3700 Bq, 2.9 ng C) and we determined the ¹⁴CO₂ trapped in NaOH (1 M) and the microbial labile ¹⁴C_{FE} (flush of soluble ¹⁴C after fumigation with chloroform vapours). The ¹⁴C activity in the soluble C extract of the non fumigated soil subsample was less than 1% of the added ¹⁴C indicating that all ¹⁴C-glucose was assimilated by the microflora. The ${}^{14}CO_2$ and ${}^{14}C_{FE}$ were then expressed as a percentage of the added ${}^{14}C$. High ${}^{14}CO_2$ (derived from microbial gross growth) and low ¹⁴C_{FE} (microbial storage of ¹⁴C) are indexes of high overall microbial activity (Nguyen and Henry, 2002).

Statistical analyses were performed with SAS software V8.02 (The SAS institute, Cary, NC, USA). Because of the unequal number of replicates, we used the general linear model (proc GLM) to test the effect of the plant species on the microbial abundance and activity (ANOVA). Means were grouped according to the Tukey test at P < 0.05 of significance level. The correlation coefficients were computed with the CORR procedure.

Table 1 presents the biomass harvested, which reflected net plant growth during the 5 weeks post re-growth since we discarded the initial explants. Shoot biomass differed significantly between species. *E. hirsutum* and *E. cannabinum* produced the greatest biomass whereas that of *U. dioica* and *R. obtusifolius* was low. There were no significant differences in root biomass among species. The production of biomass poorly reflects the EN value and the inherent potential growth of the species (Grime et al., 1988). A possible explanation for that might be the differences in initial explant/seed biomass, which was not determined accurately. However, although we observed that the lag time

Table 1

Means of plant biomass and root C concentrations for six herbaceous species cultivated 5 weeks in a greenhouse

	B. media	R. acetosella	E. hirsutum	E. cannabinum	U. dioica	R. obtusifolius
Shoot biomass (g)	0.24bc (0.065)	0.29bc (0.050)	0.74a (0.046)	0.41b (0.050)	0.18c (0.046)	0.13c (0.050)
Root biomass (g)	0.18a (0.063)	0.21a (0.049)	0.33a (0.045)	0.22a (0.049)	0.17a (0.045)	0.23a (0.049)
Root soluble C	2.3c (0.48)	3.5bc (0.37)	7.9a (0.34)	7.8a (0.37)	3.5bc (0.34)	4.9b (0.37)
(% dry matter)						
Root non-soluble	32.4ab (1.39)	34.1a (1.08)	26.7c (0.98)	27.8bc (1.08)	32.4a (0.98)	35.7a (1.08)
C (% dry matter)						

Standard errors are given between parentheses. For each variable, means with a common letter are not significantly different (Tukey test at P < 0.05).

2331

Table 2

Correlation matrix for variables related to plant growth and root C concentrations and for rhizosphere bacterial numbers (Log CFU g^{-1} soil) and rhizosphere microbial utilization of ¹⁴C-glucose (¹⁴CO₂: mineralization, ¹⁴C_{FE}: incorporation into labile microbial C) for six herbaceous species cultivated 5 weeks in a greenhouse

	Shoot dry weight	Root dry weight	Root soluble C concentration	Root non-soluble C concentration	Log(CFU g ⁻¹ soil)	¹⁴ CO ₂
Root dry weight	0.547 **					
Root soluble C concentration	0.646 ***	0.302 ns				
Root non-soluble C concentration	-0.632 ***	-0.162 ns	-0.549 **			
$Log(CFU g^{-1} soil)$	0.331 (*)	-0.008 ns	0.355	-0.657 ***		
¹⁴ CO ₂	0.678 ***	0.368	0.629 ***	-0.666 ***	0.440 *	
$^{14}C_{FE}$	-0.640 ***	-0.412 *	-0.558 **	0.572 **	-0.362 (*)	-0.838 ***

The significance of the probability associated to the null hypothesis R=0 is as follows: ns: P > = 0.1, (*): P < 0.1, *: P < 0.05, **: P < 0.01, ***: P < 0.001.

before regrowth increased if the size of the explant was small, there were no clear evidences that the initial biomass still influenced plant development after regrowth. For example, *E. cannabinum* and *E. hirsutum* produced significantly different biomass despite similar initial size of explants. *U. dioica* grew more slowly than *R. acetosella* in spite of a bigger initial explant. We believe that biomass production was an interaction between the inherent growth potential and the soil conditions, which could have been relatively more or less favourable to growth among species.

