

Couplage des cycles du carbone et de l'azote dans les sols cultivés: Etude, au champ, des processus de décomposition après apport de matière organique fraîche

Celso Aita

► To cite this version:

Celso Aita. Couplage des cycles du carbone et de l'azote dans les sols cultivés: Etude, au champ, des processus de décomposition après apport de matière organique fraîche. Sciences de l'environnement. Université Pierre et Marie Curie - Paris 6, 1996. Français. NNT: . tel-03609120

HAL Id: tel-03609120 https://hal.science/tel-03609120

Submitted on 15 Mar 2022

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

MÉ MOIRE de DOCTORAT de l'UNIVERSITÉ PIERRE et MARIE CURIE - PARIS 6

Spécialité :

Sciences de la Terre

présenté par

Celso AITA

pour obtenir le grade de Docteur de l'université Paris 6

Couplage des cycles du carbone et de l'azote dans les sols cultivés : Étude, au champ, des processus de décomposition après apport de matière organique fraîche

Soutenue le 3 décembre 1996 devant le jury composé de MM. :

Pierre BOTTNER	Directeur de Recherche CEFE-Montpellier	Rapporteur
Christian FELLER	Directeur de Recherche ORSTOM-Montpellier	Rapporteur
André MARIOTTI	Professeur UPMC Paris 6 Laboratoire de Biogéochimie Isotopique	
Ghislain de MARSILY	Professeur UPMC Paris 6 Laboratoire de Géologie Appliquée	
Jean-Claude MENAUT	Directeur de Recherche ENS-Laboratoire d'Ecologie.	
Sylvie RECOUS	Chargée de Recherche INRA-Agronomie Laon	

Vous trois

Marta

Bruno

Rafael

Vous êtes la raison principale de ce travail.

Je vous le dédie

Avant de présenter ce travail, je voudrais remercier tous ceux qui ont contribué, de diverses manières, à sa réalisation.

Cette thèse a été rendue possible grâce à la bourse d'étude accordée par la **CAPES.** Je souhaiterais que l'ensemble des personnes de cet organisme du Gouvernement Brésilien puisse trouver ici l'expression de ma vive reconnaissance.

Je remercie Messieurs **J. Boiffin** (Chef du département d'Agronomie de l'INRA) et **J.Guérif** (Directeur de l'Unité d'Agronomie de Laon) pour leur accueil et la confiance qu'ils m'ont témoignés au cours de mon séjour. J'ai bénéficié de leurs qualités scientifiques et humaines.

Mes remerciements vont à Monsieur **P. Bottner**, Directeur de Recherche au CEFE de Montpellier et à Monsieur **C. Feller**, Directeur de Recherche à l'ORSTOM de Montpellier pour avoir accepté la laborieuse tâche de juger ce travail. Merci également à Messieurs **J. C. Menaut** et **G. de Marsily**, Professeurs à l'Université Pierre et Marie Curie (Paris 6), de leur participation à mon jury de thèse.

Je remercie Monsieur **A. Mariotti**, Professeur à l'Université Pierre et Marie Curie (Paris 6) et Directeur de Recherche à l'Unité "Biogéochimie Isotopique", d'avoir accepté de diriger ma thèse. Il a su aux moments opportuns apporter son soutien, et je lui en suis très reconnaissant.

Je ne remercierai jamais assez **Sylvie Recous** qui m'a encadré tout au long de ce travail. Malgré un emploi du temps très chargé, elle m'a toujours dirigé avec compétence et sa patience légendaire. Ses qualités scientifiques et humaines m'ont marqué très profondément. Elles m'ont permis d'avancer plus vite et de garder le moral dans le moments les plus difficiles!. Je remercie également sa famille, en particulier les chaleureux **Laurent** (aussi "fou" que moi pour le Foot !) et **Maxime**.

Un grand merci à **Bruno Mary** pour la chaleur de son accueil à mon arrivée et pour m'avoir permis de réaliser ce travail dans son Laboratoire. Ces trois années et demie m'ont fait découvrir sa compétence et son enthousiasme de chercheur . Merci aussi à **Bruno**, à **Christiane**, à **Claire** et à **Raphaël** de m'avoir supporté si souvent chez eux.

Un merci tout spécial à **Catherine Néel** qui a partagé avec moi le froid et la pluie de Mons pendant notre expérimentation au champ. Son soutien amical, scientifique et technique, tout au long de ce travail, m'a grandement aidé.

Cette thèse n'aurait pu se faire sans le soutien continu et efficace de toute l'équipe technique du Laboratoire Azote de Laon. J'exprime donc toute mon reconnaissance à M. Boucher, D. Varoteaux, O. Delfosse, G. Alavoine, E. Venet, C. Léger, S. Odermatt et E. Grehan. Ils ont assuré de manière très efficace les nombreuses analyses dans chacun

des 174 cylindres de l'expérimentation au champ. Y. Geoffriau a maintes fois résolu mes nombreux problèmes techniques. J'ai toujours trouvé auprès d'eux un accueil amical et chaleureux.

Les discussions très enrichissantes avec l'ensemble de mes collègues du groupe azote m'ont permis d'élargir considérablement mon horizon scientifique. Je remercie Florence Devienne, Nicolas Beaudoin ainsi que Jean Marie Machet et ses pertinents conseils. Ils m'ont toujours accordé leur soutien amical.

Je ne voudrais pas oublier de remercier les scientifiques des autres unités : A. Marin-Laflèche, J. Maucorps, B. Ludwig, V. Jetten, A. Masclet, M. Guérif, Y. Duval, G. Richard, A. Biarnes, C. Dürr, A. Lindor et M. Sarrazin, sans oublier les "DEA" : Laetitia, Mélanie, Florence et Isabelle. J'associe à mes remerciements le personnel de la Station Agronomique Départementale de L'Aisne. Une attention particulière à F. Marcovechio et F. Servain pour leur gentillesse et bonne humeur et à P. Henon pour les analyses d'azote minéral.

Un grand merci à F. Devienne qui a pris beaucoup de son temps pour la mise en forme finale de ce document ainsi qu'à A. Marin-laflèche et V. Jetten pour leur aide efficace et chaleureuse dans le traitement statistique de mes données. Une mention spéciale aux thésards ou post-thésards passés ou présents : A. Andriulo, C. Duke, E Matthey, D. Angers, M. Séne, J. F. Sillon, D. Robin et J. N. Aubertot, avec lesquels j'ai partagé les plus grands moments de bonheur et de doute. Un chaleureux merci à Enrico et Alfredo pour leur soutien généreux et leur inoubliable "plat de spaghetti". De manière les plus diverses, ils m'ont tous donné la force nécessaire pour supporter cette dernière longue année où ma famille était à 10 000 km d'ici.

Je tiens à remercier les Chercheurs du Laboratoire de Sciences du Sol de l'INRA de Versailles : **C. Chenu**, J. **Balesdent** et **M. Balabane** pour leur accueil toujours chaleureux. Merci à J. Guillemot pour sa patience et son soutien technique lors des interminables séries "d'injections" pour la détermination de la biomasse microbienne.

Je n'oublie pas d'associer à mes remerciements les secrétaires de l'INRA pour leur aide aux moments importants de cette thèse : B. Rocourt, V. Dazin, B. Bornier, C. Marquet, J. Happillon et M. Boselli.

Je garde la plus grande partie de mes remerciements à Marta, Bruno et Rafael auxquels j'ai demandé beaucoup trop et à mes parents Romeu Aita et Flordalice Rosa Moro Aita qui m'ont donné le sens de la responsabilité et m'ont appris à aimer la terre.

Enfin, je remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à ce travail

A tous, j'exprime ma gratitude

Résumé

La prédiction de l'évolution des transformations de l'azote et des transferts de nitrate dans le sol à court terme est nécessaire pour gérer la fertilisation azotée des cultures et limiter la pollution nitrique. Un certain nombre de processus intervenant sur les cycles étroitement liés du carbone (C) et de l'azote (N) pendant la décomposition des résidus de culture dans le sol, déjà relativement connus en conditions contrôlées, nécessitent d'être étudiés en conditions de plein champ.

L'objectif de ce travail a été de quantifier les transformations couplées de C et N dans un sol, après incorporation de paille de blé, en absence de plante, à l'échelle d'une année. Les deux traitements comparés ont consisté en l'apport ou non d'une paille de blé doublement marquée (¹³C¹⁵N). Les variables suivies ont été : la minéralisation de C et de N de la paille et leur évolution dans le sol, la dynamique d'incorporation de C et de N dans la biomasse microbienne et dans les différentes fractions granulométriques du sol, et les flux bruts d'azote (minéralisation et organisation) et leur évolution au cours du temps.

La décomposition de la paille a été très rapide juste après incorporation. L'évolution des quantités de ¹³C-paille dans le sol a été décrite par un modèle à deux compartiments, chacun se décomposant selon une cinétique du premier ordre. Le traçage isotopique associé au fractionnement granulométrique a permis de suivre la dynamique des transferts du ¹³C et du ¹⁵N de la paille aux différentes fractions granulométriques du sol. Après une année, 23% du ¹³C apporté a été retrouvé dans le sol, dont 14% dans la fraction < à 50µm. Une méthode permettant d'analyser dans le même échantillon les teneurs de C et N biomasse microbienne et leurs excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N a été développée. La quantité de C et N-biomasse a augmenté significativement avec l'apport de paille. Cependant, la quantité de C et N dérivé de la paille dans cette biomasse n'a représenté que 4.5 et 18.1% de C et N apporté, respectivement. Nous démontrons l'intérêt d'une méthode d'analyse compartimentale numérique pour l'estimation simultanée des flux bruts d'azote. Cette mesure de minéralisation et d'organisation brutes par traçage isotopique ¹⁵N, indique que des quantités importantes d'azote sont mises en jeu lors de la décomposition du carbone de la paille par les micro-organismes hétérotrophes du sol. Cet effet de la paille sur les flux d'azote n'est plus perceptible un an après son incorporation au sol et ceci est en accord avec les observations faites sur l'évolution de la biomasse microbienne et du C résiduel dans le sol.

Ce travail constitue une base de données permettant de tester les modèles de biotransformations du C et N. Une première comparaison entre valeurs mesurées et simulées pour le C minéralisé et les flux bruts d'azote a été réalisée avec le modèle CANTIS développé par Néel (1996).

.

Introduction

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Contexte agronomique

La décomposition des résidus végétaux dans le sol est un processus essentiel agissant sur les transformations de carbone et d'azote des sols cultivés, à court et long termes. A long-terme, elle détermine l'évolution du stock de matière organique du sol et sa fertilité (Andriulo, 1995). A court-terme (sur l'année culturale), elle agit fortement sur l'évolution de l'azote minéral du sol : ceci a des répercussions importantes sur la fertilisation azotée des cultures et sur la pollution des eaux par les nitrates.

La pollution nitrique des eaux est un problème aujourd'hui très sérieux dans les régions d'agriculture intensive, telles que les régions d'Europe de l'Ouest où des mesures réglementaires ont été décidées pour préserver la qualité des eaux superficielles ou souterraines. Dans d'autres parties du monde, telles que le Sud du Brésil, la question est insuffisamment étudiée mais le problème risque de se poser compte tenu d'une tendance à l'intensification de la fertilisation azotée, organique et minérale et compte tenu également de la forte proportion de cultures d'été et d'intercultures longues.

En France, les analyses des teneurs en nitrate des eaux souterraines utilisées pour la consommation humaine indiquent que les teneurs ont fortement augmenté depuis les années 50, qui coïncident avec le début de l'intensification de la fertilisation. Cette évolution n'est pas encore stabilisée et de nombreux captages ou eaux de surface dépassent la norme européenne de potabilité fixée à 50 mg NO₃⁻ l⁻¹ (ou 11 mg N l⁻¹). Le problème est particulièrement aigu dans les zones où les nitrates arrivent rapidement à l'exutoire des bassins comme en Bretagne (Simon et Le Corre, 1988) et latent dans les zones où les temps de réponse des nappes phréatiques sont très longs, comme en Champagne crayeuse (Vachier et Dever, 1990).



Figure 1. Evolution de l'azote minéral provenant de l'engrais et du sol pendant la culture de blé et l'interculture. D'après les travaux de Machet et Mary (1989)

L'origine agricole de la pollution des eaux souterraines par l'ion nitrate est maintenant assez clairement identifiée. D'une part, la surfertilisation azotée conduit à un excédent d'azote minéral à la récolte, par rapport à une culture fertilisée à l'optimum ou non fertilisée (Chaney, 1990; Guiot et Grevy, 1990; Recous *et al.*, 1996). Cet excédent est particulièrement dangereux, parce qu'il est présent précocement dans le sol : il peut migrer vers le bas du profil avant la période de drainage et est donc susceptible d'être lessivé en grande partie. Le supplément d'azote minéral représente environ 40 à 50% de l'excès de fertilisation N (Davies et Sylvester-Bradley, 1995).

D'autre part, il a été montré que le N-NO₃⁻ lessivé dans le sol résulte également et peut-être surtout de la minéralisation de l'azote de la matière organique du sol pendant la période d'interculture. Cette conclusion provient des essais conduits avec des engrais marqués à l'azote 15, au champ (Powlson, 1988; Macdonald *et al.*, 1990) ou en cases lysimétriques (Denys *et al.*, 1991). La Figure 1 illustre ce résultat. Elle montre l'évolution de l'azote minéral dans le sol au cours d'une succession blé - interculture, en distinguant l'azote issu de l'engrais et l'azote issu de la matière organique du sol. Dans cet essai, la fertilisation a été conduite à l'optimum et la quantité d'azote minéral restant à la récolte a été faible (15 kg N ha⁻¹), avec une très faible contribution de l'azote de l'engrais (2 kg N ha⁻¹). Au cours de l'interculture (sol nu, pailles exportées), on observe une forte accumulation d'azote minéral dans le sol, provenant principalement de la minéralisation de la matière organique du sol. La plus grande partie de l'azote lessivé provient alors de l'azote minéralisé par le sol en automne, qui représente entre 40 et 70 kg N ha⁻¹ (Machet *et al.*, 1997).

Enfin, l'intensification des systèmes de culture semble favoriser la pollution nitrique de façon indirecte à long-terme en augmentant la minéralisation moyenne annuelle, comme cela est suggéré par les résultats d'essais de longue durée à Rothamsted (Johnson et Jenkinson, 1989) et les résultats en cases lysimétriques (Mariotti, 1994).

$$Rrec - Rsh = (X + Mh + Mr + Ma + A) - (P + G + L)$$

Rrec quantité d'azote minéral du sol à la récolte (estimé)

Rsh quantité d'azote minéral du sol en fin d'hiver (mesuré)

X quantité d'engrais azoté

Mh minéralisation nette d'azote provenant de l'humus du sol

Mr minéralisation nette d'azote provenant des résidus de la récolte précédente

Ma minéralisation nette d'azote provenant des amendements organiques

A apports d'azote atmosphériques (précipitations, fixation libre)

P absorption totale d'azote par la culture

G pertes gazeuses d'azote (volatilisation + dénitrification)

L pertes d'azote par lessivage (pendant la culture)

Tableau 1. Equation du bilan d'azote minéral du logiciel AZOBIL (Machet et al., 1990)

NATURE DU PRECEDENT	N MINERAL (KG/HA)
CEREALES PAILLES ENLEVEES OU BRULEES CEREALES PAILLES ENFOUIES SANS AZOTE CEREALES PAILLES ENFOUIES AVEC AZOTE MAIS GRAIN MAIS FOURRAGE POIS-HARICOTS DE CONSERVE POIS PROTEAGINEUX BETTERAVE POMME DE TERRE DE CONSOMMATION POMME DE TERRE FECULE COLZA TOURNESOL LUZERNE FEVEROLE ENDIVE CAROTTE EPINARD LIN FIBRE PRAIRIE	0 -20 0 -25 0 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20 2
NUINES COLIUNES	

Tableau 2. Effet des résidus de récolte sur la disponibilité de l'azote minéral du sol : valeurs du terme Mr utilisés dans le logiciel AZOBIL.

Bien ajuster la fertilisation azotée des cultures est donc une condition nécessaire mais non suffisante pour réduire les pertes de nitrate à un niveau acceptable pour l'environnement. Il est nécessaire de contrôler la production nette d'azote minéral qui apparaît inévitablement entre la récolte et la période de reprise du drainage.

L'incorporation au sol des résidus de récolte et l'installation de cultures intermédiaires sont les principales techniques envisageables pour limiter les quantités d'azote minéral disponible dans le sol pendant l'automne.

L'implantation de cultures intermédiaires permet de piéger de l'azote minéral principalement par absorption racinaire et secondairement par organisation microbienne dans la rhizosphère. C'est une technique qui apparaît très efficace (Laurent *et al.*, 1995; Machet *et al.*, 1997), mais qui provoque un surcoût économique et qui peut entraîner des effets négatifs sur la culture suivante (notamment un risque de déficit hydrique accru).

La décomposition des résidus de culture et son interaction avec le cycle de l'azote comporte deux volets principaux :

- la valorisation, à l'automne, du potentiel d'organisation microbienne de l'azote minéral par les résidus pauvres en azote tels que les pailles de céréales, maïs, tournesol, dans la couche de sol où ces résidus de culture sont incorporés. L'effet de l'incorporation des pailles de céréales sur la réduction du lessivage du nitrate est variable, de 0 à plus de 30 kg N/ha selon les travaux effectués (Goss, 1990; Jarvis *et al.*, 1989; Darwis, 1993). Il est nécessaire de comprendre les mécanismes qui sont à l'origine de cette variabilité pour mieux valoriser le potentiel de blocage microbien de l'azote minéral,

- la restitution au sol en hiver de résidus de cultures intermédiaires, riches en azote et facilement décomposables. Il s'agit alors de prévoir leur cinétique de décomposition et la minéralisation d'azote à court et moyen terme.



Figure 2. Flux de carbone et d'azote pendant la phase initiale de décomposition de résidus végétaux dans le sol. (--) Flux de carbone. (---) Flux d'azote. D'après Mary *et al.* (1996).

La connaissance de l'évolution des processus d'organisation et de minéralisation au cours de la décomposition, et la disponibilité nette de l'azote minéral qui en résulte est donc indispensable à la prévision des quantités d'azote susceptible d'être lessivé en cours d'hiver et à celles disponibles pour les cultures à venir. Cette fourniture nette d'azote est actuellement représentée par le terme "Mr" dans l'écriture du bilan d'azote minéral présenté au Tableau 1 (Machet *et al.*, 1990), qui représente la minéralisation nette d'azote entre la sortie d'hiver et la récolte de la culture suivante . Par exemple ce terme est pris égal à -20 kg N/ha dans le cas d'un précédent blé avec pailles enfouies (organisation nette d'azote) (Tableau 2). Or il est évident que cette contribution peut varier selon les dates d'incorporation de la paille et les conditions climatiques à l'automne. Elle est aussi variable en fonction de la qualité des résidus. On perçoit donc l'intérêt d'une approche dynamique des phénomènes, à court terme. Pour cela, il est nécessaire de bien comprendre et de modéliser les processus de décomposition, en particulier de minéralisation du carbone et de l'azote.

Contexte scientifique

Processus de décomposition

Durant la décomposition des résidus végétaux, les cycles du carbone et de l'azote dans les sols sont fortement couplés, principalement en raison de l'assimilation simultanée de C et N par la microflore hétérotrophe des décomposeurs (Fig. 2). La vitesse d'assimilation du C dépend de celle de décomposition et du rendement d'assimilation du C décomposé par la microflore. Les besoins en N sont alors déterminés par le flux de C et le rapport C/N des décomposeurs. Les sources d'azote pour la microflore peuvent être le résidu lui même, l'azote minéral du sol, et l'azote microbien après recyclage (Mary *et al.*, 1996).

Ces processus ont été beaucoup étudiés au laboratoire, au cours d'incubation de sol remanié additionné ou non de différents résidus végétaux finement broyés. Un exemple



Figure 3. Evolution de l'azote minéral au cours de la décomposition de feuilles de seigle jeune et paille de blé mature, comparée a un sol témoin (sans résidu). Incubation menée à 15°C en sol de limon moyen (Robin, 1994).

de résultat est donné à la Figure 3 (Robin, 1994). Il montre l'évolution de l'azote minéral dans un sol témoin (sans résidus), ou avec un résidu pauvre en azote (paille de blé mûr) ou avec un résidu très riche en azote (feuilles de seigle jeune). On observe une minéralisation nette d'azote faible mais continue sur le sol témoin, une organisation nette d'azote importante et durable dans le cas de la paille de blé, et une organisation faible et fugace suivie d'une forte minéralisation nette d'azote dans le cas de la paille de blé, et une organisation faible et peut être modélisé de façon simple (Recous, 1995) en considérant trois paramètres :

- le rapport C/N des matériaux organiques décomposables,

- le rapport C/N des décomposeurs microbiens,

- le rendement d'assimilation du carbone par la microflore.

Ceci est illustré à la Figure 4 dans le cas d'une paille de blé ayant un rapport C/N égal à 100, une biomasse microbienne ayant un rapport C/N de 8 et un rendement d'assimilation du carbone de la paille 0,4.



Figure 4. Schéma représentant les flux de carbone et d'azote au cours de la décomposition d'un résidu pauvre en azote. Les valeurs indiquées sont prises à titre d'exemple (Reçous, 1995).

Ce même schéma appliqué à la décomposition de l'humus (C/N=9) prévoit au contraire une minéralisation nette dans le sol témoin comme elle est constatée Figure 3. Cette représentation simplifiée du métabolisme microbien est à la base des modèles de biotransformations C-N (par ex. Molina *et al.*, 1983; van Veen *et al.*, 1985), qui doivent

Matériel végétal	Rapport C/N	N/C	Organisation	Assimilation
	du résidu		nette	microbienne
			(mg N g ⁻¹ C)	
Feuilles de blé	13	76	0	48
Racines de maïs	14	72	19	66
Racines de seigle	28	36	23	nd
Racines de blé	34	29	27	50
Racines raygrass	51	19	24	nd
Mucilage racines	64	16	72	88
Paille de blé	100	10	28	32
Paille de maïs	130	8	27	nd
Glucose	00	0	61	61

également inclure une description des processus de nitrification et d'humification et prendre en compte l'action des facteurs du milieu : température, humidité, concentration en azote minéral, contact sol-résidu.

Les quantités d'azote mises en jeu au cours de la décomposition des résidus peuvent être évaluées par deux méthodes :

- la différence entre les quantités d'azote minéral accumulées dans un sol ayant reçu un résidu et dans le même sol sans apport, permet de calculer l'effet net ou minéralisation nette. En cas de diminution des quantités d'azote minéral, il s'agit d'une organisation nette (Fig. 3),

- le traçage isotopique ¹⁵N appliqué soit à l'azote minéral du sol, soit à l'azote du résidu, soit aux deux de manière croisée, permet de quantifier les flux bruts : minéralisation et organisation brutes, qui constituent le cycle interne de l'azote dans le sol (Jannson et Persson, 1982), et l'assimilation directe d'azote du résidu par la microflore (Mary *et al.*, 1993). Selon la nature des résidus, la dynamique et les quantités d'N organisé sont assez variables (Tableau 3). Mary *et al.* (1996) ont montré que la prise en compte de l'assimilation directe d'azote du résidu par la biomasse réduisait les différences observées entre résidus. Ainsi les valeurs observées pour la paille de blé en conditions optimales de décomposition, représentent 25 à 30 mg N organisé par gramme de C décomposé (Mary *et al.*, 1996). La disponibilité en azote minéral peut modifier cette relation comme l'ont démontré Darwis (1993) en conditions de plein champ et Recous *et al.* (1995), en conditions contrôlées. Les besoins en azote sont moindres lorsque l'azote minéral est limitant.

Facteurs de variation de la décomposition

Les facteurs climatiques modifient l'activité des décomposeurs selon une loi de réponse à la température et à l'humidité de type exponentiel (Kirschbaum, 1995; Sommers *et al.*, 1980). La température optimale d'activité se situe dans l'intervalle 30-

9

35°C pour la décomposition, la vitesse de décomposition du carbone étant divisée d'un facteur 2 à 3 lorsque la température baisse de 10°C. La teneur en eau influence à la fois la croissance, la mobilité des organismes du sol et la diffusion des gaz, des solutés et des nutriments. Dans la gamme des potentiels hydriques faibles, la décomposition est tout d'abord affectée par une moindre diffusion des enzymes et des solutés jusqu'au site actif de décomposition. Dans des potentiels hydriques très élevés, des mécanismes anaérobies tels que des fermentations ou des processus de dénitrification peuvent intervenir.

La disponibilité en azote minéral (du sol et du résidu) est un facteur encore peu considéré dans des études concernant la décomposition des résidus végétaux. Recous *et al.* (1995) ont étudié en conditions contrôlées l'effet de différentes quantités de N minéral (10 à 100 mg N kg⁻¹ sol) sur la décomposition d'une paille de maïs. Les résultats de cette étude indiquent qu'il existe un seuil de disponibilité en azote minéral au dessous duquel l'azote contrôle la vitesse de décomposition du carbone et modifie le potentiel de blocage de l'azote minéral sous forme organique par unité de carbone décomposé.

Un autre facteur essentiel du contrôle de la décomposition, spécialement des résidus pauvres en azote, est constitué par les modalités de contact entre le sol et le résidu. La taille des résidus, les surfaces de contact offertes à la dégradation microbienne, le mode d'incorporation du résidu et la nature du sol (granulométrie et structure) vont conditionner l'homogénéité de répartition du carbone apporté. La majeure partie des résultats obtenus avec les pailles des céréales montre que plus le contact entre le résidu et le sol est intime plus sa décomposition est rapide (Bremer *et al.*, 1991, Darwis, 1993, Angers et Recous, 1997; Fruit et al., 1997), sans doute en relation avec la disponibilité de l'azote minéral contrôlant la décomposition. La répartition des résidus végétaux suite aux opérations de récolte et de travail du sol est généralement très hétérogène (Thevenet, 1987) et conduit à une forte variabilité spatiale des processus d'organisation et de minéralisation d'azote avec des conséquences sur la disponibilité en N minéral pour la culture suivante.

L'intensité et la cinétique de minéralisation et d'organisation associée à la décomposition des résidus semblent donc relativement bien décrites en conditions contrôlées. Par contre, l'importance de ces processus en conditions de plein champ est moins connue. Le peu de données disponibles résulte de deux principales difficultés relatives à la quantification des processus :

- l'hétérogénéité de distribution des matières organiques fraîches après leur incorporation par des techniques usuelles (Darwis, 1993) et l'hétérogénéité de distribution de l'azote minéral dans le sol qui rend délicate la quantification des processus au cours du temps,

- l'interférence des processus de biotransformations de C et N avec plusieurs autres processus : transfert de nitrate, absorption racinaire, volatilisation et dénitrification.

Modélisation des processus

٠;

Depuis les années 70, un grand nombre de modèles décrivant les biotransformations de C et N a été développé (de Willigen, 1991). Les différences entre ces modèles tiennent essentiellement au nombre et à la nature des pools organiques considérés et aux ordres des cinétiques de transformations C-N. La majorité de ces modèles considère explicitement un compartiment de biomasse microbienne. Ces modèles de biotransformations du carbone et de l'azote ne peuvent pas être validés directement au champ. En effet les biotransformations du C et N sont associées de manière permanente aux processus de transfert d'azote dans le profil du sol. Par conséquent, seul le couplage de ces modèles biologiques avec des modèles physiques de transferts d'eau, de chaleur et de soluté peut permettre de valider les modèles de biotransformations C-N et prévoir l'évolution de l'azote minéral d'une manière dynamique, ce qui est essentiel à la prévision du lessivage du nitrate.

Dans les dernières années, des modèles associant transformations et transferts d'azote ont été développés (SOILN, Bergström *et al.* 1991 ; DAISY, Hansen *et al.* 1991). Mais la

-11:

• •

.

1

• ·

représentation des mécanismes de transferts et de transformations de l'azote est effectuée avec un degré de précision et une approche de modélisation différentes (Néel, 1996). Par ailleurs, le grand nombre de paramètres requis dans les modules de transformations biologiques, dont certains ne sont pas accessibles à la mesure, ne permet que leur validation partielle. De plus, ces modèles couplés ne sont souvent pas testés et ne permettent pas l'identification des facteurs prépondérants intervenant dans le couplage des mécanismes biologiques et physiques. Il apparaît donc qu'une voie d'amélioration consisterait à ne considérer dans un premier temps, que les mécanismes et les compartiments les plus fondamentaux et les plus accessibles à la mesure, sans pour autant trop simplifier le système modélisé (Néel, 1996).

Projet de recherche

Objectifs

L'objectif général du projet de recherche est de mettre au point un modèle de prévision de l'évolution du stock d'azote minéral dans le sol, afin de prévoir la minéralisation nette et la lixiviation d'azote, notamment au cours des périodes automnale et hivernale. Dans ce cadre, deux projets de travail ayant constitué deux programmes de thèses parallèles, et sur le même site, ont été menés :

- la réalisation d'un modèle mécaniste décrivant les processus biologiques et physiques avec le même degré de précision, et l'évaluation des performances de ce modèle. Il s'agit du travail de thèse de Catherine Néel (1996),

- la description des transformations couplées du carbone et de l'azote consécutives à l'incorporation de paille de blé dans le sol, au cours de l'interculture. Il s'agit de quantifier les transformations brutes d'azote associées à cette décomposition, en conditions de plein champ, la plupart des références comme nous l'avons vu, ayant été établies en conditions contrôlées. Nous cherchons par ailleurs à caractériser les relations carboneazote, et ceci est possible grâce à l'utilisation simultanée du traçage isotopique stable



Figure 5 Organigramme et principaux paramètres du modèle CANTIS

- R: rapport C/N des pools organiques (R^* : C/N variable)
- k : coefficient de la cinétique d'ordre 1 de décomposition des pools organiques
- Y: rendements d'assimilation du carbone par les biomasses
- h : coefficient de la cinétique d'ordre 1 d'humification du carbone
- n : coefficients de la cinétique Michaelis-Menten de nitrification

pour le carbone (¹³C) et pour l'azote (¹⁵N). Enfin une cinétique relativement fine est décrite à l'échelle d'une année, au cours de laquelle s'effectue l'essentiel des biotransformations après l'apport de résidus. Ceci constitue le travail présenté dans ce mémoire. Ces données permettront de tester le module biologique du modèle couplé.

Présentation du modèle (Néel, 1996)

ķ

Le modèle mécaniste qui couple les transformations biogéochimiques du carbone et de l'azote dans le sol avec les transferts de masse et d'énergie a été construit à partir d'un projet de collaboration entre l'unité d'Agronomie de l'I. N. R. A. de Laon-Péronne et l'unité de Science du sol de l'I. N. R. A. d'Avignon. Le modèle MATHILD de transfert d'eau, de chaleur et de soluté, développé par François Lafolie (Lafolie, 1991) a été couplé au modèle CANTIS de transformations de l'azote et du carbone (Fig.5), réalisé au cours de ce projet par Bruno Mary à partir des résultats des études d'incubation en conditions contrôlées réalisées dans les dernières années à Laon (Robin, 1994, Recous *et al.*, 1995, Aita, non publié).

Le modèle CANTIS reprend les principes développés dans la plupart des modèles de transformation N et C dans le sol : Les transformations de l'azote sont directement dépendantes des transformations du carbone et la relation entre la dynamique du carbone et de l'azote est déterminé par le rapport C/N des compartiments organiques considérés (dont la biomasse microbienne). CANTIS permet la simulation de la dynamique du carbone et de l'azote dans un sol pouvant avoir reçu différents types de résidus. Il s'applique à une couche de sol homogène, à l'échelle de temps d'un cycle cultural. Il simule le devenir du carbone et de l'azote introduit, via les isotopes ¹³C et ¹⁵N. Le modèle est composé de deux parties relativement indépendantes que l'on peut décrire en termes de décomposition (Fig. 5) : la décomposition basale, correspondant à la décomposition des matières organiques stabilisées du sol sous l'action de la biomasse autochtone, et la décomposition des matières organiques fraîches par la biomasse



Figure 6. Evolution du carbone (a) et de l'azote (b) minéralisés dans un sol nu incubé à 15°C pendant un an : comparaison entre les valeurs observées et calculées par CANTIS.

•

zymogène. Les flux entre les compartiments de la partie droite de la Figure 5 (décomposition basale) ont été paramétrés à partir des résultats d'une incubation des échantillons de sol nu en conditions contrôlées (15° C) que nous avons réalisée pendant un an (Aita, non publié). La minéralisation du carbone de la matière organique du sol a été déterminée par la mesure en continu du C-CO₂ dégagé et la minéralisation de l'azote par la mesure systématique des quantités de N-minéral dans le sol. Les résultats de ce travail sont présentés à la Figure 6. Le mode d'acquisition des paramètres du modèle est présenté Tableau 4.

Cycle du carbone	k, , k, , k, , k, k, , k, et h, k, et k,	Mesures (Robin 1994) <u>Ajustements</u> sur incubations de sol avec paille (Robin 1994) <u>Ajustements</u> sur incubations de sol sans paille (Aita 1996)
	$Y_{\mu_{a}}Y_{\lambda_{a}}Y_{s}Y_{s}$ h _{a.} et h	Fixés sous hypothèses (travaux B. Mary, comm. pers.) Fixés sous hypothèses (travaux B. Mary, comm. pers.)
Cycle de l'azote	nitrification : K _{im} , V _{max}	<u>Ajustements</u> incubations en excès d'NH₄ ⁺ (travaux B. Mary)
	rapports N/C :	
	R _{fom, sol, aom, zyb} R _{aub}	Mesurés (Aita 1996) <u>Ajustement</u> sur incubations de sol sans paille (Aita 1996)
Facteurs de	Ψ_{ov} , m_{v} et cte.	Bibliographie (Andren 1992)
vanation3	Q ₁₀	Bibliographie (Recous 1995)

Tableau 4: Mode d'acquisition des paramètres du modèle CANTIS

Démarche expérimentale

Une expérimentation au champ a été conduite de septembre 1993 à octobre 1994. La parcelle choisie est située sur le domaine expérimental de l'I. N. R. A. de Monsen-Chaussée. Deux traitements (sol sans apport de paille et sol avec l'apport de 8 t ha⁻¹ de paille de blé) sont considérés dans cette expérimentation dans le but de distinguer la minéralisation de la matière organique du sol de celle liée à la décomposition de la matière organique fraîche. L'étude a été volontairement menée en absence de plante. Les variables biologiques que nous avons privilégiées sont les suivantes :



Légende

- Cyl : zone des cylindres mis en place pour le suivi des variables biologiques

 Et : zones de prelèvements pour l'étalonnage des capteurs

 Pl : placettes instrumentées de 3m x 8m

 Pt : zones de prelèvements de terre pour le suivi des profils d'azote minéral
- Mr : zones de mesures micrométéorologiques (mesures ce l'albedo, Rn, Rg, G)
- Mm: emplacement du mât météorologique (mesures de Ta, Ua, Pva)





- la minéralisation du carbone du sol et du résidu. Cette minéralisation a été suivie *in situ* en continu au cours de l'année suivant l'incorporation des pailles,

- le devenir du carbone dans le sol et sa distribution sous différentes formes au cours du temps : le carbone du résidu, le carbone soluble, microbien et organique non microbien,

- le devenir de l'azote du résidu dans le sol, et les transformations brutes d'azote minéral qui sont associées à la décomposition du C.

L'acquisition de ces variables a nécessité l'utilisation *in situ* du traçage isotopique pour le carbone et l'azote. Ceci a été possible par l'obtention de résidus de blé, à maturité, enrichis de manière homogène en ¹³C et ¹⁵N.

Site expérimental

La Figure 7 schématise le site expérimental où a été mesuré l'ensemble des variables nécessaires à la validation du modèle couplé (potentiel de l'eau, teneur en eau, température, l'azote minéral, carbone minéralisé, rayonnement net et flux de chaleur dans le sol). Le suivi de l'évolution de l'azote minéral dans le sol dans la zone de prélèvements de terre (Pt), des variables physiques dans la zone instrumenté et des variables météorologiques a été réalisé par Néel (1996) dans le cadre de sa thèse.

L'expérimentation concernant la quantification des flux de carbone et d'azote dans le sol (zone identifiée comme CYL, Fig.7) a été mise en place, en Septembre 1993 pour une durée de 12 mois, à proximité de la parcelle utilisée pour la mesure des variables physiques.

Les placettes de type "confiné" sont délimitées par des cylindres de PVC ouverts enfoncés dans le sol immédiatement après le travail du sol. La paille broyée de taille 1 à 10 cm, est mélangée manuellement au sol prélevé sur 20 cm de profondeur, en quantité équivalente à une restitution de 8 tonnes de matière sèche par hectare. Le sol sans paille subit le même traitement lors de l'installation des cylindres.



Préparation des cylindres : remplissage par le mélange sol + paille



Dispositif de mesure pour le C-CO2

Deux pailles de blé cultivées simultanément dans une chambre de culture étanche au gaz ont été utilisées : l'une est enrichie en carbone 13 et azote 15 (¹³C¹⁵N), l'autre seulement en carbone 13 (¹³C¹⁴N).

La mesure des flux de carbone (minéralisation, assimilation, humification) en sol sans apport de paille ou avec apport (paille marquée ¹³C) est réalisée grâce à deux dispositifs expérimentaux :

■ un site de mesure en continu de la minéralisation du carbone. Il est constitué de cylindres (6 cylindres*3 blocs) qui, à tour de rôle, sont recouverts d'une cloche fixée hermétiquement. La mesure du carbone minéralisé est faite par une technique de piégeage du C-CO₂ dégagé. La minéralisation du carbone de la paille est estimée d'une part par différence de minéralisation entre les deux traitements (minéralisation apparente), d'autre part par mesure du ¹³C-CO₂ dégagé (minéralisation réelle),

■ un site de mesure de la dynamique de décomposition de la paille. Ce dispositif comporte 63 cylindres (39 recevant de la paille doublement marquée ¹³C¹⁵N, et 24 sans paille). Les mesures, de type destructif, sont réalisées au temps 0 et à 12 dates au cours de l'année, avec un pas de temps modulé en fonction de la vitesse de décomposition (liée aux conditions de température essentiellement). Sont déterminés sur ces échantillons :

- le bilan de carbone et d'azote de la paille, réalisé par la mesure du ¹³C total et ¹⁵N total du sol,
- l'évolution de la fraction grossière de la paille (> 1mm),
- l'évolution des compartiments carbone et azote de la biomasse microbienne et de la matière organique humifiée obtenus respectivement par la méthode de fumigationextraction et de fractionnement granulométrique associés au traçage isotopique ¹³C et ¹⁵N,
- le carbone soluble.



Prélèvement destructif des cylindres en vue des déterminations de C et N dans le sol



Injection de solution 15N dans le sol pour la mesure de la minéralisation

et de l'organisation brutes

La mesure des flux bruts de minéralisation et d'organisation d'azote est réalisée sur un troisième dispositif constitué de 96 cylindres ayant reçu de la paille marquée (${}^{13}C^{14}N$) sur le carbone (48 cylindres) ou n'ayant pas reçu de paille (48 cylindres). Cette mesure repose sur l'utilisation des méthodes de dilution isotopique du compartiment minéral et d'enrichissement isotopique du compartiment organique (Mary et Recous, 1995) . Elle est réalisée, après injections multiples d'azote 15 minéral en quantités connues dans le sol des cylindres, sur une durée de 2 à 3 jours et ceci en 8 séquences réparties sur l'année d'expérimentation. La relation entre les flux d'azote mesurés et les flux de carbone est établie sur le même intervalle de temps grâce à la mesure simultanée du CO₂ dégagé.

Plan de la thèse

Ce document est structuré sous forme de 4 articles scientifiques accepté (1) ou en phase finale de préparation (3). Ces articles sont répartis en 3 chapitres.

- Le chapitre 1 décrit la minéralisation du carbone et de l'azote de la paille (article 1) et leurs cinétiques d'incorporation dans la biomasse microbienne (article 2)
- Le chapitre 2 présente l'évolution du carbone et de l'azote de la paille dans le sol et leur distribution dans les fractions granulométriques (article 3).
- Le chapitre 3 décrit les transformations brutes (minéralisation, organisation) de l'azote du sol (article 4)

La discussion générale présente les principales conclusions, et les premiers résultats de confrontations entre les valeurs mesurées et les valeurs estimées par le modèle CANTIS, ainsi que les perspectives. La bibliographie relative à chaque partie est présentée à la fin de chaque article, puis est récapitulée en fin de document.

Références

- Andrén O., Steen E. et Raghai K. (1992) Modelling the effects of moisture on barley straw and root decomposing in the field. Soil Biology and Biochemistry, 24, 727-736.
- Andriulo A. (1995) Modélisation de l'évolution des matières organiques des sols de la Pampa. relation avec les systèmes de culture. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris Grignon, Paris, 143 p.
- Bergström L., Johnsson H. et Torstenson G. (1991) Simulation of soil nitrogen dynamics using the SOILN model. *Fertilizer Research*, 27, 181-188.
- Bremer E., van Houton W. et van Kessel C. (1991) Carbon dioxide evolution from wheat and lentil residues as affected by grinding, added nitrogen, and the absence of soil. *Biology and Fertility of Soils*, **11**, 221-227.
- Chaney K. (1990) Effect of nitrogen fertilizer rate on soil nitrogen content after harvesting winter wheat. *Journal of Agricultural Science*, **114**, 171-176.
- Darwis D. (1993) Effet des modalités de gestion de la paille de blé sur l'évolution du carbone et de l'azote au cours de sa décomposition dans le sol. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris Grignon, Paris, 196 p.
- Davies D. B. et Sylvester-Bradley R. (1995) The contribution of fertiliser nitrogen to leachable nitrogen in the UK. *Journal of Science Food and Agricultural*, **68**, 399-406.
- de Willingen P. (1991) Nitrogen turnover in the soil-crop system: comparaison of fourteen simulation models. *Fertilizer Research*, **27**, 141-149.
- Denys D., Muller J. C. et Mariotti A. (1991) Conséquences de l'organisation de l'azote minéral d'un angrais sur la disponibilité pour la plante et sur la lixiviation. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet ed.), INRA editions, pp 189-194.
- Goss M. J. (1990). Lessivage des nitrates : conséquences des techniques culturales. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet Ed.) pp. 389-394. INRA editions, Paris.

