

# SAIT-ON QUANTIFIER LES STOCKS D'ELEMENTS EN SOL CALCAIRE ? PROPOSITION D'AMELIORATION DES PROTOCOLES DE PRELEVEMENT ET D'ANALYSE

B. MARY, F. FERCHAUD, B. AUTRET, F. CHLEBOWSKI, N. BEAUDOIN  
INRA, UR 1158 AgrolImpact, Laon-Mons

## 1. Introduction

Environ 250 000 analyses de terres sont réalisées chaque année en France (GIS Sol). Elles fournissent des informations très précieuses sur l'état chimique des sols de France. Elles permettent de caractériser la concentration en matière organique du sol ou en nutriments (N, P, K, ...) du sol, informations nécessaires pour une gestion raisonnée de la fertilisation minérale et organique. En théorie, elles devraient permettre aussi de déterminer les stocks d'éléments et les variations de stocks au cours du temps, notamment le stock de matière organique, et ainsi de se positionner par rapport à l'objectif « 4 pour mille »<sup>1</sup>. Cependant, plusieurs problèmes méthodologiques font que les estimations de stocks sont souvent imprécises ou biaisées, particulièrement en sol calcaire. Nous analysons ici les causes de ces problèmes et les moyens d'y remédier, en se focalisant sur les stocks de carbone (C) et d'azote (N).

Les destinataires de ce message sont d'une part les laboratoires d'analyse qui analysent des échantillons de terre de parcelles agricoles et les interprètent et d'autre part les expérimentateurs qui mettent en place ou suivent des essais de moyenne ou longue durée, à caractère plus ou moins innovant. Trois grandes problématiques sont associées à ces mesures : 1) l'estimation du stockage de carbone dans le sol ; 2) l'appréciation de la disponibilité en éléments nutritifs (P, K, ...) ; 3) l'estimation de la capacité de minéralisation du sol en azote. Rappelons que compte tenu de la variabilité spatiale des mesures, il est souvent illusoire de vouloir mettre en évidence des différences de stock d'éléments sur une durée inférieure à 5 ans.

Dans cet article, nous analysons les problèmes liés au prélèvement de sol, au tamisage du sol, à l'analyse de terre, et au calcul du stock d'éléments. Nous verrons l'application à des cas concrets, notamment aux sols de craie, et proposerons des recommandations pour mieux valoriser ces très nombreuses analyses de terre.

## 2. Problèmes méthodologiques

### 21. Problèmes liés au prélèvement de sol

#### 211. La position des sites de prélèvement sur la parcelle

Lorsqu'on fait un suivi dans le temps, il est préférable de ré-échantillonner sur les sites proches de ceux déjà échantillonnés. Une distance de 1 à 2 m est un bon compromis. Ceci résulte du fait que 2 points proches (à une distance de 1 m) ont des teneurs en C ou N plus proches que 2 points éloignés (par exemple de 100 m). En effet la répartition des teneurs en C et N n'est pas aléatoire mais présente souvent une structure spatiale (ex : Bruchou et Mary, 2007 ; Ferchaud et al., 2016). Cette structure spatiale peut être caractérisée au moyen du variogramme (Figure 1).

#### 212. La profondeur de prélèvement

La profondeur de prélèvement est rarement évoquée. Pourtant c'est une donnée cruciale, surtout avec la diversification des pratiques de travail du sol. La critique majeure faite aux travaux caractérisant l'effet du travail du sol sur la séquestration de carbone est la profondeur insuffisante considérée dans de très nombreuses études.