In roots, the concentration of soluble C ranged from 2.3 to 7.9% of dry matter and the concentration of non-soluble C was between 26.7 and 35.7% of dry matter (Table 1). We observed significant differences between species. Roots of *E. hirsutum* and of *E. cannabinum* were the poorest in non-soluble C but they were the richest in soluble C. The root soluble and non-soluble C concentrations were negatively correlated (Table 2).

The bacterial numbers in the rhizosphere soil ranged between 10^8 and 3.10^9 CFU g⁻¹ dry soil (Fig. 1). There was a highly significant effect of the plant species on the bacterial numbers (P=0.008). The bacterial number in the rhizosphere soil of E. hirsutum and E. cannabinum were one order of magnitude higher than that of R. acetosella, which was the lowest. It is established that most of the soil bacteria are commonly not cultivable (McCaig et al., 2001) and therefore, the bacterial abundance determined after plating soil extracts on nutrient agar does no reflect the in situ whole bacterial population. Counts of CFU were chosen because they have been reported to relate to the availability of C in the root environment (Duineveld and van Veen, 1999), which was targeted here. In parallel, we used the in vitro utilisation of [U-14C]glucose, which is an index of the activity of all soil microorganisms (Nguyen and Henry, 2002). As observed previously (Nguyen and Guckert, 2001; Nguyen and Henry, 2002), the mineralization of ¹⁴C and its incorporation into soluble microbial C (14CFE) were negatively correlated (Table 2). Therefore, only ¹⁴CO₂ will be examined hereafter. Results obtained from this index were similar to those derived from the bacterial counts: the highest microbial activity (high ¹⁴CO₂) was found in E. hirsutum and in E. cannabinum and the lowest in R. acetosella (Fig. 2), which suggests that the two former species likely exuded more C than the latter. The correlations between bacterial counts and the index of microbial activity were not strong (Table 2). Cultivable bacteria are a minor fraction of the bacterial communities and changes in bacterial number depends not only on the variability in exudation among species but also on the numerous interactions within the bacterial community and between bacteria, the soil and the other microorganisms such as mycorrhizal and non-mycorrhizal fungi and protozoa (Marschner et al., 2001; Bonkowski, 2004; Marschner and Timonen, 2005). Therefore, we conclude that the overall microbial activity better reflects root exudation than the number of cultivable bacteria.



Fig. 1. Bacterial abundance (Log(CFU g⁻¹ soil DW)) in the rhizosphere soil of six plant species cultivated 5 weeks in a greenhouse. Vertical bars correspond to one standard error. Means are grouped according to the Tukey test at P < 0.05.



Fig. 2. Microbial activity in the rhizosphere soil of six species cultivated 5 weeks in a greenhouse evaluated by the utilisation of $[U-^{14}C]$ glucose ($^{14}CO_2$: mineralization, $^{14}C_{FE}$: microbial labile ^{14}C). Vertical bars correspond to one standard error. Means are grouped according to the Tukey test at P < 0.05.

Shoot biomass, root soluble C concentration and the microbial activity (¹⁴CO₂) were positively correlated together and they were all negatively correlated with the concentration of non-soluble C in roots (Table 2). This was expected since exudation is assumed to be driven by the internal concentration of organic solutes in roots, which depends on the allocation to belowground of photoassimilates produced by shoots. Indeed, in Lolium multiflorum, Henry et al. (2005) found that exudation was correlated with the soluble C concentration in roots. Garcia et al. (2005) reported that among six semiarid plant species, rhizospheres with high organic C content were those of species with relatively high growth. In addition, we observed that the microbial activity was negatively correlated with the concentration of non-soluble C in roots (Table 2). A possible explanation could be that accumulation of non-soluble C in roots (possibly structural C such as lignin) might restrict the passive diffusion of exudates to the soil and consequently, limit the stimulation of microorganisms in the rhizosphere.