- Guiot J. et Grevy L. (1990) Evolution des nitrates dans une terre soumise à la rotation:
 betterave-froment-escourgeon. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet Ed.) pp. 417423. INRA editions, Paris.
- Hansen S., Jensen H. E., Nielsen N. E., 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.
- Jansson S. L. et Persson J. (1982) Mineralization and immobilization of soil nitrogen. In: *Nitrogen in Agricultural Soils* (F. J. Stevensen, Ed.), pp 229-252. American Society of Agronomy, Madison.
- Jarvis S., Barraclough D., Unwin R. J. et Royle S. M. (1989) Nitrate leaching from grazed grassland and after straw incorporation in arable soils. In: *Management systems to reduce impact of nitrates*, (J. C. Germon, Ed.) pp. 110-125. Elsevier, London.
- Johnston A. E. et Jenkinson D. S. (1989) The nitrogen cycle in UK arable agriculture. Fertilizer Society of London Proceedings, 286, 3-24.
- Kirschbaum M. U. F. (1995) The temperature dependence of soil organic matter decomposition, and the effect of global warming on soil organic storage. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 753-760.
- Lafolie F. (1991) Modelling water flow, nitrogen transport and root uptake including physical non-equilibrium and optimization of the root potential. *Fertilizer Research*, **27**, 215-231.
- Laurent F., Machet J.M., Pellot P. et Trochard R (1995) Cultures intermédiaires pièges à nitrate : comparaison des espèces. *Perspectives Agricoles*, **206**, 38-49.
- MacDonald A. J., Powlson D. S., Poulton D. R. et Jenkinson D. S. (1990) Unused fertiliser in arable soils : its contribution to nitrate leaching. *Journal Science Food Agricultural*, **46**, 407-419.
- Machet J. M.et Mary B. (1989) Impact of agricultural practices on the residual nitrogen in soil and nitrate losses. In: *Management systems to reduce impact of nitrates*, (J. C. Germon, Ed.) pp. 126-146. Elsevier, London.

- Machet J. M., Laurent F., Doré T. et Chapot J.Y. (1996) Maitrise de l'azote pendant l'interculture. In: *Colloque Maîtrise de l'azote dans les agrosystèmes*, Reims, 19-20 novembre 1996. A paraître
- Mariotti A. (1994) Communications du Séminaire "Cycle de l'azote dans les ecosystèmes cultivés". Laon, 6-8 avril 1994. pp. 3-6.
- Mary B. et Recous S. (1995) Calcul des flux d'azote dans les sols par traçage isotopique ¹⁵N. In *Utilisation des isotopes stables pour l'étude du fonctionnement des plantes,* (P. Maillard et R. Bonhomme, Eds) pp. 277-297. Editions INRA, Paris.
- Mary B., Fresneau C., Morel J. L. et Mariotti A. (1993) C and N cycling during decomposition of root mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **25**, 1005-1014.
- Mary B., Recous S., Darwis D. et Robin D. (1996) Interactions between decomposition of plant residues and nitrogen cycling in soil. *Plant and Soil*, **181**, 71-82.
- Molina J. A. E., Clapp C. E., Schaffer M. J., Chichester F. W. et Larson W. E. (1983) NCSOIL, a model of nitrogen and carbon transformation in soil: description, calibration and behaviour. *Soil Science Society of America Journal*, **47**, 85-91.
- Néel C. (1996) Modélisation couplée du transfert et des transformations de l'azote : paramétrisation et évaluation d'un modèle en sol nu. Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie - Paris 6, Paris, 254p.
- Powlson D. S. (1988) Measuring and minimising losses of fertilizer nitrogen in arable agriculture. In: *Nitrogen Efficiency in Agricultural Soils* (D. S. Jenkinson & K. A. Smith Eds) pp. 231-245. Elsevier, London.
- Recous S., Jeuffroy M.H., Mary B. et Meynard J.M. (1996) Gestion de l'azote en zone d'agriculture intensive. Rapport de contrat INRA-SCGP, 37 pp.
- Recous S. (1995) Incorporation des résidus végétaux: quel effet sur la dynamique de l'azote? *Perspectives Agricoles*, **206**, 9-15.
- Recous S., Robin D., Darwis D. et Mary B. (1995) Soil inorganic N availability: effect on maize residue decomposition. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 1529-1538.

- Robin D. (1994) Effet de la disponibilité de l'azote sur les flux bruts de carbone et de l'azote au cours de la décomposition des résidus végétaux dans les sols. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris Grignon, Paris, 201 p.
- Simon J. C. et Le Corre L. (1988) Lessivage d'azote en monoculture de maïs en sol granitique du Finistère. *Fourrages*, **114**, 193-207.
- Sommers L. E., Gilmour C. M., Wildung R. E. et Beck S. M (1980) The effect of water potential on decomposition processes in soils. In: SSSP Spec. Publ. N. 9, *Water Potential Relations in Soil Microbiology.* ASA, Madison, Wisconsin, pp. 97-117.

Thévenet G. (1987) Doit-on enfouir les pailles? Perspectives Agricoles, 117, 12-15.

- Vachier P. et Dever L. (1990). Qualité des eaux de recharge de la nappe et pratiques agricoles en pays de craie : cas de la champagne. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet Ed.) pp. 251-256. INRA editions, Paris.
- van Veen J. A., Ladd J. N. et Frissel M. J. (1985) Modelling C and N turnover through the microbial biomass on soil. *Plant and Soil*, **76**, 257-274.

<u>,</u>
.

Sommaire

Introduction Générale

Contexte agronomique	1
Contexte scientifique	7
Projet de recherche	15
Plan de la thèse	
Références	26

Chapitre 1 : Dynamique du carbone et de l'azote au cours de la décomposition au champ d'une paille de blé ¹³C ¹⁵N :

I - Minéralisation et quantité résiduelles dans le sol	. 33
Introduction	33
Matériel et Méthodes	35
Résultats	43
Discussion	55
Références	60

II- Évolution de la biomasse microbienne	65
Introduction	65
Matériel et Méthodes	66
Résultats	71
Discussion	85
Références	91

Chapitre 2 : Caractérisation in situ de la décomposition d'une paille de ble	é en
utilisant le traçage isotopique ¹³ C ¹⁵ N combiné au fractionnement granulométrique	99
Introduction	100
Matériel et Méthodes	102
Résultats	109
Discussion	123
Références	129

Chapitre 3 : Transformations brutes de l'azote en sol nu et après	s incorporation
de paille de blé : Estimation <i>in situ</i> par traçage isotopique ¹⁵ N	
Introduction	138
Matériel et Méthodes	141
Résultats	
Discussion	
Références	174
Discussion générale et Conclusion	181

Annexes

Chapitre 1

Dynamique du carbone et de l'azote au cours de la décomposition au champ d'une paille de blé ¹³C ¹⁵N :

I - Minéralisation et quantités résiduelles dans le sol

II- Évolution de la biomasse microbienne

Articles en préparation pour soumission à Soil Biology & Biochemistry.

Dynamique du carbone et de l'azote au cours de la décomposition au champ d'une paille de blé ¹³C¹⁵N

I - Minéralisation et quantités résiduelles dans le sol

Introduction

La restitution de résidus végétaux au sol influence la disponibilité à court terme de l'azote minéral, au travers du cycle de minéralisation-organisation de l'azote associé à l'activité des micro-organismes hétérotrophes décomposeurs des matières organiques fraîches. La qualité et la quantité de résidus incorporés au sol, ainsi que les facteurs abiotiques tels que la température et l'humidité, déterminent principalement cette activité microbienne et sa dynamique au cours du temps, de même que les quantités d'azote et de carbone mises en jeu à court et à long terme.

Un certain nombre de travaux a été consacré à l'étude des transformations du carbone et/ou de l'azote consécutifs à l'incorporation de résidus, certains de ces travaux utilisant le traçage isotopique ¹⁴C pour le carbone (Shields et Paul, 1973 ; Jenkinson, 1977) ou ¹⁵N pour l'azote (Müller et Sundman, 1988 ; Ocio *et al.*, 1991 ; Jensen, 1994) ou les deux simultanément (Broadbent et Nakashima, 1974 ; Amato et Ladd, 1980 ; Amato *et al.* 1987 ; Voroney *et al.*, 1989 ; Bremmer et van Kessel, 1992). La plupart des travaux cités a été réalisée en conditions de plein champ, mais peu de résultats sont disponibles sur des pas de temps relativement courts après incorporation des résidus. Par ailleurs, la mesure de la quantité de C émise sous forme de C-CO₂ reste délicate (Jensen *et al.*, 1997a ; Nay *et al.*, 1994) et la plupart des travaux estime ce processus par défaut de bilan.

L'azote contenu initialement dans le résidu ne constitue généralement qu'une faible partie de l'azote impliqué dans le cycle interne du sol, en particulier pour les résidus pauvres en azote comme les pailles de céréales. L'utilisation de résidus enrichis en ¹⁵N ne permet donc de déterminer que le devenir de cet azote. La quantification des flux d'azote au cours de la décomposition de résidus nécessite donc d'aborder simultanément, et par des traitements



. .

Figure 1. Données climatiques pendant la période expérimentale : (a) températures (▲) et humidité (●) moyennes mensuelles du sol (-7,5 cm) et (b) pluviométrie totale mensuelle.

¹⁵N croisés, le devenir de l'azote du sol et de l'azote du résidu (Mary *et al.*, 1996 ; Watkins et Barraclough, 1996).

L'objectif de notre travail est de quantifier en sol nu, l'évolution à court terme (sur une année), du carbone après incorporation au sol d'une paille de blé et les transformations de l'azote qui lui sont associées. Cet article présente les données concernant la minéralisation du carbone et l'évolution des quantités d'azote et de carbone dans le sol suite à l'incorporation d'une paille de blé marquée (¹³C¹⁵N). Dans une seconde partie (cf. partie II), l'évolution de la biomasse microbienne associée à cette décomposition sera décrite et discutée.

Matériel et Méthodes

Site expérimental et traitements

L'essai a été réalisé sur une parcelle du domaine expérimental INRA de Mons-en-Chaussée, au Nord de la France. Le sol est un limon moyen (Luvisol Orthique, Typic Hapludalf) avec 76% de limon (2-20 μ m) et 15% d'argile (<2 μ m), des teneurs en C de 9,9 g kg⁻¹ sol et en N de 1,07 g kg⁻¹ sol et un pH _(H20) de 7,2.

La température et l'humidité moyennes mensuelles du sol (-7,5 cm) et la pluviométrie mensuelle mesurées pendant l'expérimentation sont présentées à la Figure 1.

Les deux traitements ont consisté en l'addition, ou non, de paille de blé doublement marquée (¹³C¹⁵N). Les placettes expérimentales ont été délimitées par des cylindres de PVC (23,7 cm de diamètre et 25 cm de hauteur). Ces cylindres ont été enfoncés dans le sol à une profondeur de 20 cm, immédiatement après le travail du sol réalisé avec un rotavator sur une épaisseur de 20 cm. Les cylindres, ouverts aux deux extrémités, sont installés de façon à s'enfoncer légèrement (environ 1 cm) dans la couche de sol non travaillée. Le sol à l'intérieur de chaque cylindre a été prélevé, pesé et l'équivalent de 8,8 kg de terre sèche a été mélangé manuellement à 35,3 g de matière sèche (MS) de paille, quantité équivalente à une restitution de 8 tonnes de MS par hectare. Pendant toute la durée de

l'expérimentation, les cylindres ont été désherbés manuellement, si nécessaire. Les traitements ont été distribués en 3 blocs de manière aléatoire.

Obtention et caractéristiques de la paille

La paille de blé utilisée a été uniformément marquée (13C15N) au sein d'une chambre de culture étanche au gaz où le blé a été cultivé pendant 5 mois sur un substrat inerte (laine de roche). L'atmosphère de la chambre a été enrichie en 13C par l'injection de gaz carbonique contenant 2% de ¹³C-CO₂. Le marquage en ¹⁵N des plantes de blé a été obtenu par l'apport d'une solution nutritive contenant ¹⁵NH, ¹⁵NO₂. La paille, constituée par le mélange de tiges et de feuilles, a subi un broyage grossier afin d'obtenir des brins de 1 à 10 cm de longueur. La paille présente une teneur en C de 413 g C kg⁻¹ MS et en N de 5,62 g N kg⁻¹ MS (C/N = 73). Les excès isotopiques initiaux de la paille sont de 9,060 % pour le ¹⁵N et de 2,016 % pour le ¹³C. L'analyse biochimique de la paille, effectuée par la méthode proposée par Van Soest et Wine (1967) a indique qu'elle contient 22,0% de fraction soluble, 29,2% d'hémicellulose, 39,6% de cellulose, 8,1% de lignine et 1,1% de matières minérales. La fraction soluble de la paille dans l'eau froide (18°C) et sa composition en C et N ont été déterminées. Pour cela, 80 ml d'eau déminéralisée ont été ajoutés à l'équivalent de 1 g de matière sèche de paille dans un flacon en verre de 250 ml. Après agitation pendant 30 minutes dans un agitateur tournant à 42 tours min¹, le mélange a été filtré avec un filtre en fibres de verre (Whatman GF/F). Les résidus récupérés sur le filtre sont séchés à l'étuve à 80°C. La fraction soluble dans l'eau, obtenue par différence de masse de la paille avant et après l'agitation, est de 138 g kg⁻¹ MS. Elle contient 6,6% du C total de la paille, 6,4% du ¹³C total (excès isotopique ¹³C = 1,947%), 54,2% du N total et 51,8% du ¹⁵N total (excès isotopique ¹⁵N = 8,668%). Son rapport C/N est de 8,9. La teneur en N-NO, de la fraction soluble a été dosée par colorimétrie dans un analyseur à flux continu de type Skalar, en utilisant la réaction de Griess-llosvay après la réduction du nitrate par le cadmium. Elle est de 0,91 g kg⁻¹ MS, ce qui correspond à 16,2% de la teneur en azote total de la paille.

Mesure de la vitesse de minéralisation du carbone

Le dispositif de mesure pour le C-CO₂ est constitué de 18 cylindres : 3 avec paille et 3 sans paille pour chacun des 3 blocs. La mesure de la quantité de carbone minéralisée a été faite par piégeage en continu du C-CO₂ dégagé pendant 386 jours (06/09/93 au 28/09/94). Afin de perturber le moins possible les conditions naturelles, une rotation sur les 3 cylindres de chaque traitement a été réalisée pour chaque bloc. Chaque cylindre a donc été couvert au total 1/3 de l'année. A chaque date de mesure, la solution de NaOH a donc été prélevée, une nouvelle solution a été placée sur un autre cylindre. Au moment du changement, une quantité d'eau correspondant à la pluviométrie mesurée pendant la couverture du cylindre par la cloche a été apportée sur ce cylindre. Pendant le premier mois, l'intervalle de mesure a été journalier, puis l'intervalle de temps a été modulé en fonction de la vitesse de décomposition prévisible, essentiellement liée aux variations de la température.

La méthode utilisée est celle proposée par Freijer et Bouten (1991) adaptée : un flacon (couvrant 58 % de la surface totale de chaque cylindre) contenant 100 ml d'une solution de NaOH (1 M) est placé dans chaque cylindre qui est alors immédiatement couvert d'une cloche fixée hermétiquement. La cloche renferme un ventilateur fonctionnant en permanence pour faciliter le piégeage du C-CO₂ par la solution de NaOH. Dans des essais préliminaires (données non présentées), la quantité de C-CO₂ piégée en présence du ventilateur était de 21% supérieure par rapport aux cylindres sans ventilateur. En l'absence de sol, nous avons constaté que le dégagement de C-CO₂ par le moteur du ventilateur est négligeable. Après chaque incubation, la solution de NaOH est diluée avec de l'eau déminéralisée jusqu'à un volume total de 400 ml, ce qui porte la solution à une normalité d'environ 250 mM. Le dosage du C-CO₂ est effectué sur une aliquote de 25 ml de cette solution à l'aide d'un titrateur automatique couplé à un pH-mètre. Les carbonates piégés par la solution de NaOH sont précipités avec une solution de $BaCl_2$ en excès. La quantité de NaOH non utilisée est alors titrée par une solution de HCI 250 mM jusqu'au point d'équivalence (pH = 8,62). Après titration, le précipité de $BaCO_3$ obtenu dans le traitement avec paille est lavé et filtré sous vide sur un filtre de fibres de verre (Whatman GF/F) et séché à l'étuve à 80°C. Il est conservé en vue de l'analyse isotopique ¹³C.

Pour tenter d'estimer indirectement la contribution du CO_2 de l'extérieur à celui mesuré dans l'atmosphère interne de chaque cloche, nous avons utilisé trois cylindres du traitement sans apport de paille. Une quantité de paille marquée (¹³C), proportionnelle à celle utilisé dans le traitement avec paille, a été mélangée au sol de l'extérieur des trois cylindres. La paille a été incorporée a une distance d'environ 10 cm autour des cylindres et à une profondeur de 15 cm. Le C-CO₂ dégagé est piégé en continu à l'intérieur du cylindre et son excès isotopique ¹³C mesuré.

Mesure de C, ¹³C, N et ¹⁵N dans le sol

Ce dispositif comporte 63 cylindres (21 x 3 blocs), parmi lesquels 39 ont reçu la paille et 24 n'en ont pas reçu. Dans le traitement avec paille, 13 prélèvements de type destructif ont été réalisés au cours de l'expérimentation : cinq en 1993 (6/09 - temps 0, 23/09, 11/10, 2/11 et 7/12), sept en 1994 (25/01, 1/03, 5/04, 2/05, 29/05, 27/06 et 12/09) et un en 1995 (3/04). Les cylindres du traitement sans paille ont été prélevés trois fois en 1993 (6/09, 11/10, 2/11, guatre fois en 1994 (25/01, 5/04, 29/05, et 12/09) et une fois en 1995 (3/04).

Les cylindres ont été prélevés de manière aléatoire dans les 3 blocs à chaque date. A chaque prélèvement, les cylindres sont ramenés au laboratoire et sectionnés en deux couches (0-10 et 10-20 cm) sur lesquels sont effectuées l'ensemble des déterminations décrites ci-dessous.

Quantités résiduelles de ¹³C et ¹⁵N total dans le sol

Pour chaque horizon, un échantillon initial de 1000 g de terre humide est séché à 80°C pendant 48h et puis broyé à 2 mm. Sur 3 sous-échantillons d'environ 50g, broyés très finement, sont effectuées les analyses de C et N total et des excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N. En raison d'une forte hétérogénéité initiale de répartition de la paille dans le sol, les résidus ont été séparés du sol par tamisage (1 mm) à sec pour les trois premiers prélèvements et les deux fractions (< 1mm et > 1mm) analysées séparément.

La fraction grossière du résidu (> 1 mm) a été obtenue par tamisage de 1000 g de sol sous un jet d'eau. Après séparation, les résidus ont été séchés à l'étuve à 80°C pendant 48 h et pesés.

N et [™]N minéral dans le sol.

L'azote minéral est extrait d'un échantillon de 150 g de terre humide agité dans 300g d'une solution de KCI 1M (42 tours min⁻¹) pendant 30 minutes, suivie d'une décantation (3 heures) et d'une filtration (filtre en papier, Durieux 3B). Le dosage de l'azote minéral est réalisé sur le filtrat par colorimétrie en flux continu en utilisant, dans le cas du nitrate, la réaction de Griess-Ilosvay après réduction du nitrate par le cadmium et, pour l'ammonium, la méthode à l'indophénol. Pour le dosage du ¹⁵N minéral (¹⁵NH₄⁺ + ¹⁵NO₃⁻), les extraits sont distillés en présence de MgO et d'alliage Devarda (Bremner, 1965). Les distillats sont évaporés et le sulfate d'ammonium formé est conservé pour la mesure de son excès isotopique ¹⁵N.

C et ¹³C soluble

La quantité de C soluble des sols ayant reçu ou non de la paille a été obtenue à partir de l'analyse du C total des extraits lyophilisés de K_2SO_4 300 mM des échantillons non fumigés, utilisés pour la détermination de la biomasse microbienne (cf. partie II). La détermination du ¹³C soluble a été faite à partir de l'analyse de l'excès isotopique ¹³C des cristaux de K_2SO_4 dans le traitement avec paille.

^י³C et [·]⁵N total dans l'horizon 20-40 cm

A chaque date de prélèvement, une carotte de sol (6 cm de diamètre et 20 cm de hauteur) a été prélevée dans la couche 20-40 cm, immédiatement en dessous de chaque cylindre pour le traitement avec paille. Après séchage à 80°C pendant 48h, le sol a été finement broyé en vue de l'analyse des teneurs en C total et N total et des excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N.

Analyse des teneurs en C et N et des excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N

• *Sol et paille :* les analyses des teneurs en C et N et des excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N dans le sol et la paille (paille initiale, fraction soluble dans l'eau et fraction > 1 mm) ont été réalisées par combustion sèche avec un auto-analyseur CHN (Carlo Erba, NA 1500) couplé au spectromètre de masse (VG SIRA 9). Pour la paille initiale et la fraction >1mm, la quantité de matière sèche analysée dans chaque échantillon est d'environ 2,5 mg. L'analyse de la fraction soluble de la paille a été faite à partir d'une aliquote de 190 µl d'extrait, évaporée à l'étuve à 60°C directement dans des nacelles d'étain. La quantité de sol analysée est d'environ 70 mg de terre sèche. Toutes les analyses ont été faites avec trois répétitions.

• $Ba^{13}CO_3$: la mesure de ${}^{13}C-CO_2$ est déterminée à partir de l'analyse isotopique ${}^{13}C$ du $Ba^{12}CO_3$. La dissociation complète du $Ba^{12}CO_3$ en ${}^{13}CO_2$ + BaO au cours de la combustion est obtenue par l'apport d'environ 0,6 mg d'un catalyseur (PbO₂) dans chaque nacelle d'étain avec l'échantillon de BaCO₃ (environ 1,6 mg). Le BaCO₃ (produit commercial) à l'abondance naturelle (1,077 % ${}^{13}C$) a été utilisé comme référence.

Calculs

La quantité relative de C de la paille apparemment minéralisée (M_a) a été calculée par la relation suivante :

$$M_a = \frac{Q_{pa} - Q_{nu}}{C_{pa}} \times 100$$

où Q_{pa} et Q_{nu} représentent respectivement les quantités de C-CO₂ des traitements avec et sans apport de paille et C_{pa} la quantité totale de C apportée avec la paille.

La quantité réelle du carbone de la paille minéralisé (M) a été estimée par la relation suivante (Mary *et al.*, 1992) :

$$M_r = \frac{e_r}{e_2} * Q$$

où Q et e_r représentent respectivement la quantité de C-CO₂ produit au cours de la décomposition de la paille et son excès isotopique ¹³C (mesure sur le BaCO₃) et e_2 l'excès isotopique initial ¹³C du carbone de la paille.

La quantité de C soluble du sol dérivée de la paille (C_p) a été calculée par la formule suivante :

$$C_p = Q^* - \frac{e_c - e_s}{e_r}$$

où Q représente la quantité de C soluble, e_c , e_s , et e_r , les excès isotopiques ¹³C du C soluble (échantillons K₂SO₄ non fumigés), du sol (sans apport de paille) et initial de la paille, respectivement.

La quantité de N-minéral (N-NH4 + N-NO3) du sol dérivée de la paille a été calculée par la formule précédente en remplaçant les données relatives au C soluble par ceux du N - minéral (extraits KCI 1M).

Temps normalisé

L'expression du temps en jours normalisés (jours à 10°C et potentiel hydrique égale à -0,01 Mpa) est réalisée selon la méthode proposée par Andrén et Paustian (1987). Elle consiste en le calcul d'un facteur de correction climatique permettant de convertir des jours à



Figure 2. Minéralisation du carbone en sol nu (—), dans le sol après incorporation de paille de blé (8 t MS ha⁻¹) (—) et carbone dérivé de la paille, estimé par ¹³CO₂ (···). (a) Vitesse de minéralisation. (b) Quantité cumulée de C-CO₂ minéralisé.

température et humidité variables en jours à une température de référence et à une humidité optimale (jours "normalisés"). Ce modèle repose sur des relations exponentielles entre température d'une part (loi de Q10), potentiel hydrique d'autre part, et minéralisation. Cette forme d'expression permet de comparer entre eux des résultats obtenus dans des conditions climatiques variables, ainsi que de prendre en compte les variations de température et d'humidité subies au champ. La température de référence que nous avons utilisée dans ce travail est de 10°C, qui est la température moyenne annuelle de cette région. Une description détaillée du calcul d'un temps "normalisé" est présentée par Recous *et al.* (en préparation).

Résultats

Vitesse de minéralisation du carbone

• *Sol sans paille :* la vitesse de minéralisation du carbone de la matière organique du sol (MOS), pour le sol n'ayant pas reçu de paille, est, pendant la première semaine, de 24 kg C ha⁻¹ jour⁻¹ en moyenne. Elle diminue fortement pendant les deux premiers mois d'expérimentation (Fig. 2a). Après cette période et jusqu'au début du printemps (225 jours), le carbone est minéralisé avec une vitesse plus au moins constante et proche de 5 kg C ha⁻¹ jour⁻¹. Au delà de 225 jours, on observe une reprise de la minéralisation qui coïncide avec l'augmentation de la température du sol (Fig. 1a).

• Sol avec paille : Pendant les premiers 15 jours qui ont suivi l'incorporation de la paille, la vitesse de minéralisation du carbone total (sol + paille) est en moyenne de 66 kg C ha⁻¹ jour⁻¹. Elle diminue ensuite rapidement. Au cours de la fin de l'automne (70 jours) et pendant tout l'hiver, le flux de C-CO₂ reste peu variable et en moyenne de 9 kg C ha⁻¹ jour⁻¹. A partir du jour 225, l'augmentation de la vitesse de dégagement du C-CO₂ est similaire à celle observé pour le traitement sans apport de paille.



Figure 3. Excès isotopiques ¹³C du CO₂ piégé dans les cylindres avec sol sans apport de paille (témoin) (●) et dans les cylindres entourés extérieurement par de la paille marquée ¹³C (▲).

- -

La vitesse de minéralisation du carbone provenant de la paille, estimée par le ¹³C-CO₂, est en moyenne de 40 kg ha⁻¹ jour⁻¹ pendant les premiers 15 jours. Après 60 jours d'expérimentation, le carbone du résidu est minéralisé lentement avec une vitesse journalière inférieure à 3 kg C ha⁻¹. Au bout d'un an, seulement 0,5 kg ha⁻¹ jour⁻¹ du C de la paille est minéralisé en C-CO₂ (Fig. 2a).

Minéralisation cumulée

La quantité de carbone de la paille minéralisé, déterminée à partir de la mesure isotopique, est très importante dès l'apport du résidu dans le sol. En effet, environ 26 ± 1 % de la quantité totale de carbone apporté (3 304 kg C ha⁻¹) est minéralisé durant le premier mois et cette quantité minéralisée cumulée représente, après un an, 49 ± 3 % du C apporté, soit environ 1,7 t C ha⁻¹.

La minéralisation cumulée du carbone, calculée par différence entre les quantités cumulées de C-CO₂ des traitements avec et sans apport de paille, est supérieure à celle calculée par traçage isotopique. En effet, la quantité de C minéralisé durant toute la période expérimentale dans les traitements avec et sans apport de paille est respectivement de 5 731 et de 3 509 kg C ha⁻¹ (Fig. 2b). La différence (Δ C_m) entre ces deux quantités (2 222 kg C ha⁻¹) correspond à une minéralisation équivalente à 65% du carbone apporté. La majeure partie de l'écart existant entre les deux méthodes de calcul s'établit dès le début de l'expérimentation. Une semaine après l'incorporation de la paille au sol, la minéralisation cumulée, estimée par différence, est déjà de 17% supérieure à celle estimée par la méthode isotopique. L'écart entre les deux méthodes est de 24% après 100 jours et de 32% à la fin de l'expérimentation (386 jours).

Sur les cylindres entourés extérieurement par de la paille ¹³C, on constate que l'excès ¹³C du BaCO₃ obtenu est toujours plus élevé que celui des cylindres témoin sans paille (Fig. 3), ce qui met en évidence l'entrée de C-CO₂ de l'extérieur vers les cylindres. Cependant les calculs effectués indiquent, que cette entrée de C-CO₂ est très variable au cours du temps



Figure 4. Vitesse moyennes mensuelles de minéralisation du carbone après incorporation de paille de blé au sol, exprimés en kg C ha⁻¹ jour⁻¹ (○) et en kg C ha⁻¹ jour⁻¹ normalisé (●). Le calcul des vitesse en temps normalisé suit la procédure proposée par Andrén et Paustian (1987). Un jour normalisé correspond à une température de 10°C et à un potentiel hydrique du sol de -0,01 MPa.

(2 à 18% du C-CO₂ piégé) et sans relation avec la vitesse de dégagement du C-CO₂. En moyenne, 5,4 % du C-CO₂ mesuré dans les cylindres provient de l'extérieur des cylindres. Cependant, cette estimation ne concerne que l'émission de C-CO₂ de la zone de sol immédiatement autour des cylindres dans laquelle a été incorporée la paille ¹³C. L'entrée total de CO₂ est donc probablement plus importante que celle que nous avons estimée.

La correction climatique de température f(T) et d'humidité $f(\psi)$ a été appliquée aux vitesses moyennes de minéralisation du carbone recalculées pour chaque mois durant l'expérimentation. Dans nos conditions expérimentales, le potentiel hydrique a peu varié et souvent pris la valeur maximale 1, en raison d'une forte pluviométrie automnale et hivernale. L'essentiel de la correction correspond donc à la prise en compte du facteur température (Annexe 2). Les vitesses moyennes de minéralisation, exprimées, d'une part, par jour et, d'autre part, par jour normalisé, sont présentées à la Figure 4. Lorsque la vitesse est corrigée par le facteur climatique, on constate une décroissance beaucoup plus lente, mais continue, de la vitesse moyenne de minéralisation au cours de l'année.

^{¹3}C et ^{¹5}N résiduels

Les résultats concernant l'évolution des quantités de ¹³C et de ¹⁵N dans le sol et de la quantité de ¹³C de la fraction grossière de la paille (> 1mm) sont présentées à la figure 5a. Au temps 0, immédiatement après l'incorporation de la paille, le ¹³C dans la fraction > 1mm représente 83% de la quantité initiale. Le défaut de recouvrement égal à 17% correspond probablement à la perte du ¹³C soluble et d'une petite fraction du résidu pendant le tamisage humide. La perte de ¹³C de la fraction grossière est ensuite très rapide. Cette période coïncide d'ailleurs avec celle où la vitesse de dégagement de ¹³C-CO₂ est la plus importante (Fig. 2a). A partir du jour 185, la quantité résiduelle de ¹³C dans la fraction grossière est inférieure à 5% du ¹³C apporté.

La diminution de la quantité de ¹³C total dans le sol est très rapide durant la phase initiale de décomposition : 35% du ¹³C apporté avec la paille disparaît en 17 jours (Fig. 5a). Sur la



Figure 5. (a) Evolution de la quantité de ¹³C de la fraction grossière (> 1 mm) de la paille
(●) et de la quantité totale de ¹⁵N (■) et de ¹³C (▲) dans le sol en temps réel.

(b) Evolution des quantités totales de ¹³C dans le sol (▲) et dans la fraction grossière (●) au cours du temps exprimée en jours normalisés ;— : valeurs simulées. période 17-265 jours, la quantité de ¹³C du sol dirninue de manière plus lente et, à la fin de cette période, 71% du ¹³C initialement présent dans le sol a disparu. Le carbone dérivé de la paille restant dans le sol représente 23 \pm 2% du C apporté après 1 an et 20 \pm 1% en fin d'expérimentation (574 jours).

La disparition du ¹⁵N est beaucoup moins rapide que celles de ¹³C (Fig. 5a). Dans les premiers 3 mois consécutifs à l'incorporation de la paille, environ 27% de la quantité de ¹⁵N apportée est perdue. A partir de cette date et, jusqu'à la fin de l'expérimentation, il n'y a plus d'évolution significative de la quantité de ¹⁵N dans le sol. Au bout de 574 jours, 66 ± 3% de la quantité de ¹⁵N apporté ont été retrouvés dans le sol.

Nous avons utilisé la méthode proposée par Voroney *et al.* (1989) pour ajuster un modèle permettant de décrire l'évolution des quantité de ¹³C dans le sol et dans la fraction grossière de la paille. Il est de type exponentiel et constitué par deux compartiments, chacun se décomposant selon une cinétique du premier ordre :

¹³C résiduel = C, $exp(-k, t) + C_2 exp(-k_2 t)$

où C_1 et C_2 représentent les quantités initiales de ¹³C (% de l'apport) des deux compartiments, k_1 et k_2 les constantes de décomposition du ¹³C (jour⁻¹ normalisé) de chaque compartiment, et *t* le temps en jours normalisés. Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 5b. Le ¹³C résiduel du sol et de la fraction > 1mm de la paille contenus dans le compartiment plus facilement décomposable a une demi-vie (0,693/*k*) de respectivement 38 et 31 jours normalisés. La demi-vie du ¹³C qui se décompose plus lentement est de 912 jours normalisés pour le ¹³C du sol et de 162 jours normalisés pour le ¹³C de la fraction grossière (>1 mm) de la paille.

A la quantité résiduelle de ¹⁵N dans le sol, nous avons ajusté un modèle du type exponentiel (r² = 0,89) en excluant les trois dernières dates d'évaluation :

¹⁵N résiduel = 95,2 exp (-0,00207 t)



Figure 6. Evolution de la quantité de N minéral (NH₄^{*} + NO₃^{*}) dans les horizons 0-10 cm (\bigcirc) et 10-20 cm (\bullet) dans les traitements avec paille (a) et sans paille (b) ; (c) proportion du N minéral du sol dérivé de la paille dans les horizons 0-10 cm (\Box) et 10-20 cm (\blacksquare).

La demi-vie du ¹⁵N total dans le sol dans la période considérée est égale à 335 jours normalisés.

N et ^{'s}N minéral

La quantité d'azote minéral dans la couche 0-20 cm est très élevée en début d'expérimentation et représente 70 à 80 kg N ha'. Elle diminue fortement pendant les premiers 17 jours (Fig. 6a et 6b), en raison principalement de la forte pluviométrie (> 60 mm) qui provoque des transferts d'azote sous forme de N-NO₃ en profondeur (cf. Néel, 1996). Après le jour 35 et jusqu'au jour 175, la quantité de N minéral varie peu et est inférieure à 10 kg N ha' pour les 2 traitements. Au delà du jour 175 et jusqu'à la fin de l'expérimentation, la quantité d'azote minéral accumulée dans les horizons 0-10 et 10-20 cm augmente de manière importante. Cette augmentation coïncide avec l'augmentation de la température du sol (Fig. 1a). L'accumulation nette d'azote observée est significativement plus importante pour le sol ayant reçu la paille (Fig. 6a), notamment dans l'horizon 0-10 cm. L'écart constaté entre les deux traitements au jour 371 est de 32 kg N ha' pour la couche 0-20 cm.

Au temps 0, l'azote minéral dérivé de la paille représente 15% de l'azote minéral total dans chaque couche (Fig. 6c). Cette proportion diminue rapidement en début d'expérimentation, puis lentement et régulièrement pour représenter environ 5% de l'azote minéral après un an.

Carbone soluble

 Sol sans paille : la quantité de carbone soluble dans le sol sans apport de paille varie peu au cours de l'expérimentation (Tableau 1). La valeur moyenne pour les 8 dates de prélèvement est de 51 ± 4 mg C kg⁻¹ sol, ce qui correspond à 122 kg C ha⁻¹ pour la couche 0-20 cm.

Tableau 1. Quantités de C total soluble dans le sol avec et sans apport de paille, de C total soluble dérivé de la paille et de ¹³C lessivé vers l'horizon 20-40cm.

	C total s	oluble	C total soluble dérivé	¹³ C lessivé
Jour	Sol avec paille	Sol nu	paille	0.000110
	(mg kg [·] l sol)		(%)	(% apport)
0	57,1 ± 0,6	54,1 ± 7,1	18,6 ± 3,4	nd
17	63,2 ± 2,3	nd	10,4 ± 1,1	0,33 ± 0,28
35	55,9 ± 2,9	53,2 ± 2,4	8,6 ± 0,9	0,19 ± 0,07
57	48,5 ± 5,8	51,0 ± 10,3	5,9 ± 1,0	0,58 ± 0,88
92	49,3 ± 0,8	nd	5,4 ± 0,8	0,59 ± 0,54
141	46,4 ± 2,5	48,2 ± 8,1	4,6 ± 0,6	0,46 ± 0,21
176	49,0 ± 1,5	nd	4,6 ± 0,2	0,25 ± 0,26
211	49,2 ± 3,5	48,2 ± 2,7	5,8 ± 1,2	nd
238	38,9 ± 2,9	nd	4,3 ± 0,2	nd
265	54,8 ± 0,7	56,3 ± 3,8	3,5 ± 0,2	nd
294	46,0 ± 2,2	nd	4,0 ± 0,7	nd
371	51,9 ± 1,8	44,8 ± 1,4	2,9 ± 0,3	nd
·574	53,4 ± 1,4	54,0 ± 3,1	2,1 ± 0,1	nd

nd = non déterminé

• Sol avec paille : la quantité de C soluble est maximale (63 mg C kg⁻¹ sol) 17 jours après l'addition de la paille. L'augmentation par rapport au temps 0 correspond à 7 kg C ha⁻¹. De 17 à 57 jours, on constate une diminution de la quantité de carbone soluble équivalente à 36 kg C ha⁻¹. A partir de 57 jours et jusqu'à la fin de l'expérimentation, la quantité de C soluble dans le sol avec paille reste relativement stable, excepté pour le prélèvement réalisé à 238 jours où la quantité mesurée est plus faible. Pour la quasi-totalité des dates où le sol des deux traitements a été prélevé et pour lesquelles la comparaison est possible, les quantités de C soluble ne sont pas significativement différentes avec et sans l'addition de paille (Tableau 1).

La proportion du C soluble du sol dérivé de la paille est maximale au temps 0 et représente 18,6% du C soluble total. Cette quantité représente 0,6% du C total et 9,1% du C soluble dans l'eau apportés avec la paille. Cette proportion diminue rapidement pendant les 57 premiers jours, puis très lentement. A la fin de l'expérimentation, seulement 2,1 % du C soluble provient de la paille de blé et représente 0,07% du C total apporté.

¹⁵N et¹³C dans la couche 20-40cm

En ce qui concerne les 6 premiers prélèvements réalisés, nous avons déterminé la quantité de ¹⁵N minéral présente dans la couche 20-40cm des cylindres ayant reçu la paille (données non présentées). Dix-sept jours après l'addition de la paille, 5,4% du ¹⁵N apporté a été retrouvé dans cette couche. Cette proportion a diminué progressivement jusqu'à représenter 1,7% pour le jour 176. La quantité maximale de ¹³C retrouvée dans la couche 20-40 cm, pour les 6 premières dates de prélèvement, est inférieure à 0,60 % du ¹³C apporté par la paille (Tableau 1).

Bilan ¹³C

La quantité de ¹³C apportée ayant été mesurée au temps 0, immédiatement après l'apport de résidu, un bilan du ¹³C a été réalisé ensuite à chaque date de prélèvement, en



Figure 7. Bilan ¹³C dans le sol : quantité résiduelle totale de ¹³C dans le sol (\bullet), quantité cumulée de ¹³C-CO₂ dégagé au cours de la minéralisation du C (∇) et somme des deux variables (\blacksquare) (¹³C-CO₂ minéralisé et ¹³C résiduel dans le sol).

additionnant la quantité de ¹³C retrouvée dans le sol à celle mesurée sous forme de ¹³C-CO₂. On constate que, dès le début de l'expérimentation, la quantité totale de ¹³C apportée n'est pas retrouvée (Fig. 7). Au jour 17, le défaut de bilan représente 16 % du ¹³C apporté. Le défaut de bilan augmente au cours du temps de façon lente et régulière. A la fin de l'expérimentation, il représente 28 % du carbone apporté.

Discussion

Méthodologie de mesure du C-CO₂ dégagé et du ¹³C résiduel

En ce qui concerne la minéralisation du carbone et l'évolution du ¹³C dans le sol, trois résultats nous semblent particulièrement intéressants : 1) la différence constatée entre les deux méthodes d'estimation de la quantité de carbone de la paille minéralisée (méthode ¹³C et méthode par différence), 2) Le défaut de bilan en ¹³C et 3) la forte vitesse de minéralisation du C de la matière organique du sol (MOS).

En ce qui concerne les deux premiers points, au bout de 385 jours, la quantité de carbonepaille minéralisé, estimée par différence avec le sol sans paille, est supérieure de 32 % à celle calculée par traçage isotopique. Cette valeur parait trop importante pour être attribuée exclusivement à une accélération de la minéralisation de la MOS provoquée par l'addition de la paille. Cet effet ("priming effect"), observé avec différents types de sol et de résidus organiques, ne représenterait environ que 2 à 10 % du C dégagé (Wu *et al.*, 1993 ; Raina et Goswami, 1988). A la fin de l'expérimentation réalisée au champ, nous avons par ailleurs constaté que 23% du ¹³C apporté avec la paille est retrouvé dans le sol sous forme organique et 49% a été émis sous forme de ¹³C-CO₂. Il manque donc 28 % du ¹³C apporté avec la paille. Cette valeur est proche de celle trouvée par Darwis (1993) après un an d'expérimentation réalisée avec une paille marquée au ¹³C, en utilisant le même dispositif expérimental avec cylindres sur le même sol. L'auteur avait constaté un défaut de bilan ¹³C égal à 30 % à la fin de l'expérimentation (400 jours).