---

<sup>1</sup> <http://4p1000.org/>

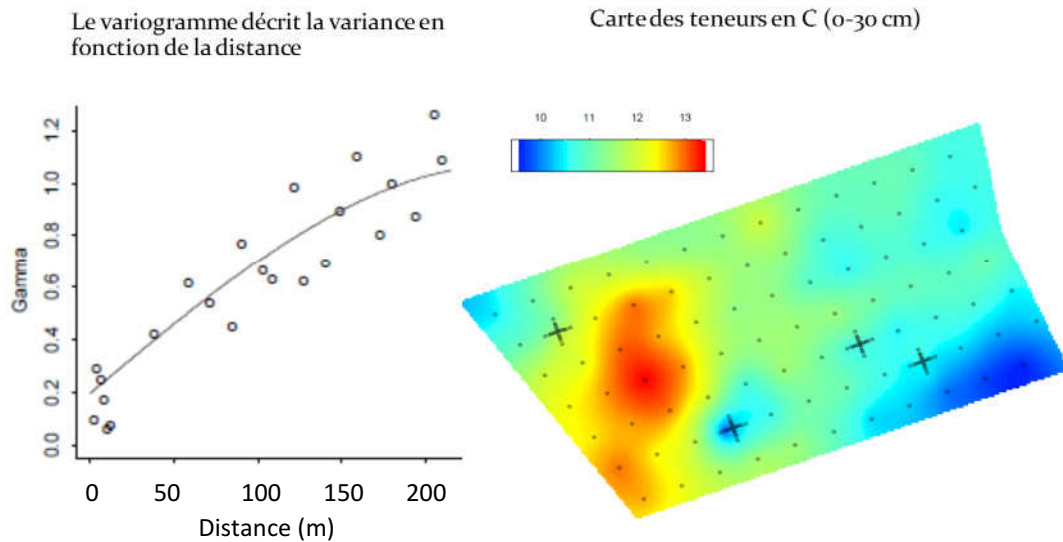


Figure 1. Variogramme des teneurs en C organique et carte des teneurs en C, mesuré sur une parcelle agricole à Chambry (Bruchou et Mary, 2007)

La figure 2 montre le profil de concentration observé au bout de 41 ans sur l'un des plus anciens essais de travail du sol au monde (Boigneville, essai A). Le semis direct conduit à un quasi doublement de la teneur en carbone en surface (0-5 cm). C'est un résultat qui fait souvent conclure, à tort, que le semis direct conduit à un stockage de carbone dans le sol. En fait le semis direct s'est accompagné aussi d'une perte de carbone (par rapport au labour) en dessous de 10 cm. Le calcul du stock de carbone cumulé à droite) montre que le stockage en surface est complètement compensé par le déstockage en profondeur, et que les stocks de carbone sont identiques dans les 2 traitements à partir de 25 cm de profondeur (profondeur de labour).

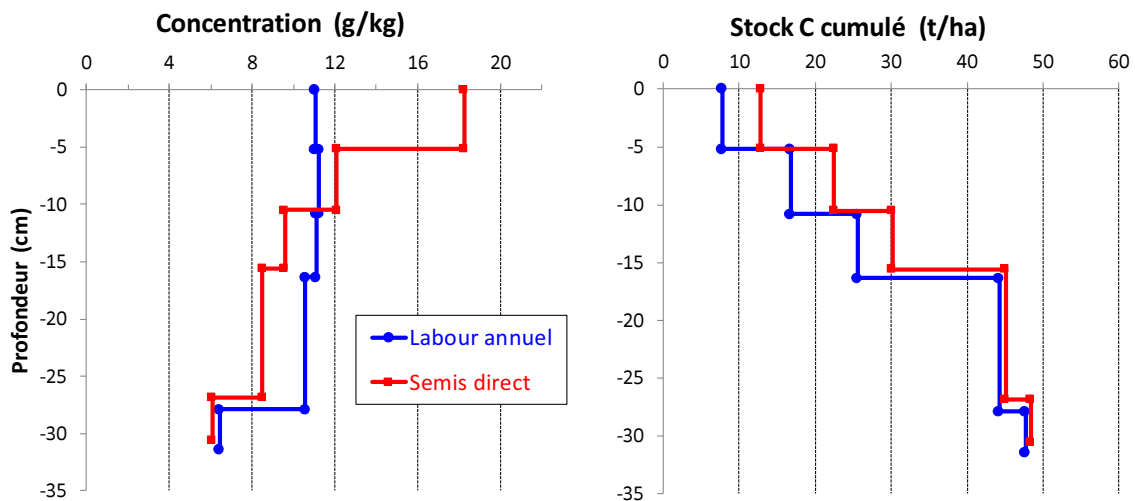


Figure 2. Profil de teneur en C et stock de carbone cumulé, mesuré sur l'essai « travail du sol » conduit par Arvalis à Boigneville, au bout de 41 ans (Dimassi et al., 2014)

Ces résultats montrent que si l'on veut évaluer le stockage de carbone dans une parcelle, il est impératif de prélever le sol suffisamment profond et de ne pas modifier cette profondeur ultérieurement même si le travail du sol a été réduit au cours des dernières années.

### 213. La masse volumique

La densité apparente ou masse volumique de sol peut être mesurée par différentes techniques : 1) anneau ou cylindre calibré qu'on enfonce dans le sol et dont on lisse les 2 côtés ouverts ; 2) prélèvement de sol par une sonde tubulaire de grand diamètre ; 3) utilisation d'un densitomètre à membrane sur une excavation de sol ; 4) utilisation d'un gamma densitomètre.

Les 3 premières techniques consistent à mesurer la masse de terre sèche (séchage à 105°C) contenue dans un volume total connu. La dernière méthode mesure l'atténuation d'un rayonnement gamma par le sol, sur une distance de 30 cm, cette atténuation dépendant de la masse volumique du matériau et de sa teneur en eau.