It has been reported that species with high relative growth rates had a higher soluble C content and accumulated less lignin, cellulose and insoluble sugars that slow growing species (Poorter and Bergkotte, 1992). Interestingly, in our work, although we did not determined relative growth rates, we found similar results since species with a high shoot biomass had roots with a relatively high soluble C concentration and a low non-soluble C concentration. In parallel, we observed a relatively high microbial activity in the rhizosphere of these plants. We cannot draw ecological implications from our results because the soil conditions likely restricted potential growth of some of the fastgrowing species studied here. However, our preliminary results merit further investigations because they suggest that the between-species variability of the microbial activity in the rhizosphere could in part be controlled by the carbon economy of the plant. Indeed, fast-growing species often

grow in fertile environments and are generally characterized by a relatively rapid turnover of roots and leaves that is consistent with a 'competitive' strategy' (Aerts, 1999). The satisfaction of their important demand in minerals relies on the intensity of the soil organic matter mineralization by microorganisms and it is thus expected that these plants release more exudates, which would accelerate soil nutrient cycling through microbial stimulation (Hamilton and Frank, 2001). In contrary, slow-growing species often grow in nutrient-poor habitats and their strategy is 'conservative', i.e oriented to the retention of nutrients in tissues: low turnover or organs, low concentrations of nutrients in senescing tissues (Aerts, 1999). For these slow growing species, an important exudation might be costly and inefficient.

Acknowledgements

The authors would like to thank the Botanical Garden in Nancy, Y. Lefevre for providing us with the soil and P. Marchal for his helpful contribution to the analyses. This work was funded by the ACI-PNSE program of the INSU-CNRS.

References

- Aerts, R., 1999. Interspecific competition in natural plant communities: mechanisms, trade-offs and plant-soil feedbacks. Journal of Experimental Botany 50, 29–37.
- Bonkowski, M., 2004. Protozoa and plant growth: the microbial loop in soil revisited. New Phytologist 162, 617–631.
- Duineveld, B.M., van Veen, J.A., 1999. The number of bacteria in the rhizosphere during plant development: relating colony-forming units to different reference units. Biology and Fertility of Soils 28, 285–291.
- Ellenberg, H., Weber, H.E., Düll, R., Wirth, V., Werner, W., Paulissen, D., 1992., second ed. Zeigerwerte von Pflanzen in Mittle-europa, vol 8. Scripta Geobotanica. 258 pp.
- Garcia, C., Roldan, A., Hernandez, T., 2005. Ability of plant species to promote microbiological processes in semiarid soil. Geoderma 124, 193–202.
- Grayston, S.J., Vaughan, D., Jones, D., 1996. Rhizosphere carbon flow in trees, in comparison with annual plants: the importance of root exudation and its impact on microbial activity and nutrient availability. Applied Soil Ecology 5, 29–56.
- Grime, J.P., Hodgson, J.G., Hunt, R., 1988. Comparative plant ecology, A functional approach to common British Species. Unwin Hyman, London. 742 pp.
- Hamilton, E.W., Frank, D.A., 2001. Can plants stimulate soil microbes and their own nutrient supply? Evidence from a grazing tolerant grass. Ecology 82, 2397–2402.
- Henry, F., Nguyen, C., Paterson, E., Sim, A., Robin, C., in press. How does N availability alter rhizodeposition in *Lolium multiflorum* Lam. during vegetative growth? Plant and Soil.
- Kuzyakov, Y., 2002. Review: factors affecting rhizosphere priming effects. Journal of Plant Nutrition and Soil Science 165, 382–396.
- Kuzyakov, Y., Cheng, W., 2001. Photosynthesis controls of rhizosphere respiration and organic matter decomposition. Soil Biology & Biochemistry 33, 1915–1925.

- Marschner, P., Timonen, S., 2005. Interactions between plant species and mycorrhizal colonization on the bacterial community composition in the rhizosphere. Applied Soil Ecology 28, 23–36.
- Marschner, P., Yang, C.H., Lieberei, R., Crowley, D.E., 2001. Soil and plant specific effects on bacterial community composition in the rhizosphere. Soil Biology & Biochemistry 33 (11), 1437–1445.
- McCaig, A.E., Grayston, S.J., Prosser, J.I., Glover, L.A., 2001. Impact of cultivation on characterisation of species composition of soil bacterial communities. FEMS Microbiology Ecology 35, 37–48.
- Molina, J.A.E., Smith, P., 1998. Modeling carbon and nitrogen processes in soils. Advances in Agronomy 62, 253–298.
- Nguyen, C., 2003. Rhizodeposition of organic C by plants: mechanisms and control. Agronomie 23, 375–396.
- Nguyen, C., Guckert, A., 2001. Short-term utilisation of ¹⁴C-[U]glucose by soil microorganisms in relation to carbon availability. Soil Biology & Biochemistry 33, 53–60.