Trois hypothèses ont été envisagées : un biais méthodologique de la mesure du ¹³CO₂ à partir des échantillons de Ba'3CO3, un piégeage incomplet par la soude du C-CO2 émis et enfin, la perte de ¹³C dans les horizons sous-jacents à la zone prélevée sous forme de H³CO₃ par lessivage. Pour tester la première hypothèse, nous avons réalisé une incubation de ce sol et de cette paille en conditions contrôlées pendant 35 jours, en mesurant le ¹³C-CO₂ émis et le ¹³C total dans le sol. Le recouvrement du ¹³C a été de 98 ± 2%. Les conditions expérimentales qui peuvent intervenir sur le piégeage quantitatif du C-CO, sont principalement la concentration et le volume de la solution de NaOH, la surface d'échange air/solution et la vitesse de dégagement de C-CO2. Ces paramètres ne sont évidement pas les mêmes au laboratoire qu'au champ. Le piégeage incomplet du C-CO, semble cependant peu probable parce que (i) la concentration de la solution de NaOH utilisée est élevée (1 M), (ii) la surface de piégeage occupée par le récipient contenant la solution de NaOH est importante par rapport à la surface totale (58%) et (iii) le ventilateur à l'intérieur de chaque cloche assure un brassage permanent de l'atmosphère. Mais il ne peut pas être exclu. A notre connaissance, il n'existe pas de référence disponible sur des bilans ¹³C ou ¹⁴C en conditions de plein champ parce que, soit le CO, n'a pas été mesuré, soit il n'a pas été mesuré en continu. La quantité cumulée de C minéralisé est généralement estimée par différence avec la quantité résiduelle de C dans le sol.

La dernière hypothèse est la perte possible par lessivage d'une partie du ¹³C sous forme de bicarbonate. En effet, le défaut de bilan est rapidement observé dès le début de l'expérimentation, lorsque la vitesse de minéralisation de la paille est élevée et la pluviométrie très abondante. Cette hypothèse devra être testée à l'aide d'un modèle géochimique.

Le troisième aspect concerne la mesure de la quantité de C minéralisée dans le traitement sans apport de paille. La quantité cumulée de C-CO₂ dégagé pendant un an, équivalente à 3500 kg C ha⁻¹, paraît trop élevée. Les teneurs en C organique du sol des horizons 0-20 cm (couche travaillée dans laquelle sont installés les cylindres), 20-30 cm et 30-60 cm sont respectivement de 0,92, 0,79 et 0,42%. En tenant compte des densités apparentes (1,2 jusqu'à 30 cm de profondeur, 1,4 pour l'horizon 30-60 cm), la quantité de C organique pour la couche 0-60 cm serait égale à 49 475 kg C ha'l. En faisant l'hypothèse que le C-CO₂ piégé dans les cylindres provient de la couche 0-60 cm, la quantité annuelle du carbone minéralisé, contenu dans le stock initial de MOS, représenterait 7,1% du stock de carbone total, ce qui paraît élevé. En effet, le taux annuel de minéralisation dans nos conditions climatiques se situe plutôt entre 1 et 2% (Rémy et Marin-Laflèche, 1976). En conditions contrôlées, le taux de minéralisation du C organique de notre sol, prélevé en début d'expérimentation, a représenté 3.5% du C total en 1 an à 15°C (Aita, non publié). Jenkinson (1977) a constaté une diminution de 14 à 29% de la quantité initiales de carbone après 10 ans. Des résultats similaires aux nôtres ont été trouvés par Darwis (1993), ce qui indique qu'il existe probablement un biais inhérent au dispositif expérimental de mesure du CO_2 dégagé.

La surestimation de la quantité totale de C-CO₂ dégagé est probablement provoquée par l'entrée de C-CO₂ de l'extérieur des cylindres, comme l'ont constaté Jensen *et al.* (1997b). Ils ont comparé le flux de C-CO₂ mesuré dans des chambres par une méthode statique (absorption passive du CO₂ par une solution de soude) et une méthode dynamique (analyseur de gaz infrarouge). Quand le flux de CO₂ était inférieur à 100 mg C-CO₂ m⁻² h⁻¹, les valeurs obtenues avec la méthode statique étaient de 12% supérieures à celles mesurées par la méthode dynamique. Selon ces auteurs, en présence d'un flux de CO₂ faible, la vitesse d'absorption du CO₂ par la soude est plus élevée que celle d'émission du CO₂, ce qui conduit à une concentration en CO₂ dans la chambre inférieure à la concentration en CO₂ de l'extérieur. L'augmentation du gradient entre l'atmosphère de la chambre et le sol peut, d'une part, augmenter le transport net de CO₂ par diffusion du CO₂ adsorbé par les particules de sol. Dans notre travail, le flux de C-CO₂ dans le sol n'ayant pas reçu la paille est inférieur à 100 mg C-CO₂ m⁻² h⁻¹ dès le 4^{bme} jour.

Décomposition du carbone

La différence considérable de vitesse de minéralisation du carbone entre les traitements avec et sans apport de paille, pendant les 8-10 premières semaines après l'incorporation de la paille au sol, indique que la plupart des composés organiques plus facilement utilisés par la population microbienne du sol ont été décomposés pendant cette période. Ces résultats confirment ceux rapportés dans d'autres travaux (Amato et Ladd, 1980 ; Ladd *et al.*, 1981 ; Amato *et al.*, 1987 ; Jensen *et al.*, 1997b). Pendant la phase initiale de décomposition, la vitesse de minéralisation du carbone dérivé de la paille est environ deux fois plus rapide que celle déterminée par Darwis (1993) avec une paille de blé dans une étude initiée durant la même époque de l'année et dans un site proche à celui de ce travail. L'expression de la vitesse de minéralisation du carbone en jours normalisés (à 10°C) permet de corriger celleci des variations de température. Nous avons observé alors une décroissance constante de cette vitesse de minéralisation au cours de l'année, du même type que celle observée dans les incubations en conditions contrôlées (Recous *et al.*, 1995). Cette diminution de la vitesse de minéralisation correspond à l'épuisement des composés organiques facilement minéralisables (Jensen *et al.*, 1997b).

La demi-vie de 0,10 année que nous avons calculée pour le carbone provenant de la paille du compartiment plus facilement décomposable est nettement inférieure à celle rapportée par Jenkinson (1977) à Rothamsted (0,25 année) dans des conditions climatiques probablement proches de celles de ce travail et par Voroney *et al.* (1989) au Canada (0,50 année) dont la température moyenne annuelle était de 2,5°C. La présentation des résultats en temps normalisé, proposée initialement par Andrén et Paustian (1987) et que nous avons utilisée, faciliterait la comparaison entre expérimentations conduites dans des conditions climatiques très différentes. Les deux principaux facteurs qui peuvent expliquer la vitesse initiale très élevée de décomposition du carbone, observée dans notre cas, sont les conditions climatiques favorables (conjonction d'une température relativement élevée et d'une humidité très élevée) et la forte disponibilité initiale en azote minéral du sol dans la couche où la paille a été incorporée. Dans le travail de Darwis (1993), la quantité initiale de N minéral était d'environ 10 kg N ha' et l'humidité massique du sol pendant les premiers 15 jours inférieure à 7%. Contrairement à l'humidité, la disponibilité en N minéral est un facteur peu pris en compte dans des études concernant la décomposition de résidus végétaux. Il joue un rôle considérable sur la vitesse initiale de décomposition de la paille comme l'ont montré Recous *et al.* (1995) en conditions contrôlées, et Mary *et al.* (1996) en plein champ. Les besoins cumulés en azote de la microflore pour décomposer une paille de céréale ont été estimés à 15 à 35 mg N g' C apporté (Nommick, 1962 ; Bakken, 1986 ; Recous *et al.*, 1995). La composition biochimique des résidus végétaux, ainsi que la proportion du carbone organique soluble dans l'eau, jouent aussi un rôle déterminant sur sa vitesse initiale de décomposition dans le sol (Reinertsen *et al.*, 1984).

Après la phase initiale de décomposition, dont la vitesse est parfois très différente entre travaux, la quantité résiduelle de carbone du résidu dans le sol est relativement peu variable. Les travaux réalisés au champ avec plusieurs types de résidus marqués dans des conditions de sol et de climat très différentes montrent que 25 à 35% du carbone apporté se retrouvent dans le sol au bout d'un an (Jenkinson, 1971 ; Shields et Paul, 1973 ; Jenkinson, 1977 ; Sauerbeck et Gonzales, 1977 ; Voroney *et al.* 1989). La plus faible quantité de carbone résiduel que nous avons mesuré dans le sol un an après l'incorporation de la paille (23%) suggère que les métabolites d'origine microbienne formés en début d'expérimentation sont moins protégés et pourtant plus facilement décomposés dans la phase lente de la décomposition. Les résultats obtenus par Voroney *et al.* (1989) montrent que la fraction argile agit sur la protection et la stabilisation du carbone pendant la décomposition de la paille dans le sol.

En ce qui concerne l'azote dérivé de la paille, la proportion restante dans le sol est beaucoup plus élevée que pour le carbone. Ceci s'explique parce que, contrairement au carbone, l'azote minéralisé est en grande partie réassimilé par la microflore des

décomposeurs située sur le résidu lui-même ou dans le sol, voire assimilé directement sans être minéralisé (Mary *et al.*, 1996). Il n'est pas possible de distinguer ces différents processus par le biais du traçage isotopique. La quantité de ¹⁵N résiduelle que nous avons mesurée à la fin de l'expérimentation est similaire à celle rapportée par Amato *et al.* (1987) et par Voroney *et al.* (1989).

Références

- Amato M. et Ladd J.N. (1980). Studies of nitrogen immobilization and mineralization in calcareus soils- V. Formation and distribution of isotope-labelled biomass during decomposition of ¹⁴C- and ¹⁵N-labelled plant material. *Soil Biology & Biochemistry*, **12**, 405-411.
- Amato M., Ladd J.N., Ellington A., Ford G., Mahoney J.E., Taylor A.C. et Walsgott D. (1987). Decomposition of plant material in Australian soils. IV. Decomposition *in situ* of ¹⁴C- and ¹⁵N- labelled legume and wheat materials in a range of southern Australian soils. *Australian Journal of Soil Research*, **25**, 95-105.
- Andrén. O. et Paustian, K. (1987). Barley straw decomposition in the field: a comparison of models. *Ecology*, **68**, 1190-1200.
- Bakken L. R. (1986). Microbial growth, assimilation and mineralization of carbon and nitrogen during decomposition of barley straw. *Scientific Reports of the Agricultural University of Norway* 14, 1-14.
- Bremer E. et van Kessel C. (1992). Seasonal microbial biomass dynamics after addition of lentil and wheat residues. Soil Science Society of America Journal, **56**, 1141-1146.
- Bremner J. M. (1965). Total nitrogen. In *Methods of Soil Analysis* (C. A. Black, Ed.), pp. 1149-1178. American Society of Agronomy, Madison.

- Broadbent F.E. et Nakashima T. (1974). Mineralization of carbon and nitrogen in soil amended whith carbon-13 and nitrogen-15 labelled plant material. *Soil Science Society of America Journal*, **38**, 313-315.
- Darwis S. (1993). Effet des modalités de gestion de la paille de blé sur l'évolution du carbone et de l'azote au cours de sa décomposition dans le sol. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris-Grignon, Paris.
- Freijer J.I. et Bouten W. (1991). A comparaison of field methods for measuring soil carbone doixide evolution: Experiments and simulation. *Plant and Soil*, **135**, 133-142.
- Jenkinson D. S. (1971). Studies on the decomposition of ¹⁴C labelled organic matter in soil. *Soil Science*, **111**, 64-70.
- Jenkinson D. S. (1977). Studies on the decomposition of plant material in soil. V. The effects of plant cover and soil type on the loss of carbon from ¹⁴C labelled ryegrass decomposition under field conditions. *Journal of Soil Science*, **28**, 424-434.
- Jensen E. S. (1994). Availability of nitrogen in ¹⁵N-labelled mature pea residues to subsequent crops in the field. *Soil Biology and Biochemistry*, **26**, 465-472.
- Jensen L. S., Mueller T., Tate K. R., Ross D. J., Magid J. et Nielsen N. E. (1997a). Measuring soil surface CO2 flux as an index of soil respiration *in situ* : A comparison of two chamber methods. *Soil Biology and Biochemistry. Sous presse*
- Jensen L. S., Mueller T., Magid J. et Nielsen N. E. (1997b). Temporal variation of C and N mineralization, microbial biomass and extractable organic pools in soil after oilseed rape straw incorporation in the field : I. Mineralization,. *Soil Biology and Biochemistry. Sous presse*
- Ladd J. N., Oades J. M. et Amato M. (1981). Microbial biomass formed from ¹⁴C, ¹⁵N-labelled plant material decomposing in soils in the field. *Soil Biology and Biochemistry*, **13**, 119-126.

- Mary B., Mariotti A. et Morel J. L. (1992). Use of ¹³C variations at natural abundance for studying biodegradation of roots mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **24**, 1065-1072.
- Mary B., Recous S., Darwis D. et Robin D. (1996). Interactions between decomposition of plant residues and nitrogen cycling in soil. *Plant and* Soil, **181**, 71-82.
- Müller M. M. et Sundmann V (1988). The fate of nitrogen ¹⁵N released from different plant materials during decomposition under field conditions. *Plant and Soil*, **105**, 133-139.
- Nay S. M., Mattson K. G. et Bormann B. T. (1994). Biases of chamber methods for measuring soil CO2 efflux demonstrated with a laboratory apparatus. *Ecology*, **75**, 2460-2463.
- Néel C. (1996). Modélisation couplée du transfert et des transformations de l'azote : paramétrisation et évaluation d'un modèle en sol nu. Thèse de Doctorat, Université Paris VI, 276 p.
- Nommick H. (1962) Mineral nitrogen immobilisation and carbon dioxide production during decomposition of wheat straw in soil as influenced by temperature. *Acta Agriculture Scandinavica*, **12**, 81-94.
- Ocio J. A. ; Martinez J. et Brookes P. C. (1991). Contribution of straw-derived N to total microbial biomass N following incorporation of cereal starw to soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **23**, 655-659.
- Raina J. N. et Goswami K. P. (1988). Effet of ¹⁴C-labelled organic materials on the decomposition of native organic matter. *Journal of Indian Society Soil Science*, **36**, 646-651.
- Recous, S., Robin D., Darwis D. et Mary B. (1995) Soil inorganic N availability: effect on maize residue decomposition. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 1529-1538.
- Reinertsen, S.A. Elliott, L.F., Cochran, V.L. & Campbell, G.S. 1984. Role of available carbon and nitrogen in determining the rate of wheat straw decomposition. *Soil Biology & Biochemistry*, **16**, 459-464.

- Rémy J. C. et Marin-Laflèche A. (1976). L'entretien organique des terres : Coût d'une politique de l'humus. *Entreprises Agricoles*, nov. 1976, 63-77.
- Sauerbeck, D. & Gonzales, M.A. (1977). Field decomposition of ¹⁴C labelled plant residues
 in various soils of the Federal Republic of Germany and Costa Rica. In: *Soil organic matter studies*, Vol 1, pp. 159-170. Proceedings IAEA / FAO, Symposium, Braunschweig.
- Shields J. A. et Paul E. A. (1973). Decomposition of ¹⁴C-labelled plant material under field conditions. *Canadian Journal of Soil Science*, **53**, 297-306.
- Van Soest P. J. et Wine R. H. (1967). Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. VI. Determination of plant cell constituents. *Journal of Official Chemists*, **50**, 50-55.
- Voroney R. P. ; Paul E. A. et Anderson D. W. (1989). Decomposition of straw and stabilisation of microbial products. *Canadian Journal of Soil Science*, **69**, 63-77.
- Watkins N. et Barraclough D. (1996). Gross rates of N mineralization associated with the decomposition of plant residues. *Soil Biology and Biochemistry*, **28**, 169-175.
- Wu J., Brookes P. C. et Jenkinson D. S. (1993). Formation and destruction of microbial biomass during the decomposition of glucose and ryegrass in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **25**, 1435-1441.

Dynamique du carbone et de l'azote au cours de la décomposition au champ d'une paille de blé ¹³C¹⁵N

II - Evolution de la biomasse microbienne du sol

Introduction

Dans les sols cultivés, la biomasse microbienne contient en moyenne, dans la couche 0-30 cm, 3 % de l'azote total (Joergensen et Mueller, 1996) et 1,3 % du carbone (Amato et Ladd, 1992). Les micro-organismes hétérotrophes sont responsables des biotransformations du carbone et de l'azote et représentent un puits pour ces éléments au cours de la décomposition des matières organiques (Smith et Paul, 1990). Malgré la faible importance relative de cette biomasse en terme guantitatif, il a été démontré que l'azote, incorporé dans le sol sous forme de corps microbiens et de produits microbiens, était plus facilement accessible à la minéralisation que l'ensemble de l'azote organique du sol. C'est pourquoi la dynamique de la biomasse microbienne du sol, après addition de résidus végétaux, a une influence considérable sur la disponibilité des nutriments, notamment sur l'azote minéral disponible aux plantes ou susceptible d'être lessivé. De nombreux modèles mécanistes décrivant les biotransformations de C et N ont intégré une compartimentation de la matière organique incluant la biomasse microbienne (de Willigen, 1991 ; Mary et Guérif, 1994). La quantification et la modélisation des transformations de l'azote dans le sol nécessite donc d'apprécier le rôle de la biomasse microbienne dans ces transformations, ainsi que sa capacité de stockage de l'azote et du carbone.

Parmi les méthodes disponibles pour quantifier le carbone et l'azote contenu dans la biomasse microbienne et sa dynamique au cours du temps, la méthode de fumigation - extraction (Brookes *et al.*, 1985 ; Vance *et al.*, 1987) est particulièrement adaptée à la détermination de la biomasse microbienne après l'apport récent de résidus au sol. Cependant, le carbone et l'azote, rendus extractibles par les étapes de fumigation au chloroforme et d'extraction, doivent être convertis en carbone et en azote total de la
biomasse microbienne par deux coefficients K_{ec} et K_{en} qui représentent respectivement les fractions de C et N de la biomasse rendues extractibles. L'établissement de ces deux coefficients a fait l'objet de nombreux travaux et polémiques (Brookes *et al.*, 1985 ; Vance *et al.*, 1987 ; Bremer et van Kessel, 1990 ; Wu *et al.*, 1990 ; Joergensen, 1996 ; Joergensen et Mueller, 1996).

L'objectif du travail présenté ici est de décrire de manière dynamique l'incorporation de carbone et d'azote dans la biomasse microbienne consécutif à l'apport de paille de blé, au champ. L'utilisation de résidus doublement et uniformément marqués ¹³C et ¹⁵N permet d'accéder précisément à la quantification de la biomasse néoformée aux dépens du carbone et de l'azote du résidu. Une description détaillée de l'évolution du résidu dans le sol et de sa minéralisation a été réalisée (cf. partie l), ainsi que des flux d'azote du sol associés à cette décomposition (Aita et Recous, soumis)

Matériel et méthodes

I).

Site expérimental et traitements

L'essai a été réalisé sur une parcelle du domaine expérimental INRA de Mons-en-Chaussée, au Nord de la France. Le sol est un limon moyen (Luvisol Orthique, Typic Hapludalf) avec 76% de limon (2-20 µm) et 15% d'argile (<2 µm), des teneurs en C de 9,9 g kg⁻¹ sol et en N de 1,07 g kg⁻¹ sol et un pH (H,o) de 7,2. Les deux traitements ont consisté en l'addition ou non de paille de blé doublement et uniformément marquée (¹³C et ¹⁵N) par culture dans une enceinte contrôlée. La paille présentait une teneur en C de 413 g C kg⁻¹ MS et en N de 5,62 g N kg⁻¹ MS (C/N = 73). Les excès isotopiques de la paille étaient de 9,060 % pour le ¹⁵N et de 2,016 % pour le ¹³C. La taille des brins incorporés au sol était comprise entre 1 et 10 cm. Les placettes expérimentales ont été délimitées par des cylindres de PVC enfoncés dans le sol après travail du sol. Les modalités d'installation de l'expérimentation et de préparation des cylindres a été développé précédemment (cf. partie

Prélèvement des cylindres

Pour le sol ayant reçu de la paille, 13 prélèvements du type destructif ont été réalisés au cours de l'expérimentation : cinq en 1993 (6/09 - temps 0, 23/09, 11/10, 2/11 et 7/12), sept en 1994 (25/01, 1/03, 5/04, 2/05, 29/05, 27/06 et 12/09) et un en 1995 (3/04). Les cylindres du traitement sans paille ont été prélevés trois fois en 1993 (6/09, 11/10, 2/11), quatre en 1994 (25/01, 5/04, 29/05, et 12/09) et une en 1995 (3/04). Les prélèvements sont réalisés à chaque date et pour chaque traitement avec 3 répétitions. Les cylindres de terre prélevés sont sectionnés en deux couches (0-10 et 10-20 cm).

Méthode de fumigation - extraction

La détermination des quantités de C et N contenus dans la biomasse microbienne a été faite à partir des échantillons de sol humide, tamisés à 4 mm et sans séparation des résidus végétaux. L'humidité du sol n'a pas été ajustée avant la détermination. Nous avons utilisé la méthode de fumigation - extraction dérivée de celle proposée par Vance et al. (1987) : pour chaque échantillon de sol, un sous-échantillon de 75 g de sol humide est mélangé avec une solution de K₂SO₄ 300 mM (rapport sol/solution de 1/4), puis agité à 42 tours min⁻¹ pendant 30 minutes. Simultanément, un autre sous-échantillon du même sol à même humidité est placé dans une enceinte close et soumis à des vapeurs de chloroforme (CHCl₂) préalablement purifié. Les échantillons sont exposés aux vapeurs de CHCl₃ pendant 22 heures à la température du laboratoire (20 à 25°C) et à l'obscurité. A la fin de la fumigation, le CHCl, est éliminé par aspirations successives. Une extraction par une solution K, SO, 300 mM est alors réalisée de façon analogue aux échantillons de sol non fumigés. Après l'extraction, le mélange (sol + solution) des échantillons fumigés et non fumigés subit une décantation pendant 3 heures. Le surnageant est ensuite filtré sur filtre en papier (Durieux 3B), puis centrifugé à 3000 rpm pendant 20 minutes. Une aliquote d'environ 10 ml d'extrait K,SO, de chaque échantillon est stockée au congélateur à -20°C en vue de son analyse ultérieure.

Le carbone total des extraits a été analysé en utilisant deux méthodes différentes, décrites ci-dessous. L'azote total des extraits a été analysé uniquement par combustion sèche après lyophilisation.

• Combustion catalytique : les extraits au K_2SO_4 ont subi une décongélation rapide dans l'eau tiède. Une aliquote (100µl) de chaque extrait a été ensuite injecté directement dans le four de combustion d'un analyseur automatique Dohrman DC 190. Le carbone de l'échantillon est complètement oxydé en CO_2 par combustion catalytique à haute température (750°C) sur un catalyseur de platine. Le CO_2 est mesuré par un détecteur infrarouge non dispersif.

• *Combustion sèche (Dumas) sur échantillons lyophilisés :* la concentration des extraits au K_2SO_4 a été faite par l'élimination de l'eau par lyophilisation. Les extraits ont été initialement décongelés dans l'eau tiède. Immédiatement après la décongélation, une aliquote (entre 8,5 et 10g) de chaque extrait, pesée à l'aide d'une balance de précision (10⁻⁴g), a été mise dans un flacon en verre. Chaque flacon contenant la solution de K_2SO_4 a été remis au congélateur à -20°C. Les flacons contenant la solution congelée ont été couverts individuellement par un tissu très fin et placés dans un lyophilisateur jusqu'à évaporation complète de l'eau. Après la lyophilisation, les cristaux de K_2SO_4 attachés aux parois de la partie inférieure des flacons (environ 1,5 cm de hauteur) ont été soigneusement grattés à l'aide d'une spatule en vue de récupérer la quantité maximale possible de cristaux.

Les teneurs en C et N total des cristaux de K₂SO₄, obtenus par lyophilisation des extraits, et leurs excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N ont été déterminés par combustion sèche avec un autoanalyseur CHN (Carlo Erba, NA 1500) couplé à un spectromètre de masse (VG SIRA 9). Un poids de 20 à 25 mg de cristaux a été placé en nacelle d'étain pour chaque échantillon, avec 2 répétitions. Pour les échantillons fumigés, les quantités mesurées dans chaque échantillon ont varié de 85 à 140 µg pour le carbone et de 15 à 45 µg pour l'azote. Pour les échantillons non fumigés, les quantités ont varié de 30 à 65 µg pour le carbone et de 3 à 45

µg pour l'azote. La valeur du "blanc" (nacelles d'étain) est d'environ 1µg pour C et 0,3 µg pour N. Dans des essais préliminaires, nous avons constaté que la faible prise d'essai de la leucine (200 µg) utilisée comme référence, ne permettait pas une précision suffisante sur la pesée et, donc, entraînait une forte variabilité sur les mesures des teneurs en C et N. Par conséquent, un échantillon de sol (10 mg) a été utilisé comme référence.

69

Calculs

La quantité de C-biomasse microbienne (CBM) a été calculé par la formule :

$$CBM = \frac{C_{I} - C_{n}}{K_{ec}}$$

où C, et C, représentent respectivement la quantité de C total des échantillons fumigés et non fumigés et K_{ec} , le facteur utilisé pour convertir en C-biomasse le C extrait avec le K_2SO_4 après fumigation avec le CHCl₃. La valeur de K_{ec} utilisée est de 0,33, proposée par Sparling et West (1988).

Pour le calcul de la quantité de N-biomasse (NBM) nous avons utilisé la même formule que précédemment en remplaçant le C total par le N total et K_{ec} par K_{en} . La valeur de K_{en} utilisée est égale à 0,38 (Sparling et Zhu, 1993).

Les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N de la biomasse microbienne (e_n) ont été calculés par la relation suivante :

$$e_{b} = \frac{Q_{l} \star e_{l} - Q_{nl} \star e_{nl}}{Q_{l} - Q_{nl}}$$

où Q, et Q, représentent respectivement la quantité totale de C ou N des échantillons fumigés et non fumigés et e_i et $e_{a'}$, les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N correspondants.

Les quantités de N et C de la biomasse dérivées de la paille (B) ont été calculées par la formule proposée par Powlson et Barraclough (1993) :

$$B_{\rho} = Q \star \frac{e_b - e_s}{e_t}$$



Figure 1. Concentration en carbone soluble total contenu dans des extraits K₂SO₄ de sol, mesurée par combustion catalytique (Dohrman) et par combustion sèche après lyophilisation.
(a) Echantillons de sol fumigés. (b) Echantillons de sol non fumigés.

où Q représente la quantité de C ou N-biomasse et e_{b} , e_{s} , et e_{r} sont respectivement les excès isotopiques ¹³C ou ¹⁵N de la biomasse microbienne, du sol (sans apport de paille) et initiaux de la paille.

...

Résultats

La détermination du carbone total dans les extraits de K_2SO_4 par l'analyseur automatique Dohrman DC 190 a montré que les quantités de C-biomasse n'étaient pas significativement différentes pour les deux couches de chaque cylindre (données non présentées). Par conséquent, seuls les extraits K_2SO_4 provenants de la couche 0-10 cm ont été lyophilisés et analysés par combustion sèche. Les résultats obtenus pour le C et N de la biomasse dans cette couche ont été extrapolés à la couche 0-20 cm.

Comparaison des méthodes

La concentration en C, calculée à partir de l'analyse des extraits (Dohrman) et des cristaux de K_2SO_4 (lyophilisation) est montrée à la figure 1. On constate que, pour les échantillons fumigés (Fig. 1a), il existe une relation significative ($r^2 = 0,78$) entre les données obtenues par les deux techniques d'analyse. En revanche, dans 76 des 78 échantillons non fumigés (Fig. 1b), la concentration en C, déterminée avec l'analyseur CHN à partir des extraits lyophilisés, est supérieure à celle obtenue par combustion catalytique (Dohrman). La concentration en C des échantillons lyophilisés est supérieure, en moyenne, de 1,9 mg l⁻¹. Il existe donc un écart significatif entre les 2 techniques de mesure dans la gamme des faibles concentrations en carbone, couverte exclusivement par les échantillons non fumigés, il en résulte une différence faible, mais significative, sur les valeurs de C-biomasse obtenues pour chaque méthode par différence entre le carbone total soluble mesuré avec et sans fumigation. Nous avons vérifié la linéarité de la réponse dans la gamme des deux techniques.



Figure 2. Quantité de carbone contenue dans la biomasse microbienne (couche 0-20 cm), déterminée par fumigation - extraction dans le sol nu (●) et dans le sol avec apport de paille (▲). Echantillons analysés par combustion sèche après lyophilisation des extraits K₂SO₄ (a) et par combustion catalytique dans un analyseur Dohrman DC 190 (b).

La cause de cet écart entre les deux méthodes n'a pu, pour l'instant, être établie. L'écart résultant sur les valeurs de biomasse et les interprétations qui en découlent seront discutées.

C-biomasse : valeurs déterminées par combustion sèche

• Sol sans paille : La quantité de carbone contenu dans la biomasse microbienne est égale à 218 mg C kg⁻¹ de sol , soit 520 kg C-biomasse ha⁻¹ pour la couche 0-20cm. Puis cette quantité diminue légèrement au cours de l'expérimentation (Fig. 2a). La différence entre la valeur mesurée à 574 jours (160 mg C kg⁻¹ sol) et celle déterminée au temps 0 est significative et correspond à une diminution de carbone de la biomasse de 139 kg C ha⁻¹.

• *Sol avec paille :* La quantité de C-biomasse augmente constamment jusqu'à 57 jours après l'apport de la paille puis reste constante jusqu'au jour 92 et enfin, diminue rapidement et significativement jusqu'au jour 574. L'augmentation maximale constaté après 57 jours est de 69 mg C kg⁻¹ sol (soit +166 kg C ha⁻¹ pour la couche 0-20cm). Pendant les premiers 141 jours qui suivent l'incorporation de paille, la quantité de C-biomasse est supérieure dans le traitement avec paille par rapport au sol sans paille. A partir de 211 jours, il n'y a plus de différence significative entre les deux traitements.

Comparaison entre les 2 méthodes

La quantité de C-biomasse calculées à partir des échantillons analysés par combustion catalytique (Fig. 2b) est plus élevée que celle calculée à partir des échantillons analysés par combustion sèche (Fig. 2a) : ceci résulte de la valeur plus faible déterminée pour les échantillons non fumigés (Fig. 1b). Sur la totalité des prélèvements réalisés, l'écart moyen est de 14 mg C kg⁻¹ sol pour le traitement sans paille et de 35 mg C kg⁻¹ sol pour le traitement avec paille, soit un écart relatif d'environ 7% sur le témoin et de 12 % pour le traitement avec paille. Dans ce traitement, l'écart est maximal dans le cas du prélèvement réalisé à 141 jours et représente une variation relative de 25 %.



Figure 3. Quantité d'azote contenue dans la biomasse microbienne (couche 0-20 cm), déterminée par fumigation - extraction dans le sol nu (●) et dans le sol avec apport de paille (▲).

Malgré une allure "plus lissée" des résultats obtenus par combustion catalytique, la précision sur les résultats est proche pour les deux techniques d'analyse. Le coefficient de variation (c.v.) moyen établi pour la totalité des prélèvements des deux traitements est de 20,3% pour les échantillons analysés par combustion sèche et de 24,2% pour les échantillons analysés par combustion catalytique. Cependant, l'intérêt de déterminer simultanément dans le même échantillon, les teneurs en C et N et les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N nous a conduit à conserver les valeurs obtenues par lyophilisation et analyse couplée CN-spectromètre de masse.

N-biomasse

• *Sol sans paille :* la quantité d'azote contenue dans la biomasse microbienne est égale en moyenne à 30 mg N kg⁻¹ sol (soit 72 kg N ha⁻¹) pour la couche 0-20cm (Fig. 3). Cependant, la variabilité de la quantité de N-biomasse au temps 0 est très élevée (c.v. = 66%). Si l'on ne tient pas compte de ce point au temps 0, la quantité de N-biomasse dans le sol sans apport de paille diminue lentement et significativement au cours du temps. L'écart entre la valeur mesuré à 574 jours et celle mesuré à 35 jours représente 8,5 mg N kg⁻¹ sol (20,4 kg N ha⁻¹) soit une variation relative de 31 %.

• *Sol avec paille :* au temps 0, la quantité d'azote mesuré sous forme de biomasse microbienne est d'environ 19 mg N kg⁻¹ de sol, une forte variabilité existant de même sur cette détermination (c.v. = 37%). La quantité maximale de N-biomasse est observée 35 jours après l'incorporation de la paille au sol (51,5 mg N kg⁻¹ sol), ce qui correspondrait à une augmentation très importante de N dans la biomasse, équivalente à 78 kg N ha⁻¹. Au delà de 35 jours après apport de paille, la quantité d'azote dans la biomasse diminue au cours du temps pour atteindre la valeur minimale de 27,3 mg N kg⁻¹ sol, équivalente à 66 kg N ha⁻¹, au jour 574. Durant les 141 premiers jours d'expérimentation, la quantité de N-biomasse est significativement supérieure pour ce traitement, en comparaison avec le



Figure 4. Rapport C/N de la biomasse microbienne dans le sol nu (●) et dans le sol avec apport de paille (▲). Le rapport C/N a été calculé à partir des quantités de C et de N contenues dans la biomasse microbienne des échantillons de sol lyophilisés, puis analysés par combustion sèche.

traitement témoin, et correspond à un écart moyen de 11,6 mg N kg⁻¹ sol, soit 28 kg N ha⁻¹. Après un an, il n'y a plus d'écart entre le sol avec paille et le sol sans paille.

Rapport C/N de la biomasse microbienne

Le rapport C/N de la biomasse microbienne a été calculé à partir des quantités de C et de N-biomasse des échantillons lyophilisés, analysés par combustion sèche. Il est relativement constant au cours de l'expérimentation (Fig. 4), excepté pour le temps 0 pour lequel les valeurs sont beaucoup plus élevées (13,4 et 11,5 respectivement pour les traitements avec et sans paille). Si l'on ne tient pas compte de la valeur au temps 0, pour lequel il semble y avoir des problèmes méthodologiques à la fois sur le carbone et sur l'azote, le rapport C/N moyen de la biomasse microbienne, calculé sur l'ensemble des mesures, est de 6,0 \pm 0,5 pour le sol avec paille et de 6,4 \pm 0,7 pour le sol sans paille.

C-biomasse dérivé de la paille

Le carbone extrait par le K₂SO₄, à partir des échantillons non fumigés des sols ayant reçu la paille, correspond au carbone soluble du sol et de la paille. Pour les échantillons fumigés, le carbone extrait comprend aussi le carbone de la biomasse microbienne autochtone et de celle formée à partir du carbone de la paille. On constate sur le tableau 1 que la quantité de carbone des échantillons non fumigés, correspondant au carbone soluble, ne varie pas significativement au cours du temps, excepté sur les deux premiers intervalles (0-17 et 17-35 jours). La fumigation libère une quantité importante de carbone dès le temps 0, avant décomposition des pailles. Cette quantité s'accroît légèrement au jour 17, puis reste stable pour diminuer significativement au delà du jour 176. Après 574 jours, le carbone total soluble extrait des échantillons fumigés est deux fois plus élevé que celui extrait des échantillons non fumigés.

L'excès ¹³C des cristaux de K_2SO_4 obtenus à partir des échantillons non fumigés est égal à 0,350%, initialement, et diminue rapidement puis plus lentement. Un très faible

Tableau 1. Quantité de C et N total soluble mesurées dans les échantillons de sol fumigés et non fumigés.

	C total soluble		N total soluble						
Jours	Fumigé	Non fumigé	Fumigé	Non fumigé					
	(mg kg ⁻¹ sol)								
0	131,2 ± 6,7	57,1 ± 0,6	47,4 ± 2,2	40,3 ± 0,6					
17	144,9 ± 8,0	63,2 ± 2,3	25,1 ± 2,5	8,4 ± 2,3					
35	141,1 ± 7,5	55,9 ± 2,9	25,5 ± 1,8	5,9 ± 2,9					
57	143,3 ± 10,4	48,5 ± 5,8	$19,8 \pm 0,4$	7,0 ± 5,8					
92	144,9 ± 10,6	49,3 ± 0,8	26,7 ± 1,7	9,6 ± 0,8					
141	134,6 ± 5,7	46,4 ± 2,5	20,5 ± 1,3	4,0 ± 2,5					
176	136,7 ± 0,4	49,0 ± 1,5	24,2 ± 1,0	8,1 ± 1,5					
211	122,9 ± 13,7	49,2 ± 3,5	27.8 ± 0.8	14,0 ± 3,5					
238	118,5 ± 5,5	38,9 ± 2,9	32,4 ± 2,9	18,8 ± 2,9					
265	119,7 ± 3,8	54,8 ± 0,7	36,6 ± 4,8	22,7 ± 3,9					
294	108,8 ± 1,9	46,0 ± 2,2	53,9 ±3,3	41,1 ± 3,1					
371	109,1 ± 6,7	51,9 ± 1,8	53,6 ± 6,2	42,0 ± 5,1					
574	109,9 ± 7,4	53,4 ± 1,4	16,4 ± 1,2	5,9 ± 0,3					

•



Figure 5. Excès isotopiques ¹³C (a) et ¹⁵N (b) déterminés dans les extraits K₂SO₄ d'échantillons de sol fumigés (●) et non fumigés (▲). Les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N ont été déterminés à partir des échantilions lycphilisés.



Figure 6. Proportions de ¹³C (●) et de ¹⁵N (▲) apportées avec la paille et retrouvées dans la biomasse microbienne du sol.

enrichissement ¹³C est mesuré au jour 574 (0,018%) (Figure 5a). L'excès ¹³C des échantillons fumigés est identique à celui des échantillons non fumigés au temps 0, puis varie peu jusqu'au jour 211. A partir de cette date, on constate une diminution rapide de l'excès ¹³C qui atteint sa valeur minimale (0,165%) au jour 574.

La proportion de C dérivé de la paille (Fig. 6) retrouvée dans la biomasse microbienne représente une faible proportion du carbone apporté : environ 2 % au temps 0, cette valeur atteignant 4,6 % au jour 35 et se stabilisant, pour ensuite diminuer à partir du jour 141. Après 574 jours d'expérimentation, seul 1,7 % du ¹³C apporté est encore retenu dans la biomasse microbienne.

N-biomasse dérivé de la paille

L'azote total des échantillons non fumigés est constitué par l'azote minéral et organique (soluble dans le K₂SO₄) du sol et du résidu (Tableau 1). On constate que la concentration en azote varie, ce qui correspond essentiellement aux variations constatées du contenu en azote minéral du sol (cf. partie l). Les échantillons fumigés contiennent, de plus, l'azote microbien libéré par le chloroforme. La quantité de N libérée par l'action du chloroforme représente donc une proportion assez variable du N total présent dans les extraits de K₂SO₄. Le calcul de l'azote d'origine microbienne est donc entaché d'une incertitude relativement grande lorsque la quantité de biomasse microbienne est faible et que la quantité de N-NO₃ dans le sol est élevée, ce qui est le cas, en particulier, pour les mesures réalisées aux jours 265, 294 et 371. Cependant, on peut observer que la quantité d'azote libérée par la fumigation (fumigé - non fumigé) varie d'une façon cohérente au cours du temps, malgré les variations rapides de la quantité d'azote minéral constatées dans les échantillons non fumigés. L'excès isotopique ¹⁵N des extraits au K₂SO₄ est similaire pour les échantillons fumigés et non fumigés, dans la plupart des cas. Ceci







Les chiffres figurant au sommet des barres correspondent à la proportion relative de '3C (a) et de 15N (b) total sous forme de biomasse néoformée.

s'explique par le fait que l'essentiel du ¹⁵N de l'échantillon correspond au ¹⁵N sous forme minérale dans le sol, qui n'est pas affecté par la fumigation.

La proportion du ¹⁵N de la paille retrouvée dans la biomasse microbienne est plus importante que celle de ¹³C (Fig. 6). Elle est maximale (18%) à 35 jours, puis elle diminue au cours du temps. A la fin de l'expérimentation (19 mois), la biomasse microbienne contient 6,3% du ¹⁵N apporté par la paille.

La figure 7 présente l'évolution de la biomasse autochtone et de la biomasse néoformée au cours de l'expérimentation. La proportion calculée au temps 0 de la biomasse dérivée du C et du N de la paille, respectivement de 19% et de 8,8%, paraît trop élevée. Ce résultat et le rapport C/N "anormal" de la biomasse au temps 0 précédemment évoqué sont probablement la conséquence de problèmes méthodologiques à cette date d'évaluation. La proportion de biomasse totale, néoformée à partir du C du résidu, varie peu lors des 8 premiers prélèvements (17 à 211 jours) et représente environ 25 à 30 % de la biomasse totale du sol. Cette proportion diminue ensuite légèrement et atteint 16 % au jour 574 (Fig. 7a). Pendant les premiers 211 jours, l'azote du résidu contenu dans la biomasse néoformée représente 7 à 8 % de l'azote de la biomasse totale. Cette proportion diminue légèrement au cours du temps et représente environ 5 % du N total dans la biomasse en fin d'expérimentation (Fig. 7b). Lors du premier prélèvement commun aux deux traitements paille et sans paille, réalisé 35 jours après l'apport de la paille, on peut calculer que 100% de l'augmentation du C-biomasse est expliqué par le C de la paille et seulement 25% de l'augmentation du N-biomasse provient de l'azote de la paille.