La mesure de densité apparente peut concerner soit la terre fine seule (si le sol ne comporte pas d'éléments grossiers ou si ceux-ci sont exclus du volume prélevé), soit la densité apparente globale si les éléments grossiers sont inclus dans le volume de sol mesuré. La mesure précise de la densité apparente reste une opération difficile, surtout s'il y a des éléments grossiers. On peut retenir en première approximation des valeurs de référence par type de sol et de situation culturale. Cependant, la masse volumique peut évoluer notablement au cours du temps et sous l'effet des pratiques de travail du sol (Figure 3). Il est donc indispensable d'en faire une estimation précise, au moins dans les expérimentations à moyen ou long terme.

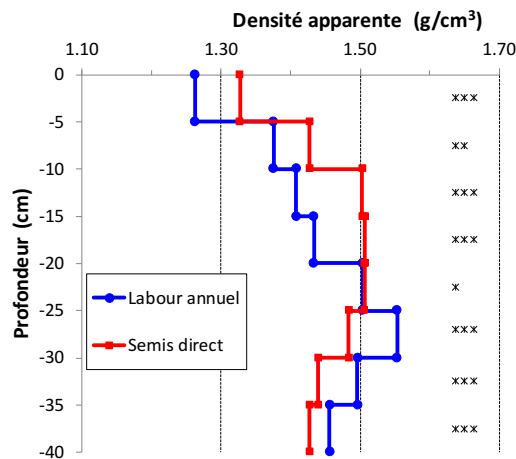


Figure 3. Profil de densité apparente, mesuré sur l'essai « travail du sol » conduit par Arvalis à Boigneville, au bout de 41 ans (Dimassi et al., 2014)

### 214. Les éléments grossiers

Les éléments grossiers (EG) sont représentés par les refus au tamisage avant analyse, et correspondent à des matériaux qui ne peuvent pas passer au tamis de 2 mm. Ils incluent les graviers, cailloux et pierres, dont les bornes supérieures de diamètre sont 2, 7.5 et 20 cm (Baize, 2006). La quantité, la granulométrie, la localisation et la nature minéralogique des EG jouent sur les propriétés mécaniques, physiques et chimiques du sol. Elles sont importantes à considérer pour le calcul des stocks de carbone et de nutriments dans le sol.

La méthode de référence de mesure des EG consiste à prélever un volume représentatif de l'horizon, d'une taille suffisante pour englober tous les types d'éléments grossiers (par exemple un cube de 30 cm d'arête), puis à trier les EG par lavage et tamisage, et mesurer leur masse sèche et/ou leur volume. Une méthode visuelle simplifiée permet d'estimer directement la charge volumique en EG par l'observation d'une face d'un profil (Gras, 1995). Cependant, compte tenu de l'importance des éléments grossiers dans le calcul des stocks d'éléments, il est impératif d'en avoir une bonne estimation (qui heureusement ne varie pas dans le temps). Pour cela, on dispose de deux solutions : 1) on applique au moins une fois la méthode de référence sur le terrain ; 2) on fait un prélèvement représentatif au champ et c'est le laboratoire qui donnera le taux de refus (donc la proportion massique d'éléments grossiers).

La densité apparente globale ( $D_a$ ) est calculée comme suit :

$$D_a = D_{af} \cdot (1 - EGv) + D_{ag} \cdot EGv \quad (1)$$

où  $D_{af}$  est la densité apparente de terre fine ( $\text{g cm}^{-3}$ ),  $EG_v$  est la charge volumique en éléments grossiers ( $\text{cm}^{-3} \text{cm}^{-3}$ ) et  $D_{ag}$  la masse volumique des éléments grossiers ( $\text{g cm}^{-3}$ ). Celle-ci est d'environ  $2.65 \text{ g/cm}^3$  si les éléments grossiers sont non poreux. Si ce n'est pas le cas, il faut mesurer  $D_{ag}$  au laboratoire, le volume étant estimé par immersion dans le pétrole ou dans l'eau après enrobage de paraffine. La masse de terre fine de sol ( $M_f$ , exprimée en  $\text{t ha}^{-1}$ ), qui sert au calcul du stock d'élément, est calculée soit en fonction de la densité de terre fine (eq. 2), soit en fonction de la densité apparente globale (eq. 3) :

$$M_f = 100. D_{af}. (1 - EG_v). z \quad (2)$$

$$M_f = 100. D_a. (1 - EG_m). z \quad (3)$$

où  $z$  est l'épaisseur de la couche prélevée, exprimée en cm et  $EG_m$  la charge massique en éléments grossiers ( $\text{g g}^{-1}$ ). Le tableau suivant présente un exemple de mesures et de calculs sur 3 situations.