- Nguyen, C., Henry, F., 2002. A carbon-14-glucose assay to compare microbial activity between rhizosphere samples. Biology and Fertility of Soils 35, 270–276.
- Norton, J.M., 1999. Soil bacteria: a dynamic pool of soil organic matter and catalysts of key belowground processes. Proceedings: Pacific Northwest Forest and Rangeland Soil Organism Symposium 461, 59–67.
- Poorter, H., Bergkotte, M., 1992. Chemical composition of 24 wild species differing in relative growth rate. Plant Cell and Environment 15, 221–229.
- Van der Krift, T.A.J., Berendse, F., 2001. The effect of plant species on soil nitrogen mineralization. Journal of Ecology 89, 555–561.
- Van der Krift, T.A.J., Kuikman, P.J., Moller, F., Berendse, F., 2001. Plant species and nutritional-mediated control over rhizodeposition and root decomposition. Plant and Soil 228, 191–200.
- Warembourg, F.R., Roumet, C., Lafont, F., 2003. Differences in rhizosphere carbon-partitioning among plant species of different families. Plant and Soil 256, 347–357.

<u>Annexe 2</u> :

Caractéristiques des résidus des cultures précédentes sur l'expérimentation d'Auzeville

Parcelle	Culture	C/N	matière sèche incorporée
			kg.ha ⁻¹
Z1	blé dur	68	10920
Z2	blé dur	85	10284
Z3	blé tendre	111	8172
Z4	sorgho	74	6624
Z5	sorgho	53	7522
Z6	sorgho	50	8182
Y1	tournesol	55	5400
Y2	tournesol	55	6433
Y3	soja	53	3771
Y4	pois de printemps	32	3844
Y5	pois d'hiver	38	2951
Y6	pois d'hiver	35	2467

<u>Annexe 3</u> : Cinétiques de minéralisation de l'azote *in situ* calculées par LIXIM exprimées en jours normalisés pour les 55 parcelles du réseau expérimental (symboles) et droites de régression linéaire avec ordonnée à l'origine nulle (ligne)





2/5



3/5



4/5



	Α	L	S	CaCO3	C org	N org (0-30)	N org (0-60)	C/N	pH	CEC	P Olsen	Hpf	HCC	T Norg 30	T Norg 60
А	1.00														
L	0.23	1.00													
S	-0.14	-0.26	1.00												
CaCO3	-0.42	-0.67	-0.46	1.00											
C org	-0.42	-0.12	-0.01	0.25	1.00										
N org (0-30)	-0.30	-0.17	-0.18	0.37	0.94	1.00									
N org (0-60)	0.28	0.12	-0.49	0.17	0.74	0.81	1.00								
C/N	-0.57	-0.05	0.33	0.00	0.71	0.45	0.22	1.00							
pН	0.33	-0.34	-0.47	0.48	-0.44	-0.28	0.13	-0.54	1.00						
CEC	0.75	-0.10	-0.30	0.02	-0.05	0.14	0.52	-0.42	0.46	1.00					
P Olsen	-0.63	0.10	-0.02	0.18	0.60	0.58	0.13	0.47	-0.47	-0.35	1.00				
Hpf	0.69	0.04	-0.43	0.05	0.19	0.38	0.63	-0.28	0.28	0.87	-0.18	1.00			
HCC	0.00	0.22	-0.35	0.09	0.64	0.69	0.54	0.19	-0.25	0.24	0.38	0.50	1.00		
T Norg 30	-0.27	-0.04	-0.13	0.22	0.90	0.96	0.78	0.41	-0.40	0.10	0.61	0.35	0.70	1.00	
T Norg 60	0.36	0.29	-0.54	0.04	0.54	0.66	0.92	0.05	0.09	0.53	0.02	0.61	0.50	0.77	1.00

Annexe 4 : Tableau des corrélations entre les différentes variables quantitatives de notre base de données