La proportion de ¹³C contenue dans la biomasse microbienne représente 6 à 11 % du ¹³C résiduel dans le sol (cf. partie I) (Fig. 8a). Cette proportion varie peu au cours du temps. En fin d'expérimentation elle est de 8,1%. En ce qui concerne l'azote, la proportion du ¹⁵N restant dans le sol sous forme de biomasse microbienne est de 19 à 20 % jusqu'au jour



Figure 8. Evolution des quantités de ¹³C (a) et de ¹⁵N (b) restant dans le sol après incorporation de paille ¹³C¹⁵N sous forme de biomasse microbienne (□) et sous autres formes organiques et inorganiques (□).

0.0

0 17

35

57

92

141 176 211

temps (jours)

238 265 294 371 574

Les chiffres figurant au sommet des barres correspondent à la proportion relative de ¹³C (a) et de ¹⁵N (b) résiduel sous forme de biornasse. Les valeurs de ¹³C et de ¹⁵N résiduel sont tirées de la première partie de cet article.

176. Ensuite, elle diminue progressivement et représente 11% du ¹⁵N après 574 jours (Fig. 8b).

Discussion

Méthodologie de mesure de la biomasse microbienne

La mesure de la biomasse microbienne par les méthodes de fumigation - incubation (FI) et fumigation - extraction (FE) ont fait l'objet de très nombreuses études depuis les années 1980. La méthode de fumigation - extraction est préférable après un apport de substrats carbonés (Joergensen, 1996) parce que la décomposition de ces résidus lors de l'incubation, généralement menée à 25°C pendant 10 jours (Jenkinson et Powlson, 1976), provoque une réorganisation de l'azote ammoniacal libéré au cours de cette même incubation (Ocio et Brookes, 1990). Nous avons testé et utilisé une nouvelle méthode de traitement des extraits de sol au K,SO,, consistant à lyophiliser les extraits afin de les concentrer et d'analyser leur contenu en carbone, azote, ¹³C et ¹⁵N en une seule opération. Classiquement, le carbone soluble est mesuré par digestion acide avec du dichromate de potassium (Sparling et West, 1988 ; Ocio et Brookes, 1990) ou, plus récemment, par combustion catalytique (Bremer et Van Kessel, 1992 ; Joergensen et al., 1994 ; Joergensen, 1996 ; Jensen et al., 1997). L'analyse de l'azote total soluble est réalisée en parallèle après minéralisation Kjeldhal. La technique que nous avons mise au point et utilisée implique un nombre d'opérations très limité. De plus, cette procédure permet d'obtenir simultanément les abondances isotopiques en ¹³C et ¹⁵N de ces mêmes échantillons. Nous avons obtenu un bon accord entre les mesures de C par combustion catalytique et par combustion sèche après lyophilisation, excepté dans les gammes de concentrations faibles en carbone, qui correspondent aux échantillons non fumigés. Nous n'avons pas trouvé d'explication à cette différence et des investigations plus poussées sont nécessaires. Cependant, l'écart entre les deux méthodes conduit à une différence relativement réduite en terme de biomasse, de l'ordre de 5 à 12 %.

Les quantités de C et N-biomasse dérivées de la paille sont anormalement élevées au temps 0. La présence probable d'une biomasse sur le résidu au moment de son incorporation au sol ainsi que la croissance microbienne dès le moment de l'addition de la paille jusqu'à la fumigation (environ 2 heures) nous semblent insuffisantes pour expliquer ce résultat. Nous l'attribuons à l'action du chloroforme sur la lyse des cellules de la paille de blé pendant la fumigation. En effet, l'action du chloroforme sur l'autolyse des cellules végétales a été mise en évidence part McLaughlin et Alston (1985) pour les racines et les parties aériennes de blé et, plus récemment, par Olfs et Scherer (1996) pour les racines de *Lolium multiflorum italicum*. Dans ces travaux, des quantités significatives de P et de N ont été libérées après fumigation avec du chloroforme, conduisant à une surestimation des valeurs de P et N-biomasse microbienne. Nous considérons que le chloroforme a agi sur la paille principalement au temps 0, quand le tissu végétal était encore intègre du point de vue physique et biochimique.

Quantités de C et N microbien

Le sol sans apport de paille, que nous avons utilisé dans le cadre de ce travail, contient environ 200 mg C et 30 mg N kg⁻¹ de sol sous forme de biomasse pour la couche 0-20 cm. Cette quantité de carbone et d'azote représente respectivement 2,0 % du C organique et 3,0 % du N organique. La valeur obtenue dans le cas du C microbien est en accord avec les résultats proposés par Jenkinson et Powlson (1976) et par Amato et Ladd (1992) qui ont discuté les relations entre type de sol et taille du compartiment biomasse microbienne. Par contre, en ce qui concerne l'azote, la quantité mesurée est un peu plus faible que celles déterminées par Ocio *et al.* (1991 a et b) et Joergensen *et al.* (1994) d'environ 40 à 50 mg N kg⁻¹ de sol. Les résultats obtenus dans la majorité des travaux réalisés au champ montrent que, dans un sol sans apport de paille, la quantité de biomasse microbienne reste relativement constante (Ocio *et al.*, 1991a ; Jensen *et al.*, 1997) ou diminue lentement au

cours du temps (Bremer et Van Kessel, 1992), indépendamment des variations saisonnières de température et d'humidité du sol. Nos résultats confirment cette tendance. Nous avons choisi d'utiliser les valeurs K_{ec} et K_{en} de 0,33 et 0,38 proposées par Sparling et West (1988) et Sparling et Zhu (1993). Ces valeurs sont inférieures à celle, le plus souvent

utilisée (0,45) par la plupart des auteurs. Le choix de ces valeurs s'est appuyé sur des travaux antérieurs menés sur le même sol que celui utilisé dans ce travail et pour lequel Mary *et al.* (1993) ont, par la méthode de marquage ¹⁵N *in situ*, proposé une valeur de K_{eN} égale à 0,28. Les valeurs des deux coefficients paraissent être relativement variables selon le type de sol (Sparling et Zhu, 1993 ; Joergensen, 1996), le type de substrat (diffusible, non diffusible). Même les méthodes de détermination de ces coefficients par marquage *in situ* de la biomasse, en temps courts, sont remises en cause (Joergensen et Mueller, 1996). L'incertitude sur ces valeurs rend incertaine l'estimation des quantités totales de C et de N dans la biomasse microbienne, ainsi que des quantités dérivées de résidus marqués. Par contre, la valeur exacte de ces coefficients n'est pas fondamentale lorsque l'on étudie les fluctuations de la biomasse microbienne au cours du temps pour un même site.

Effet de l'incorporation de paille sur la biomasse totale

Bien que la quantité de biomasse microbienne du sol augmente avec l'addition de la paille, l'intensité de cette augmentation et surtout la cinétique d'évolution de la biomasse sont très variables selon les travaux. Ainsi, Ocio *et al.* (1991a) ont constaté, 7 jours après l'incorporation de 10 t ha⁻¹ de paille de blé au champ, une augmentation maximale d'environ 220 kg C-biomasse et de 42 kg N-biomasse par hectare (horizon 0-20 cm). Au delà, les quantités de C et de N-biomasse ont diminué lentement jusqu'à la fin de l'expérimentation (383 jours). Jensen *et al.* (1997) ont constaté après l'apport de 8 t ha⁻¹ de paille de colza, que l'augmentation des quantités de C et de N-biomasse dans l'horizon 0-15 cm, par rapport au sol nu, était d'environ 175 et 18 kg ha⁻¹. Puis, pendant les 10 mois qui ont suivi l'apport de paille, les quantités de C-biomasse et de N-biomasse sont restées relativement

constantes. Dans notre travail, l'incorporation de paille a conduit à une augmentation maximale des quantités de C-biomasse et N-biomasse respectivement de 153 et de 38 kg ha', seulement 35 jours après l'incorporation de la paille. Les valeurs que nous avons déterminées sont donc proches de celles de Jensen *et al.* (1997), obtenues dans des conditions expérimentales relativement similaires. Les différences peuvent être liées aux caractéristiques de sol et de climat, ainsi qu'à la qualité et, bien sûr, à la quantité de paille ajoutée au sol. Pour le carbone, cela signifie qu'une faible proportion du carbone apporté (≈ 150/3500) est stocké dans la biomasse microbienne et que ce stockage n'est que temporaire. En effet, après quelques mois suivant l'apport de paille, le niveau de carbone et d'azote total dans la biomasse microbienne est à nouveau équivalent à celui mesuré dans le sol n'ayant pas reçu d'apport de résidus.

Rapport C/N de la biomasse

Nous avons constaté que les rapports C/N de la biomasse microbienne des traitements avec et sans apport de paille ont été similaires et pratiquement constants au cours de l'expérimentation. Ces résultats confirment ceux obtenus dans la plupart des travaux où la méthode de fumigation - extraction a été utilisée (Ocio *et al.*, 1991a ; Joergensen *et al.*, 1994). Il est admis que seule une partie (environ 10%) de la biomasse microbienne du sol est active à un moment donné (Jenkinson, 1988). Par conséquent, des changements du rapport C/N de la biomasse totale sont difficilement détectables, même dans les cas où l'addition de la paille modifie significativement la quantité et/ou la structure de la population des micro-organismes du sol. En utilisant une paille de blé doublement marquée (¹⁴C¹⁵N), Bremer et Van Kessel (1992) ont calculé un rapport C/N de 5,3 pour la biomasse totale et de 7,0 pour la biomasse formée à partir du C et du N de la paille. Il leur a été possible de calculer cette dernière valeur parce que l'essentiel du ¹⁵N apporté (81 %) était retrouvé sous forme de biomasse microbienne. Dans notre cas, l'azote 15 ne représente que 25 % environ de l'azote assimilé par la biomasse néoformée. Donc le rapport ¹³C-biomasse/¹⁵N-

biomasse n'a pas de signification. Le rapport C/N moyen de 6,2 que nous avons calculé pour les deux traitements se situe entre les valeurs de 4,7 obtenue par Ocio *et al.* (1991a), de 5,3 obtenue par Bremer et Van Kessel (1992), de 5,5 obtenue par Joergensen et al. (1994) et de 6,8 obtenue par Ocio et Brookes (1990).

Biomasse néoformée

L'utilisation des traceurs pour le carbone et l'azote nous permet de calculer la proportion de biomasse néoformée à partir du substrat apporté, ainsi que la proportion de C et de N du résidu présent sous cette forme dans le sol. Il est important de rappeler que le ¹³C du résidu est la source quasi-exclusive de C de la biomasse néoformée (si l'on considère le "priming effect" comme négligeable). En revanche, la principale source de N pour la biomasse néoformée est l'azote minéral du sol, qui n'est pas marqué. Par conséquent, le ¹⁵N du résidu ne représente qu'une petite partie de l'azote de la biomasse néoformée. Ceci est clairement montré par nos résultats : l'augmentation du C total de la biomasse dans le sol ayant reçu la paille a été entièrement due à l'incorporation de C dérivé de la paille par les micro-organismes. Par contre, en ce qui concerne l'azote, seulement 25 % de l'azote de la biomasse microbienne provenait de l'azote du résidu, indiquant la forte contribution de l'azote du sol à l'assimilation microbienne. Ceci est confirmé par la forte organisation microbienne de l'azote minéral du sol, mesuré par traçage ¹⁵N, 7 et 32 jours après l'addition de paille (Aita et Recous, soumis).

L'accumulation de ¹³C et ¹⁵N de la paille dans la biomasse microbienne est relativement faible : 3,1% du ¹³C apporté dans les 17 premiers jours et, en moyenne, de 4,6 % entre 35 et 176 jours. Dans le cas de l'azote, cette accumulation a représenté 18 % de l'azote du résidu après 35 jours.

Les données récentes disponibles concernant l'évolution de la biomasse microbienne développée à partir de résidus marqués ont été récapitulées au Tableau 2. On constate que le C provenant du résidu et accumulé dans la biomasse représente 10 à 20 % du C apporté

Auteurs	Résidu	Biomasse (% apporté)		K _{EC}	K _{EN}	Temps	Conditions
		¹⁴ C	¹⁵ N			-	expérimentales
Wu et al. (1993)	¹⁴ C-ray gras	19	-	0,45	-	20 ј	25°C
Witter et Dahlin (1995)	¹⁴ C-orge	20	-	0,45		7 j	15°C
Amato et Ladd (1992)	¹⁴ C-Medicago littoralis	2-10	-	-	-	1,25 an	25°C
Ladd <i>et al</i> . (1995)	¹⁴ C-Medicago littoralis	11-15	-	-	-	24 j	25°C
Bremer et van Kessel (1992)	¹⁴ C ¹⁵ N -blé	15	80	0,25	0,21	0,58 an	champ
Amato et Ladd (1980)	¹⁴ C ¹⁵ N-Medicago littoralis	10	15	-	-	62 j	25°C
Ocio <i>et al.</i> (1991)	¹⁵ N-blé	-	30		0,45	5 j	25°C
Jensen <i>et al.</i> (1997)	¹⁵ N-colza	-	26	-	0,45	35 j	champ

Tableau 2. Proportions de ¹⁴C et de ¹⁵N retrouvés sous forme de biomasse microbienne provenant de différents résidus et obtenus dans diverses conditions expérimentales.

C-biomasse détéeminée indirectement, à partir des quantités de ninhydrine réactive N multipliées par 21.
 ** Fumigation-incubation : Kc=0,5.

*** Fumigation-incubation. C-biomasse calculé à partir du flux d'azote minéral pendant l'incubation, multiplié par 1.6.

par le résidu, sauf dans le cas d'Amato et Ladd (1992) pour lesquels la faible proportion de C provenant du résidu et retrouvé dans la biomasse microbienne (2 à 10%) a été observée 15 mois après l'enfouissement. Quant à l'azote, cette proportion est supérieure et représente 15 à 30 % du N apporté et jusqu'à 80% pour Bremer et Van Kessel (1992). Cette dernière valeur paraît surprenante. Nos résultats concernant le carbone sont donc nettement différents des autres résultats disponibles puisque nous constatons une très faible incorporation du ¹³C provenant du résidu sous forme de biomasse. Par contre, en ce qui concerne l'azote, nos résultats sont pratiquement similaires à ceux disponibles dans la littérature.

L'incorporation de paille a donc conduit à une augmentation significative des quantités d'azote et de carbone dans la biomasse microbienne. Cette évolution est rapide puisque l'effet maximum est enregistré entre 2 à 3 mois après l'incorporation. Un an après l'addition de paille, cet effet n'est plus perceptible. La fonction "puits" pour l'azote et le carbone est limitée : une faible quantité de carbone est stockée dans ce compartiment, même durant la phase intense de décomposition et, après une année, moins de 2 % du C apporté est incorporé sous cette forme. Ladd *et al.* (1996) ont suggéré que la quantité de biomasse totale et la cinétique d'évolution de la biomasse néoformée sont en relation étroite avec les sites de développement de cette biomasse microbienne (par exemple agrégats, brins grossiers de résidus) et la capacité de protection des sols.

Références

Aita C. et Recous S. Transformations brutes de l'azote en sol nu et après incorporation de paille de blé : estimation *in situ* par traçage isotopique ¹⁵N. *Soumis*.

- Aita C., Recous S. et Angers D. A. (1997). Short-term kinetics of residual wheat straw C and N under field conditions : characterisation by ¹³C¹⁵N tracing and soil particle size fractionation. *European Journal of Soil Science, accepté.*
- Amato M. et Ladd J.N. (1980). Studies of nitrogen immobilization and mineralization in calcareous soils V. Formation and distribution of isotope-labelled biomass during decomposition of ¹⁴C- and ¹⁵N-labelled plant material. *Soil Biology and Biochemistry*, **12**, 405-411.
- Amato M. et Ladd J.N. (1992). Decomposition of ¹⁴C-labelled glucose and legume material in soils: properties influencing the accumulation of organic residue C and microbial biomass C. *Soil Biology and Biochemistry*, **24**, 455-464.
- Bremer E. et van Kessel C. (1990). Extractability of microbial ¹⁴C and ¹⁵N following addition of variable rates of labelled glucose and (NH₄)₂SO₄ to soil. *Soil Biology and Biochemistry*,**22**, 707-713.
- Bremer E. et van Kessel C. (1992). Seasonal microbial biomass dynamics after addition of lentil and wheat residues. Soil Science Society of America Journal, **56**, 1141-1146.
- Brookes P. C., Landman A., Pruden G. et Jenkinson D. S. (1985). Chloroform fumigation and release of soil nitrogen: a rapid direct extraction method to mesure microbial biomass nitrogen in soil. *Soil Biology and Biochemistry*,**17**, 837-842.
- de Willingen P. (1991). Nitrogen turnover in the soil-crop system: comparison of fourteen simulation models. *Fertilyser Research*, **27**, 141-149.
- Jenkinson D. S. (1988). The determination of microbial biomass carbon and nitrogen in soil. In *Advances in Nitrogen Cycling in Agricultural Ecosystems* (J. R. Wilson, Ed.), pp. 368-386. CAB International, Wallingford.
- Jenkinson D. S. et Powlson D. S. (1976). The effects of biocidal treatments on metabolism in soil. V. a method for measuring soil biomass. *Soil Biology and Biochemistry*,**8**, 209-213.

- Jensen L. S., Mueller T., Magid J. et Nielsen N. E. (1997). Temporal variation of C and N mineralization, microbial biomass and extractable organic pools in soil after oilseed rape straw incorporation in the field : I. Mineralization,. *Soil Biology and Biochemistry. Sous presse*
- Joergensen R. G. (1996). The fumigation-extraction method to estimate soil microbial biomass: calibration of the K_{ec} value. *Soil Biology and Biochemistry*, **28**, 25-31.
- Joergensen R. G. ; Meyer B. et Mueller T (1994). Time-course of the soil microbial biomass under wheat: a one year field study. *Soil Biology and Biochemistry*, **26**, 987-994.
- Joergensen R. G. et Mueller T. (1996). The fumigation-extraction method to estimate soil microbial biomass: calibration of the K_{ex} value. *Soil Biology and Biochemistry*, **28**, 33-37.
- Ladd J. N., Amato M., Grace P. R. et Van Veen J. A. (1995). Simulation of ¹⁴C turnover through the microbial biomass in soils incubated with ¹⁴C-labelled plant residues. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 777-783.
- Ladd J. N., van Gestel M., Jocteur Monrozier L. et Amato M. (1996). Distribution of organic ¹⁴C and ¹⁵N in particle-size fractions of soils incubated with ¹⁴C, ¹⁵N-labelled glucose/NH₄, and legume and wheat straw residues. *Soil Biology and Biochemistry*, **28**, 1005-1014.
- Mary B., Fresneau C., Morel J. L. et Mariotti A. (1993). C and N cycling during decomposition of root mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 25, 1005-1014.
- Mary B. et Guérif J. (1994). Intérêts et limites des modèles de prévision de l'évolution des matières organiques et de l'azote dans le sol. *Cahiers d'Agriculture*, **3**, 247-257.
- McLaughlin M. J. et Alston A. M. (1985). Measurement of phosphorus in the soil micribial biomass: influence of plant material. *Soil Biology and Biochemistry*, **1**7, 271-274.
- Ocio J. A. et Brookes P. C. (1990). An evaluation of methods for measuring the microbial biomass in soils following recent additions of wheat straw and the characterization of the biomass that develops. *Soil Biology and Biochemistry*, **22**, 685-694.

- Ocio J. A.; Brookes P. C et Jenkinson D. S. (1991a). Field incorporation of straw and its effects on soil microbial biomass and soil inorganic N. *Soil Biology and Biochemistry*, **23**, 171-176.
- Ocio J. A. ; Martinez J. et Brookes P. C. (1991b). Contribution of straw-derived N to total microbial biomass N following incorporation of cereal starw to soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **23**, 655-659.
- Olfs H. W. et Scherer H. W. (1996). Estimating microbial biomass N in soils with and without living roots : Limitations of a pre-extration step. *Biology and Fertility of Soils*, **21**, 314-318.
- Powlson D. S. et Barraclough D. (1993). Mineralization and assimilation in soil-plant systems. In *Isotopic Techniques in Plant, Soil and Aquatic Biology, Nitrogen Isotope Techniques* (R. Knowles and T. H. Blackburn Eds.) pp. 209-242. Academic Press Inc., London.
- Smith J. L. et Paul E. A. (1990). The significance of soil biomasse estimates. In: *Soil Biochemistry* (J. M. Bollag and H. Stotzheyl Eds), p.p. 357-396, M. Dekker, New-York.
- Sparling G. P. et West A. W. (1988). A direct extraction method to estimate soil microbial C : calibration *in situ* using microbial respiration and ¹⁴C labelled cells. *Soil Biology and Biochemistry*, **20**, 337-343.
- Sparling G. P. et Zhu C. (1993). Evaluation and calibration of biochemical methods to mesure microbial biomass C and N in soils from Western Australia. *Soil Biology and Biochemistry*, **25**, 1793-1801.
- Vance E. D., Brookes P. C. et Jenkinson D. S. (1987). An extraction method for measuring soil microbial biomass C. *Soil Biology and Biochemistry*, **19**, 703-707.
- Witter E. et Dahlin S. (1995). Microbial utilization of [U-¹⁴C]-labelled straw and [U-¹³C]labelled glucose in soils of contrasting pH and metal status. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 1507-1516.

- Wu J., Joergensen R. G., Pommerening B., Chaussod R. et Brookes P. C. (1990). Measurement of soil microbial biomass-C by fumigation-extraction - an automated procedure. *Soil Biology and Biochemistry*, 22, 1167-1169.
- Wu J.; Brookes P. C. et Jenkinson D. S. (1993). Formation and destruction of microbial biomass during the decomposition of glucose and ryegrass in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **25**, 1435-1441.

. .

•

.

Chapitre 2

Caractérisation *in situ* de la décomposition d'une paille de blé en utilisant le traçage isotopique ¹³C ¹⁵N combiné au fractionnement granulométrique.

C. Aita, S. Recous, D. Angers

Article accepté (en version anglaise) dans European Journal of Soil Science.

.

۰.

Caractérisation *in situ* de la décomposition d'une paille de blé en utilisant le traçage isotopique ¹³C¹⁵N combiné au fractionnement granulométrique

C. AITA *, S. RECOUS [#], D. A. ANGERS [§]

[•] Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Solos, CEP 97119 - 900, Santa Maria, RS, Brasil, [#] I. N. R. A., Unité d'Agronomie, rue F. Christ, 02007 Laon Cedex, France, [§] Agriculture Canada Research Station, 2560 Hochelaga Blvd, Sainte -Foy, Quebec, Canada G1V 2J3

* Adresse actuelle: I. N. R. A., Laon, France

[#] Correspondance: S. Recous

Résumé

Lors de la décomposition des résidus organiques dans le sol, les dynamiques du carbone et de l'azote sont en étroite relation. Une meilleure compréhension du devenir des résidus de culture à court terme s'avère donc nécessaire pour mieux prévoir la disponibilité en azote minéral dans le sol. Dans ce travail nous avons combiné le traçage isotopique au fractionnement granulométrique pour décrire l'évolution du carbone et de l'azote d'une paille de blé uniformément marquée (¹³C¹⁵N) incorporée dans un sol de limon moyen (Typic Hapludalf). L'expérimentation a été conduite pendant 574 jours dans des placettes délimitées par des cylindres en PVC avec trois répétitions. Après l'apport de l'équivalent de 8 tonnes de matière sèche de paille à l'hectare, le sol a été maintenu nu pendant la durée de l'expérimentation. Au cours de la décomposition de la paille, treize prélèvements de type destructif des cylindres ont été réalisés. A chaque prélèvement, le sol a été séparé en cinq fractions granulométriques (>2000 µm, 200-1000 µm, 50-200 µm et <50 µm) par tamisage humide. La masse, les teneurs en C et N et les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N ont été déterminés. Le carbone

provenant de la paille dans la fraction grossière (>2000 µm) a disparu rapidement avec une demi-vie de 53 jours "normalisés" (température 10°C et potentiel hydrique -0,01 Mpa) étant soit minéralisé directement ou transféré aux fractions de taille inférieure. Les fractions 1000-2000 µm et 200-1000 µm n'ont participé qu'à un stockage temporaire du carbone dérivé de la paille. L'accumulation nette maximale de ¹³C dans la fraction 50-200 µm a été de 4,4 % du ¹³C apporté. Elle est resté pratiquement constante à partir de 35 jours. La fraction <50 µm est celle où le carbone de la paille s'est accumulé le plus rapidement et préférentiellement au cours de la décomposition. On observe une stabilisation de la quantité de carbone dérivée de la paille dans cette fraction à partir de 265 jours. De la quantité totale de ¹³C apportée restante dans le sol à 574 jours, 70% se trouve dans la fraction <50 µm. La quantité résiduelle totale de ¹⁵N a été proportionnellement plus importante que celle de ¹³C. Cependant, la distribution et l'évolution du ¹⁵N et du ¹³C dans les différentes fractions ont été pratiquement similaires.

Introduction

La disponibilité en azote minéral dans le sol est conditionnée par l'intensité de la minéralisation de l'azote organique et l'organisation de l'azote minéral, processus microbiens opposés intervenant simultanément dans le sol. L'étroite dépendance de ces processus avec le cycle du carbone dans le sol est déjà bien établie (Knapp *et al.*, 1983 ; Reinertsen *et al.*, 1984 ; Amato *et al.*, 1987 ; Aoyama et Nozawa, 1993 ; Mary *et al.*, 1993 ; Hart *et al.* 1994 ; Mary et Recous, 1994 ; Green *et al.*, 1995). Ces processus étant très dynamiques, la minéralisation et l'organisation d'azote sont fortement liées aux composantes actives des matières organiques (MO) à renouvellement rapide (Hassink, 1994). Une meilleure compréhension du devenir et de la localisation à court terme du carbone des résidus de culture pendant leur décomposition est donc nécessaire pour mieux prévoir la disponibilité intra-annuelle de l'azote minéral du sol (Mary et Recous,

1994 ; Magid *et al.*, 1996). A moyen terme, il s'agit de mieux décrire et de modéliser la stabilisation de la MO et son taux de renouvellement.

Au cours des dernières années, des études de plus en plus nombreuses ont fait appel au fractionnement physique des sols, préalablement à toute extraction chimique, pour mieux comprendre la relation entre la localisation de la matière organique dans la structure du sol et sa stabilisation (Elliott et Cambardella, 1991 ; van Gestel et Merckx, 1993). Le fractionnement du sol selon la taille des particules permet de séparer des constituants organiques à comportement dynamique (Amato et Ladd, 1980 ; Christensen, 1987 ; Gregorich *et al.*, 1989 ; Buyanovsky *et al.*, 1994) et composition biochimique très différentes (Catroux et Schnitzer, 1987 ; Angers et Mehuys, 1990).

L'utilisation de résidus de plantes marquées, soit avec l'isotope radioactif ¹⁴C (Amato et Ladd, 1980, 1992 ; Voroney *et al.* 1989 ; Buyanovsky *et al.*, 1994), soit avec les isotopes stables ¹³C et ¹⁵N (Broadbent et Nakashima, 1974 ; Darwis, 1993), permet d'étudier la décomposition du carbone et de l'azote provenants de ces résidus dans le sol. Si l'utilisation des résidus marqués est combinée avec des méthodes de fractionnement physique, principalement ceux peu destructifs comme le tamisage humide, on peut tracer l'évolution du carbone et/ou de l'azote de la matière organique jeune dans le sol (Buyanovsky *et al.*, 1994 ; Hassink, 1995).

Ce travail a été réalisé dans le cadre d'une expérimentation conduite pour évaluer simultanément et *in situ* les flux de carbone et d'azote pendant la décomposition d'une paille de blé (¹³C¹⁵N). L'objectif principal a été de décrire l'évolution du carbone et de l'azote de la paille et leur cinétique d'incorporation dans les différentes compartiments organiques du sol en associant le traçage isotopique et le fractionnement granulométrique.
Matériel et méthodes

Site expérimental

L'essai a été mis en place le 6 septembre 1993 sur une parcelle du domaine expérimental I.N.R.A. de Mons-en-Chaussée, France. Durant la première année d'expérimentation, les précipitations cumulées ont été de 859 mm et la température moyenne du sol (-7,5 cm) de 2,9°C et 23,9°C respectivement pour les mois de février et juillet. Le sol est un limon moyen (Luvisol Orthique, Typic Hapludalf) avec 76% de limon (2-20 μ m) et 15% d'argile (<2 μ m), des teneurs en C de 9,9 g kg⁻¹ sol, en N de 1,07 g kg⁻¹ sol et pH ₁₄₂₀₁ 7,2.

Préparation des parcelles

La décomposition de la paille a été suivie au sein de placettes confinées délimitées par des cylindres en PVC (23,7 cm de diamètre et 25 cm de hauteur) avec trois répétitions. Ces cylindres ont été enfoncés dans le sol sur 20 cm immédiatement après le travail du sol qui a été fait avec un rotavator à une profondeur de 20 cm. Le sol à l'intérieur de chaque cylindre a été prélevé, pesé et l'équivalent de 8,8 kg de terre sèche a été mélangé manuellement au poids de paille correspondant. L'équivalent de 8 tonnes de matière sèche (MS) par hectare y a été ajouté. Cette quantité est proche des restitutions moyennes de paille de cette région. L'ensemble sol + paille a été alors placé dans les cylindres qui, pendant toute la durée de l'expérimentation, sont restés sans plante par désherbage manuel, si nécessaire. Des cylindres n'ayant pas reçu de paille ont été utilisés comme traitement "témoin".

Caractéristiques de la paille

La paille de blé utilisée a été uniformément marquée (¹³C¹⁵N) au sein d'une chambre de culture étanche au gaz où le blé a été cultivé pendant 5 mois sur un substrat inerte (laine

102

de roche). L'atmosphère de la chambre a été enrichie en ¹³C par l'injection de gaz carbonique contenant 2% de ¹³C-CO₂. Le marquage en ¹⁵N a été obtenu par l'addition d'une solution nutritive contenant ¹⁵NH₄¹⁵NO₃. La paille, constituée par le mélange de tiges et de feuilles, a subi un broyage grossier afin d'obtenir des brins de 1 à 10 cm de longueur.

La paille présentait des teneurs en C et N de respectivement 413 g C kg⁻¹ MS et 5,62 g N kg⁻¹ MS (C/N de 73). L'excès isotopique en ¹⁵N était de 9,060 % et en ¹³C de 2,016 %. Nous avons aussi déterminé la fraction soluble de la paille dans l'eau froide (18°C). Pour cela, 80 ml d'eau déminéralisée ont été ajoutés à l'équivalent de 1 g de matière sèche de paille dans un flacon en verre de 250 ml. Après agitation pendant 30 minutes, dans un agitateur tournant à 42 tours min⁻¹, le mélange a été filtré avec un filtre en fibres de verre (Whatman GF/ F). Les résidus récupérés sur le filtre sont séchés à l'étuve à 80°C. La fraction soluble dans l'eau, obtenue par différence de masse de la paille avant et après l'agitation, est de 138 g kg⁻¹ MS. Les teneurs en C et N et les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N ont été analysés après la concentration de la fraction soluble par évaporation à 60°C qui a été faite immédiatement après l'extraction dans l'eau. Elle contient 6,6% du C total de la paille, 6,4% du ¹³C total (excès isotopique ¹³C = 1,947), 54,2% du N total et 51,8% du ¹⁵N total (excès isotopique ¹⁵N = 8,668). Son rapport C/N est de 8,9. La teneur en N-NO, de la fraction soluble a été dosée par un analyseur à flux continu de type Skalar. La valeur trouvée est de 0,91 g kg⁻¹ MS, ce qui correspond à 16,2% de la quantité d'azote total de la paille.

Prélèvement des échantillons

Le calendrier de prélèvement des cylindres a été établi en fonction des conditions climatiques et de l'état de décomposition de la paille qui a été suivi par la mesure en continu du dégagement du CO₂ dans un essai mené parallèlement dans le même site (non rapporté ici). Pour le traitement avec paille, cinq prélèvements ont été réalisés en

.

.

.

1993 (6/09 - temps 0, 23/09, 11/10, 2/11 et 7/12), sept en 1994 (25/01, 1/03, 5/04, 2/05, 29/05, 27/06 et 12/09) et un en 1995 (3/04). Le sol du traitement sans apport de paille (témoin) a été prélevé le 6/09/93 (temps 0) et le 12/09/94 (12ème prélèvement). A chaque date de prélèvement, trois cylindres (un par bloc) ont été prélevés et rapportés rapidement au laboratoire. Après homogénéisation manuelle un échantillon de 1000 g a été stocké au congélateur à -20°C, en vue de son traitement ultérieur.

Fractionnement granulométrique

Pour étudier la dynamique d'incorporation du C et du N de la paille dans les fractions du sol, cinq fractions granulométriques ont été séparées : >2000 μm (débris végétaux), 1000-2000 μm (débris végétaux), 200-1000 μm (sable grossier + débris végétaux), 50-200 μ m (sables fins + débris végétaux) et <50 μ m (argiles et limons). La technique de fractionnement granulométrique utilisée est celle décrite par Balesdent et al. (1991), adaptée à une étude à court terme. La masse de l'échantillon proposée par les auteurs est de 50 g de terre sèche avec un temps d'agitation de 16 heures en présence de billes de verre pour la désagrégation du sol. Dans notre cas, deux expériences préliminaires (résultats non montrés) ont été réalisées. La première a consisté à établir le temps nécessaire à la dispersion complète des agrégats >50 µm. Des échantillons ont été agitées dans l'eau à 42 tr min¹ en présence de billes de verre pendant 30 min, 1h, 2h, 4h, 8h et 16h. On a vérifié qu'au delà de 4 heures d'agitation, il n'y a pas de modification de la distribution relative des masses de sol dans les différentes fractions. Ce temps d'agitation a donc été choisi pour l'expérimentation. La deuxième a consisté à déterminer la taille du sous-échantillon de sol à traiter afin d'être représentatif du mélange sol + paille et ceci, en raison d'une forte hétérogénéité de répartition de la paille. Les résultats obtenus ont montré que l'utilisation d'un sous-échantillon de 300 g de terre sèche pour les fractions >2000 µm et 1000-2000 µm permet de réduire significativement la variabilité du recouvrement de la paille notamment en début d'expérimentation. Par contre, un



Fig. 1. Représentation schématique de la séparation des différentes fractions granulométriques

sous-échantillon de 50 g de terre sèche est utilisé pour l'obtention des fractions <1000 μm. On a vérifié que les quantités moyennes et la nature (excès ¹³C¹⁵N) des fractions obtenues à partir de 300 g et 50 g d'échantillon étaient les mêmes.

Après décongélation au réfrigérateur à 5°C pendant 12 heures, les différentes fractions granulométriques ont été séparées selon le protocole représenté dans la Figure 1.

Fractions >2000 μ*m et* 1000-2000 μ*m*

Un échantillon de terre équivalent à 300 g de terre sèche et 900ml d'eau déminéralisée sont introduits dans une bouteille de plastique de 1,5 l. Le mélange est agité sans billes de verre pendant 30 minutes à l'aide d'un agitateur rotatif tournant à 42 tr min⁻¹ afin de séparer le sol des résidus. Le mélange est ensuite passé successivement sur des tamis à maille carrée de 2000 µm et 1000 µm. Les fractions retenues sur les deux tamis sont abondamment lavées sous un jet d'eau déminéralisée, séchées à l'étuve ventilée à 80°C puis pesées.

Fractions 200-1000 μ*m, 50-200* μ*m et <50* μ*m*

L'équivalent de 50 g de terre sèche et 150 ml d'eau déminéralisée sont introduits dans un flacon de 500 ml. Le mélange est agité de la même façon que précédemment. Par tamisage sous un jet d'eau déminéralisée, les fractions >2000 µm et 1000-2000 µm sont séparées et puis jetées. La solution sol + résidu <1000 µm est mise dans une bouteille de plastique de 1,5 l avec la présence de 8 billes de verre, agitée pendant 4 heures à 42 tr min⁻¹ et ensuite tamisée à 200 µm. La fraction 200-1000 µm, retenue sur le tamis de 200 µm, est abondamment lavée à l'eau déminéralisée. La solution qui est passée par le tamis de 200 µm est ensuite tamisée à 50 µm pour obtenir la fraction 50-200 µm. On a remarqué que les sables se déposent et ont tendance à colmater le tamis de 50 µm et empêchent les argiles et limons de passer. C'est pourquoi il faut passer la main

Date	Fraction	Masse	Teneur en C		Teneur en N		C/N
	μm	g kg ⁻¹ sol	g kg ⁻¹ fractior.	g kg ⁻¹ sol	g kg ⁻¹ fraction	g kg ⁻¹ sol	
temps 0	>2000	0,54 ± 0,21	362,9 ± 11,3	0,20	14,73 ± 0,45	0,008	24,7
	1000-2000	0,31 ± 0,02	356,1 ± 7,6	0,11	20,57 ± 1,35	0,006	17,3
	200-1000	6,72 ± 0,67	85,8 ± 10,0	0,58	5,40 ± 0,61	0,037	15,9
	50-200	105,99 ± 9,89	9,9±0,6	1,05	0,67±0,10	0,071	14,7
	<50	879,93 ± 15,65	5 8,5±0,2	7,49	1,02 ± 0,03	0,895	8,4
371 jours	>2000	0,06 ± 0,01	301,1 ± 12,5	0,02	16,25 ± 5,03	0,001	19,9
	1000-2000	0,09 ± 0,04	337,1 ± 19,9	0,03	21,28 ± 1,56	0,002	15,9
	200-1000	6,20 ± 0,75	72,7 ± 7,0	0,45	4,40 ± 0,56	0,028	16,6
	50-200	88,63 ± 7,43	7,8 ± 0,6	0,69	0,49 ± 0,04	0,043	16,0
	<50	910,13 ± 6,90	8,5 ± 0,2	7,70	1,03 ± 0,03	0,937	8,2

Tableau 1. Masse et teneurs en C et N de chaque fraction granulométrique au temps 0 et à 371 jours de l'expérimentation dans le sol qui n'a pas reçu de paille.

continuellement sur le tamis sans exercer de pression. Ceci est effectué avec l'eau déminéralisée. Les fractions 200-1000 µm et 50-200 µm sont séchées à 80°C puis pesées. La suspension de sol < 50 µm est séchée à l'étuve ventilée à 105°C. Dans les travaux préliminaires effectués, nous avons constaté que le tamisage à 50µm était l'étape de la méthode la plus sensible à l'opérateur. Par conséquent, toutes les opérations concernant la séparation des fractions granulométriques aux différentes dates ont été faites par la même personne. L'influence de l'opérateur sur les résultats obtenus a été signalée par Magid *et al.* (1996). A chaque prélèvement, ont été analysés les teneurs en C et N et les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N dans le sol non fractionné. Cela a permis de comparer les quantités résiduelles de C, N, ¹³C et ¹⁵N récupérées par la somme des cinq fractions granulométriques avec celles récupérées dans le sol non fractionné.

Toutes les fractions obtenues sont broyées très finement au broyeur à billes RETSCH. Les déterminations simultanées des teneurs en carbone et azote et des compositions isotopiques ¹⁵N et ¹³C de chaque fraction sont effectuées à l'aide d'un autoanalyseur de C et N (Carlo Erba, NA 1500) couplé avec un spectromètre de masse (VG SIRA 9).

Résultats

Quantités de C et N dans le sol sans apport de paille

Pour le sol qui n'a pas reçu la paille, nous avons déterminé la répartition du carbone et de l'azote dans les fractions granulométriques au temps 0 et 371 jours après le début de l'expérimentation. Les résultats montrés dans le Tableau 1 indiquent qu'au temps 0, 80% du C total et 88% du N total du sol se trouvent dans la fraction < 50µm. Après un an, cette fraction contient 87% et 93% des quantités résiduelles de C et N respectivement.



Fig. 2. Evolution des quantités de ¹³C (●) et de ¹⁵N (O) dans le sol en temps réel (a). et de
¹³C en temps "normalisé" (b). ▲, ¹³C observé ; — ¹³C simulé.

Cette augmentation correspond à la diminution des quantités de C et N constatée dans toutes les fractions de tailles supérieures et notamment dans les fractions >1000 µm.

Quantités de ¹³C et ¹⁵N dans le sol ayant reçu la paille

Immédiatement après l'addition de la paille, 99% du ¹³C et 105% du ¹⁵N apportés ont été récupérés (Fig. 2a). On constate une décroissance très rapide de la quantité de ¹³C apportée après incorporation, qui conduit à une disparition d'environ 50% du ¹³C apporté dans les premiers deux mois. Cette disparition rapide du carbone de la paille est expliquée par la perte de C-CO₂ par minéralisation du résidu. Ensuite, il y a un ralentissement de la décomposition ; à partir de 371 jours, l'évolution des quantités résiduelles de ¹³C est très lente. A 574 jours, on retrouve dans le sol 20% de la quantité de ¹³C initialement apportée. A cette même date, on retrouve dans le sol 62% du ¹⁵N apporté. La quantité plus importante de ¹⁵N résiduelle que celle de ¹³C peut être expliquée par le fait que, contrairement au carbone qui est perdu par minéralisation, l'azote est en partie réutilisé par la population microbienne se développant dans le sol lors de la décomposition. La disparition de 38% du ¹⁵N au cours de l'expérimentation correspondrait essentiellement à des pertes d'azote par lessivage en dessous de la couche de sol dans laquelle sont incorporés les résidus et peut-être à des pertes gazeuses.