	Α	L	S	CaCO3	C org	N org (0-30)	N org (0-60)	C/N	pН	CEC	P Olsen	Hpf	НСС	T Norg 30	T Norg 60
biomasse	-0.32	-0.26	-0.31	0.54	0.69	0.81	0.42	0.19	-0.03	0.07	0.52	0.29	0.58	0.80	0.36
biomasse %	0.17	-0.23	-0.26	0.28	-0.32	-0.16	-0.13	-0.58	0.50	0.22	-0.30	0.14	-0.04	-0.13	-0.02
biomasse T	-0.29	-0.14	-0.26	0.40	0.68	0.78	0.38	0.19	-0.13	0.05	0.53	0.28	0.60	0.83	0.41
$Corg > 50 \mu m$	-0.63	-0.26	-0.21	0.55	0.84	0.80	0.45	0.62	-0.26	-0.22	0.65	0.01	0.51	0.70	0.26
Corg > 50µm %	-0.59	-0.29	-0.32	0.63	0.13	0.13	-0.05	0.16	0.08	-0.37	0.30	-0.28	0.01	0.03	-0.16
$\begin{array}{l}Corg > 50 \mu m \\ T\end{array}$	-0.64	-0.18	-0.18	0.48	0.87	0.83	0.43	0.62	-0.36	-0.25	0.71	0.00	0.54	0.78	0.29
$Norg > 50 \mu m$	-0.43	0.07	-0.12	0.19	0.92	0.86	0.64	0.63	-0.48	-0.11	0.66	0.17	0.71	0.83	0.49
$Norg > 50 \mu m$ %	-0.54	0.23	-0.10	0.09	0.60	0.45	0.24	0.65	-0.47	-0.36	0.57	-0.15	0.42	0.43	0.15
Norg > 50µm T	-0.42	0.14	-0.08	0.11	0.90	0.85	0.61	0.60	-0.55	-0.13	0.69	0.15	0.71	0.87	0.53
$C\!/\!N>50\mu m$	-0.37	-0.68	-0.04	0.65	-0.12	-0.13	-0.23	0.03	0.35	-0.28	-0.06	-0.36	-0.41	-0.26	-0.40
$C\!/N < 50 \mu m$	-0.39	0.11	0.40	-0.22	0.71	0.46	0.28	0.95	-0.65	-0.32	0.47	-0.18	0.27	0.46	0.15
Métab-auto	-0.48	-0.06	-0.10	0.29	0.92	0.91	0.60	0.57	-0.47	-0.11	0.75	0.17	0.72	0.90	0.43
Métab-auto %	-0.36	-0.06	-0.21	0.31	0.12	0.20	-0.12	-0.08	-0.14	-0.18	0.41	-0.06	0.26	0.22	-0.11
Métab-auto T	-0.45	0.03	-0.05	0.18	0.88	0.87	0.58	0.54	-0.54	-0.13	0.75	0.15	0.71	0.92	0.49
Métab-tetra	-0.42	0.16	0.33	-0.20	0.79	0.63	0.22	0.73	-0.81	-0.31	0.60	-0.09	0.54	0.68	0.13
Métab-tetra %	-0.40	0.21	0.55	-0.39	0.32	0.11	-0.38	0.52	-0.83	-0.52	0.39	-0.40	0.14	0.21	-0.35
Métab-tetra T	-0.41	0.19	0.34	-0.22	0.77	0.61	0.15	0.69	-0.82	-0.31	0.61	-0.09	0.54	0.70	0.10
A1k1 C	-0.33	0.01	-0.02	0.18	0.81	0.84	0.42	0.43	-0.45	0.00	0.68	0.27	0.73	0.89	0.35
A1k1 N	-0.45	-0.09	-0.18	0.38	0.79	0.81	0.32	0.43	-0.29	-0.12	0.71	0.15	0.68	0.81	0.20
Vp incub	-0.38	-0.06	-0.14	0.31	0.79	0.82	0.37	0.41	-0.32	-0.06	0.70	0.20	0.69	0.84	0.27
Vp K2	-0.48	0.14	0.36	-0.19	0.74	0.64	0.15	0.62	-0.75	-0.33	0.67	-0.14	0.45	0.74	0.12
Vp LIXIM	-0.26	0.13	-0.07	0.05	0.50	0.55	0.19	0.21	-0.28	-0.04	0.46	0.17	0.45	0.65	0.30

	biomasse	biomasse %	biomasse T	Corg > 50µm	Corg > 50µm %	Corg > 50µm T	Norg > 50µm	Norg > 50µm %	Norg > 50µm T	C/N > 50µт	C/N < 50µт
biomasse	1.00										
biomasse %	0.39	1.00									
biomasse T	0.98	0.39	1.00								
$Corg > 50 \mu m$	0.67	-0.19	0.59	1.00							
$Corg > 50 \mu m \%$	0.22	0.01	0.13	0.62	1.00						
$Corg > 50 \mu m T$	0.71	-0.19	0.67	0.98	0.57	1.00					
$Norg > 50 \mu m$	0.64	-0.28	0.63	0.88	0.33	0.91	1.00				
$Norg > 50 \mu m \%$	0.27	-0.37	0.27	0.72	0.58	0.74	0.80	1.00			
$Norg > 50 \mu m T$	0.66	-0.25	0.68	0.82	0.27	0.89	0.98	0.78	1.00		
$C\!/N>50\mu m$	0.02	0.07	-0.10	0.25	0.57	0.15	-0.21	-0.16	-0.29	1.00	
$C\!/N < 50 \mu m$	0.14	-0.59	0.17	0.47	-0.11	0.49	0.61	0.56	0.60	-0.22	1.00
Métab-auto	0.79	-0.14	0.79	0.86	0.29	0.91	0.92	0.63	0.93	-0.11	0.53
Métab-auto %	0.43	0.34	0.44	0.37	0.55	0.41	0.31	0.36	0.33	0.09	-0.20
Métab-auto T	0.78	-0.12	0.82	0.77	0.20	0.85	0.89	0.60	0.92	-0.20	0.53
Métab-tetra	0.39	-0.39	0.45	0.60	0.01	0.67	0.80	0.61	0.83	-0.30	0.78
Métab-tetra %	-0.04	-0.41	0.05	0.20	-0.02	0.28	0.36	0.39	0.41	-0.19	0.56
Métab-tetra T	0.41	-0.36	0.48	0.55	-0.02	0.65	0.77	0.57	0.82	-0.33	0.74
A1k1 C	0.81	-0.12	0.82	0.66	0.01	0.74	0.76	0.43	0.81	-0.35	0.48
A1k1 N	0.80	-0.04	0.79	0.70	0.23	0.75	0.77	0.50	0.78	-0.09	0.40
Vp incub	0.80	-0.05	0.80	0.63	0.11	0.70	0.73	0.43	0.77	-0.15	0.41
Vp K2	0.46	-0.31	0.54	0.52	-0.05	0.62	0.71	0.51	0.77	-0.34	0.69
Vp LIXIM	0.63	0.08	0.70	0.35	-0.03	0.45	0.50	0.27	0.58	-0.32	0.24

	Métab-auto	Métab-auto %	Métab-auto T	Métab-tetra	Métab-tetra %	Métab-tetra T	Alkl C	Alkl N	Vp incub	Vp K2	Vp LIXIM
Métab-auto	1.00										
Métab-auto %	0.48	1.00									
Métab-auto T	0.98	0.48	1.00								
Métab-tetra	0.79	0.22	0.82	1.00							
Métab-tetra %	0.38	0.27	0.45	0.79	1.00						
Métab-tetra T	0.79	0.24	0.83	0.99	0.80	1.00					
A1k1 C	0.89	0.39	0.91	0.71	0.37	0.74	1.00				
A1k1 N	0.85	0.38	0.84	0.61	0.26	0.62	0.89	1.00			
Vp incub	0.83	0.33	0.84	0.61	0.26	0.63	0.94	0.98	1.00		
Vp K2	0.76	0.20	0.82	0.89	0.64	0.91	0.73	0.57	0.60	1.00	
Vp LIXIM	0.63	0.32	0.70	0.48	0.23	0.53	0.76	0.63	0.66	0.58	1.00

<u>Annexe 5</u> : modèles statistiques obtenus par régression linéaire multiple (RLM) et par PLS (Partial Least Squares regression)

Régression linéaire multiple

Vitesse potentielle de minéralisation calculée en incubation (V_P incub, mg.kg⁻¹.jn⁻¹)



 V_P in vitro = 0.002 *CaCO*₃ + 0.002 *LT* + 0.002 *ST* + 0.002 *A* + 0.016 *TNorg30* + 0.001 *HCC* - 1.73

R ²	0.88
RMSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.03
Efficience	0.88
Biais (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	-9.8E-04
MSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.001
(Biais) ² (% MSE)	0.00
SDSD (% MSE)	0.03
LCS (% MSE)	0.97
MSEP	0.19



 V_P in vitro = 0.017 *TNorg30* + 0.43 *P Olsen* + 0.0004 *HCC* - 0.12

R ²	0.77
RMSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.04
Efficience	0.77
Biais (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	-2.2E-03
MSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.001
(Biais) ² (% MSE)	0.00
SDSD (% MSE)	0.07
LCS (% MSE)	0.93
MSEP	0.30





 V_P in situ/TNorg30 = -0.025 Corg - 1.667 V_P incub + 1.125 $A_I k_I C$ + 0.173 Norg + 0.035 CNinf - 0.506 P Olsen - 0.0003 A - 0.0004 HCC + 0.0001 LT - 0.011

R ²	0.72
RMSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.03
Efficience	0.45
Biais (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	-2.2E-03
MSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.001
(Biais) ² (% MSE)	0.00
SDSD (% MSE)	0.01
LCS (% MSE)	0.99
MSEP	0.56