L'évolution des quantités de ¹³C dans le sol ont été également exprimées en fonction d'un temps "normalisé" (Fig. 2b), calculé selon la méthode proposée par Andrén et Paustian (1987) :

$$t_{normalise} = t_{reel} f(T) g(\Psi)$$

où f(T) représente le facteur de correction dû à la température du sol et $g(\Psi)$ le facteur de réduction dû au potentiel hydrique du sol. Le facteur f(T) est une fonction multi-



Fig. 3. Evolution de la masse de chaque fraction granulométrique au cours du temps: (a) fractions >2000 μ m (**m**),1000-2000 μ m (**•**) et 200-1000 μ m (O) ; (b) fractions 50-200 μ m (Δ) et < 50 μ m (Δ).

exponentielle de type Q₁₀ entre vitesse de décomposition et température. Il est égal à 1 à une température de 25°C (Andrén et Paustian, 1987). Les coefficients Q_{10} utilisés sont ceux obtenus par Recous (1995) dans un sol avant recu des résidus de maïs. Ils varient selon la gamme de température. L'effet de la humidité du sol sur la décomposition du carbone est décrite par une fonction exponentielle du potentiel hydrique comme l'ont proposé Andrén et al. (1992). Le facteur g(Ψ) prend la valeur 1 à Ψ = -0,01 Mpa. L'effet combiné (facteur de correction climatique) a été calculé à partir du produit des deux termes, en considérant qu'il n'y a pas d'interaction entre température et humidité. La température de référence que nous avons utilisée est de 10°C, qui est la température moyenne annuelle de cette région. Ainsi, les 574 jours d'expérimentation au champ à température et humidité variables sont équivalents à 616 jours normalisés. Cette démarche permet de comparer entre eux des résultats obtenus dans des expérimentations menées au champ en conditions climatiques variables, ainsi que de les comparer à des résultats obtenus en laboratoire à température et humidité constantes. Nous avons constaté qu'il est possible de décrire l'évolution du carbone dérivé de la paille en considérant deux compartiments, se décomposant chacun selon une cinétique de premier ordre. Le modèle que nous avons ajusté à l'évolution du ¹³C observée dans le sol est identique à celui utilisé par Jenkinson (1977) et Voroney et al. (1989) dans des études à plus long terme (10 années) :

C résiduel = $C_1 \exp(-K_1 t) + C_2 \exp(-K_2 t)$

où C_1 et C_2 représentent les quantités initiales de ¹³C (% de l'apport) des deux compartiments, K_1 et K_2 les constantes de décomposition du ¹³C (jour⁻¹ normalisé) de chaque compartiment, et *t* le temps en jours normalisés. Les résultats obtenus, exprimés en jours normalisés, sont présentés dans la Figure 2b. On constate que le carbone plus facilement décomposable représente 67% du ¹³C initial et a une constante de décomposition de 0,0185 jour⁻¹ (demi-vie de 37 jours). Le carbone restant représente

Tableau 2. Teneurs en C et N de chaque fraction granulométrique au cours du temps dans 7des 13 prélèvements effectués.

Date	Fraction	Teneur en C		Teneur en N		C/N
	μm	g kg ⁻¹ fraction	g kg ⁻¹ sol	g kg ⁻¹ fraction	g kg ⁻¹ sol	
			•			
	>2000	361,3 ± 27,9	1,56	$3,98 \pm 0,68$	0,017	92,0
temps 0	1000-2000	$349,8 \pm 59,6$	0,10	$17,76 \pm 0,31$	0,005	19,7
	200-1000	99,5 ± 5,5	0,67	$6,23 \pm 0,17$	0,041	16,0
	50-200	10,6 ± 3,6	1,24	$0,72 \pm 0,03$	0,085	14,7
	<50	8,6 ± 1,1	7,36	$1,06 \pm 0,03$	0,905	8,1
	>2000	330,4 ± 11,3	1,02	8,43 ± 1,06	0,026	39,5
	1000-2000	364,8 ± 28,8	0,08	$17,76 \pm 0,97$	0,004	20,6
17 jours	200-1000	98,6 ± 4,2	0,69	$6,20 \pm 0,20$	0,044	15,9
	50-200	$10,2 \pm 0,5$	1,22	$0,71 \pm 0,04$	0,085	14,5
	<50	$8,6 \pm 0,2$	7,61	$1,04 \pm 0,02$	0,920	8,3
	>200	300,1 ± 45,8	0,61	9,75 ± 3,03	0,020	32,2
	1000-2000	359,0 ± 22,9	0,11	$18,04 \pm 0,23$	0,006	19,9
92 jours	200-1000	$96,8 \pm 1,7$	0,68	$5,91 \pm 0,21$	0.042	16,4
	50-200	$10,8 \pm 0,3$	1,17	$0,67 \pm 0,06$	0.072	16,3
	<50	$8,9 \pm 0,3$	7,99	$0,91 \pm 0,08$	0,820	9,8
	>2000	296,4 ± 13,4	0,52	$10,77 \pm 0,47$	0,019	27,6
	1000-2000	340,8 ± 13,7	0,11	$18,28 \pm 1,28$	0,006	18,7
141 jours	200-1000	93,8 ± 5,1	0,62	$5,70 \pm 0,22$	0,038	16,4
	50-200	$10,0 \pm 1,1$	1,22	$0,64 \pm 0,09$	0,078	15,7
	<50	8,7 ± 0,2	7,65	$1,06 \pm 0,02$	0,930	8,2
	>2000	314,4 ± 9,9	0,07	15,22 ± 2,09	0,003	20,9
	1000-2000	$321,6 \pm 38,5$	0,09	$17,69 \pm 2,74$	0,004	18,3
265 jours	200-1000	$81,7 \pm 8,8$	0,55	$4,94 \pm 0,66$	0,034	16,6
	50-200	$9,5 \pm 0,2$	1,02	$0,60 \pm 0,01$	0,064	15,8
	<50	$8,9 \pm 0,3$	7,92	$1,07 \pm 0,03$	0,950	8,3
	>2000	328.9 ± 25,7	0,03	17,29 ± 2,99	0,001	19,6
	1000-2000	333,8 ± 30,3	0,11	$20,60 \pm 1,65$	0,002	16,2
371 jours	200-1000	$80,1 \pm 2,9$	0,52	$4,81 \pm 0,49$	0,032	16,7
	50-200	$8,7 \pm 0,6$	0,84	$0,55 \pm 0,55$	0,054	15,7
	<50	$8,6 \pm 0,2$	7,76	$1,03 \pm 0,03$	0,936	8.3
	>2000	350,8 ± 71,9	0,03	14,89 ± 1,99	0,001	24,1
	1000-2000	$295.0 \pm 16,0$	0,03	18,08 ± 1,38	0,002	16,4
574 jours	200-1000	$76,0 \pm 3,7$	0,49	$4,06 \pm 0,18$	0,027	18,7
2	50-200	9.7 ± 0.8	1,04	$0,62 \pm 0,06$	0,066	15,7 .
	<50	$8,8 \pm 0,2$	7,85	$1,03 \pm 0,04$	0,919	8,5
	<50	8,8 ± 0,2	7,85	$1,03 \pm 0,04$	0,919	8,5

33% du ¹³C initial, et se décompose plus lentement avec une constante de décomposition de 7,1.10⁻⁴ jour⁻¹ (demi-vie de 976 jours ou 2,67 années).

Masse et teneurs en C et N de chaque fraction

L'analyse texturale, après destruction de la matière organique avec H_2O_2 , indique que ce sol limoneux contient 91,7% de particules <50 µm (argile + limon). Le fractionnement granulométrique, tel qu'il est pratiqué dans cette étude, donne en moyenne 90% de particules <50 µm. Le reste est essentiellement composé de particules 50-200 µm.

Les bilans pondéraux entre la somme des fractions (calculée à partir de données des fractions individuelles) et l'échantillon non fractionné ont varié au cours de l'expérimentation de 98,4 à 101,9% avec une valeur moyenne de 100,9%.

La fraction grossière de la paille (>2000 µm), incluant les résidus préexistants dans le sol, décroît très vite, surtout dans la phase initiale de décomposition (Fig. 3a). Dans les 57 premiers jours, la perte de poids est d'environ 50%. Ensuite, on constate un ralentissement de la disparition de cette fraction. Après un an, il reste dans le sol seulement 1,8% du poids initial des résidus. La fraction >2000 µm représente une proportion très faible de la masse totale du sol. Par conséquent, sa disparition rapide n'a aucun impact mesurable sur la masse des autres fractions au cours de l'expérimentation comme l'illustrent les Figures 3a et 3b.

Le Tableau 2 présente les teneurs en C et N et le rapport C/N des fractions granulométriques au cours du temps (7 des 13 prélèvements réalisés). On voit que les teneurs moyennes en C (g kg⁻¹ fraction) diminuent avec la diminution de taille des fractions, ce qui correspond à une teneur en matières minérales plus élevée des fractions fines. Pour l'azote, on constate que la fraction >2000 μ m, avec une teneur relativement faible au départ (4,0 g N kg⁻¹ fraction), s'enrichit sensiblement au cours du temps (14,9 g N kg⁻¹ à 574 jours). Cette augmentation peut être attribuée au



Fig. 4. Evolution des excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N de chaque fraction granulométrique au cours du temps : $\blacksquare > 2000 \mu m$; $\bullet 1000-2000 \mu m$; O 200-1000 μm ; Δ 50-200 μm ; $\blacktriangle < 50 \mu m$. ¹³C (a), (b), et ¹⁵N (c), (d).

développement d'une biomasse microbienne adhérente au résidu, elle-même ayant un rapport C/N beaucoup plus faible, comme l'ont constaté Recous *et al.* (1995). L'enrichissement de la fraction grossière en N se traduit par une baisse très forte de son rapport C/N notamment au début de l'expérimentation. Pour les fractions <2000µm, les rapports C/N sont stables au cours du temps.

On constate que, au cours de la décomposition, la majeure partie du stock de C se trouve dans les fractions fines du sol avec, en moyenne, 75% dans la fraction <50 μ m et 10% dans la fraction 50-200 μ m. De façon analogue au carbone, ces mêmes fractions contiennent respectivement 90% et 7% du stock de N du sol. Comme les teneurs en C sont stables au cours du temps, l'évolution de la quantité de carbone (g kg⁻¹ sol) est identique à celle du poids de chaque fraction (Fig. 3a et 3b) : seule la fraction supérieure à 2000 μ m décroît nettement. Elle passe de 1,56 g kg sol⁻¹ au temps 0 à 0,03 g kg sol⁻¹ à 574 jours.

Excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N des fractions granulométriques

Les excès isotopiques ¹³C et ¹⁵N des différentes fractions granulométriques sont présentés Figure 4. On voit que l'enrichissement en ¹³C et ¹⁵N est d'autant plus faible que le stock de carbone et d'azote de la fraction est important (Tableau 2).

L'excès isotopique ¹³C initial de la paille, avant incorporation au sol, est de 2,016%. Il est de 1,760% après l'incorporation de la paille au sol et extraction immédiate (temps 0) par fractionnement granulométrique (Fig. 4a). Cette dilution isotopique de la fraction >2000 µm est provoquée par la présence dans le sol de carbone "ancien" non marqué, représenté par la matière organique native (Tableau 1). La diminution constante de l'excès isotopique de la fraction >2000 µm au cours de l'expérimentation montre que le carbone "jeune" (celui provenant de la paille) sort de cette fraction de façon plus rapide que le carbone ancien.



Fig. 5. Evolution des quantités de ¹³C et ¹⁵N de chaque fraction granulométrique au cours du temps : **I**, >2000 μ m ; **O**, 1000-2000 μ m ; O, 200-1000 μ m ; Δ , 50-200 μ m ; Δ , <50 μ m. ¹³C (a), (b), (c) et ¹⁵N (d), (e), (f).

L'excès isotopique ¹⁵N de la fraction grossière passe de 9,060% (initial) à 4,080% (temps 0, après extraction). L'essentiel de cette dilution immédiate résulte également de la présence dans le sol d'une fraction > 2000µm ancienne, non marquée (Tableau 1), qui est par ailleurs plus riche en azote (14,73 g N kg⁻¹ fraction) que la paille de blé ajoutée (5,62 g N kg⁻¹ MS). Durant les 17 premiers jours de décomposition, on constate une diminution très rapide de l'excès isotopique ¹⁵N de la fraction grossière qui passe de 4,080% à 1,760%. Cette diminution peut être attribuée à la colonisation de la paille par la biomasse microbienne. En effet, pour décomposer le carbone de la paille pauvre en azote, les micro-organismes vont assimiler l'azote minéral du sol qui, lui, n'est pas marqué.

Les excès ¹³C des trois fractions de taille intermédiaire ont un comportement similaire mais décalé dans le temps (Fig. 4a et 4b). Une augmentation des excès isotopiques est observé jusqu'à 176 jours (fraction 1000-2000 μ m), 211 jours (fraction 200-1000 μ m) et 238 jours (fraction 50-200 μ m). On observe ensuite une diminution des excès isotopiques. L'évolution des excès isotopiques ¹⁵N des fractions inférieures à 2000 μ m a été similaire à celle observé pour le ¹³C (Fig. 4c et 4d).

Quantités de ¹³C et ¹⁵N des fractions granulométriques

Nous avons comparé à chaque date les quantités résiduelles de ¹³C et ¹⁵N dans le sol non fractionné avec les quantités résiduelles de ¹³C et ¹⁵N résultant de la somme des fractions granulométriques. En moyenne, au cours de l'expérimentation, 95% du ¹³C et 83% du ¹⁵N du sol entier ont été retrouvés dans la somme des fractions.

De façon similaire à la matière sèche (Fig. 3a), la quantité de ¹³C présente dans la fraction >2000 µm décroît très rapidement (Fig. 5a). Après un an, seulement 0,7% du ¹³C apporté se retrouve dans cette fraction. Nous avons ajusté un modèle de type exponentiel à la quantité résiduelle de ¹³C observée dans la fraction > 2000 µm :

C résiduel =
$$C_o \exp(-K t)$$



Fig. 6. Evolution des quantités de ¹³C dans les fractions >2000 μm (a) et 200-2000 μm
(b) en temps "normalisé". ▲, ¹³C observé ; — ¹³C simulé.

où C_o représente la quantité initiale de ¹³C de la fraction > 2000µm. La constante de décomposition égale à 0,0131 jour⁻¹ normalisé (Fig. 6a) nous permet de calculer une demi-vie du ¹³C contenu dans la fraction > 2000µm de 53 jours normalisés.

La diminution de la quantité de ¹³C de la fraction grossière se traduit par une augmentation des quantités de ¹³C dans les fractions de taille inférieure (Fig. 5b et 5c), surtout dans la fraction <50 µm qui passe de 3,5% du ¹³C apporté au temps 0 à 8,4% 17 jours après le début de l'expérimentation (Fig. 5c). La quantité de ¹³C dans la fraction <50 µm augmente jusqu'à 238 jours et après reste presque stable jusqu'à 574 jours. A la fin de l'expérimentation, 14% du ¹³C apporté se trouve dans la fraction <50 µm. L'enrichissement initial en ¹³C de cette fraction est sans doute dû à l'entrée du ¹³C soluble de la paille.

Les fractions granulométriques de taille intermédiaire (1000-2000 µm et 200-1000 µm) n'ont participé qu'à un stockage temporaire du carbone issu de la paille. Après un maximum d'accumulation entre 176 et 238 jours, la quantité de ¹³C dans ces fractions a diminué rapidement. A 574 jours, seulement 0,2% du ¹³C apporté se retrouven¹ dans la fraction 1000-2000 µm et 2,1% dans la fraction 200-1000 µm. Comme ces deux fractions ont présenté un comportement similaire, nous les avons regroupé (fraction 200-2000 µm) pour exprimer les résultats en jours normalisés. Après la phase d'accumulation nette, la quantité de ¹³C dans cette fraction a diminué linéairement (Fig. 6b). Pendant la phase d'accumulation nette, nous avons ajusté à la quantité de ¹³C observée un modèle du type :

¹³C résiduel = $C_1 - C_2 \exp(-K t)$

où C_r (9,50) représente la quantité estimée maximale de ¹³C accumulée, C_2 (8,11) la différence entre cette quantité maximale de ¹³C et la quantité initiale de ¹³C et *K* (0,0996 jour⁻¹) la constante d'accumulation de ¹³C. Pour décrire l'évolution nette de la quantité de ¹³C, à partir de 200 jours normalisés, nous avons utilisé un modèle de régression linéaire simple du type : ¹³C résiduel = b + m x (r² = 0,99). La vitesse de disparition du ¹³C,



Fig. 7. Distribution relative du ^{'3}C (a) et ^{'5}N (b) dans les fractions granulométriques au cours du temps : \blacksquare > 2000µm ; \bullet 1000-2000µm ; O 200-1000µm ; Δ 50-200µm ; \blacktriangle < 50µm.

donnée par la pente de la courbe ajustée aux données observées, est de 0,0133 % jour⁻¹ normalisé.

Les cinétiques d'évolution des quantités de ¹⁵N des différentes fractions sont similaires à celles du ¹³C, excepté pour la fraction <50 µm dans laquelle on retrouve 49% du ¹⁵N immédiatement après l'apport de la paille (Fig. 5d, 5e et 5f). La forte proportion de ¹⁵N présente dans cette fraction correspond à l'accumulation du ¹⁵N soluble dans l'eau qui représente 52% du ¹⁵N total de la paille.

La figure 7 montre la distribution relative du ¹³C et du ¹⁵N dans les différentes fractions au cours du temps. Cette représentation montre clairement la faible contribution des fractions de taille intermédiaire (50 à 2000 µm) au stock de carbone et d'azote dérivés de la paille. A l'opposé, les proportions relatives de ¹³C (Fig. 7a) et de ¹⁵N (Fig. 7b) dans la fraction <50 µm augmentent constamment. A 574 jours, elle contient 70% du C et 83% du N issus de la paille restants dans le sol à cette date.

Discussion

Décomposition du carbone et de l'azote de la paille

La quantité résiduelle de ¹³C et de ¹⁵N sous forme organique, constituée par des résidus végétaux plus au moins décomposés, des cellules microbiennes néoformées et des produits microbiens exocellulaires, a diminué rapidement au début de l'expérimentation, puis a décru lentement avec le temps. La taille du compartiment de carbone facilement décomposable, qui représente 67% du carbone apporté, est proche de celle trouvée par Jenkinson (1977) à Rothamsted (70 %) et par Voroney *et al.* (1989) au Canada (72 %). Cependant, le taux de décomposition du carbone de ce compartiment est plus importante dans notre cas. La demi-vie du carbone de 0,25 année (Jenkinson, 1977) et 0,50 année (Voroney *et al.* 1989) est nettement supérieure à celle que nous avons constatée (0,10 année). Les conditions climatiques moyennes étaient probablement proches entre les sites de Rothamsted et celles de ce travail. Par contre, en ce qui

concerne l'étude de Voroney *et al.* (1989), la température moyenne est beaucoup plus faible (2,5°C), ce qui peut expliquer la vitesse plus lente de décomposition du carbone. L'expression des résultats en temps normalisé, proposée initialement par Andrén et Paustian (1987) et que nous avons utilisé, faciliterait la comparaison entre expérimentations. L'écart important entre les résultats de Jenkinson (1977) et les nôtres pourrait être lié à la disponibilité élevée en azote minéral dans le sol. Celle-ci est un facteur peu pris en compte dans des études concernant la décomposition de résidus végétaux et qui joue un rôle considérable sur la vitesse initiale de décornposition de la paille, comme l'ont montré Recous *et al.* (1995). Dans notre étude, la quantité d'azote minéral au moment de l'incorporation des résidus était en effet importante, représentant 70 Kg ha ⁻¹ dans la couche de sol 0-20 cm où la paille a été incorporée.

La demi-vie du carbone du compartiment plus stable, de 2,67 années, est aussi inférieure à celle trouvée dans la plupart des travaux. Voroney *et al.* (1989) et Sauerbeck et Gonzales (1977) ont calculé une demi-vie du carbone dérivé de la paille de blé de respectivement 8,56 et 5,37 années. Il semble que l'évolution de la quantité de carbone des résidus végétaux dans le sol pendant la phase lente de la décomposition puisse être liée à la stabilisation différenciée, selon le type de sol, des produits d'origine microbienne formés pendant la phase initiale de la décomposition, comme l'ont suggéré Voroney *et al.* (1989).

Accumulation de ¹³C et ¹⁵N dans les fractions granulométriques du sol

Le fractionnement granulométrique combiné au traçage isotopique ¹³C¹⁵N est un moyen de caractériser la nature du carbone et de l'azote du résidu restants dans le sol ainsi que d'étudier ses transformations lors du processus d'humification (Feller *et al.*, 1983 ; Hassink, 1995). L'évolution à court terme (<1 an) de la distribution des produits de décomposition de substrats végétaux marqués dans les fractions granulométriques n'a fait l'objet que de quelques études (Buyanovsky *et al.*, 1994 ; Hassink, 1995 ; Magid *et al.*, 1996). Il est important de rappeler que d'une part l'enrichissement isotopique d'une fraction résulte de l'incorporation de matière organique plus riche en isotope que la matière organique déjà présente. D'autre part, une diminution de son excès isotopique signifie que, soit la matière organique incorporée est moins enrichie en isotope que la matière organique déjà présente, soit que la matière organique qui sort de cette fraction a un enrichissement supérieur à son enrichissement isotopique moyen. Dans cette seconde hypothèse, cela signifie aussi que le carbone et l'azote récemment incorporés sont renouvelés plus rapidement que le carbone et l'azote anciens, comme l'ont constaté Ladd *et al.* (1985) et Hassink (1995).

Immédiatement après l'addition de la paille dans le sol, l'essentiel du ¹³C se trouve dans la fraction >2000 µm (94%). Le ¹³C retrouvé dans les fractions <2000 µm correspond à la quantité de ¹³C présente dans la fraction soluble dans l'eau. La faible quantité de ¹³C (moins de 2%) dans les fractions de taille intermédiaire (50 à 2000 µm) peut être originaire du ¹³C de la fraction soluble qui s'y est fixé pendant la séparation séquentielle fractions granulométriques. La distribution du ¹³C entre les fractions des granulométriques que nous avons constaté au temps 0 est très différent de celle trouvée par Hassink (1995) et Magid et al. (1996) qui ont analysé l'évolution du ¹⁴C d'une paille de Lolium perenne dans les différentes fractions séparées selon leur taille et densité. Seulement 37 à 41% du ¹⁴C apporté a été retrouvé au temps 0 dans la fraction >150 µm par Hassink (1995) et 65% dans la fraction > 100 µm par Magid et al. (1996). Il apparaît que la distribution initiale du traceur est conditionnée par la quantité de C soluble de la paille et surtout par la méthode utilisée pour séparer les différentes fractions. Il semble que le mode d'obtention des fractions est déterminant dans l'interprétation des résultats. La fraction >2000 µm de la paille est celle qui se décompose le plus vite. Après avoir appliqué le facteur de correction climatique aux données obtenus avec la paille de blé par Andriulo (1995) en Argentine, on constate que la constante de décomposition de la

fraction >2000µm de 0,016 jour⁻¹ normalisé obtenue par l'auteur est proche de celle obtenue dans ce travail (0,013 jour⁻¹ normalisé). Cependant, ces valeurs sont assez différentes de celle que l'on peut calculer à partir des données de Mary *et al.* (1996) qui est de 0,007 jour⁻¹ normalisé, obtenue sur un site proche du nôtre. D'autres facteurs que la température et l'humidité interviennent donc pour expliquer ces différences : la disponibilité initiale en azote minéral du sol, dont nous avons déjà mentionné le rôle important, ainsi que la composition biochimique la paille (Reinertsen *et al.*, 1984 ; Voroney *et al.*, 1989). Le temps de résidence moyen (1/K) de 76 jours que nous avons obtenu indique le renouvellement très rapide de la fraction grossière de la paille et confirme les résultats obtenus par Balesdent et Balabane (1992).

La diminution de la quantité de ¹³C de la fraction grossière est due à la minéralisation du carbone par la population microbienne du sol et aux transferts de carbone aux fractions plus fines. Cette incorporation de carbone dans des fractions plus fines est le résultat de la réduction de la taille du résidu provoquée par des facteurs abiotiques et par l'activité des organismes décomposeurs (Swift *et al.*, 1979). Nos résultats montrent que la diminution de la quantité de ¹³C de la fraction grossière est accompagnée par une augmentation de la quantité de ¹³C des fractions de taille inférieure. L'entrée simultanée de ¹³C dans toutes les fractions dès le début de la décomposition indique qu'un brin de paille qui se décompose alimente plusieurs fractions, à la fois par fractionnement physique, par ses composés solubles et par le développement d'une biomasse microbienne zymogène aux dépens du carbone de la paille.

Le fractionnement physique de la paille doit être la principale voie d'entrée de ¹³C dans les fractions 1000-2000 µm et 200-1000 µm. En effet, la quantité de ¹³C augmente dans ces deux fractions tant que la fraction >2000 µm est en mesure de les "alimenter". Lorsque la fraction grossière s'épuise et ne les approvisionne plus, la quantité de ¹³C diminue. Les changements de la quantité de ¹³C dans ces fractions granulométriques au cours du temps résultent du rapport entre les vitesses d'entrée et de sortie du carbone.

126

Cela signifie que les quantités de ¹³C qui ont transitée par les fractions 200-1000 µm et 1000-2000 µm ont été probablement beaucoup plus importantes que l'accumulation nette que nous avons ponctuellement mesuré. La demi-vie de 300 jours que nous avons trouvé pendant la phase de diminution nette du ¹³C contenu dans ces deux fractions regroupées (fraction 200-2000 µm) illustre le turnover rapide du carbone jeune par ces fractions intermédiaires comme l'ont constaté Balesdent et Balabane (1992) pour les résidus de maïs.

Dans la fraction 50-200 µm, la quantité de ¹³C augmente durant les 34 premiers jours, puis reste stable ou augmente très légèrement au cours du temps. Cela résulte sans doute de vitesses d'entrée et de sortie de carbone équivalentes dans cette fraction.

Dans la phase initiale de la décomposition, le marquage en ¹³C de la fraction <50 µm résulte probablement de la fraction soluble du résidu et de la biomasse microbienne développée aux dépens du carbone de la paille, mais non adhérente au résidu, et de ses métabolites. Dans un second temps, elle est sans doute également alimentée par des produits plus au moins humifiés (Christensen, 1992). Malgré la diminution de la quantité de ¹³C constatée dans les fractions intermédiaires, cela ne se traduit pas par une augmentation progressive des quantités de ¹³C de la fraction fine (< 50 µm). En effet, cette fraction s'enrichit en ¹³C pendant 238 jours, puis ne présente plus de variations significatives. A l'échelle de notre expérimentation, on ne peut pas calculer le temps de renouvellement du ¹³C de cette fraction, ni affirmer que la guantité constante de ¹³C à partir de 238 jours soit le résultat des vitesses équivalentes d'entrée de ¹³C provenant des fractions de taille supérieure et de sortie de ¹³C par minéralisation ou si cela est dû à une stabilisation de la matière organique jeune dans la fraction fine. Ces deux hypothèses ont été également proposées par Hassink (1995). Probablement, la quantité de ¹³C de la fraction fine devrait diminuer lentement à partir du moment où elle ne recevra plus de ¹³C des fractions >50 µm. Plusieurs travaux réalisés à l'aide de traceurs indiquent que la fraction <50 µm est très hétérogène en terme de composition et de

٢

vitesse de renouvellement de ces composants. Elle renferme une matière organique jeune à renouvellement rapide, constituée par la biomasse microbienne présente, surtout dans la fraction argileuse (< 2µm), et par des structures d'origine végétale plus fines qui arrivent progressivement à partir des fractions de taille supérieure (Balesdent *et al.*, 1987, 1988, 1995), et une matière organique plus ancienne, biologiquement plus stable, **associée principalement à la fraction limoneuse (Balesdent** *et al.*, 1995).

L'enrichissement rapide en carbone et en azote des fractions <50 µm de différents matériaux marqués a été observé pour la cellulose (Nicolardot *et al.*, 1992) et les résidus de *Medicago littorallis* (Amato et Ladd, 1980) et de *Secale cereale* (Nicolardot *et al.*, 1995). Cependant, dans ces travaux, un traitement préalable de fractionnement et de dispersion des agrégats du sol a été fait chimiquement et/ou au moyen d'ultrasons, ce qui peut changer artificiellement la distribution et surtout la concentration en matière organique des différentes fractions, séparées selon leur taille ou leur densité (Balesdent et al., 1991; Elliott et Cambardella, 1991). Dans notre étude, les ultrasons n'ont pas été utilisés afin d'éviter le bris de paille, mais les macro-agrégats étaient brisés par agitation mécanique dans l'eau pour accéder aux résidus. Nos résultats montrent que, même en utilisant cette dispersion ménagée des agrégats, la fraction <50 µm est celle où le ¹³C

La dynamique d'incorporation du ¹⁵N dans les différentes fractions granulométriques >50 µm été similaire à celle du ¹³C. La diminution de la quantité de ¹⁵N constatée entre 17 et 92 jours dans la fraction <50 µm (Fig. 5f) est probablement due à des pertes par lessivage du ¹⁵NO₃ accumulé durant la phase initiale de la décomposition. L'augmentation des quantités de ¹⁵N entre 92 et 238 jours dans cette fraction résulte de l'arrivée de ¹⁵N organique issu de la paille.

Les résultats de notre étude montrent qu'au cours de la décomposition, les résidus végétaux peuvent se fractionner rapidement en particules de taille < 50 µm. Plusieurs

auteurs cités par Voroney *et al.* (1989) ont vérifié que, un an après leur addition au sol, la plupart des composants végétaux sont déjà décomposés et qu'une partie de la fraction résiduelle, constituée de cellules microbiennes autolysées et de métabolites microbiennes extracellulaires, peuvent subir des réactions d'oxydation qui résultent en la formation des substances humiques. Durant toutes les phases de la dégradation, la lignine ainsi que d'autres composants aromatiques sont sujets à des réactions de polymérisation avec des composés humiques (Voroney *et al.*, 1989). Ces substances humiques se retrouvent donc dans la fraction <50 µm (Balesdent et Balabane, 1992).

Un autre aspect également mis en évidence dans notre travail est le temps de transit rapide du carbone et de l'azote du résidu dans les fractions intermédiaires (50-2000 µm). Ce transit rapide du carbone jeune dans le sol doit avoir des conséquences importantes sur le cycle interne de l'azote à court terme. Hassink (1994) a obtenu une très forte corrélation entre la quantité de fraction légère ('light fraction'), séparée par densimétrie, et le taux de minéralisation d'azote dans la comparaison de sols de différentes textures. La contribution de cette fraction à la minéralisation brute d'azote a été aussi constatée par Monaghan et Barraclough (1995). La fraction légère considérée dans ces travaux pourrait probablement être assimilée à la fraction > 200 µm de ce travail. La relation entre cette évolution à court terme du carbone et les flux de minéralisation et d'organisation de l'azote dans le sol sera présentée dans un autre article.

Références

Ζ.

3

2

Amato, M. & Ladd, J.N. 1980. Studies of nitrogen immobilization and mineralization in calcareus soils— V. Formation and distribution of isotope-labelled biomass during decomposition of ¹⁴C- and ¹⁵N-labelled plant material. *Soil Biology & Biochemistry*, **12**, 405-411.

129

- Amato, M., Ladd, J.N., Ellington, A., Ford, G., Mahoney, J.E., Taylor, A.C. & Walsgott, D. 1987. Decomposition of plant material in Australian soils. IV. Decomposition *in situ* of ¹⁴C- and ¹⁵N- labelled legume and wheat materials in a range of southern Australian soils. *Australian Journal of Soil Research*, 25, 95-105.
- Amato, M. & Ladd, J.N. 1992. Decomposition of ¹⁴C-labelled glucose and legume material in soils: properties influencing the accumulation of organic residue C and microbial biomass C. Soil Biology & Biochemistry, 24, 455-464.
- Andrén, O. & Paustian, K. 1987. Barley straw decomposition in the field: a comparison of models. *Ecology*, **68**, 1190-1200.
- Andrén, O., Steen, E. & Raghai, K. 1992. Modelling the effects of moisture on barley straw and root decomposing in the field. *Soil Biology & Biochemistry*, **24**, 727-736.
- Andriulo, A. 1995. Modélisation de l'évolution des matières organiques des sols de la pampa : Relation avec les systèmes de culture. Ph. D. thesis, Institut National Agronomique Paris Grignon, Paris.
- Angers, D.A. & Mehuys, G.R. 1990. Barley and alfafa cropping effects on carbohydrate contents of a clay soil and its size fractions. *Soil Biology & Biochemistry*, **22**, 285-288.
- Aoyama, M. & Nozawa, T. 1993. Microbial biomass nitrogen and mineralizationimmobilization processes of nitrogen in soils incubated with various organic materials. *Soil Science Plant Nutrition*, **39**, 23-32.
- Balesdent, J., Mariotti A. & Guillet B.1987. Natural ¹³C abundance as a tracer for studies of soil organic matter dynamics. *Soil Biology & Biochemistry*, **19**, 25-30.
- Balesdent, J. Wagner, G.H. & Mariotti A. 1988. Soil organic matter turnover in long-term field experiments as revealed by carbon-13 natural abundance. *Soil Science Society of America Journal*, **52**, 118-124.
- Balesdent, J., Petraud, J.P. & Feller, C. 1991. Effet des ultrassons sur la distribution granulométrique des matières organiques des sols. *Science du sol*, **29**, 95-106.

- Balesdent, J. & Balabane M. 1992. Etude in-situ des vitesses de minéralisation et d'humification de l'azote et du carbone des matières organiques végétales. C. R. Ministère de l'Environnement, S. R. E. T. I. E. Contract 2683 A.
- Balesdent, J., Girardin, C., Grably, M., Guillemot, J., Mariotti, A., Pétraud, J. & Picot, C.
 1995. Réponse des matières organiques des sols aux changements atmosphériques globaux.
 I. Compartimentation du carbone organique des sols cultivés. In : *Ecosystèmes et changements globaux. Les Dossiers de l'Environnement* (INRA editions n° 8), pp. 71-79. Paris.
- Broadbent, F.E. & Nakashima, T. 1974. Mineralization of carbon and nitrogen in soil amended whith carbon-13 and nitrogen-15 labelled plant material. *Soil Science Society of America Journal*, **38**, 313-315.
- Buyanovsky, G.A., Aslam, M. & Wagner, G.H. 1994. Carbon turnover in soil physical fractions. *Soil Science Society of America Journal*, **58**, 1167-1173.

:

j.

Ľ,

- Catroux, G. & Schnitzer, M. 1987. Chemical, spectroscopic, and biological characteristics of the organic matter in particle size fractions separated from an Aquoll. *Soil Science Society of America Journal*, **51**, 1200-1207.
- Christensen, B.T. 1987. Use of particle size fractions in soil organic matter studies. INTECOL Bulletin, 15, 113-123.
- Christensen, B.T. 1992. Carbon in primary and secondary organomineral complexes. Advances in Soil Science, 20, 1-90.
- Darwis, S. 1993. Effet des modalites de gestion de la paille de blé sur l'évolution du carbone et de l'azote au cours de sa décomposition dans le sol. Ph. D. thesis, Institut National Agronomique Paris-Grignon, Paris.
- Elliott, E.T. & Cambardella, C.A. 1991. Physical separation of soil organic matter. Agriculture Ecosystems and Environment, 34, 407-419.

- Feller, C., Guiraud, G., Hetier, J.M. & Marol, C. 1983. Study by size fractionation of organic matter in a cultivated tropical soil fertilized with labelled crop residues (¹⁴C ¹⁵N) and urea (¹⁵N). *International journal of Tropical Agriculture*, **I**, 123-130.
- Green, C.J., Blackmer, A.M. & Horton, R. 1995. Nitrogen effects on conservation of carbon during corn residue decomposition in soil. *Soil Science Society of America Journal*, 59, 453-459.
- Gregorich, E.G., Kachanoski, R.G. & Voroney, R.P.1989. Carbon mineralization in soil size fractions after various amounts of aggregate disruption. *Journal of Soil Science*, 40, 649-659.
- Gregorich, E.G., Ellert, B.H. & Monreal, C.M. 1995. Turnover of soil organic matter and storage of corn residue carbon estimated from natural ¹³C abundance. *Canadian Journal of Soil Science*, **75**, 161-167.
- Hart, S.C., Nason, G.E., Myrold, D.D. & Perry, D.A. 1994. Dynamics of grass nitrogen transformations in an old-growt forest: The carbon connection. *Ecology*, **75**, 880-891.
- Hassink, J. 1994. Active organic matter fractions and microbial biomass as predictors of N mineralization. *European Journal of Agronomy*, **3**, 257-265.
- Hassink, J. 1995. Organic matter dynamics and N mineralization in grassland soils. Ph.D. thesis, Agricultural University, Wageningen, The Netherlands.
- Jenkinson, D. S. 1977. Studies on the decomposition of plant material in soil. V. The effects of plant cover and soil type on the loss of carbon from ¹⁴C labelled ryegrass decomposition under field conditions. *Journal of Soil Science*, **28**, 424-434.
- Knapp, E.B., Elliott, L.F. & Campbell, G.S. 1983. Carbon, nitrogen and microbial biomass interrelationships during the decomposition of wheat straw: a mechanistic simulation model. *Soil Biology & Biochemistry*, **15**, 455-461.
- Ladd, J.N., Amato, M. & Oades, J.M. 1985. Decomposition of plant material in Australian soils. III. * Residual organic et microbial biomass C and N from isotope-labelled

legume material and soil organic matter, decomposing under field conditions. Australian Journal of Soil Research, 23, 603-611.

- Magid, J., Gorissen, A. & Giller, K.E. 1996. In research of the elusive "active" fraction of soil organic matter: Three size-density fractionation methods for tracing the fate of homogeneously ¹⁴C-labelled plant materials. *Soil Biology & Biochemistry*, **28**, 89-99.
- Mary, B., Fresneau, C., Morel, J.L. & Mariotti, A. 1993. C and N cycling during decomposition of root mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology & Biochemistry*, 25, 1005-1014.
- Mary, B. & Recous, S. 1994. Measurement of nitrogen mineralisation and immobilisation fluxes in soil as a means of predicting net mineralisation. *European Journal of Agronomy*, **3**, 291-300.
- Mary, B. Recous, S. Darwis, D. & Robin, D. 1996. Interactions between decomposition of plant residues and nitrogen cycling in soil. *Plant and Soil.* Sous presse.
- Monaghan, R. & Barraclough, D. 1995. Contributions to gross N mineralisation from ¹⁵Nlabelled soil macrorganic matter fractions during laboratory incubation. *Soil Biology & Biochemistry*, **27**, 1623-1628.
- Nicolardot, B., Cheneby, D. & Allard, M.R. 1992. Availability of carbon and nitrogen contained in different soil particle-size fractions. In: *Humus, its structure in agriculture and environment* (ed. J. Kubat), pp. 107-116. Proceedings 15th Symposium Humus et Planta. Elsevier Publishers, Amsterdam.
- Nicolardot, B., Denys, D. Lagacherie, D. & Mariotti, A. 1995. Decomposition of ¹⁵Nlabelled catch-crop residues in soil: evaluation of N mineralisation and plant-N uptake potentials under controlled conditions. *European Journal of Soil Science*, **46**, 115-123.
- Recous, S. 1995. Réponse des matières organiques des sols aux changements atmosphériques globaux. II. Effet de la température sur la minéralisation d'un résidu

133

végétal (maïs) et de la matière organique des sols. In: *Ecosystèmes et changements* globaux. Les Dossiers de l'Environnement (INRA editions n° 8), pp. 81-85. Paris.

- Recous, S., Robin, D., Darwis, D. & Mary, B. 1995. Soil inorganic N availability: Effect on maize residue decomposition. *Soil Biology & Biochemistry*, **27**, 1529-1538.
- Reinertsen, S.A. Elliott, L.F., Cochran, V.L. & Campbell, G.S. 1984. Role of available carbon and nitrogen in determining the rate of wheat straw decomposition. *Soil Biology & Biochemistry*, **16**, 459-464.
- Sauerbeck, D. & Gonzales, M.A. 1977. Field decomposition of ¹⁴C labelled plant residues in various soils of the Federal Republic of Germany and Costa Rica. In: *Soil organic matter studies*, Vol 1, pp. 159-170. Proceedings IAEA / FAO, Symposium, Braunschweig.
- Swift, M.J., Heal, O.W. & Anderson, J.M. 1979. Decomposition in terrestrial exosystems. *Studies in Ecology*, vol 5. Blackwell Scientific Publications, Oxford.
- van Gestel, M. & Merckx, R. 1993. Methods to fractionate organic matter in various pools. In: The proceedings of a symposium about nitrogen mineralization in agricultural soils held at the Institut for Soil Fertility Research, Haren, NL, 19-20 April 1993 (eds J. J. Neetson & J. Hassink), pp. 27-32.
- Voroney, R.P., Paul, E.A. & Anderson, D.W. 1989. Decomposition of straw and stabilisation of microbial products. *Canadian Journal of Soil Science*, **69**, 63-77.

Chapitre 3

Transformations brutes de l'azote en sol nu et après incorporation de paille de blé : Estimation *in situ* par traçage isotopique ¹⁵N.

C. Aita, S. Recous

•

e,

....

Article en preparation pour soumission à Soil Biology & Biochemistry.

.

·

Transformations brutes de l'azote en sol nu et après incorporation de paille de blé : estimation *in situ* par traçage isotopique ¹⁵N

C. AITA^{*}, S. RECOUS[#]

* Universidade Federal de Santa Maria, Departamento de Solos, CEP 97119 - 900, Santa Maria, RS, Brasil, [#] I. N. R. A., Unité d'Agronomie, rue F. Christ, 02007 Laon Cedex, France.