 V_P in situ /*TNorg30* = -0.096 *Norg* + 0.025 A_1k_1C + 0.209

R ²	0.34
RMSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.04
Efficience	0.34
Biais (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	-3.1E-03
MSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.001
(Biais) ² (% MSE)	0.01
SDSD (% MSE)	0.26
LCS (% MSE)	0.73
MSEP	0.75

PLS (Partial Least Squares regression)

Vitesse potentielle de minéralisation calculée avec LIXIM (V_P LIXIM, kg.ha⁻¹.jn⁻¹)

Les critères statistiques évaluant la qualité explicative et prédictive de ces modèles sont dans le tableau 4.14. Les variables biologiques (biomasse, Corgsup, Norgsup, metabauto et metabtetra) peuvent être exprimées en mg.kg⁻¹ (nom de la variable suivi de M, exemple : biomasseM), en t.ha⁻¹ (nom de la variable suivi de T, exemple : biomasseT) ou % de C ou N (nom de la variable seul).



 V_P in situ = 0.296 biomasseT + 0.360 anteprec betterave + 0.268 histo céréales et MO + 0.384 prec colza + 0.289 anteprec colza - 0.175 histo céréales et légumineuse + 0.034 TNorg60 - 2.233 Norgsup + 0.002 HCC + 0.013 métabautoT - 0.157 histo céréales et betterave + 0.147 anteprec légumineuse + 0.006 CEC + 0.034 pH + 0.0003 A + 0.435



 V_P in situ = 0.108 A_1k_1C - 0.028 CNsup - 0.001 A + 0.037 TNorg30 - 1.237 Norgsup - 0.080 Norg + 0.043 pH - 0.0007 HCC + 0.0002 Hpf + 1.080



V_P in situ = 0.403 histo céréales et MO – 0.074 C/N + 0.044 TNorg30 + 0.036 TNorg60 + 0.283 anteprec betterave + 0.214 anteprec colza + 0.238 prec colza – 0.001 A – 0.007 CEC + 0.0002 LT – 0.065 histo céréales et légumineuse + 0.00002 CaCO₃ + 1.078



V_P in situ = 0.532 histo céréales et MO + 0.189 Norg + 0.342 prec colza - 0.160 histo céréales et légumineuse - 0.038 C/N + 0.118 prec céréales - 0.178 histo céréales et colza - 0.098 anteprec céréales - 0.069 anteprec sorgho/maïs/tournesol + 0.034 pH + 0.576



 V_P in situ = 0.304 Norg - 0.035 C/N + 1.018 P Olsen - 0.063 pH + 1.031



V_P in situ = 0.509 histo céréales et MO + 0.031 TNorg60 + 10.333 biomasse - 0.142 histo céréales et légumineuse + 0.224 prec colza - 0.092 anteprec sorgho/maïs/tournesol + 0.132 anteprec colza + 0.043 histo céréales + 0.244 Norgsup + 0.0164 prec autres + 0.000004 HCC + 0.222



 V_P in situ = 0.081 A_1k_1C + 0.0009 *biomasseM*- 0.013 *CNsup* + 0.577

Vitesse potentielle de minéralisation calculée en incubation (V_P incub, mg.kg⁻¹.jn⁻¹)



V_P in vitro = 0.042 histo céréales et MO + 0.006 TNorg30 – 0.026 enfouissement résidus + 0.023 Norg – 0.023 histo céréales + 0.038 anteprec betterave + 0.027 NorgsupT + 0.002 Corg + 0.172 P Olsen + 0.022 histo céréales et betterave + 0.032 prec autres – 0.030 prec betterave + 0.00002 CaCO₃ – 0.014 anteprec légumineuse – 0.009 hist céréales et légumineuse + 0.003

R ²	0.89
RMSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.03
Efficience	0.89
Biais (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.00
MSE (kg.ha ⁻¹ .jn ⁻¹)	0.001
(Biais) ² (% MSE)	0.00
SDSD (% MSE)	0.03
LCS (% MSE)	0.97
MSEP	0.17

9

Résumé

Dans le contexte actuel où l'agriculture doit produire de façon durable, la gestion de l'azote doit être raisonnée de plus en plus finement pour atteindre des objectifs multiples de rendement et de qualité des produits récoltés mais aussi de respect de l'environnement. Ces objectifs ne peuvent être atteints qu'en pilotant la fertilisation azotée au plus près des besoins de la plante et en adaptant le système de culture en interculture afin de réduire les pertes d'azote nitrique et sous forme gazeuse. Pour cela, il convient de connaître et de prévoir précisément la dynamique saisonnière de la minéralisation de l'azote organique du sol *in situ*.