* Adresse actuelle : I. N. R. A., Laon, France

[#] Correspondance : S. Recous

Résumé

Le traçage isotopique ¹⁵N *in situ* a été utilisé pour estimer les flux bruts de minéralisation, d'organisation et de nitrification de l'azote en sol nu et après l'incorporation de paille de blé (8 t MS ha⁻¹). Les placettes expérimentales sont délimitées par des cylindres installés dans la couche labourée (0-20cm) d'un sol de limon moyen (Typic Hapludalf). Huit séquences de mesure des flux ont été réalisées pendant la période expérimentale (6 septembre 1993 au 26 octobre 1994). A chaque séquence, l'apport d'azote dans le sol des cylindres est effectué par des injections multiples d'une solution de ¹⁵NH₄¹⁵NO₃ (excès ¹⁵N 50%). Les quantités de NH₄⁺, NO₃⁻ et N-organique et leurs excès isotopiques ¹⁵N pour les couches 0-5, 5-10 et 10-20 cm sont mesurés 30 minutes après les injections d'azote (t_0) et après 2 ou 3 jours d'incubation *in situ* (t_1). Le calcul des flux est réalisé par un modèle d'analyse compartimentale numérique (FLUAZ) proposé par Mary et Recous (1995). Les valeurs obtenues sont comparées à celles obtenues par calcul analytique à partir des équations de dilution et enrichissement isotopique.

Les flux bruts ne sont pas significativement différents entre les trois horizons. Dans le sol sans apport de paille, la vitesse de minéralisation brute calculée pour la couche 0-20 cm a varié de 0,23 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ en décembre à 0,81 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ en juillet. La vitesse d'organisation brute a varié de façon similaire et représente toujours environ la
moitié de celle de minéralisation brute. Quand la vitesse des flux est corrigée des variations de température et humidité et exprimée en jours "normalisés" (10 °C et humidité optimale), les valeurs varient peu au cours de l'année avec une vitesse moyenne de minéralisation brute de 0,41 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹normalisé, une vitesse d'organisation brute de 0,20 mg N kg¹ sol jour¹ normalisé, et une vitesse de minéralisation nette calculée résultante de ces deux flux bruts de 0,21 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé. Dans le sol ayant reçu la paille, l'organisation d'azote a été fortement stimulée pendant la phase initiale de décomposition, avec une vitesse maximale de 2,16 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ observée à la première mesure, 7 jours après l'incorporation de la paille. Les vitesses de minéralisation et d'organisation, corrigées des variations climatiques, ont diminué constamment au cours du temps. Un an après incorporation de la paille, ces flux sont équivalents à ceux mesurés en sol nu. La nitrification est similaire pour les traitements avec et sans paille, la vitesse moyenne pour les huit mesures étant de 1,31 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé. Une relation étroite et stable est établie entre les quantités d'azote organisé et de carbone minéralisé, mesurées sur le même intervalle. Dans le cas du sol ayant reçu de la paille, 0,081 mg de N est organisé par gramme de C minéralisé.

Introduction

L'assimilation conjointe de carbone et d'azote par la population microbienne participant à la décomposition des matières organiques des sols conduit au couplage étroit du cycle interne de l'azote du sol (minéralisation - organisation) et de l'évolution du carbone (Aoyama et Nozawa, 1993 ; Hart *et al.*, 1994 ; Green *et al.*, 1995). Ceci est vrai sous cultures annuelles et sous prairies, pour lesquelles la source de C va être principalement d'origine rhizosphérique, ainsi qu'en période d'inter-culture, lors de la restitution au sol des résidus végétaux (parties aériennes et système racinaire).

La mesure de la variation nette d'azote minéral, souvent réalisée dans des expérimentations *in situ* (Stenger *et al.*, 1995 ; Subler *et al.*, 1995 ; Hatch *et al.*, 1990), est insuffisante pour permettre une meilleure compréhension des processus individuels du

cycle interne de l'azote dans le sol (Crawford et Chalk, 1992 ; Hart *et al.* 1994). Les travaux effectués avec le traceur ¹⁵N ont montré que les processus bruts et opposés de minéralisation et d'organisation d'azote, dont résulte la disponibilité nette de N minéral, sont généralement de forte intensité et en partie indépendants (Schimel, 1986, Davidson *et al.*, 1991, Recous *et al.*, 1992, Mary et Recous, 1995). Prévoir la minéralisation nette d'un sol suppose donc de déterminer et de modéliser séparément chacun de ces processus bruts. Seul le traçage isotopique ¹⁵N permet d'accéder indépendamment aux flux bruts de minéralisation et d'organisation d'azote et c'est pourquoi cette méthode a connu un considérable essor au cours des dernières années. Le traçage isotopique est basé sur la

dilution isotopique du compartiment NH⁺ initialement marqué ¹⁵N et l'enrichissement isotopique du compartiment N biomasse ou N organique (Shen *et al.*, 1984 ; Davidson *et al.*, 1991 ; Recous *et al.*, 1995). Les flux bruts sont alors calculés analytiquement à partir des équations proposées initialement par Kirkham et Bartholomew (1954) ou par des méthodes d'analyse compartimentale numérique (Myrold et Tiedje,1986 ; Wessel et Tietema, 1992).

Les hypothèses requises pour l'application du traçage isotopique sont plus facilement satisfaites lorsque les travaux sont réalisés en conditions expérimentales contrôlées où le traceur peut être mélangé au sol de façon homogène (Sparling *et al.*, 1995). Cependant, son application à la mesure des flux bruts *in situ* requière une méthodologie délicate et lourde à mettre en oeuvre (Mary et Recous, 1994), ce qui explique le nombre encore limité de données disponibles obtenues directement au champ (Schimel *et al.*, 1989). Il paraît pourtant essentiel d'être en mesure de tester si l'ordre de grandeur des flux bruts et les relations entre N et C établies en conditions expérimentales optimales et maîtrisées sont extrapolables aux situations de plein champ.

L'objectif de ce travail est de quantifier les vitesse de minéralisation et d'organisation brutes d'un sol associées à la décomposition de résidus de culture, et leur évolution au cours du temps. Ce travail s'intègre dans une étude plus vaste portant sur la dynamique de C et N après incorporation de paille de blé en plein champ (Aita et Recous, 1994 ; Aita *et al.*,



Figure 1. Données climatiques pendant la période expérimentale : (a) températures (▲) et humidité (●) moyennes mensuelles du sol (-7,5 cm) et (b) pluviométrie totale mensuelle.

1995 ; Aita *et al.*, 1997). La confrontation entre les valeurs des flux mesurées et celles simulées par un modèle décrivant les biotransformations du C et N dans le sol (Néel, 1996) est en cours et fera l'objet d'un travail spécifique.

Matériel et méthodes

Caractéristiques de la parcelle expérimentale

L'étude a été réalisée de Septembre 1993 à Octobre 1994 sur une parcelle du domaine expérimental INRA de Mons-en-Chaussée, au Nord de la France. La température et l'humidité moyennes mensuelles du sol et la pluviométrie mensuelle enregistrées pendant l'expérimentation sont présentées à la Figure 1. Le sol est un limon moyen (Luvisol Ortique, Typic Hapludalf) avec 76% de limon et 15% d'argile, des teneurs en C de 9,9 g kg⁻¹ sol, en N de 1,07 g kg⁻¹ sol et pH (H₂O) de 7,2. La parcelle expérimentale choisie a été cultivée en rotation intensive avec betterave, blé et maïs pendant plusieurs années. Pendant l'année précédant l'installation de l'expérimentation, elle est restée en jachère avec repousses sans aucun travail du sol. Un mois avant le début du travail, les repousses ont été coupées et enlevées de la parcelle expérimentale.

Traitements et implantation de l'expérimentation au champ

Les traitements ont consisté en l'addition ou non de paille de blé avec trois répétitions. Les parcelles ont été constituées par des cylindres de PVC (23,7 cm de diamètre et 25 cm de hauteur) ouverts aux deux extrémités et enfoncés dans le sol sur 20 cm immédiatement après le travail du sol effectué par un rotavateur à une profondeur de 20 cm. Le sol à l'intérieur de chaque cylindre a été prélevé, pesé et l'équivalent de 8,8 kg de terre sèche a été mélangé manuellement à 35,3 g de matière sèche de paille, correspondant à une restitution de 8 tonnes de matière sèche (MS) de paille par hectare. L'ensemble sol+paille a été alors placé dans les cylindres. La même procédure a été utilisée pour le traitement

Tableau 1. Caractéristiques des séquences de mesure : C dérivé de la paille restante dans le sol, N apporté par injection, température et humidité du sol moyennes sur la séquence de mesure et la valeur du temps de mesure en jours normalisés (10°C et humidité = -0,01 Mpa), calculé selon la méthode proposée par Andrén et Paustian (1987).

Date de mesure des flux	C résiduel*	N ajouté**	Température	Humidité	Potentiel hydrique	Facteur température	Facteur humidité	Facteur climatique		δι
						f(T)	g (Ψ)	f (Τ) x g (Ψ)		
	(% apport)	(mg kg sol ⁻¹)	<u>(°C)</u>	<u>(%TS)</u>	(Mpa)				jours	jours normalisés***
13 au 15 / 09 / 93	88,2	6,0	13,8	21,4	-0,0283	1,56	0,87	1,36	2,22	3,02
08 au 11 / 10 / 93	62,1	7,7	11,9	27,3	-0,0042	1,24	1,00	1,24	3,22	4,01
26 au 28 / 10 / 93	52,1	7,7	7,5	26,6	-0,0052	0,75	1,00	0,75	2,22	1,67
10 au 13 / 12 / 93	44,3	11,6	4,4	28,5	-0,0028	0,53	1,00	0,53	3,22	1,70
19 au 21 / 04 / 94	32,3	18,0	8,2	23,9	-0,0118	0,81	0,97	0,79	2,22	1,75
24 au 26 / 05 / 94	29,2	18,0	15,4	25,7	-0,0066	1,86	1,00	1,86	2,22	4,12
05 au 07 / 07 / 94	26,5	18,0	20,5	19,7	-0,0545	3,33	0,80	2,69	2,22	5,96
26 au 28 / 09 / 94	23,3	18,0	14,8	23,2	-0,0135	1,74	0,96	1,66	2,22	3,69

* Carbone dérivé de la paille restant dans le sol, calculé par traçage isotopique ¹³C (Mary et al. 1992)

** 50% NH4⁺ ct 50% NO3⁻

*** 10°C et 0.01 MPa

n'ayant pas reçu de paille. Pendant toute la durée de l'expérimentation, les cylindres ont été désherbés manuellement, si nécessaire.

Caractéristiques de la paille de blé

La paille utilisée a été uniformément marquée sur le carbone dans une chambre de culture automatisée et étanche au gaz où le blé a été cultivé pendant 5 mois. L'atmosphère de la chambre a été enrichie en ¹³C par l'injection en continu de gaz carbonique contenant 2 % de ¹³C-CO₂. La paille, constituée par le mélange de tiges et feuilles, a subi un broyage grossier afin d'obtenir des brins de 1 à 10 cm de longueur. Elle contenait 427 g C kg⁻¹ MS, 6,55 g N kg⁻¹ MS (C/N de 65) et un excès isotopique en ¹³C de 2,016%.

Injection de ¹⁵N dans le sol

Huit séquences de mesure des flux ont été réparties sur l'année d'expérimentation : quatre en 1993 (13/09, 8/10, 26/10 et 10/12) et quatre en 1994 (19/04, 24/05, 5/07 et 26/09). Le pas de temps entre les points de mesure a été modulé en fonction de la vitesse de décomposition de la paille, suivie par la détermination de la quantité résiduelle de C dérivé de la paille dans le sol (Tableau 1) réalisée en parallèle.

A chaque date, l'apport d'azote est effectué par des injections multiples d'une solution azotée sous forme de ¹⁵NH₄¹⁵NO₃ ayant un excès isotopique de 50%. Comme les vitesses de nitrification et d'organisation, qui consomment NH4⁺, varient en fonction de la température et de l'état d'avancement de la décomposition de la paille, nous avons ajusté au cours du temps la quantité de N injectée (Tableau 1) de façon à s'assurer qu'il restait encore assez de ¹⁵NH₄⁺ dans le sol à la fin de chaque incubation *in situ* pour permettre le calcul précis des flux bruts. Les apports de ¹⁵N-NH₄⁺ ont varié de 1,5 mg ¹⁵N kg⁻¹ sol à 4,5 mg ¹⁵N kg⁻¹ sol. Les injections ont été faites à 4 profondeurs par cylindre (2,5 cm, 7,5 cm, 12,5 cm et 17,5 cm) à l'aide d'une seringue munie d'une aiguille (cf. Schéma 1). A chaque profondeur ont été réalisées 33 injections de 1,2 ml de solution chacune, réparties de façon homogène. La concentration initiale en azote ammoniacal était de 3 à 10 mg N-NH₄⁺ kg⁻¹



Schéma 1. Injection de ¹⁵N minéral dans le sol, *in situ.*

Volume de sol (25 x 20 cm), délimité par un cylindre de PVC. Injections de ¹⁵NH₄¹⁵NO₃ à 4 profondeurs avec 33 injections réparties de manière homogène par profondeur. 1,2ml de solution par injection. Apport total de solution par cylindre égale à 3,5 mm.

sol. Après 2 ou 3 jours, celle-ci était de 0,4 à 4 mg N-NH₄⁺ kg⁻¹ sol selon les séquences de mesure et les traitements (avec ou sans paille).

Les injections sont réalisées à chaque date sur 12 cylindres (6 avec paille et 6 avec sol nu). Six cylindres (paille et nu, avec trois répétitions) sont prélevés et amenés au laboratoire pour effectuer les injections d'azote. Ils sont utilisés pour déterminer la valeur initiale des pools et de leurs excès isotopiques. L'intervalle de temps entre les injections d'azote et leur destruction en vue des analyses est d'environ 30 minutes. Chaque cylindre est découpé en trois couches (0-5 cm, 5-10 cm et 10-20 cm) qui seront analysées séparément. Les six autres cylindres reçoivent les injections d'azote au champ (paille et nu, avec trois répétitions) et restent incubés *in situ* pendant la durée de l'expérimentation (2 ou 3 jours). Ils sont couverts pendant la séquence de mesure pour éviter des transferts d'azote dans le sol consécutifs à d'éventuelles pluies.

Méthodes analytiques

Mesure du ''C-CO,

Sur les 3 cylindres ayant reçu la paille, le dégagement de C-CO₂ a été mesuré pendant chaque incubation selon la méthode proposée par Freijer et Bouten (1991) adaptée. Le C-CO₂ dégagé est piégé par une solution de NaOH. Le NaOH non utilisé est titré par une solution de HCI jusqu'au point d'équivalence (pH = 8,62) après l'addition d'une solution de BaCl₂. Le précipité de BaCO₃ est lavé et filtré sur un filtre de fibres de verre (Watman GF/F). Il est séché à l'étuve à 80°C et conservé pour le dosage de son excès isotopique ¹³C dans un spectromètre de masse (VG SIRA 9). La vitesse de minéralisation du C dérivé de la paille a été calculée par traçage isotopique (Mary *et al.*, 1992).

La quantité de ¹³C-CO₂ dégagée dans les cylindres qui ont reçu la solution azotée est comparée, sur le même intervalle de temps, à la quantité mesurée sur les cylindres sans apport d'azote (mesure faite en parallèle sur le reste de l'expérimentation). Leur comparaison permet d'évaluer l'effet des apports d'azote sur les biotransformations du carbone.

Détermination de N et ¹⁵N minéral, N et ¹⁵N organique

L'azote minéral est extrait à raison de 150 g de terre humide (TH) dans 300g d'une solution de KCI *1M* avec une agitation à 42 tours min⁻¹ pendant 30 minutes suivie d'une décantation (3 heures) et d'une filtration. Les résidus éventuellement présents sur le filtre sont récupérés et réincorporés dans l'échantillon de terre présent dans le KCI.

Le dosage de l'azote minéral (N-NH₄⁺ et N-NO₃⁻) est réalisé sur le filtrat par colorimétrie en flux continu en utilisant pour le nitrate la réaction de Griess-Ilosvay après la réduction du nitrate par le cadmium et pour l'ammonium la méthode à l'indophénol. Pour le dosage du ¹⁵N minéral, NH₄⁺ et NO₃⁻ sont séparés par distillation avec MgO et l'alliage de Devarda. Le (¹⁵NH₄)₂ SO₄ ainsi formé est analysé dans un spectromètre de masse (VG SIRA 9) après la conversion du NH₄⁺ en N₂ par combustion selon la méthode Dumas à l'aide d'un autoanalyseur Carlo Erba (NA 1500).

L'azote organique est analysé séparément sur deux fractions : le sol (fraction < 200 µm) et les résidus végétaux (fraction > 200µm). La fraction < 200 µm est obtenue a partir d'un sous-échantillon de 20 g du culot de terre + KCI (après l'extraction de l'azote minéral) qui est initialement tamisé à 200 µm et puis mélangé à 80 g de KCI 1M , agité pendant 15 minutes et centrifugé. Le surnageant est éliminé et cette procédure est répétée 3 fois afin d'éliminer toute trace de ¹⁵N minéral. La fraction > 200 µm est obtenue par tamisage à 200 µm de l'ensemble de l'échantillon (150 g TH + KCI) à partir duquel a été extrait l'azote minéral. Elle est constituée de particules minérales (sable + cailloux) et de résidus végétaux > 200µm. Les particules minérales sont séparés par sédimentation et éliminées. Après séchage à 80°C, les deux fractions (< 200µm et > 200µm) sont pesées et broyées très finement au broyeur à billes. Leur teneur en N-organique et composition isotopique est analysé de la façon décrite précédemment pour l'azote minéral.

Calcul du facteur de correction climatique

Les résultats des flux sont exprimés en mg N kg⁻¹ jour⁻¹ et en mg N kg⁻¹ jour⁻¹ normalisé. Dans le cas de cette dernière forme d'expression, nous avons utilisé le modèle proposé par Andrén et Paustian (1987) qui consiste à calculer un facteur de correction climatique permettant de convertir des jours à température et hurnidité variables en jours à une température de référence et à une humidité optimale (jours 'normalisés'). Ce modèle repose sur des relations exponentielles entre température d'une part (loi de Q10), potentiel hydrique d'autre part et minéralisation (Recous *et al.*, en préparation, Aita *et al.*, 1997). La température de référence que nous avons utilisé dans ce travail est de 10°C, qui est la température moyenne annuelle de cette région.

Le Tableau 1 présente pour les huit séquences de mesure des flux d'azote la conversion de chaque intervalle de temps à température et humidité variables en jours normalisés (température égale à 10°C et potentiel hydrique égal à -0,01 Mpa).

Calcul des flux de N

Les principales hypothèses généralement admises pour le calcul des flux d'azote par traçage isotopique sont l'homogénéité des compartiments, l'homogénéité de répartition du traceur dans chaque compartiment, la constance des flux par intervalle de temps de mesure et l'absence de reminéralisation de l'azote organisé (Kirkham et Bartholomew,1954; Wessel et Tietema, 1992). Les flux d'azote sont classiquement calculés par les méthodes de dilution/enrichissement isotopique (Guiraud, 1984 ; Ambus *et al.*, 1992). Cependant, ces méthodes analytiques présentent des limites : elles ne sont plus rigoureuses lorsqu'il y a reminéralisation de l'azote initialement organisé (Bjarnason, 1988 ; Nason et Myrold, 1991 ; Smith *et al.*, 1994) ainsi que lorsqu'il y a organisation simultanée du NH4⁺ et du NO3⁻ (Mary et Recous, 1995). Les méthodes d'analyse compartimentale numérique (Myrold et Tiedje, 1986 ; Wessel et Tietema, 1992), permettent de pallier ces insuffisances. Elles fournissent aussi l'intervalle de confiance sur les paramètres, la corrélation entre eux et la qualité d'ajustement du modèle aux données expérimentales.

Dans ce travail, nous avons utilisé le modèle FLUAZ proposé par Mary et Recous (1995) qui couple deux techniques mathématiques : une technique de résolution numérique d'un système de 5 équations différentielles, traduisant la conservation de masse de ¹⁴N et ¹⁵N

• . .

entre 4 compartiments (azote ammoniacal, azote nitrique, azote organique du sol et azote de la biomasse microbienne), et une technique d'ajustement non linéaire aux moindres carrés. Le modèle donne la possibilité de calculer les flux de minéralisation, organisation de l'ammonium et du nitrate, de nitrification, d'humification, de volatilisation, de dénitrification et de recyclage. En fait, il est possible d'estimer simultanément 5 de ces flux. L'humification et le recyclage ont été considérés comme négligeables, étant donné la courte durée de chaque séquence de mesure des flux (2 ou 3 jours). Les pertes de N, soit par volatilisation d'ammonium, soit par dénitrification, ont été calculées par le modèle quand la quantité de ¹⁵N récupérée sur l'intervalle *t0-t1* a été inférieure à 95 % du ¹⁵N apporté. Pour un bilan ¹⁵N supérieur à 95 %, elles ont été considérées comme nulles. Le modèle fournit des valeurs pour les flux de minéralisation, d'organisation d'ammonium, d'organisation du nitrate, de nitrification et les pertes éventuelles par volatilisation ou dénitrification, à partir des variables mesurées suivantes : quantités d'azote ammoniacal, nitrique et organique et leurs excès isotopiques ¹⁵N. On fait l'hypothèse (proposée par FLUAZ) que l'organisation d'ammonium et de nitrate ont lieu simultanément et dans une proportion suivant une réaction de type Langmuir :

$$Y = \frac{X}{\beta + (1 - \beta) X}$$

où *Y* représente le rapport entre la quantité de NH_4^+ organisé et la quantité totale d'azote minéral organisé, *X* le rapport entre la quantité de NH_4^+ et la quantité totale de N minéral et β le coefficient de courbure. Cette relation a été établie à partir des résultats obtenus en incubations en conditions contrôlées. La valeur de β est égale à 0,05 (Mary, en préparation).

Le flux de minéralisation brute calculé par résolution numérique (FLUAZ) est comparé à celui calculé par dilution isotopique et résolution analytique selon l'équation proposé par Barraclough (1991) :

$$A_{tt}^{*} = A_{to}^{*} / (1 + \Theta t / A_{to})^{m/\Theta}$$



Figure 2. Proportion relative d'azote organisé dans la fraction < 200 μ m (\blacksquare) et dans la fraction > 200 μ m (\blacksquare) du sol pour le traitement avec paille.

 A_{tr}^{*} et A_{tr}^{*} étant respectivement les excès isotopiques du NH₄^{*} (%) au temps t₁ et t₀, A_{tr} la quantité de NH₄^{*} (mg N kg⁻¹ sol) au temps t₀, θ la vitesse de variation du pool NH₄^{*} (mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹) entre t₀ et t₁, *m* la vitesse de minéralisation brute (mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹) et *t* le temps (jours).

Résultats

Bilan ¹⁵N

Pour chaque séquence de mesure des flux, le bilan ¹⁵N est établi à partir de la somme des quantités de ¹⁵N retrouvées dans chaque compartiment entre *t0* et *t1*. Les résultats pour le traitement sans apport de paille sont montrés dans le Tableau 2. La quantité de ¹⁵N récupérée a varié de 89,5 % à 110,2 % avec une valeur moyenne de 98,4 % \pm 7,0 %. Dans le cas du traitement ayant reçu la paille (données non montrées), la quantité moyenne de ¹⁵N retrouvée a été de 92,4% \pm 4,1 %. La plus faible quantité moyenne de ¹⁵N récupérée dans le traitement avec paille pourrait être due à des pertes d'azote par dénitrification, en présence d'une quantité importante de carbone ajoutée au sol avec la paille et de l'humidité élevée du sol, surtout dans les premiers mois d'expérimentation (Fig. 1).

Organisation d'azote dans les fractions < 200µm et > 200µm

L'organisation brute au cours du temps est calculée à partir de 2 composantes : l'organisation d'azote mesurée dans la fraction < 200 µm et celle mesurée dans la fraction > 200µm et correspondant au développement d'une biomasse de décomposeurs adhérente au résidu lui-même (Recous *et al.*, 1995). Les résultats obtenus pour le traitement avec l'apport de paille sont présentés dans la Figure 2. On constate qu'une proportion importante de l'azote se trouve dans la fraction >200µm et représente, pour les quatre premières séquences de mesure, 31 à 54 % de la quantité totale d'azote organisé. Cette proportion d'azote organisé sur le résidu diminue avec le temps. Dans le traitement sans apport de paille (données non montrées) la quantité d'azote retrouvée sur la fraction > 200µm est beaucoup plus faible et représente seulement 5 à 15 % de la quantité totale d'azote

Date de mesure	¹⁵ N	¹⁵ N-NH4 ⁺		¹⁵ N-NO ₃ ⁻		$^{15}N \text{ fr.} < 200 \mu \text{m}$		¹⁵ N fr.> 200μm		¹⁵ N total	
des flux	<i>ب</i> 0*	/1**	'n	11	(IIIg	N Kg SOI) 1	ťÛ	71	t()	71	(76)
13 au 15 / 09 / 93	2,93	0,52	4,22	6,66	0,23	0,32	0,01	0,02	7,39	7,54	102,0
08 au 11 / 10 / 93	3,64	0,05	3,74	7,88	0,29	0,49	0,01	0,04	7,68	8,46	110,2
26 au 28 / 10 / 93	4,03	0,92	3,77	5,93	0,26	0,35	0,01	0,02	8,07	7,22	89,5
10 au 13 / 12 / 93	5,96	2,34	6,99	10,78	0,33	0,44	0,01	0,03	13,29	13,59	102,3
19 au 21 / 04 / 94	10,95	5,01	11,94	15,48	0,55	0,67	0,01	0,03	23,45	21,19	90,4
24 au 26 / 05 / 94	10,16	1,67	11,51	19,48	0,45	0,76	0,01	0,03	22,13	21,95	99,2
05 au 07 / 07 / 94	9,52	1,12	11,32	19,42	0,42	0,92	0,01	0,04	21,26	21,50	101,1
26 au 28 / 09 / 94	10,55	1,92	12,23	18,87	0,43	0,69	0,01	0,02	23,22	21,50	92,6

Tableau 2. Quantités de ¹⁵N (traitement sans apport de paille) dans chaque compartiment d'azote. Chaque donnée représente la moyenne de 3 répétitions.

*t0 : analyse faite 30 minutes après l'injection de ¹⁵N dans le sol. **t1 : analyse faite à la fin de chaque séquence de mesure (2 à 3 jours).

Tableau 3. Flux bruts de nitrification, de minéralisation et d'organisation d'azote et quantités de N-NH4⁺ dans le sol durant deux séquences de mesure. Les flux bruts ont été calculés par le modèle FLUAZ en considérant la nitrification comme une réaction soit d'ordre 0 (N0), soit d'ordre 1 (N1). Les valeurs obtenues pour chaque horizon représentent la moyenne de 3 répétitions.

Date de mesure des flux	Horizon (cm)	$N-NH_4^+$ (mg kg ⁻¹ sol)		Nitrification brute		Minéralisation brute mg N kg ⁻¹ sol jour ⁻¹		Organisation brute	
		<i>t</i> 0*	<i>t</i> 1**	<u>N0</u>	N1	NO	N1	N0	N1
	0 - 5	6,52	3,76	1,34 ± 0,20	1,33 ± 0,25	0,44 ± 0,17	0,43 ± 0,17	$0,45 \pm 0,05$	$0,44 \pm 0,04$
19 au 21 / 04 / 94	5 - 10	9,48	4,07	2,72 ± 0,06	2,68 ± 0,13	$0,62 \pm 0,04$	$0,59 \pm 0,04$	$0,40 \pm 0,01$	0,39 ± 0,02
	10 - 20	8,14	4,04	$2,10 \pm 0,25$	2,07 ± 0,34	$0,57 \pm 0,06$	$0,54 \pm 0,06$	$0,46 \pm 0,07$	0,46 ± 0,07
		< 0 0	2.44						
	0 - 5	6,93	3,66	$2,39 \pm 0,98$	$2,36 \pm 1,18$	1,21 ± 0,97	$1,16 \pm 0,92$	0,67 ± 0,27	$0,61 \pm 0,24$
05 au 07 / 07 / 94	5 - 10	6,76	0,72	4,17±0,34	$3,43 \pm 0,18$	1,83 ± 0,36	$1,04 \pm 0,10$	0,60 ± 0,09	$0,60 \pm 0,05$
	10 - 20	10,90	0,87	6,25 ± 0,20	$5,38 \pm 0,58$	2,16 ± 0,22	1,29 ± 0,31	0,63 ± 0,05	0,64 ± 0,08

*/0 : analyse faite 30 minutes après l'injection de ¹⁵N dans le sol.
**/1 : analyse faite à la fin de chaque séquence de mesure (2 à 3 jours).



Figure 3. Relation entre les valeurs de minéralisation brute (*m*) calculées par la méthode de résolution analytique (Barraclough, 1991) et par le modèle FLUAZ. Pour ce modèle, on considère soit une nitrification d'ordre 0 (O), soit une nitrification d'ordre 1 (•). Sol sans paille (N) et sol avec paille (P) pour les 8 mesures (1 à 8).

organisé. A la fin de l'expérimentation, la proportion d'azote organisé dans les fractions < 200µm et > 200µm est similaire pour les traitements avec et sans paille.

Sensibilité des valeurs des flux aux hypothèses et mode de calcul

Pendant le processus de nitrification, le taux de transformation de NH₄⁺ en NO₃⁻ peut être considéré comme indépendant (réaction d'ordre 0) ou proportionnel (réaction d'ordre 1) à la concentration du substrat NH4. L'effet de l'ordre de réaction de la nitrification sur l'estimation simultanée des flux bruts par le modèle FLUAZ a été testé sur deux séquences de mesure (mesure n° 5 réalisée du 19 au 21/04/94 et mesure n° 7 réalisée du 05 au 07/07/94). Ces deux séquences ont été choisies parce que la diminution du compartiment NH₄⁺ est très différente sur l'intervalle de mesure et représente respectivement 42 - 50% et 47 - 92 % du NH₄⁺initial. En ce qui concerne la mesure n° 5, pour laquelle la diminution de la quantité de NH4⁺ est la plus faible, on constate que les valeurs des flux bruts de minéralisation, d'organisation et de nitrification sont identiques quelque soit l'ordre de réaction considérée pour la nitrification (Tableau 3). Par contre, au cours de la séquence n° 7 (horizons 5-10 et 10-20 cm), les vitesses de minéralisation et de nitrification brutes sont significativement différentes selon la cinétique considérée pour la nitrification. Pour une réaction d'ordre 0, les vitesses moyennes (horizons 5-10 et 10-20 cm) de minéralisation et de nitrification sont supérieures respectivement de 72 % et 18 % par rapport à la réaction d'ordre 1. Les vitesses d'organisation brute estimées par le modèle ne sont pas modifiées par l'ordre de réaction considérée pour la nitrification, même dans les horizons où la diminution de la quantité de NH₄⁺ est très forte.

Les valeurs de minéralisation brute calculées par FLUAZ et par résolution analytique ont été comparées entre elles pour l'ensemble des séquences de mesure. Dans le cas d'une nitrification d'ordre 0, les valeurs obtenues sont proches dans la plupart des cas, comme le montre la Figure 3, excepté pour les valeurs correspondants aux traitements N2, P2, P7, P8 et N7, pour lesquels la valeur obtenue par FLUAZ est inférieure.

Tableau 4. Qualité d'ajustement entre données observées et simulées par FLUAZ selon le type de réaction considéré pour la nitrification, la forme d'azote organisé et l'imposition de la valeur de minéralisation brute (m) calculée par la méthode de résolution analytique. Chaque valeur représente la moyenne de 3 répétitions de deux séquences de mesure du traitement avec paille

			tion		
Date de mesure	Horizon		Ordre 0		
des flux	(cm)	ia* ia + in (m fixé) ia + in		ia + in**	ia + in
	0-5	0,51***	0,50	0,49	0,50
19 au 21 / 04 / 94	5-10	0,02	0,04	0,02	0,02
	10-20	0,54	0,71	0,50	0,57
	0-5	9,50	8,98	8,70	8,99
05 au 07 / 07 / 94	5-10	0,22	5,20	0,17	0,67
	10-20	0,71	7,46	0,89	0,32

*organisation exclusive de NH4⁺

** organisation simultanée de NH4⁺ et NO3⁻

***Plus les valeurs sont proches de 0, meilleure est la qualité d'ajustement entre données observées et simulées pour les différents compartiments d'azote

Tableau 5. Quantités de N-NH₄⁺ et excès isotopiques ¹⁵N-NH₄⁺ mesurés et estimés par FLUAZ en considérant la nitrification d'ordre 1 et l'organisation simultanée de NH₄⁺ et NO₃⁻. Les simulations avec FLUAZ ont été réalisées soit sans fixer le taux de minéralisation brute (m non fixé), soit en imposant la valeur de m calculée par résolution analytique (m fixé). Les valeurs présentées correspondent à deux séquences de mesure du traitement avec paille et représentent la moyenne de 3 répétitions.

		N-1	NH4 ⁺ (mg kg	g ⁻¹ sol)	¹⁵ N-NH4 ⁺ excès (%)		
Date de mesure	Horiz.	Mesuré	Es	timé	Mesuré	Esti	mé
des flux	(cm)		<i>m</i> non fixé	m fixé		<i>m</i> non fixé	m fixé
	0-5	3,76	3,75	3,76	31,86	31,92	31,62
19 au 21 / 04 / 94	5-10	4,07	4,09	4,13	35,19	35,17	34,76
	10-20	4,01	3,88	4,13	34,26	34,27	34,01
	0-5	3,66	3,55	3,69	20,18	21,11	19,17
05 au 07 / 07 / 94	5-10	0,72	0,72	0,81	8,31	8,40	1,47
	10-20	0,87	0,95	1,35	11,87	11,20	5,38

Lorsque la minéralisation brute est calculée par FLUAZ avec une nitrification d'ordre 1, la plupart des valeurs obtenues sont inférieures à celles obtenues précédemment avec FLUAZ avec l'hypothèse d'ordre 0 (Fig. 3). L'écart avec les valeurs estimées par résolution analytique s'accroît alors fortement en particulier lorsque la diminution de la quantité de NH_4^+ entre *t0* et *t1* est importante. C'est le cas pour les séquences de mesure n° 2, 6 et 7 du traitement avec paille, pour lesquelles la diminution moyenne de la quantité de NH_4^+ est de 79%. Le calcul de la minéralisation apparaît donc plus sensible à l'hypothèse sur l'ordre de réaction de la nitrification qu'au mode de calcul (résolution analytique ou numérique).

Pour juger de la validité des valeurs de minéralisation brute (*m*) obtenues par FLUAZ et par l'équation de dilution, nous avons comparé la qualité de l'ajustement des données estimées aux données mesurées, soit en laissant le modèle FLUAZ calculer *m*, soit en imposant la valeur de *m* obtenue par calcul analytique, et ceci pour une nitrification d'ordre 1 (hypothèse retenue pour notre expérimentation). Les résultats obtenus pour les séquences 5 et 7 du traitement avec paille (Tableau 4) montrent que la qualité d'ajustement des données estimées à celles observées est moins bonne en utilisant la valeur de *m* obtenue par le calcul analytique. Ceci résulte essentiellement de l'écart entre valeurs observées et simulées du compartiment NH₄* et de son excès isotopique ¹⁵N (Tableau 5). Ces résultats indiquent que les valeurs de minéralisation brute obtenues par FLUAZ sont les plus probables. L'imposition de la valeur de *m* n'a pas eu d'effet sur les variables N-NO₃⁻ et excès ¹⁵N-NO₃⁻ ainsi que sur l'excès ¹⁵N du compartiment N-organique (données non montrées).

7.

Sur ces mêmes séquences de mesure (n° 5 et 7), nous avons comparé la qualité d'ajustement entre données observées et simulées par FLUAZ selon (1) l'ordre de réaction considérée pour la nitrification et (2) l'hypothèse concernant la forme d'azote minéral à partir de laquelle l'azote est organisé (exclusivement à partir de NH_4^+ , ou simultanément aux dépens de NH_4^+ et de NO_3^- selon la relation de Langmuir). Dans la plupart des situations, un ajustement sensiblement meilleur a été obtenu quand les flux ont été estimés en



Figure 4. Flux bruts d'azote pour les horizons 0-5, 5-10 et 10-20 cm pour le traitement sans paille. (a) minéralisation, (b) organisation et (c) nitrification. Les valeurs pour chaque date et chaque horizon représentent la moyenne de 3 répétitions.

considérant l'organisation simultanée de NH_4^{+} et NO_3^{-} et une réaction d'ordre 1 pour la nitrification (Tableau 4).

Minéralisation, organisation et nitrification brutes

Estimation pour les différents horizons

Les taux des transformations brutes d'azote dans le sol nu pour les trois horizons (0-5, 5-10 et 10-20 cm) exprimés en jours normalisés (température 10°C et humidité optimale) sont présentés à la Figure 4. On constate que, dans la quasi-totalité des situations, les flux bruts de minéralisation, d'organisation et de nitrification ne sont pas significativement différents entre les trois horizons analysés (Fig. 4a, 4b, 4c). Sur toute la période expérimentale et pour chacun des flux estimés, les vitesses moyennes obtenues pour les trois horizons ne sont pas significativement différentes au seuil de $\alpha = 0,05$. Ceci est vrai aussi pour le traitement ayant reçu la paille de blé (données non montrées). Par conséquent, les valeurs de minéralisation, d'organisation et de nitrification brutes seront présentées dans la suite de ce travail pour l'ensemble de la couche 0-20 cm, après avoir calculé la moyenne pondérée des horizons 0-5, 5-10 et 10-20 cm à chaque date et pour chaque traitement.

Sol sans apport de paille (horizon 0 - 20 cm)

Les résultats présentés dans la Figure 5a montrent que les vitesses de minéralisation et d'organisation brutes varient fortement et significativement au cours du temps. La vitesse de minéralisation, qui est de 0,58 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ pendant la première séquence de mesure réalisée en septembre 93, atteint sa valeur minimale de 0,23 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ en décembre 93 et sa valeur maximale (0,81 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹) pour la mesure réalisée en juillet 94. L'organisation brute présente des variations similaires à celles de la minéralisation brute, avec une³vitesse initiale de 0,31 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ en septembre 93, 0,12 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ en décembre 93 et maximale de 0,50 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ en juillet 94. Sur les 8 mesures effectuées, la vitesse d'organisation brute représente environ la moitié de celle de la minéralisation brute.



Figure 5. Flux bruts de minéralisation et d'organisation pour la couche 0-20 cm dans le traitement sans apport de paille : (a) résultats exprimés en jours et (b) en jours "normalisés" (10°C et -0,01 MPa).

.



Figure 6. Flux bruts de minéralisation et d'organisation pour la couche 0-20 cm dans le traitement avec apport de paille : (a) résultats exprimés en jours et (b) en jours "normalisés" (10°C et -0,01 MPa).

Quand la vitesse des flux est corrigée des variations de température et d'humidité, on constate qu'il n'y a plus de variation significative au cours de l'année (Fig. 5b). La vitesse moyenne de minéralisation pour les 8 mesures est de 0,41 \pm 0,06 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé et celle d'organisation de 0,20 \pm 0,06 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé.

Sol ayant reçu la paille

Avec l'addition de la paille dans le sol, les taux de transformations brutes d'azote (Fig. 6a, 6b) sont nettement plus importants que ceux mesurés dans le sol sans apport de paille (Fig. 5a, 5b). Les vitesses de minéralisation présentent de fortes variations au cours de l'année avec des valeurs plus élevées pendant les mois de septembre 1993 (1,31 mg N kg' sol jour') et juillet 1994 (1,16 mg N kg' sol jour'), ainsi qu'une forte diminution en automne et en hiver. L'organisation brute a été fortement stimulée par l'addition de la paille surtout dans la phase initiale de la décomposition. La vitesse maximale d'organisation, de 2,16 mg N kg' sol jour', est mesurée en septembre 1993, 7 jours après l'incorporation de la paille. Ensuite la vitesse diminue constamment jusqu'à décembre où elle atteint sa valeur minimale de 0,25 mg N kg' sol jour'. La vitesse d'organisation augmente légèrement pour les 4 mesures réalisées sur l'intervalle avril - septembre 1994.

Les résultats exprimés en jours normalisés (Fig. 6b) montrent que la vitesse des deux flux diminue au cours du temps : cette diminution est beaucoup plus marquée pour l'organisation brute dont la vitesse passe de 1,59 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé en septembre 1993 à 0,20 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé en septembre 1994. La minéralisation brute diminue plus lentement et progressivement de 0,97 à 0,39 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé pendant la même période de temps. Quand on compare le sol nu et le sol avec l'apport de paille, on constate que la minéralisation brute est beaucoup plus élevée en présence de paille, notamment peu après l'incorporation du résidu au sol. Par contre, à la mesure n° 8, soit un an après l'incorporation de paille, la minéralisation brute est équivalente dans les deux traitements.



Figure 7. Minéralisation nette pour la couche 0-20 cm dans le sol sans apport de paille (
) ou avec apport de paille (
). La minéralisation nette est calculée par différence entre minéralisation brute et organisation brute, à chaque date et pour chaque traitement.

Nitrification

La vitesse de nitrification en sol nu (données non montrées) varie significativement au cours de l'expérimentation : les valeurs maximales et minimales de 3,54 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ et 0,82 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ ont été obtenues respectivement en juillet 94 et décembre 1993. De façon analogue aux processus bruts de minéralisation et d'organisation, les valeurs de nitrification brute sont beaucoup plus stables quand on prend en compte les variations de température et de humidité. La vitesse moyenne de nitrification obtenue aux 8 dates est égale à 1,31 ± 0,23 mg N kg⁻¹ sol.jour normalisé⁻¹ Les valeurs de nitrification sont similaires pour les traitements avec et sans paille.

Flux nets

La minéralisation nette d'azote est calculée pour chaque séquence de mesure par différence entre minéralisation brute et organisation brute. Dans le sol sans apport de paille, la vitesse de minéralisation nette est relativement peu variable pendant toute la durée de l'expérimentation (Fig. 7) avec une valeur moyenne égale à 0,21 ± 0,06 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé. Par contre, dans le traitement avec paille, la minéralisation nette est négative pendant les deux premières séquences de mesure parce que l'organisation brute est supérieure à la minéralisation brute. Il y a donc organisation nette d'azote peu après addition de la paille dans le sol. A partir de la troisième séquence de mesure et jusqu'à la fin de l'expérimentation, la minéralisation brute est supérieure à l'organisation, ce qui résulte en une minéralisation nette d'azote positive. Un flux de minéralisation nette similaire peut résulter des flux bruts de minéralisation et d'organisation très différents. C'est le cas, par exemple pour la mesure n° 5, réalisée en avril : le flux de minéralisation nette, pratiquement identique entre les deux traitements, résulte des flux de minéralisation et d'organisation brutes respectivement de 0,47 et 0,31 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ pour le sol sans apport de paille (Fig. 5b) et de 0,71 et 0,54 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ pour le traitement avec paille (Fig. 6b).



Figure 8. Relation entre minéralisation du C dérivé de la paille (${}^{13}CO_2$) et organisation brute d'azote pour les 8 séquences de mesure de flux (F1 à F8). L'organisation brute due à la paille est calculée comme la différence entre organisation brute dans le traitement paille et organisation brute dans le traitement sans paille.

Relation entre les flux mesurés de carbone et d'azote

La relation entre les transformations brutes de l'azote et la minéralisation du carbone, mesurées sur les mêmes cylindres et sur le même intervalle de temps au cours de l'expérimentation, a été établie. Pour le sol sans paille, la relation entre N minéralisé et C minéralisé est linéaire avec une pente de 0,095 (r2 = 0,89; p < 0,001). Ceci suggérerait que le rapport C/N du substrat minéralisé par la population microbienne hétérotrophe est constant et environ égal à 10. Par contre, la relation entre l'azote organisé et le carbone minéralisé présente une pente de valeur environ trois fois inférieure (0,035), mais la relation est moins bonne (r2 = 0,48; p < 0,05) (données non montrées).

Dans le cas du traitement ayant reçu de la paille la relation linéaire entre N organisé (sol avec paille - sol nu) et de C minéralisé ($^{13}CO_2$) est significative (r2 = 0,94 ; p < 0,00005) (Fig. 8). La pente de la droite obtenue indique que 0,081 mg de N est organisé par mg de C-paille minéralisé. Par contre, il n'y a pas de relation étroite entre minéralisation du carbone et de l'azote dans le traitement avec paille. Elle est variable au cours du temps, probablement parce qu'elle résulte de la superposition de différents processus : effet de la paille sur la minéralisation de l'azote de la matière organique du sol et reminéralisation de l'azote initialement organisé.

Discussion

Méthodologies de mesure et calcul

L'utilisation des techniques isotopiques pour la quantification des transformations brutes d'azote est particulièrement délicate *in situ.* Une des hypothèses de base concernant l'utilisation du traçage isotopique pour quantifier les flux bruts d'azote est que le ¹⁵N ajouté au sol soit parfaitement mélangé avec le ¹⁴N du compartiment considéré (Davidson *et al.*, 1991, Wessel et Tietema, 1992). Cependant, pour obtenir la distribution uniforme du traceur dans le sol, des quantités relativement importantes d'azote et d'eau sont normalement nécessaires, ce qui peut altérer les flux réels de minéralisation et d'organisation d'azote (Sparling *et al.*, 1995). Notre système d'injection de la solution azotée a eu un effet

date de mesure	C-CO2	total	C-CO ₂	C-CO ₂ paille	
des flux	avec ¹⁵ N	(kg C ha sans ¹⁵ N	¹ jour ⁻¹) <u>avec ¹⁵N</u>	sans ¹⁵ N	
13 au 15 / 09 / 93	21,3 ± 1,9	23,7 ± 1,8	13,8 ± 1,3	14,7 ± 2,5	
08 au 11 / 10 / 93	21,3 ± 3,1	20,6 ± 0,6	$10,5 \pm 0,6$	10,3 ± 1,0	
26 au 28 / 10 / 93	$16,1 \pm 4,5$	16,0 ± 1,1	5,7 ± 1,3	5,6 ± 0,9	
10 au 13 / 12 / 93	28,6 ± 15,1	15,9 ± 2,4	4,0 ± 0,8	3,5 ± 0,7	
19 au 21 / 04 / 94	$9,9 \pm 0,5$	11,6 ± 1,0	$1,6 \pm 0,1$	1,8±0,1	
24 au 26 / 05 / 94	9,2 ± 1,9	9,7 ± 1,8	$1,1 \pm 0,2$	1,4 ± 0,2	
05 au 07 / 07 / 94	4,6 ± 0,9	5,5 ± 1,2	$0,4 \pm 0,1$	0,5±0,1	
26 au 28 / 09 / 94	$4,7 \pm 0,4$	4,6 ± 0,4	$0,3 \pm 0,0$	0,3 ± 0,0	

Tableau 6. Effet de l'injection de ¹⁵N dans le sol sur la vitesse de minéralisation du C total (sol nu + sol avec paille) et du C dérivé de la paille durant chaque séquence de mesure. Chaque valeur représente la moyenne de 3 répétitions.

négligeable sur la teneur en eau de l'échantillon, en particulier parce que les mesures ont été pratiquement toutes réalisées en condition de forte humidité du sol. Davidson *et al.* (1991) et Monaghan (1995) ont montré que l'hétérogénéité de distribution du traceur avait peu d'effet sur l'estimation des flux bruts si les processus microbiens (minéralisation, organisation, nitrification) ne présentent pas eux-mêmes de gradient ou de distribution non uniforme et si les processus qui consomment l'ammonium sont considérés comme d'ordre 1. Ces deux conditions sont probablement satisfaites dans notre système, le sol et les résidus (dans le cas du traitement avec paille) ayant été mélangés de manière homogène, et une réaction d'ordre 1 ayant été utilisée pour la nitrification, principal flux de consommation de l'ammonium.

La minéralisation, l'organisation et la nitrification brutes ont été similaires pour les trois couches analysées, dans la plupart des situations (dates, traitements paille et sol nu). Généralement, le flux de minéralisation est plus élevé dans les horizons superficiels du sol, lorsqu'il s'agit de colonnes de sol non remaniées. Ainsi, Ambus *et al.* (1992) et Sparling *et al.* (1995) ont constaté que la minéralisation brute dans l'horizon 0-5 cm était 75 % supérieure à celle mesurée dans l'horizon 10-20 cm. Dans notre cas, le sol de l'horizon

travaillé (0-20 cm) a été prélevé, le carbone distribué de manière homogène, puis le sol a été replacé dans les cylindres. La concentration et l'activité de la biomasse microbienne ont donc été probablement uniformes entre les trois horizons et ne se sont pas différenciés au cours d'une année.

Les variations saisonnières des flux d'azote confirme les résultats obtenus dans d'autres expérimentations menés en conditions de plein champ. Nishio et Fujimoto (1989) et Rees *et al.* (1994) ont constaté que la fluctuation de la vitesse de minéralisation brute était directement liée à la variation de la température du sol, avec des valeurs plus élevées pendant le mois de juillet. Le facteur de correction climatique, proposé initialement par Andrén et Paustian (1987) et que nous avons utilisé pour exprimer les résultats en jours normalisés, semble être pertinent pour prendre en compte l'effet des variations de la température et de l'humidité sur les processus bruts de transformation de l'azote. Dans cette expérimentation, le facteur de correction dû à l'humidité a été égal ou proche de 1 dans la plupart des séquences de mesure (Tableau 1) et, par conséquent, la température a été le facteur climatique principal de variation des taux de minéralisation et d'organisation d'azote au cours de l'expérimentation.

La minéralisation brute d'azote peut être calculée à partir de la résolution analytique des équations différentielles décrivant le taux de changement des compartiments N et ¹⁵N (Kirkham et Bartolomew, 1954, Barraclough, 1991 ; Davidson *et al.*, 1991). Dans ce cas, les taux des transformations brutes sont considérés constants pendant l'intervalle de mesure. Cependant, ce modèle simple ne permet pas de décrire correctement l'évolution du traceur ¹⁵N, lorsque la nitrification de l'ammonium est le processus dominant de consommation et lorsque, sur des pas de temps plus longs, la reminéralisation de l'azote organisé ne peut plus être considérée comme négligeable (Myrold et Tiedje, 1986 ; Barraclough et Smith, 1987 ; Nason et Myrold, 1991). L'hypothèse de constance des flux est moins importante lorsque des méthodes d'analyse compartimentale numérique sont utilisées, en raison de sa flexibilité par rapport à la cinétique des processus. Des cinétiques d'ordre 0 et ordre 1 peuvent être facilement ajustées (Nason et Myrold, 1991). Nos résultats montrent que dans

des conditions expérimentales où la décroissance de la quantité de ¹⁵N-NH4 est limitée, la minéralisation brute peut être estimée indifféremment par la méthode analytique ou par le modèle numérique, et l'ordre de réaction pour la nitrification n'a pas d'effet significatif sur la valeur estimée pour ce flux. Par contre, lorsque la quantité de ¹⁵N-NH₄⁺ a fortement diminué, jusqu'à épuisement presque complet de ce compartiment (mesures n° 6, 7 et 8 au cours desquelles la nitrification était très rapide), il paraît indispensable de considérer une réaction d'ordre 1 pour la nitrification, et ceci est possible avec le modèle numérique. La résolution analytique du calcul de minéralisation surestime de 70 à 90 % la minéralisation brute dans les cas les moins favorables (mesures 2, 6 et 7, Fig. 3).

Néanmoins, la valeur d'organisation brute n'est pas significativement modifiée par les hypothèses faites sur la nitrification. Le modèle FLUAZ fait l'hypothèse que l'organisation microbienne de l'azote est réalisée aux dépens de l'ammonium et du nitrate, en fonction de la concentration respective des deux formes d'azote minéral. Le calcul de l'organisation brute réalisée en considérant soit l'azote ammoniacal uniquement, soit l'azote ammoniacal et nitrique, modifie l'estimation de l'organisation brute (Recous *et al.*, 1995). Dans notre cas, les valeurs d'organisation brute obtenues en considérant l'organisation simultanée de NH₄⁺ et NO₃⁻ sont en moyenne supérieures de 14 % par rapport à l'organisation exclusive de NH₄⁺. En moyenne pour les 8 mesures, le modèle calcule que l'organisation du nitrate a représenté environ 30 % de l'organisation totale (ammoniacal + nitrique).

Flux d'azote en sol sans apport de paille

Les flux bruts moyens annuels de minéralisation et d'organisation que nous avons mesuré dans le sol sans apport de paille étaient respectivement de 0,41 et 0,21 mg N kg⁻¹ sol.jour normalisé⁻¹, l'essentiel de la variation observée étant effectivement expliquée par les variations de température. Dans des incubations menées en conditions contrôlées en utilisant des échantillons de sol remanié, Shen *et al.* (1984), Nishio et Fujimoto (1989) et Chalk *et al.* (1990) ont obtenu des flux bruts de minéralisation qui, après avoir été recalculés en jours normalisés (10°C et -0,01 Mpa), sont respectivement de 0,10, 0,50 et

0,66 mg N kg⁻¹ sol.jour normalisé ¹. Les flux correspondants d'organisation sont de 0,09 et 0,50 mg N kg⁻¹ sol.jour normalisé ¹. Des valeurs beaucoup plus élevées sont rapportées par Ambus *et al.* (1992) qui obtiennent, pour un sol très riche en C organique, (25,5%) et à 10°C, des vitesses de minéralisation et d'organisation de 28,1 et 14,9 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ (couche 0-5 cm) et 9,8 et 7,0 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ (couche 5-10 cm), et par Hart *et al.* (1994) pour un sol de forêt.

Nos résultats montrent que, dans ce sol sans apport récent de résidu, les vitesses de minéralisation et d'organisation sont pratiquement constantes au cours de l'année, la minéralisation étant environ deux fois supérieure à l'organisation. Le ratio 2/1/1 entre minéralisation brute, organisation brute et minéralisation nette est proche de celui obtenu par Schimel (1986) sous culture et Ambus *et al.* (1992). Par contre, Schimel (1986) obtient un ratio 6/5/1 sous prairie, indiquant que, dans ce cas, la minéralisation nette résulte de deux flux bruts beaucoup plus importants. Mary et Recous (1994) avaient proposé un rapport 3/2/1 pour ces flux en sol cultivé, à partir d'une simulation des restitutions de carbone sous culture de blé, à l'échelle annuelle.

Effet de l'addition de la paille

L'addition de la paille de blé a fortement stimulé le flux brut d'organisation d'azote. Il a été nettement supérieur au flux de minéralisation brute surtout pendant le premier mois après l'incorporation de la paille dans le sol. Ce processus est accru lorsque la disponibilité en N minéral dans le sol est élevée (Recous *et al.*, 1995), comme c'est le cas dans cette expérimentation. En effet, dans l'horizon 0-20 cm dans lequel la paille a été incorporée, la quantité initiale de N minéral était de 70 kg N ha⁻¹. L'organisation nette d'azote est généralement observée dans la phase initiale de décomposition des résidus riches en carbone comme les paille des céréales (Robin, 1994 ; Recous *et al.*, 1995 ; Watkins et Barraclough, 1996). L'importance et la cinétique de ce processus à court terme dépend de la nature et de la quantité de résidus organiques ajoutées au sol ainsi que de la concentration en N minéral dans la zone de décomposition (Mary et Recous, 1994).

L'organisation brute, mesurée par traçage isotopique ¹⁵N de l'azote minéral du sol, ne représente pas la totalité de l'organisation (ou assimilation) de l'azote par la microflore du sol. En effet, l'azote du résidu contribue également au développement de la biomasse néoformée aux dépens de la paille. Nous avons observé que l'azote dérivé de la paille représentait 25 % de l'azote contenu dans la biomasse néoformée et 5 à 8 % de l'azote de la biomasse totale (cf. partie II, chapitre 1).

La minéralisation brute, plus élevée dans le traitement avec paille par rapport au sol nu, peut être attribuée initialement à la minéralisation d'une partie de l'azote de la paille en début de décomposition, à une activation de la minéralisation de la matière organique du sol (sur-minéralisation) et, ultérieurement, à la reminéralisation de l'azote qui a été précédemment organisé. Dans ce dernier cas, nous avons en effet observé une augmentation significative de la quantité de N minéral accumulé dans le sol ayant reçu la paille comparé au sol nu dans la couche (0-20 cm) (cf. partie I, chapitre 1). Cette accumulation débute à partir du mois de mars 94 et se poursuit jusqu'à la fin de l'expérimentation. A cette date, la quantité de N minéral dans le traitement avec paille est supérieure au traitement sans paille de 30 kg N ha⁻¹. Dans un sol de forêt, Clein et Schimel (1995) ont justifié l'accélération du cycle interne de l'azote comme étant le résultat d'une surminéralisation ("priming effect") de l'azote de la matière organique du sol ainsi que de l'augmentation de la population microbienne et de son taux de renouvellement ("turnover") provoqués par l'addition de carbone dans le sol. Ces deux hypothèses peuvent aussi expliquer l'effet de la paille sur les flux bruts que nous avons constaté dans ce travail.

Relation entre évolution du carbone et évolution de l'azote

La mesure simultanée des flux de N et de C dans le traitement avec paille a montré que la relation entre le carbone minéralisé et l'azote organisé était relativement constante au cours de la décomposition. Si on considère un rendement d'assimilation du carbone compris dans la gamme 0,4 à 0,6 et le rapport entre les deux flux (Fig. 8a), on peut calculer que la quantité de N organisée par unité de carbone décomposé serait comprise entre 32 et 48
mg N organisé g⁻¹ C décomposé. Ces valeurs se situent dans la gamme de valeurs proposée par Recous *et al.* (1990) pour le glucose et Recous *et al.* (1995) pour les résidus de maïs.

Nos résultats confirment qu'une quantité importante d'azote est mise en jeu après l'addition au sol de matière organique fraîche, mais aussi au cours de la décomposition de la matière organique humifiée. Cependant, l'effet de la paille sur les flux bruts d'azote n'était plus perceptible un an après l'apport du résidu. Ceci peut être mis en relation avec l'évolution des fractions de taille grossière du résidu caractérisées par fractionnement granulométrique (Aita *et al.*, 1997). Cela confirme l'hypothèse sur le rôle des compartiments organiques du sol à renouvellement rapide sur le cycle interne de l'azote (Hassink, 1994 ; Magid *et al.*, 1996).

L'extrapolation des vitesses mesurées à l'échelle du profil de sol et à l'échelle de l'année reste à faire. Elle ne pose pas de problème majeur en ce qui concerne le sol nu, dans la mesure où la principale cause de variation au cours de l'année est d'ordre climatique. Ce n'est pas le cas pour le sol ayant reçu de la paille, pour lequel les variations de flux de minéralisation et d'organisation brutes sont étroitement couplées à l'évolution du carbone à court terme. Une des possibilités sera d'estimer ces flux à partir de la mesure en continu du C dérivé de la paille obtenue en parallèle (cf. partie I, chapitre 1). L'autre étape est de comparer les flux mesurés aux flux estimés à l'aide d'un modèle (Néel, 1996).

Références

- Aita C. et Recous S. (1994) Carbon and nitrogen fluxes during decomposition of wheat straw under field conditions. 8th Workshop on Nitrogen in Soils, University of Gent (BEL) 5-8 Sept.
- Aita C., Recous S. et Angers D. (1995) Characterization of wheat straw decomposition by the combined use of ¹³C¹⁵N tracing and soil particle-size fractionation. *Proceedings of the*

Symposium Drive by Nature: Plant Litter Quality and Decomposition, Wye College (UK) 17 -20 Sept. p 121.

- Aita C., Recous S. et Angers D. (1997) Short-term kinetic of residual wheat straw C and N under field conditions: characterisation by ¹³C¹⁵N tracing and soil particle size fractionation. *European Journal of Soil Science*, Accepté pour publication
- Ambus P., Mosier A. et Christensen S. (1992) Nitrogen turnover rates in a riparian fen determined by ¹⁵N dilution. *Biology and Fertility of Soils* **14**, 230-236.
- Andrén O. et Paustian K. (1987) Barley straw decomposition in the field: a comparison of models. *Ecology* 68, 1190-1200.
- Aoyama M. et Nozawa T. (1993) Microbial biomass nitrogen and mineralizationimmobilization processes of nitrogen in soils incubated with various organic materials. *Soil Science Plant Nutrition* **39**, 23-32.
- Barraclough D. (1991) The use of mean pool abundances to interpret ¹⁵N tracer experiments I. Theory. *Plant and Soil* **131**, 89-96.
- Barraclough D. et Smith M. J. (1987) The estimation of mineralization, immobilization and nitrification in introgen-15 field experiments using computer simulation. *Journal of Soil Science*. **38**, 519-530.
- Bjarnason S. (1988) Calculation of gross nitrogen immobilisation and mineralisation in soil. *Journal of Soil Science* **39**, 393-406.
- Chalk P. M., Victoria R. L., Muraoka T. et Piccolo M. C. (1990) Effect of a nitrification inhibitor on immobilization and mineralization of soil and fertilizer nitrogen. *Soil Biology & Biochemistry* **22**, 533-538.
- Clein J. S. et Schimel J. P. (1995) Nitrogen turnover and availability during succession from alder to poplar in Alaskan taiga forests. *Soil Biology & Biochemistry* **27**, 743-752.
- Crawford D. M. et Chalk P. M. (1992) Mineralisation and immobilisation of soil and fertiliser nitrogen with nitrification inhibitors and solvents. *Soil Biology & Biochemistry* 24, 559-568.

- Davidson E. A., Hart S. C., Shanks C. A. et Firestone M. K. (1991) Measuring gross nitrogen mineralization, immobilization, and nitrification by ¹⁵N isotopic pool dilution in intact soil cores. *Journal of Soil Science* **42**, 335-349.
- Freijer J.I. et Bouten W. (1991) A comparaison of field methods for measuring soil carbone doixide evolution: Experiments and simulation. *Plant and Soil* **135**, 133-142.
- Green C.J., Blackmer A.M. et Horton R. (1995) Nitrogen effects on conservation of carbon during corn residue decomposition in soil. *Soil Science Society of America Journal* 59, 453-459.
- Guiraud G. (1984) Contribution du marquage isotopique à l'évaluation des transferts d'azote entre les compartiments organiques et minéraux dans les systèmes sol-plante. Thèse de Doctorat, Université P. M. Curie, 334 p.
- Hart S.C., Nason G.E., Myrold D.D. et Perry D.A. (1994) Dynamics of gross nitrogen transformations in an old-growth forest: the carbon connection. *Ecology* **75**, 880-891.
- Hatch D. J., Jarvis S. C. et Philipps L. (1990) Field measurement of nitrogen mineralisation using soil core incubation and acetylene inhibition of nitrification. *Plant and Soil* **124**, 97-107.
- Hassink, J. 1994. Active organic matter fractions and microbial biomass as predictors of N mineralization. *European Journal of Agronomy*, **3**, 257-265.
- Kirkham D. et Bartholomew W. V. (1954) Equations for following nutrient transformations in soil, utilizing tracer data. *Soil Science Society of America Proceedings* **18**, 33-34.
- Magid, J., Gorissen, A. et Giller, K.E. 1996. In research of the elusive "active" fraction of soil organic matter: Three size-density fractionation methods for tracing the fate of homogeneously ¹⁴C-labelled plant materials. *Soil Biology & Biochemistry*, **28**, 89-99.
- Mary B., Mariotti A. et Morel J. L. (1992). Use of ¹³C variations at natural abundance for studying biodegradation of roots mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **24**, 1065-1072.

- 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 Soil Science* **3**, 291-300.
- Mary B. et Recous S. (1995) Calcul des flux d'azote dans les sols par traçage isotopique
 ¹⁵N. In Utilisation des isotopes stables pour l'étude du fonctionnement des plantes (P. Maillard et R. Bonhomme, Eds), pp. 277-297. Editions INRA, Paris.
- Monaghan R. (1995) Errors in estimates of gross rates of nitrogen mineralization due to non-uniform distributions of ¹⁵N label. *Soil Biology & Biochemistry* **27**, 855-859.
- Myrold D. D. et Tiedje J. M. (1986) Simultaneous estimation of several nitrogen cycle rates using ¹⁵N: theory and application. *Soil Biology & Biochemistry* **18**, 559-568.
- Nason G. E. et Myrold D. D. (1991) ¹⁵N in soil research: appropriate application of rate estimation procedures. *Agriculture, Ecosystems and Environment* **34**, 427-441.
- Néel C. (1996) Modélisation couplée du transfert et des transformations de l'azote : paramétrisation et évaluation d'un modèle en sol nu. Thèse de Doctorat, Université Paris VI, 276 p.
- Nishio T. et Fujimoto T. (1989) Mineralisation of soil organic nitrogen in upland fields as determined by a ¹⁵NH₄⁺ dilution technique, and absorption of nitrogen by maize. *Soil Biology & Biochemistry* **21**, 661-665.
- Recous S., Machet J. M. et Mary B. (1992) The partitioning of fertilizer-N between soil and crop: Comparaison of ammonium and nitrate applications. *Plant and Soil* **144**, 101-111.
- Recous S., Mary B. et Faurie G. (1990) Microbial immobilisation of ammonium and nitrate in cultivated soils. *Soil Biology & Biochemistry* **22**, 913-922.
- Recous S., Robin D., Darwis D., et Mary B. (1995) Soil inorganic N availability: effet on maize residue decomposition. *Soil Biology & Biochemistry* 27, 1529-1538.
- Rees R. M., McTaggart I. P., Smith K.A. et Stockdale E. A. (1994) Methodology for the Study of N Mineralisation in the Field. In Nitrogen Mineralisation in Agricultural Soils (J. J Neetson et J. Hassink, Eds), pp. 81-94. Proceedings Symposium Held at the Institute for Soil Fertility Research, Haren, NC.

- Robin D. (1994) Effet de la disponobilité de l'azote sur les flux bruts de carbone et d'azote au cours de la décompsition des résidus végétaux dans les sols. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique de Paris-Grignon, 201 p.
- Schimel D. S. (1986) Carbon and nitrogen turnover in adjacent grassland and cropland ecosystems. *Biogeochemistry* **2**, 345-357.
- Schimel J. P., Jackson L. E. et Firestone M. K. (1989) Spatial and temporal effects on plantmicrobial competition for inorganic nitrogen in a California annual grassland. *Soil Biology* & *Biochemistry* **21**, 1059-1066.
- Shen S. M., Pruden G. et Jenkinson D. S. (1984) Mineralization and immobilization of nitrogen in fumigated soil and the measurement of microbial biomass nitrogen. *Soil Biology & Biochemistry* 16, 437-444.
- Smith C. J., Chalk P.M., Crawford D.M., et Wood J.T. (1994) Estimating gross nitrogen mineralisation and immobilisation rates in anaerobic and aerobic soil suspensions. *Soil Science Society of America Journal* 58, 1652-1660.
- Sparling G. P., Murphy D. V., Thompson R. B. et Fillery I. R. P. (1995) Short- term net N mineralisation from plant residues and gross and net N mineralisation from soil organic matter after rewetting of a seasonally dry soil. *Australian Journal of Soil Research* 33, 961-973.
- Stenger R., Priesack E. et Beese F. (1995) Rates of net nitrogen mineralisation in disturbed and undisturbeb soils. *Plant and Soil* **171**, 323-332.
- Subler S., Parmelee R. W.et Allen M. F. (1995) Comparaison of buried bag and PVC core methods for *in situ* measurement of nitrogen mineralisation rates in an agricultural soil. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* **26**, 2369-2381.
- Watkins N. et Barraclough D. (1996) Gross rates of N mineralization associated with the decomposition of plant residues. *Soil Biology & Biochemistry* **28**, 169-175.
- Wessel W. W. et Tietema A. (1992) Calculating gross N transformation rates of ¹⁵N pool dilution experiments with acid forest litter: analytical and numerical approaches. *Soil Biology & Biochemistry* **10**, 931-942.

Discussion générale et Conclusion



• . .

DISCUSSION GENERALE

L'objectif principal de ce travail était de décrire les transformations couplées du carbone et de l'azote consécutives à l'incorporation de la paille de blé au cours de l'interculture. En effet la majorité des connaissances acquises sur ce sujet ont été obtenues en conditions contrôlées et systèmes simplifiés d'incubation. La question qui se pose est de savoir si les observations obtenues dans de tels systèmes expérimentaux sont extrapolables aux conditions naturelles de plein champ. Dans ce cas, les facteurs climatiques et leurs interactions, la localisation et taille des résidus, les propriétés physiques des sols déterminant les transferts de gaz et de solutés et le contact avec la matière organique, vont se combiner et déterminer la vitesse des biotransformations et le devenir du carbone et de l'azote à court et long termes. Nos objectifs sont scientifiques mais aussi agronomiques : il s'agit à terme de mieux gérer la restitution des résidus végétaux au cours de l'interculture.

Notre étude a été centrée autour de trois aspects principaux : l'évolution à court et moyen terme du C et du N de la paille dans le sol, la caractérisation des relations C-N, et la détermination des quantités d'azote mises en jeu lors du processus de décomposition. L'outil d'étude privilégié pour mesurer simultanément les flux de C et de N a été l'utilisation du traçage isotopique ¹³C et ¹⁵N, par l'utilisation de pailles de blé marquées (¹³C¹⁵N ou ¹³C¹⁴N) et l'utilisation d'azote minéral enrichi en ¹⁵N.

Un second objectif était de fournir une base de données permettant d'évaluer un modèle couplé des transformations C-N et des transferts d'azote dans le sol. Cette évaluation du modèle a fait l'objet du travail de thèse réalisé par Catherine Néel (1996). Une première présentation de la confrontation entre valeurs mesurées et valeurs estimées par le modèle sera présentée ici.

181

Méthodologies de mesure

L'étude des biotransformations de C et N, en particulier *in situ*, a nécessité un certain nombre de mises au point ou d'adaptations. Les principales sont les suivantes:

■ La première concerne la mesure en continu du C-CO₂ minéralisé. Nous avons observé la grande sensibilité de la technique de piégeage semi-statique aux conditions expérimentales (surface du piège, ventilation etc.) et les biais inhérents aux échanges de C-CO₂ entre l'intérieur et l'extérieur des cylindres. Une des méthodes alternatives à laquelle notre méthode pourrait être comparée est la méthode dynamique où le C-CO₂ est analysé par un analyseur de gaz infrarouge (Jensen *et al.*, 1997). Cependant l'intégration des mesures ponctuelles de C-CO₂ réalisés par cette méthode et leur extrapolation parait un point délicat. Ce travail de comparaison est en cours (Alavoine *et al.*, 1996).

Le bilan ¹³C (¹³C-CO₂ + ¹³C résiduel), réalisé au bout d'un an, a indiqué que 28% du ¹³C apporté avec la paille n'a pas été retrouvé. Darwis (1993), en utilisant ce même dispositif a trouvé un défaut de bilan ¹³C de 30%, 400 jours après l'incorporation de la paille au sol. L'hypothèse envisagée pour expliquer ce résultat est la perte possible de ¹³C sous forme de bicarbonate dans les horizons sous-jacents à la zone prélevée. Cette hypothèse devra être testée soit par la modélisation soit par d'autres expérimentations. Cette perte sous forme de H¹³CO₃ signifierait que la minéralisation de la paille a été sous-estimée. Il n'y a pas à notre connaissance de bilan ¹³C ou ¹⁴C réalisé en plein champ, après incorporation de résidus végétaux, et il est donc difficile de comparer ces résultats avec d'autres.

■ En ce qui concerne la détermination du carbone et de l'azote dans la biomasse microbienne, nous avons recherché une méthode qui permet de combiner l'analyse des teneurs en C et N et de leurs abondances isotopiques. La méthode que nous avons testée et utilisée consistant à lyophiliser les extraits K₂SO₄ avant de les analyser par combustion sèche semble intéressante du point de vue de la simplification d'opérations pour l'analyse de ces extraits. Nous avons comparé les teneurs en C déterminés à partir des échantillons lyophilisés avec celles obtenues par l'analyse directe des extraits K₂SO₄ par combustion catalytique (Dohrman DC 190). Pour les échantillons fumigés il y a un bon accord entre les deux techniques d'analyse. En revanche, dans la gamme des faibles concentrations en C (échantillons non fumigés) les valeurs obtenues à partir de échantillons lyophilisés sont systématiquement plus élevées que celles obtenues par combustion catalytique. Nous n'avons pas trouvé une explication pour cette différence. Des investigations visant à élucider cet aspect sont nécessaires avant de généraliser l'utilisation de la lyophilisation suivie de l'analyse par combustion sèche.

■ Nous démontrons l'intérêt d'une méthode d'analyse compartimentale numérique (modèle de calcul FLUAZ) pour l'estimation des flux bruts d'azote, comparée aux méthodes "classiques" de calcul analytique développées (Barraclough, 1991). FLUAZ permet notamment d'estimer simultanément les différents flux, évitant ainsi de reporter sur le dernier flux calculé (généralement l'organisation microbienne), les erreurs commises sur les autres flux (minéralisation, nitrification). Ce modèle permet aussi d'ajuster l'ordre de réaction des transformations d'azote entre les différents compartiments et fournit la qualité d'ajustement du modèle de calcul aux données expérimentales. Nos résultats montrent que quand la consommation de NH₄^{*} entre l'intervalle de mesure des flux est élevée, il est nécessaire de considérer une réaction du premier ordre pour le processus de nitrification.

En ce qui concerne les quantités d'azote 15 apportés au sol pour la détermination des flux, nous avons pu obtenir un compromis satisfaisant entre des quantités d'N suffisamment élevées pour obtenir une bonne précision sur les variables (NH₄⁺, ¹⁵NH₄⁺ notamment) et des quantités suffisamment faibles pour ne pas modifier l'organisation d'azote. Cet aspect est particulièrement important, puisqu'il est une des principales critiques faîtes à la technique de dilution/enrichissement isotopique *in situ* (Sparling *et al.*, 1995).

On peut se demander dans quelle mesure notre système expérimental constitué de cylindres, reproduit les conditions de plein champ. Les facteurs qui ont pu être modifiés significativement sont les suivants :

183

- <u>la température</u>: nous avons vérifié que si les amplitudes de température étaient plus faibles à l'intérieur des cylindres qu'à l'extérieur, les températures moyennes n'ont pas été affectées (Annexe 3),

<u>l'humidité du sol</u> et les transferts n'ont pas été modifiés sur les cylindres restés ouverts.
 Par contre ceux dédiés à la mesure de la minéralisation, couverts 1/3 du temps, ont reçu des apports d'eau simulant les pluies (en quantité), mais distribués différemment,

- <u>la taille des résidus</u> a été homogénéisée par broyage et tamisage à 1 cm, avec une gamme de taille résultante de 1 à 10 cm. La variabilité obtenue après passage des machines agricoles a donc été réduite. Le mélange est homogène sur 20 cm, ce qui est rarement le cas dans la pratique. On peut donc considérer que du point de vue "contact", notre système est intermédiaire entre les conditions habituellement obtenues au laboratoire (paille broyée finement et mélange homogène) et celles obtenues dans la pratique agricole.

Devenir du carbone

L'utilisation d'une paille marquée ¹³C nous a permis d'estimer la fraction minéralisée et l'évolution du C résiduel dans le sol.

■ La cinétique d'évolution du ¹³C résiduel dans le sol est décrite par un modèle de type exponentiel à deux compartiments, l'un facilement décomposable (demi-vie de 38 jours) et l'autre plus lentement décomposable (demi-vie de 912 jours). L'évolution de ce carbone est plus rapide que celles observées dans la plupart des travaux réalisés au champ. Nous attribuons ce résultat aux conditions climatiques favorables à la décomposition (forte humidité et température élevée au cours du premier mois) ainsi qu'à la forte disponibilité initiale en azote minéral du le sol dans la couche où la paille a été incorporée. La minéralisation du carbone du résidu est très intense juste après l'incorporation, la vitesse diminuant constamment au cours du temps, lorsque l'on tient compte des variations de température et humidité. Au bout d'un an la minéralisation

cumulée, estimée par le ¹³C représentait 49 % du C apporté. Par différence avec le sol sans paille, cette minéralisation "apparente" représentait 65 % du C minéralisé.

■ L'addition de la paille a conduit à une augmentation significative des quantités de C dans la biomasse pendant les 141 premiers jours. Au delà, la biomasse microbienne décroît très rapidement pour atteindre son niveau initial et ceci coïncide avec l'épuisement en carbone de la fraction grossière de la paille (> 2000µm). Cependant une fraction de la biomasse néoformée aux dépens du C-paille persiste après un an et représente 16% de la biomasse totale. Nos résultats montrent qu'une faible proportion du C et du N provenants de la paille sont stockés dans cette biomasse, même durant la phase intense de la décomposition. La fonction "puits" de ce compartiment pour le C et le N semble donc limitée et confirme les résultats obtenus par Jensen *et al.* (1997a).

Le fractionnement granulométrique nous a permis une caractérisation de la distribution du carbone apporté dans le sol. Le carbone de la paille initialement apporté sous forme grossière (>1mm), entrant dans les fractions fines (<50µm) est ainsi supposé sous forme soluble et/ou microbien et/ou humifié après décomposition. Le ¹³C contenu dans la fraction grossière de la paille (>2 000 µm) a été rapidement transféré aux fractions de taille inférieure. Les fractions de taille intermédiaire (1000-200 µm et 200-1000µm) n'ont participé qu'à un stockage temporaire du carbone dérivé de la paille. La fraction < 50µm est celle où le carbone de la paille s'est accumulé le plus rapidement et préférentiellement au cours de la décomposition, et cette quantité reste relativement constante à partir de 265 jours sur la durée de notre expérimentation.

Nous avons observé donc une bonne cohérence entre les évolutions des différents compartiments : carbone décomposable (fractions grossières), C minéralisé et C de la biomasse microbienne. On constate donc que l'essentiel des transformations du carbone après l'incorporation de matière organique fraîche, s'effectue dans les quelques semaines qui suivent cette incorporation. Après un an le carbone restant se trouve sous une forme déjà relativement stable.

185

Transformations de l'azote

L'utilisation croisée du traçage ¹⁵N, soit appliqué à l'azote du résidu (paille ¹³C¹⁵N), soit appliqué à l'azote du sol (paille ¹³C¹⁴N + ¹⁵N minéral), nous permet d'accéder à l'essentiel des flux d'azote associés à la décomposition de la paille.

■ En ce qui concerne le devenir de l'azote du résidu, un mois après l'incorporation, environ 70 % de N apporté est présent dans la couche 0-20 cm dont 18% dans la biomasse microbienne et 2,4 % sous forme minérale. Après un an, 66 % de N apporté est encore dans le sol, dont 7% dans la biomasse microbienne et 14,9 % sous forme minérale. Nous observons donc que l'essentiel de l'azote du résidu est conservé sous forme organique, dans l'horizon où la paille a été incorporée. Les pertes, probablement essentiellement par transfert en dessous de la couche étudiée, représentent 30 à 40 % de l'azote apporté. La distribution du ¹⁵N dans les différentes fractions du sol est similaire à celle du carbone. Par contre une proportion plus grande est apparemment stockée dans la biomasse microbienne.

■ L'autre aspect abordé concerne les flux de minéralisation et organisation brutes au cours du temps, qui ont été étudiés par les techniques *in situ* de dilution et enrichissement isotopique ¹⁵N. Peu de résultats étaient jusqu'à présent disponibles en conditions de plein champ. Au champ sous culture de blé, les flux bruts d'azote avaient été déterminés (Recous *et al.*, 1992). La période d'incubation *in situ* était assez longue (7 jours) et les quantités de N minéral et ses excès isotopiques au temps 0 n'avaient pas été mesurés mais calculés. Davidson (1991) a démontré l'importance de la détermination des quantités de N minéral et de ¹⁵N minéral suite à l'apport du traceur dans le sol (temps 0). Dans ce travail nous avons repris le système d'injection de la solution de ¹⁵N dans le sol utilisé par Recous *et al.* (1992) mais en déterminant la taille du compartiment N minéral (NH₄^{*} et NO₃^{*}) au temps 0 et en diminuant fortement la durée d'incubation (2 ou 3 jours). Nos résultats confirment qu'une quantité importante d'azote est mise en jeu après l'addition au sol de matière organique fraîche, mais aussi au cours de la décomposition de la matière organique du sol (MOS).

La correction des valeurs mesurés des flux des variations de température et d'humidité (Andrén et Paustian, 1987) et l'expression des résultats en jours 'normalisés' (10 °C et humidité optimale) indique que dans le sol sans apport de paille, les flux bruts de minéralisation et d'organisation varient peu au cours de l'année. La vitesse moyenne annuelle de minéralisation est de 0,41 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé et celle d'organisation brute de 0,20 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé. La vitesse de minéralisation nette calculée résultante de ces deux flux bruts est donc de 0,21 mg N kg⁻¹ sol jour⁻¹ normalisé. L'extrapolation de cette vitesse à l'échelle de l'année et pour la couche 0-30 cm par exemple, conduit à calculer une minéralisation nette de 276 kg N ha⁻¹. Les valeurs des flux bruts qui nous avons mesuré sont du même ordre de grandeur qui ceux présentés dans d'autres travaux. Cependant cette valeur de minéralisation nette paraît trop élevée, si on la compare aux valeurs estimées par Néel (1996) à partir des profils d'azote minéral et d'un modèle de calcul du lessivage, et aux autres références concernant la minéralisation nette avec ce type de sol. Ceci pourrait résulter d'une surestimation des valeurs de minéralisation brute ou de la sous estimation des valeurs d'organisation brute, ou enfin d'un biais introduit par l'utilisation du facteur de correction climatique ou de son paramétrage (valeur de Q10 par exemple). Ces diverses hypothèses devront être évaluées.

L'addition de la paille a provoqué une forte organisation brute d'azote pendant la phase initiale de la décomposition, supérieure à la minéralisation brute, ce qui conduit à calculer une organisation nette d'azote du sol. Ces observations coïncident avec l'augmentation de la biomasse microbienne du sol observée pendant la phase initiale d'expérimentation, pendant laquelle également la vitesse de décomposition du carbone de la paille était élevée. L'effet de la paille sur les flux d'azote n'est plus perceptible au bout



··---

Figure 1. Quantités de C minéralisé dans les traitements sans apport de paille (a) et avec paille (b). (c), minéralisation apparente du C de la paille (C-CO₂ sol avec paille - C-CO₂ sol sans paille). — valeurs observées;— valeurs simulées par le modèle couplé (Néel, 1996).

d'un an. Ceci est en accord avec l'évolution des quantités résiduelles de ¹³C dans le sol qui est très lente déjà à partir de 265 jours.

Pour les deux situations (avec et sans paille), des relations stables entre l'évolution du carbone (C minéralisé) et de l'azote (N minéralisé ou N organisé) ont été dégagées. Ceci signifie que malgré la diversité des méthodologies employées et des problèmes qui leur sont associés, il a été possible de quantifier, en plein champ, les relations entre C et N. Celles-ci apparaissent cohérentes avec les connaissances acquises en conditions expérimentales contrôlées.

Comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs simulées par

le modèle

Le test du modèle couplé a été réalisé, en ce qui concerne les biotransformations sur trois des variables mesurées dans notre expérimentation : le carbone minéralisé, la minéralisation et l'organisation brute d'azote, et ceci pour les 2 traitements (avec et sans paille).

■ Les résultats concernant **Ia minéralisation du carbone** sont montrés à la Figure 1. On constate que le modèle restitue correctement les tendances générales d'évolution de la minéralisation du carbone dans les deux traitements (Fig. 1a, 1b). Un biais systématique apparaît cependant dès le début des simulations : Le modèle sous estime les quantités de carbone minéralisé. L'écart entre les quantités cumulées de C minéralisé simulées et observées à la fin de l'expérimentation est de 620 kg C ha⁻¹ pour le sol sans paille et de 1100 kg C ha⁻¹ pour le sol avec paille. Cette sous estimation représente respectivement 18 et 19% des quantités totales de carbone minéralisé.