L'objectif de ce travail de thèse est double : (i) quantifier la dynamique de minéralisation nette *in situ* de l'azote organique du sol durant une année calendaire au champ, et (ii) expliquer et prédire cette minéralisation *in situ* pour une large gamme de pédoclimats et de systèmes de grande culture français.

La minéralisation de l'azote *in situ* a été estimée en sol nu à l'aide de mesures régulières d'eau et d'azote minéral (0-120 cm) et du programme de calcul LIXIM basé sur un bilan dynamique journalier d'azote. Le concept de temps normalisé permettant de rendre compte des effets de la température et de l'humidité sur la minéralisation de l'azote a également été utilisé afin de normaliser la vitesse de minéralisation *in situ* en référence à des conditions constantes (vitesse potentielle normalisé). La validité de ce concept a été éprouvée pour une gamme étendue de températures et d'humidités à l'aide d'incubation de sol (conditions contrôlées ou *in vitro*). La fonction température de type exponentiel (Q10) utilisée initialement a été trouvée inopérante pour des températures supérieures à 25°C ; une fonction de type logistique a été ajustée pour une gamme de températures variant de 0 à 35 °C et différents sols. La fonction de réponse de la minéralisation à l'humidité s'est avérée variable entre sols, comme suggéré par l'analyse bibliographique ; la fonction humidité initialement utilisée dans le programme LIXIM a été conservée après analyse de sensibilité ayant montré un effet mineur sur nos expérimentations *in situ*. Les mesures *in vitro* ont confirmé qu'il n'y a pas d'interaction significative entre température et humidité, comme sous-tendu par le concept de jours normalisés.

Deux expérimentations localisées dans le Sud de la France (Toulouse, Drôme) ont permis de montrer, qu'en condition de champ, la dénitrification pouvait représenter une forte perte d'azote quand les apports d'eau sont reçus avec une forte intensité par le sol en été, suite à l'irrigation ou aux pluies d'orage. Une estimation précise de la quantité d'azote minéralisé *in situ* par bilan dynamique d'eau et d'azote dans ces situations requiert donc une mesure ou une estimation précise de l'azote minéral perdu par dénitrification ; or ce phénomène est trop souvent considéré comme négligeable dans les systèmes de grande culture français, ce qui pourrait ne pas être le cas si l'irrigation par aspersion est pratiquée.

Le concept de vitesse potentielle normalisée de minéralisation, correspondant à une valeur unique de minéralisation basée sur le temps normalisé, a été globalement validé sur un réseau expérimental de 55 parcelles de grande culture réparties sur l'ensemble du territoire français. Différents méthodes et modèles statistiques ont été testés pour décrire la variabilité observée de la minéralisation potentielle de l'azote in situ. Ainsi, la vitesse de minéralisation in situ de l'azote a été ajustée par RLM (Régression Linéaire Multiple) et PLS (Partial Least Squares regression). Les formalismes couramment utilisés, correspondant à l'effet de variables quantitatives comme la teneur en argile, en CaCO3 et la quantité d'azote organique, ainsi que la vitesse de minéralisation de l'azote mesurée *in vitro* n'ont pas permis d'expliquer ni de prédire, avec une bonne précision, la vitesse potentielle de minéralisation de l'azote in situ. Par contre, l'information apportée par des variables qualitatives relatives au système de culture (type de précédent cultural, nature de la rotation, apport régulier ou non de matières organiques exogènes) améliore significativement l'explication de la variabilité et les qualités prédictives des modèles statistiques sélectionnés. Les caractéristiques biologiques du sol, comme le carbone de la biomasse microbienne ou la vitesse de minéralisation in vitro du carbone, ont aussi permis d'améliorer la prédiction de la vitesse de minéralisation de l'azote in situ, confirmant le lien étroit entre minéralisation du carbone et de l'azote organique du sol. Ces variables sont cependant plus difficiles d'accès que les caractéristiques physicochimiques et du système de culture des parcelles. Leur utilisation semble donc plus adaptée pour des modèles de type « recherche » que pour des outils d'aide à la décision nécessitant un paramétrage simple et robuste et des variables d'entrée faciles à acquérir.

Mots clés : minéralisation de l'azote, conditions de champ (*in situ*), modèle LIXIM, température, humidité, dénitrification, carbone, modélisation statistique, caractéristiques physico-chimiques du sol, système de culture.