L'écart entre les valeurs observées et simulées pourrait être en principe attribué à l'entrée de $C-CO_2$ de l'extérieur des cylindres comme nous avons évoqué précédemment. En faisant l'hypothèse que cette entrée de $C-CO_2$ est similaire entre les deux traitements, l'écart entre les valeurs simulées et la minéralisation apparente ($C-CO_2$ du traitement avec



·---

Figure 2. Flux de minéralisation brute (a), organisation brute (b) et minéralisation nette (c) dans le traitement sans apport de paille. (■), valeurs observées. (----), valeurs simulées par le modèle couplé (Néel, 1996).



÷.,

Figure 3. Flux de minéralisation brute (a), organisation brute (b) et minéralisation nette (c) dans le traitement avec paille. (■), valeurs observées. (—), valeurs simulées par le modèle couplé (Néel, 1996).



Hypothèse 2

··--

Assimilation directe + assimilation indirecte





paille - C-CO₂ du traitement sans paille) devrait disparaître. On constate dans la Figure 1c que l'écart persiste et que le modèle simule une minéralisation apparente du C de la paille quasi nulle à partir d'environ 250 jours. Nous avons constaté que la minéralisation du C de la paille augmente constamment au cours de l'expérimentation (Fig. 2b, partie I du chapitre 1), ce qui conduit à penser que le biais est bien dû au modèle. La sous estimation des quantités de C minéralisé par le modèle pourrait avoir deux origines principales: Le modèle prévoit une minéralisation trop faible de la fraction lignine qui représente 590 kg C ha⁻¹ et il ne simule pas de 'priming effect'.

Les résultats concernant les flux bruts d'azote sont présentés Figures 2 et 3 pour les sols sans paille et avec paille respectivement. Pour les trois premières mesures de flux, on constate que le modèle sur-estime à la fois la minéralisation et l'organisation pour les deux traitements (Figs. 2a, 2b, 3a, 3b). La minéralisation nette est par contre bien restituée, mais uniquement dans le traitement avec apport de paille (Figs. 2c, 3c). On constate que la phase d'organisation nette d'azote induite par la décomposition de la paille est importante et bien simulée (Fig. 3c). Pour les 4 dernières mesures de flux, la tendance s'inverse : les valeurs simulées sont toujours inférieures aux valeurs mesurées même si les écarts entre modèle et mesure sont beaucoup plus faibles. Néel (1996) a suggéré que l'écart constaté pendant la phase initiale et intense de décomposition était due aux hypothèses faîtes dans le modèle : en effet celui-ci considère que tout l'azote du résidu est minéralisé avant d'être assimilé par les décomposeurs (Fig. 4). Dans la réalité une fraction de l'azote du résidu est probablement assimilée directement par les décomposeurs, sans alimenter le compartiment ammoniacal. C'est l'hypothèse d'une assimilation directe est proposée par Hadas et al. (1992) et Mary et al. (1993). Ainsi à la fois les flux de minéralisation et d'organisation de l'azote minéralisé seraient plus faibles, le résultat net (minéralisation nette) restant inchangé. Le modèle, ne prenant pas en compte cette voie d'assimilation directe, surestimerait les 2 flux bruts. Plus tard, la contribution de l'azote du résidu aux flux devient négligeable, l'essentiel des transformations ayant eu lieu, comme nous l'avons observé.

Conclusion et perspectives

Cette étude menée sur la décomposition des pailles a permis de quantifier les biotransformations du carbone et de l'azote et leur relation étroite. Il a été montré que l'essentiel de ces biotransformations intervenait dans les quelques semaines consécutives à l'incorporation. Nous avons effectivement constaté, que dans notre situation, les conditions favorables à la décomposition rapide étaient réunies : température, forte humidité et azote minéral associés à un contact quasi-optimal du résidu avec le sol. Ainsi la reminéralisation d'azote a débuté au tout début de l'hiver. La prévision de cette cinétique d'organisation et de minéralisation est importante pour la prévision de la disponibilité de l'azote minéral susceptible de migrer, ou disponible pour les cultures suivantes.

L'étape de confrontation des données obtenues aux valeurs simulées par le modèle, présentée ici, n'est que préliminaire. Elle devra être complétée en particulier avec les autres variables "centrales" du module biologique: biomasse microbienne, ¹³C minéralisé, C soluble. Cette comparaison pourra être également réalisée avec d'autres modèles tels que NCSOIL (Molina *et al.*, 1983) ou DAISY (Hansen *et al.*, 1991).

L'effet de la localisation de la matière organique et de son contact avec le sol a été relativement peu étudié et rarement formalisé dans les modèles. Ce "contact" résulte d'un grand nombre de facteurs: propriétés physiques et chimiques des résidus (taille, forme, composés solubles/insolubles), caractéristiques physiques des sols (texture et structure), elles-mêmes en relation avec les opérations de récolte et de travail du sol. Ce facteur nous parait être celui à privilégier actuellement.

Références

- Alavoine G., Nicolardot B., Glaude E. et Mary B. (1996) Comparison of methods to measure CO₂ emissions in field as an index of the decomposition of plant residues. In: *IV Congress of European Society for Agronomy*, Vol. I (M. K. van Ittersum, G. E. G. T. Venner, S. C. van de Gein, T. H. Jetten, Eds). pp. 222-223. Veldhoven - Wageningen, The Netherlands.
- Andrén O. et Paustian K. (1987) Barley straw decomposition in the field: a comparison of models. *Ecology* 68, 1190-1200.
- Barraclough D. (1991) The use of mean pool abundances to interpret ¹⁵N tracer experiments I. Theory. *Plant and Soil* **131**, 89-96.
- Davidson E. A., Hart S. C., Shanks C. A. et Firestone M. K. (1991) Measuring gross nitrogen mineralization, immobilization, and nitrification by ¹⁵N isotopic pool dilution in intact soil cores. *Journal of Soil Science* **42**, 335-349.
- Darwis D. (1993) Effet des modalités de gestion de la paille de blé sur l'évolution du carbone et de l'azote au cours de sa décomposition dans le sol. Thèse de Doctorat,
- Hadas A., Sofer M., Molina J. A. E., Barak P. et Clapp C. E. (1992) Assimilation of nitrogen by soil microbial population: NH₄ versus organic N. *Soil Biology and Biochemistry*, **24**, 137-143.
- Hansen S., Jensen H. E., Nielsen N. E., et Svendsen H. (1991) Simulation of nitrogen dynamics and biomass production in winter wheat using the danish simulation model DAYSY. *Fertilizer Research*, **27**, 245-259.
- Jensen L. S., Mueller T., Magid J. et Nielsen N. E. (1997). Temporal variation of C and N mineralization, microbial biomass and extractable organic pools in soil after oilseed rape straw incorporation in the field : I. Mineralization,. *Soil Biology and Biochemistry. Sous presse*

- Jensen L. S., Mueller T., Tate K. R., Ross D. J., Magid J. et Nielsen N. E. (1997a). Measuring soil surface CO2 flux as an index of soil respiration *in situ* : A comparison of two chamber methods. *Soil Biology and Biochemistry. Sous presse*
- Mary B., Fresneau C., Morel J. L. et Mariotti A. (1993) C and N cycling during decomposition of root mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 25, 1005-1014.
- Molina J. A. E., Clapp C. E., Schaffer M. J., Chichester F. W. et Larson W. E. (1983) NCSOIL, a model of nitrogen and carbon transformation in soil: description, calibration and behaviour. *Soil Science Society of America Journal*, **47**, 85-91.
- Néel C (1996) Modélisation couplée du transfert et des transformations de l'azote : paramétrisation et évaluation d'un modèle en sol nu. Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie - Paris 6, Paris, 254p.
- Recous S., Machet J. M. et Mary B. (1992) The partitioning of fertilizer-N between soil and crop: Comparaison of ammonium and nitrate applications. *Plant and Soil* **144**, 101-111.
- Sparling G. P., Murphy D. V., Thompson R. B. et Fillery I. R. P. (1995) Short- term net N mineralisation from plant residues and gross and net N mineralisation from soil organic matter after rewetting of a seasonally dry soil. *Australian Journal of Soil Research* **33**, 961-973.

Bibliographie



.

.

- Aita C. et Recous S. (1994) Carbon and nitrogen fluxes during decomposition of wheat straw under field conditions. 8th Workshop on Nitrogen in Soils, University of Gent (BEL) 5-8 Sept.
- Aita C., Recous S. et Angers D. (1995) Characterization of wheat straw decomposition by the combined use of ¹³C¹⁵N tracing and soil particle-size fractionation. Proceedings of the Symposium "Driven by Nature: Plant Litter Quality and Decomposition", Wye College (UK) 17 -20 Sept. p 121.
- Aita C., Recous S. et Angers D. (1997) Short-term kinetic of residual wheat straw C and N under field conditions: characterisation by ¹³C¹⁵N tracing and soil particle size fractionation. *European Journal of Soil Science*, 42, 00-00
- Alavoine G., Nicolardot B., Glaude E. et Mary B. (1996) Comparison of methods to measure CO₂ emissions in field as an index of the decomposition of plant residues. In: *IV Congress of European Society for Agronomy*, Vol. I (M. K. van Ittersum, G. E. G. T. Venner, S. C. van de Gein, T. H. Jetten, Eds). pp. 222-223. Veldhoven Wageningen, The Netherlands.
- Amato M. et Ladd J.N. (1980). Studies of nitrogen immobilization and mineralization in calcareus soils- V. Formation and distribution of isotope-labelled biomass during decomposition of ¹⁴C- and ¹⁵N-labelled plant material. *Soil Biology & Biochemistry*, **12**, 405-411.
- Amato M. et Ladd J.N. (1992). Decomposition of ¹⁴C-labelled glucose and legume material in soils: properties influencing the accumulation of organic residue C and microbial biomass C. *Soil Biology and Biochemistry*, **24**, 455-464.
- Amato M., Ladd J.N., Ellington A., Ford G., Mahoney J.E., Taylor A.C. et Walsgott D. (1987). Decomposition of plant material in Australian soils. IV. Decomposition *in situ* of ¹⁴C- and ¹⁵N- labelled legume and wheat materials in a range of southern Australian soils. *Australian Journal of Soil Research*, **25**, 95-105.
- Ambus P., Mosier A. et Christensen S. (1992) Nitrogen turnover rates in a riparian fen determined by ¹⁵N dilution. *Biology and Fertility of Soils* **14**, 230-236.
- Andrén O. et Paustian K. (1987) Barley straw decomposition in the field: a comparison of models. *Ecology* 68, 1190-1200.
- Andrén O., Steen E. et Raghai K. (1992) Modelling the effects of moisture on barley straw and root decomposing in the field. *Soil Biology and Biochemistry*, **24**, 727-736.
- Andriulo A. (1995) Modélisation de l'évolution des matières organiques des sols de la Pampa. relation avec les systèmes de culture. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris - Grignon, Paris, 143 p.
- Angers, D.A. & Mehuys, G.R. (1990) Barley and alfafa cropping effects on carbohydrate contents of a clay soil and its size fractions. *Soil Biology & Biochemistry*, 22, 285-288.
- Aoyama M. et Nozawa T. (1993) Microbial biomass nitrogen and mineralizationimmobilization processes of nitrogen in soils incubated with various organic materials. *Soil Science Plant Nutrition* **39**, 23-32.

- Bakken L. R. (1986). Microbial growth, assimilation and mineralization of carbon and nitrogen during decomposition of barley straw. *Scientific Reports of the Agricultural University of Norway* **14**, 1-14.
- Balesdent, J. et Balabane M. (1992) Etude in-situ des vitesses de minéralisation et d'humification de l'azote et du carbone des matières organiques végétales. C. R. Ministère de l'Environnement, S. R. E. T. I. E. Contract 2683 A.
- Balesdent, J. Wagner, G.H. et Mariotti A. (1988) Soil organic matter turnover in long-term field experiments as revealed by carbon-13 natural abundance. *Soil Science Society of America Journal*, **52**, 118-124.
- Balesdent, J., Girardin, C., Grably, M., Guillemot, J., Mariotti, A., Pétraud, J. et Picot, C. (1995). Réponse des matières organiques des sols aux changements atmosphériques globaux. I. Compartimentation du carbone organique des sols cultivés. In : *Ecosystèmes et changements globaux*. Les Dossiers de l'Environnement (INRA editions n° 8), pp. 71-79. Paris.
- Balesdent, J., Mariotti A. et Guillet B (1987). Natural ¹³C abundance as a tracer for studies of soil organic matter dynamics. *Soil Biology & Biochemistry*, **19**, 25-30.
- Balesdent, J., Petraud, J.P. et Feller, C. (1991) Effet des ultrassons sur la distribution granulométrique des matières organiques des sols. *Science du sol*, **29**, 95-106.
- Barraclough D. (1991) The use of mean pool abundances to interpret ¹⁵N tracer experiments I. Theory. *Plant and Soil* **131**, 89-96.
- Barraclough D. et Smith M. J. (1987) The estimation of mineralization, immobilization and nitrification in nitrogen-15 field experiments using computer simulation. *Journal of Soil Science*. **38**, 519-530.
- Bergström L., Johnsson H. et Torstenson G. (1991) Simulation of soil nitrogen dynamics using the SOILN model. *Fertilizer Research*, **27**, 181-188.
- Bjarnason S. (1988) Calculation of gross nitrogen immobilisation and mineralisation in soil. Journal of Soil Science **39**, 393-406.
- Bremer E. et van Kessel C. (1990). Extractability of microbial ¹⁴C and ¹⁵N following addition of variable rates of labelled glucose and (NH₄)₂SO₄ to soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **22**, 707-713.
- Bremer E. et van Kessel C. (1992). Seasonal microbial biomass dynamics after addition of lentil and wheat residues. Soil Science Society of America Journal, **56**, 1141-1146.
- Bremer E., van Houton W. et van Kessel C. (1991) Carbon dioxide evolution from wheat and lentil residues as affected by grinding, added nitrogen, and the absence of soil. *Biology and Fertility of Soils*, **11**, 221-227.
- Bremner J. M. (1965). Total nitrogen. In *Methods of Soil Analysis* (C. A. Black, Ed.), pp. 1149-1178. American Society of Agronomy, Madison.

- Broadbent F.E. et Nakashima T. (1974). Mineralization of carbon and nitrogen in soil amended whith carbon-13 and nitrogen-15 labelled plant material. *Soil Science Society of America Journal*, **38**, 313-315.
- Brookes P. C., Landman A., Pruden G. et Jenkinson D. S. (1985). Chloroform fumigation and release of soil nitrogen: a rapid direct extraction method to mesure microbial biomass nitrogen in soil. *Soil Biology and Biochemistry*,**17**, 837-842.
- Buyanovsky, G.A., Aslam, M. & Wagner, G.H. (1994) Carbon turnover in soil physical fractions. *Soil Science Society of America Journal*, **58**, 1167-1173.
- Catroux, G. & Schnitzer, M. 1987. Chemical, spectroscopic, and biological characteristics of the organic matter in particle size fractions separated from an Aquoll. *Soil Science Society of America Journal*, **51**, 1200-1207.
- Chalk P. M., Victoria R. L., Muraoka T. et Piccolo M. C. (1990) Effect of a nitrification inhibitor on immobilization and mineralization of soil and fertilizer nitrogen. *Soil Biology & Biochemistry* 22, 533-538.
- Chaney K. (1990) Effect of nitrogen fertilizer rate on soil nitrogen content after harvesting winter wheat. *Journal of Agricultural Science*, **114**, 171-176.
- Christensen, B.T. (1987) Use of particle size fractions in soil organic matter studies. INTECOL Bulletin, **15**, 113-123.
- Christensen, B.T. (1992) Carbon in primary and secondary organomineral complexes. Advances in Soil Science, 20, 1-90.
- Clein J. S. et Schimel J. P. (1995) Nitrogen turnover and availability during succession from alder to poplar in Alaskan taiga forests. *Soil Biology & Biochemistry* **27**, 743-752.
- Crawford D. M. et Chalk P. M. (1992) Mineralisation and immobilisation of soil and fertiliser nitrogen with nitrification inhibitors and solvents. *Soil Biology & Biochemistry* **24**, 559-568.

· ...

- Darwis D. (1993) Effet des modalités de gestion de la paille de blé sur l'évolution du carbone et de l'azote au cours de sa décomposition dans le sol. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris Grignon, Paris, 196 p.
- Davidson E. A., Hart S. C., Shanks C. A. et Firestone M. K. (1991) Measuring gross nitrogen mineralization, immobilization, and nitrification by ¹⁵N isotopic pool dilution in intact soil cores. *Journal of Soil Science* **42**, 335-349.
- Davies D. B. et Sylvester-Bradley R. (1995) The contribution of fertiliser nitrogen to leachable nitrogen in the UK. *Journal of Science Food and Agricultural*, **68**, 399-406.
- de Willingen P. (1991). Nitrogen turnover in the soil-crop system: comparison of fourteen simulation models. *Fertilyser Research*, **27**, 141-149.
- Denys D., Muller J. C. et Mariotti A. (1991) Conséquences de l'organisation de l'azote minéral d'un angrais sur la disponibilité pour la plante et sur la lixiviation. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet ed.), INRA editions, pp 189-194.

- Elliott, E.T. et Cambardella, C.A. (1991) Physical separation of soil organic matter. Agriculture Ecosystems and Environment, **34**, 407-419.
- Feller, C., Guiraud, G., Hetier, J.M. et Marol, C. (1983) Study by size fractionation of organic matter in a cultivated tropical soil fertilized with labelled crop residues (¹⁴C ¹⁵N) and urea (¹⁵N). International journal of Tropical Agriculture, **I**, 123-130.
- Freijer J.I. et Bouten W. (1991) A comparaison of field methods for measuring soil carbone doixide evolution: Experiments and simulation. *Plant and Soil* **135**, 133-142.
- Goss M. J. (1990). Lessivage des nitrates : conséquences des techniques culturales. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet Ed.) pp. 389-394. INRA editions, Paris.
- Green C.J., Blackmer A.M. et Horton R. (1995) Nitrogen effects on conservation of carbon during corn residue decomposition in soil. *Soil Science Society of America Journal* **59**, 453-459.
- Gregorich, E.G., Ellert, B.H. et Monreal, C.M. (1995) Turnover of soil organic matter and storage of corn residue carbon estimated from natural ¹³C abundance. *Canadian Journal of Soil Science*, **75**, 161-167.
- Gregorich, E.G., Kachanoski, R.G. et Voroney, R.P (1989) Carbon mineralization in soil size fractions after various amounts of aggregate disruption. *Journal of Soil Science*, **40**, 649-659.
- Guiot J. et Grevy L. (1990) Evolution des nitrates dans une terre soumise à la rotation: betterave-froment-escourgeon. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet Ed.) pp. 417-423. INRA editions,.Paris.
- Guiraud G. (1984) Contribution du marquage isotopique à l'évaluation des transferts d'azote entre les compartiments organiques et minéraux dans les systèmes sol-plante. Thèse de Doctorat, Université P. M. Curie, 334 p.
- Hadas A., Sofer M., Molina J. A. E., Barak P. et Clapp C. E. (1992) Assimilation of nitrogen by soil microbial population: NH₄ versus organic N. Soil Biology and Biochemistry, 24, 137-143.
- Hansen S., Jensen H. E., Nielsen N. E. et Svendsen H. (1991) Simulation of nitrogen dynamics and biomass production in winter wheat using the danish simulation model DAYSY. *Fertilizer Research*, **27**, 245-259.
- Hart S.C., Nason G.E., Myrold D.D. et Perry D.A. (1994) Dynamics of gross nitrogen transformations in an old-growth forest: the carbon connection. *Ecology* **75**, 880-891.
- Hassink, J. (1994) Active organic matter fractions and microbial biomass as predictors of N mineralization. *European Journal of Agronomy*, **3**, 257-265.
- Hassink, J. (1995) Organic matter dynamics and N mineralization in grassland soils. Ph. D. thesis, Agricultural University, Wageningen, The Netherlands.
- Hatch D. J., Jarvis S. C. et Philipps L. (1990) Field measurement of nitrogen mineralisation using soil core incubation and acetylene inhibition of nitrification. *Plant and Soil* **124**, 97-107.

- Jansson S. L. et Persson J. (1982) Mineralization and immobilization of soil nitrogen. In: *Nitrogen in Agricultural Soils* (F. J. Stevensen, Ed.), pp 229-252. American Society of Agronomy, Madison.
- Jarvis S., Barraclough D., Unwin R. J. et Royle S. M. (1989) Nitrate leaching from grazed grassland and after straw incorporation in arable soils. In: *Management systems to reduce impact of nitrates,* (J. C. Germon, Ed.) pp. 110-125. Elsevier, London.
- Jenkinson D. S. (1971). Studies on the decomposition of ¹⁴C labelled organic matter in soil. *Soil Science*, **111**, 64-70.
- Jenkinson D. S. (1977). Studies on the decomposition of plant material in soil. V. The effects of plant cover and soil type on the loss of carbon from ¹⁴C labelled ryegrass decomposition under field conditions. *Journal of Soil Science*, **28**, 424-434.
- Jenkinson D. S. (1988). The determination of microbial biomass carbon and nitrogen in soil. In *Advances in Nitrogen Cycling in Agricultural Ecosystems* (J. R. Wilson, Ed.), pp. 368-386. CAB International, Wallingford.
- Jenkinson D. S. et Powlson D. S. (1976). The effects of biocidal treatments on metabolism in soil. V. a method for measuring soil biomass. *Soil Biology and Biochemistry*,**8**, 209-213.
- Jensen E. S. (4,994). Availability of nitrogen in ¹⁵N-labelled mature pea residues to subsequent crops in the field. *Soil Biology and Biochemistry*, **26**, 465-472.
- Jensen L. S., Mueller T., Magid J. et Nielsen N. E. (1997). Temporal variation of C and N mineralization, microbial biomass and extractable organic pools in soil after oilseed rape straw incorporation in the field : I. Mineralization. *Soil Biology and Biochemistry. Sous presse*
- Jensen L. S., Mueller T., Tate K. R., Ross D. J., Magid J. et Nielsen N. E. (1997). Measuring soil surface CO2 flux as an index of soil respiration *in situ* : A comparison of two chamber methods. *Soil Biology and Biochemistry. Sous presse*
- Joergensen R. G. (1996). The fumigation-extraction method to estimate soil microbial biomass: calibration of the K_{ec} value. Soil Biology and Biochemistry, **28**, 25-31.
- Joergensen R. G. ; Meyer B. et Mueller T (1994). Time-course of the soil microbial biomass under wheat: a one year field study. *Soil Biology and Biochemistry*, **26**, 987-994.
- Joergensen R. G. et Mueller T. (1996). The fumigation-extraction method to estimate soil microbial biomass: calibration of the K_{ev} value. Soil Biology and Biochemistry, **28**, 33-37.
- Johnston A. E. et Jenkinson D. S. (1989) The nitrogen cycle in UK arable agriculture. Fertilizer Society of London Proceedings, 286, 3-24.
- Kirkham D. et Bartholomew W. V. (1954) Equations for following nutrient transformations in soil, utilizing tracer data. *Soil Science Society of America Proceedings* **18**, 33-34.

- Kirschbaum M. U. F. (1995) The temperature dependence of soil organic matter decomposition, and the effect of global warming on soil organic storage. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 753-760.
- Knapp, E.B., Elliott, L.F. et Campbell, G.S. (1983) Carbon, nitrogen and microbial biomass interrelationships during the decomposition of wheat straw: a mechanistic simulation model. *Soil Biology & Biochemistry*, 15, 455-461.
- Ladd, J.N., Amato, M. et Oades, J.M. (1985) Decomposition of plant material in Australian soils. III. * Residual organic et microbial biomass C and N from isotope-labelled legume material and soil organic matter, decomposing under field conditions. *Australian Journal of Soil Research*, **23**, 603-611.
- Ladd J. N., Amato M., Grace P. R. et Van Veen J. A. (1995). Simulation of ¹⁴C turnover through the microbial biomass in soils incubated with ¹⁴C-labelled plant residues. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 777-783.
- Ladd J. N., Oades J. M. et Amato M. (1981). Microbial biomass formed from ¹⁴C, ¹⁵N-labelled plant material decomposing in soils in the field. *Soil Biology and Biochemistry*, **13**, 119-126.
- Ladd J. N., van Gestel M., Jocteur Monrozier L. et Amato M. (1996). Distribution of organic ¹⁴C and ¹⁵N in particle-size fractions of soils incubated with ¹⁴C, ¹⁵N-labelled glucose/NH₄, and legume and wheat straw residues. *Soil Biology and Biochemistry*, **28**, 1005-1014.
- Lafolie F. (1991) Modelling water flow, nitrogen transport and root uptake including physical non-equilibrium and optimization of the root potential. *Fertilizer Research*, **27**, 215-231.

Laurent F., Machet J.M., Pellot P. et Trochard R (1995) Cultures intermédiaires pièges à nitrate : comparaison des espèces. *Perspectives Agricoles*, **206**, 38-49.

- MacDonald A. J., Powlson D. S., Poulton D. R. et Jenkinson D. S. (1990) Unused fertiliser in arable soils : its contribution to nitrate leaching. *Journal Science Food Agricultural*, 46, 407-419.
- Machet J. M., Laurent F., Doré T. et Chapot J.Y. (1996) Maitrise de l'azote pendant l'interculture. In: *Colloque Maîtrise de l'azote dans les agrosystèmes*, Reims, 19-20 novembre 1996. A paraître
- Machet J. M.et Mary B. (1989) Impact of agricultural practices on the residual nitrogen in soil and nitrate losses. In: *Management systems to reduce impact of nitrates*, (J. C. Germon, Ed.) pp. 126-146. Elsevier, London.
- Magid, J., Gorissen, A. et Giller, K.E. (1996) In research of the elusive "active" fraction of soil organic matter: Three size-density fractionation methods for tracing the fate of homogeneously ¹⁴C-labelled plant materials. *Soil Biology & Biochemistry*, **28**, 89-99.
- Mariotti A. (1994) Communications du Séminaire "Cycle de l'azote dans les ecosystèmes cultivés". Laon, 6-8 avril 1994. pp. 3-6.

- Mary B. et Guérif J. (1994). Intérêts et limites des modèles de prévision de l'évolution des matières organiques et de l'azote dans le sol. *Cahiers d'Agriculture*, **3**, 247-257.
- 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 Soil Science* **3**, 291-300.
- Mary B. et Recous S. (1995) Calcul des flux d'azote dans les sols par traçage isotopique ¹⁵N. In *Utilisation des isotopes stables pour l'étude du fonctionnement des plantes* (P. Maillard et R. Bonhomme, Eds), pp. 277-297. Editions INRA, Paris.
- Mary B., Fresneau C., Morel J. L. et Mariotti A. (1993) C and N cycling during decomposition of root mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **25**, 1005-1014.
- Mary B., Mariotti A. et Morel J. L. (1992). Use of ¹³C variations at natural abundance for studying biodegradation of roots mucilage, roots and glucose in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **24**, 1065-1072.
- Mary B., Recous S., Darwis D. et Robin D. (1996) Interactions between decomposition of plant residues and nitrogen cycling in soil. *Plant and Soil*, **181**, 71-82.
- McLaughlin M. J. et Alston A. M. (1985). Measurement of phosphorus in the soil microbial biomass: influence of plant material. *Soil Biology and Biochemistry*, **17**, 271-274.
- Molina J. A. E., Clapp C. E., Schaffer M. J., Chichester F. W. et Larson W. E. (1983) NCSOIL, a model of nitrogen and carbon transformation in soil: description, calibration and behaviour. *Soil Science Society of America Journal*, **47**, 85-91.
- Monaghan R. (1995) Errors in estimates of gross rates of nitrogen mineralization due to non-uniform distributions of ¹⁵N label. *Soil Biology & Biochemistry* **27**, 855-859.
- Monaghan, R. & Barraclough, D. (1995) Contributions to gross N mineralisation from ¹⁵Nlabelled soil macrorganic matter fractions during laboratory incubation. *Soil Biology & Biochemistry*, **27**, 1623-1628.
- Müller M. M. et Sundmann V (1988). The fate of nitrogen ¹⁵N released from different plant materials during decomposition under field conditions. *Plant and Soil*, **105**, 133-139.
- Myrold D. D. et Tiedje J. M. (1986) Simultaneous estimation of several nitrogen cycle rates using ¹⁵N: theory and application. *Soil Biology & Biochemistry* **18**, 559-568.
- Nason G. E. et Myrold D. D. (1991) ¹⁵N in soil research: appropriate application of rate estimation procedures. *Agriculture, Ecosystems and Environment* **34**, 427-441.
- Nay S. M., Mattson K. G. et Bormann B. T. (1994). Biases of chamber methods for measuring soil CO2 efflux demonstrated with a laboratory apparatus. *Ecology*, 75, 2460-2463.
- Néel C. (1996) Modélisation couplée du transfert et des transformations de l'azote : paramétrisation et évaluation d'un modèle en sol nu. Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie - Paris 6, Paris, 254p.

- Nicolardot, B., Cheneby, D. et Allard, M.R. (1992) Availability of carbon and nitrogen contained in different soil particle-size fractions. In: *Humus, its structure in agriculture and environment* (ed. J. Kubat), pp. 107-116. Proceedings 15th Symposium Humus et Planta. Elsevier Publishers, Amsterdam.
- Nicolardot, B., Denys, D. Lagacherie, D. et Mariotti, A. (1995) Decomposition of ¹⁵N-labelled catch-crop residues in soil: evaluation of N mineralisation and plant-N uptake potentials under controlled conditions. *European Journal of Soil Science*, **46**, 115-123.
- Nishio T. et Fujimoto T. (1989) Mineralisation of soil organic nitrogen in upland fields as determined by a ¹⁵NH₄⁺ dilution technique, and absorption of nitrogen by maize. *Soil Biology & Biochemistry* **21**, 661-665.
- Nommick H. (1962) Mineral nitrogen immobilisation and carbon dioxide production during decomposition of wheat straw in soil as influenced by temperature. *Acta Agriculture Scandinavica*, **12**, 81-94.
- Ocio J. A. et Brookes P. C. (1990). An evaluation of methods for measuring the microbial biomass in soils following recent additions of wheat straw and the characterization of the biomass that develops. *Soil Biology and Biochemistry*, **22**, 685-694.
- Ocio J. A., Brookes P. C et Jenkinson D. S. (1991). Field incorporation of straw and its effects on soil microbial biomass and soil inorganic N. Soil Biology and Biochemistry, 23, 171-176.
- Ocio J. A., Martinez J. et Brookes P. C. (1991). Contribution of straw-derived N to total microbial biomass N following incorporation of cereal starw to soil. Soil Biology and Biochemistry, 23, 655-659.
- Olfs H. W. et Scherer H. W. (1996). Estimating microbial biomass N in soils with and without living roots : Limitations of a pre-extration step. *Biology and Fertility of Soils*, **21**, 314-318.
- Powlson D. S. (1988) Measuring and minimising losses of fertilizer nitrogen in arable agriculture. In: *Nitrogen Efficiency in Agricultural Soils* (D. S. Jenkinson & K. A. Smith Eds) pp. 231-245. Elsevier, London.
- Powlson D. S. et Barraclough D. (1993). Mineralization and assimilation in soil-plant systems. In *Isotopic Techniques in Plant, Soil and Aquatic Biology, Nitrogen Isotope Techniques* (R. Knowles and T. H. Blackburn Eds.) pp. 209-242. Academic Press Inc., London.
- Raina J. N. et Goswami K. P. (1988). Effet of ¹⁴C-labelled organic materials on the decomposition of native organic matter. *Journal of Indian Society Soil Science*, **36**, 646-651.
- Recous S. (1995) Incorporation des résidus végétaux: quel effet sur la dynamique de l'azote? *Perspectives Agricoles*, **206**, 9-15.
- Reccus S., Jeuffroy M.H., Mary B. et Meynard J.M. (1996) Gestion de l'azote en zone d'agriculture intensive. Rapport de contrat INRA-SCGP, 37 pp.

- Recous S., Machet J. M. et Mary B. (1992) The partitioning of fertilizer-N between soil and crop: Comparaison of ammonium and nitrate applications. *Plant and Soil* **144**, 101-111.
- Recous S., Mary B. et Faurie G. (1990) Microbial immobilisation of ammonium and nitrate in cultivated soils. *Soil Biology & Biochemistry* 22, 913-922.
- Recous S., Robin D., Darwis D. et Mary B. (1995) Soil inorganic N availability: effect on maize residue decomposition. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 1529-1538.
- Recous, S. (1995) Réponse des matières organiques des sols aux changements atmosphériques globaux. II. Effet de la température sur la minéralisation d'un résidu végétal (maïs) et de la matière organique des sols. In: *Ecosystèmes et changements* globaux. Les Dossiers de l'Environnement (INRA editions n° 8), pp. 81-85. Paris.
- Rees R. M., McTaggart I. P., Smith K.A. et Stockdale E. A. (1994) Methodology for the Study of N Mineralisation in the Field. In *Nitrogen Mineralisation in Agricultural Soils* (J. J Neetson et J. Hassink, Eds), pp. 81-94. *Proceedings Symposium Held at the Institute for Soil Fertility Research*, Haren, NC.
- Reinertsen, S.A. Elliott, L.F., Cochran, V.L. et Campbell, G.S. (1984) Role of available carbon and nitrogen in determining the rate of wheat straw decomposition. *Soil Biology & Biochemistry*, **16**, 459-464.
- Rémy J. C. et Marin-Laflèche A. (1976). L'entretien organique des terres : Coût d'une politique de l'humus. *Entreprises Agricoles*, nov. 1976, 63-77.
- Robin D. (1994) Effet de la disponibilité de l'azote sur les flux bruts de carbone et de l'azote au cours de la décomposition des résidus végétaux dans les sols. Thèse de Doctorat, Institut National Agronomique Paris Grignon, Paris, 201 p.
- Sauerbeck, D. et Gonzales, M.A. (1977) Field decomposition of ¹⁴C labelled plant residues in various soils of the Federal Republic of Germany and Costa Rica. In: *Soil organic matter studies*, Vol 1, pp. 159-170. Proceedings IAEA / FAO, Symposium, Braunschweig.
- Schimel D. S. (1986) Carbon and nitrogen turnover in adjacent grassland and cropland ecosystems. *Biogeochemistry* **2**, 345-357.
- Schimel J. P., Jackson L. E. et Firestone M. K. (1989) Spatial and temporal effects on plantmicrobial competition for inorganic nitrogen in a California annual grassland. Soil Biology & Biochemistry 21, 1059-1066.
- Shen S. M., Pruden G. et Jenkinson D. S. (1984) Mineralization and immobilization of nitrogen in fumigated soil and the measurement of microbial biomass nitrogen. *Soil Biology & Biochemistry* 16, 437-444.
- Shields J. A. et Paul E. A. (1973). Decomposition of ¹⁴C-labelled plant material under field conditions. *Canadian Journal of Soil Science*, **53**, 297-306.
- Simon J. C. et Le Corre L. (1988) Lessivage d'azote en monoculture de maïs en sol granitique du Finistère. *Fourrages*, **114**, 193-207.

- Smith C. J., Chalk P.M., Crawford D.M., et Wood J.T. (1994) Estimating gross nitrogen mineralisation and immobilisation rates in anaerobic and aerobic soil suspensions. *Soil Science Society of America Journal* **58**, 1652-1660.
- Smith J. L. et Paul E. A. (1990). The significance of soil biomasse estimates. In: Soil Biochemistry (J. M. Bollag and H. Stotzheyl Eds), p.p. 357-396, M. Dekker, New-York.
- Sommers L. E., Gilmour C. M., Wildung R. E. et Beck S. M (1980) The effect of water potential on decomposition processes in soils. In: SSSP Spec. Publ. N. 9, *Water Potential Relations in Soil Microbiology.* ASA, Madison, Wisconsin, pp. 97-117.
- Sparling G. P. et West A. W. (1988) A direct extraction method to estimate soil microbial C : calibration *in situ* using microbial respiration and ¹⁴C labelled cells. *Soil Biology and Biochemistry*, **20**, 337-343.
- Sparling G. P. et Zhu C. (1993). Evaluation and calibration of biochemical methods to mesure microbial biomass C and N in soils from Western Australia. *Soil Biology and Biochemistry*, **25**, 1793-1801.
- Sparling G. P., Murphy D. V., Thompson R. B. et Fillery I. R. P. (1995) Short- term net N mineralisation from plant residues and gross and net N mineralisation from soil organic matter after rewetting of a seasonally dry soil. *Australian Journal of Soil Research* 33, 961-973.
- Stenger R., Priesack E. et Beese F. (1995) Rates of net nitrogen mineralisation in disturbed and undisturbeb soils. *Plant and Soil* **171**, 323-332.
- Subler S., Parmelee R. W.et Allen M. F. (1995) Comparaison of buried bag and PVC core methods for *in situ* measurement of nitrogen mineralisation rates in an agricultural soil. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* **26**, 2369-2381.
- Swift, M.J., Heal, O.W. & Anderson, J.M. 1979 Decomposition in terrestrial exosystems. *Studies in Ecology*, vol 5. Blackwell Scientific Publications, Oxford.
- Thévenet G. (1987) Doit-on enfouir les pailles? Perspectives Agricoles, 117, 12-15.
- Vachier P. et Dever L. (1990) Qualité des eaux de recharge de la nappe et pratiques agricoles en pays de craie : cas de la champagne. In: *Nitrates, Agriculture, Eau*, (R. Calvet Ed.) pp. 251-256. INRA editions, Paris.
- Van Gestel, M. et Merckx, R. (1993) Methods to fractionate organic matter in various pools. In: The proceedings of a symposium about nitrogen mineralization in agricultural soils held at the Institut for Soil Fertility Research, Haren, NL, 19-20 April 1993 (eds J. J. Neetson & J. Hassink), pp. 27-32.
- Van Soest P. J. et Wine R. H. (1967). Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. VI. Determination of plant cell constituents. *Journal of Official Chemists*, **50**, 50-55.
- Van Veen J. A., Ladd J. N. et Frissel M. J. (1985) Modelling C and N turnover through the microbial biomass on soil. *Plant and Soil*, **76**, 257-274.

- Vance E. D., Brookes P. C. et Jenkinson D. S. (1987). An extraction method for measuring soil microbial biomass C. *Soil Biology and Biochemistry*, **19**, 703-707.
- Voroney R. P., Paul E. A. et Anderson D. W. (1989). Decomposition of straw and stabilisation of microbial products. *Canadian Journal of Soil Science*, **69**, 63-77.
- Watkins N. et Barraclough D. (1996) Gross rates of N mineralization associated with the decomposition of plant residues. *Soil Biology & Biochemistry* **28**, 169-175.
- Wessel W. W. et Tietema A. (1992) Calculating gross N transformation rates of ¹⁵N pool dilution experiments with acid forest litter: analytical and numerical approaches. *Soil Biology & Biochemistry* **10**, 931-942.
- Witter E. et Dahlin S. (1995). Microbial utilization of [U-¹⁴C]-labelled straw and [U-¹³C]labelled glucose in soils of contrasting pH and metal status. *Soil Biology and Biochemistry*, **27**, 1507-1516.
- Wu J., Brookes P. C. et Jenkinson D. S. (1993). Formation and destruction of microbial biomass during the decomposition of glucose and ryegrass in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, **25**, 1435-1441.
- Wu J., Joergensen R. G., Pommerening B., Chaussod R. et Brookes P. C. (1990). Measurement of soil microbial biomass-C by fumigation-extraction - an automated procedure. *Soil Biology and Biochemistry*, **22**, 1167-1169.

۰.,

5

÷ ...
Annexes

Annexe 1

Distribution of carbon and nitrogen in water-stable aggregates during decomposition of wheat straw *in situ*.

D.A. ANGERS, S. RECOUS AND C. AITA

Centre de Recherche sur les Sols et les Grandes Cultures, Agriculture et Agroalimentaire Canada, 2560 boul. Hochelaga, Sainte-Foy (Québec), G1V 2J3 CANADA, Unité d'Agronomie de Laon-Péronne, INRA, rue Fernand-Christ, 02007 Laon Cedex, FRANCE, and Departamento de Solos, Universidade Federal de Santa Maria, 97019-470, BRAZIL.

Summary

When incorporated in soil, plant residues and their decomposition products are in close contact with mineral particles with which they can be bound to form aggregates. We measured the incorporation of crop residue-derived carbon (C) and nitrogen (N) in water-stable aggregates of a silty soil in a field experiment in Northern France using ¹³C¹⁵N-labelled wheat straw (*Triticum* aestivum L.). Soil samples were taken four times during an 18 month period and separated into water-stable (slaking-resistant) aggregate size fractions which were analyzed for total C and N contents, and ¹³C and ¹⁵N enrichments. During the early stage of decomposition (<265 d), the enrichment of ¹³C increased rapidly in the macroaggregates (>250 µm) but decreased rapidly thereafter. However, since the macroaggregates only represented <20 % of the soil mass, they accounted, at any time, for <25% of the residual ¹³C present in the soil. The proportion of soil and the enrichment in ¹³C of the 50-250 µm fraction increased during decomposition of the residues; at day 574, this fraction accounted for more than 50% of the residual ¹³C. Although proportionally more ¹⁵N than ¹³C remained in the soil, their dynamics and distribution among the fractions were generally the same. The results of this study indicate that during decomposition in soil, crop residue-derived C and N become rapidly associated with stable aggregates. In this silty soil, the 50-250-µm stable aggregates appear to be involved in the storage of residuederived organic matter.

Travail réalisé dans le cadre du séjour de D. A. Angers (Agricultute Canada). Article accepté dans *European Journal of Soil Science*



Annexe 2. Evolution au cours du temps (Sept 1993 - Sept 1994) du facteur de correction de température (f(T)), de potentiel hydrique du sol (f(Ψ)) et du facteur climatique (f(T) x f(Ψ)).

Annexe 3



Annexe 3. Température moyenne journalière (a) et amplitude thermique journalière (b) dans le sol sans cylindre (- - -), dans le sol des cylindres couverts par une cloche (-----------) et des cylindres sans cloche (------------). Mesure de la température réalisée à 5 cm de profondeur.

· ·