*Tableau 1 : Calcul de la densité apparente de la terre fine et de la masse de terre fine pour 3 situations différant par la proportion d'éléments grossiers et leur porosité.*

Type de sol	Epaisseur $z$ cm	Données mesurées			Données calculées		
		Taux d'éléments grossiers $EG_v$ cm <sup>3</sup> /cm <sup>3</sup>	Porosité des éléments grossiers $Porosité$ cm <sup>3</sup> /cm <sup>3</sup>	Densité apparente globale $D_a$ g/cm <sup>3</sup>	Densité apparente des EG $D_{ag}$ g/cm <sup>3</sup>	Densité apparente de terre fine $D_{af}$ g/cm <sup>3</sup>	Masse de terre fine $M_f$ t/ha
Sans EG	30	0%		1.45		1.45	4350
Avec EG non poreux	30	15%	0%	1.63	2.65	1.45	3698
Avec EG poreux	30	15%	25%	1.53	1.99	1.45	3698

Le tableau montre que pour une même densité apparente de terre fine ( $1.45 \text{ g cm}^{-3}$ ), la densité apparente globale augmente avec la proportion d'éléments grossiers et que simultanément la masse de terre fine diminue, indépendamment de la porosité des EG.

## 22. Problèmes liés au tamisage du sol

L'opération de tamisage, réalisée en général par le laboratoire d'analyse, peut sembler évidente et sans problème. Mais ce n'est pas le cas ! Avant d'être analysé, le sol est séché à l'air (ou à  $35-40^\circ\text{C}$ ), puis tamisé à 2 mm. L'opération de tamisage génère 2 fractions de sol :

- Une fraction fine passant au tamis, inférieure à 2 mm
- Une fraction grossière, « refus » au tamis de 2 mm, contenant les éléments grossiers

Or cette deuxième fraction n'est que très rarement analysée, ni même pesée ! La teneur en élément est alors exprimée par rapport à la fraction fine, sans même que le demandeur d'analyse soit averti de l'existence d'un refus. Dans les sols sableux ou limoneux non caillouteux, ce refus devrait être nul ou négligeable (en fait les données ne sont pas disponibles pour le vérifier). Mais ce n'est pas le cas des sols calcaires dans lesquels le refus peut être très conséquent. Cette fraction peut ne contenir que des éléments minéraux (donc pas de C ou N organique), notamment dans le cas des calcaires durs. Dans ce cas, seule la masse de refus (ainsi que leur masse volumique) suffit à faire les corrections, comme nous venons de le voir. Dans le cas de calcaires tendres ou constitués d'éléments très fins, comme les sols de craie, le refus contient des matières organiques. Une double correction s'impose pour calculer la vraie teneur, prenant en compte la masse de refus, mais aussi la teneur en élément de ce refus.

Dans les sols de rendzine sur craie à poches, nous avons observé que la teneur en C et N organique de ces refus est très fortement corrélée à leur teneur en carbonate de calcium (Figure 4a). En fait la teneur en  $\text{CaCO}_3$  est négativement corrélée à la teneur en eau résiduelle (Figure 4b) et négativement corrélée à la teneur en argile minéralogique (Bigorre et al., 2000). Dans ces sols, les teneurs en C et N organique sont donc très variables et très dépendants du taux de refus.

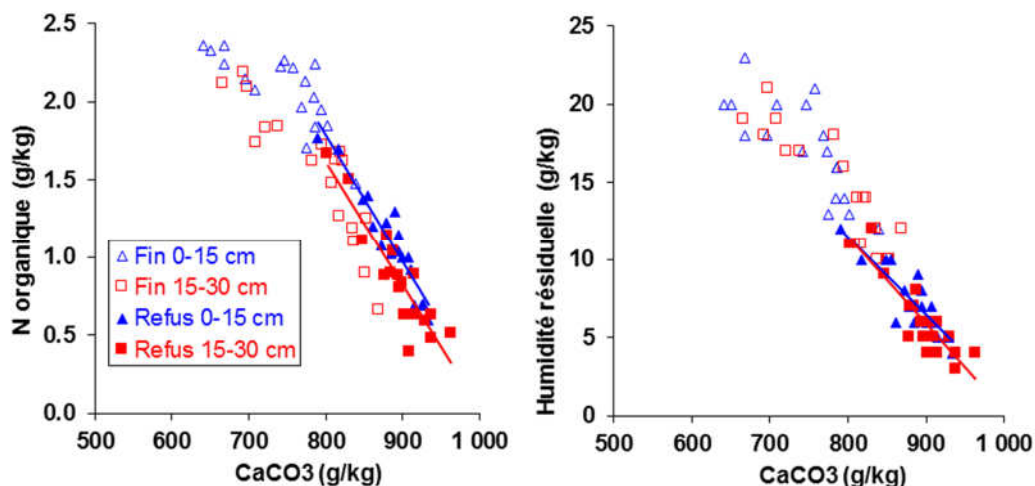


Figure 4. Relations observées en sol de rendzine sur craie : a) entre la teneur en N total du sol et sa teneur en  $\text{CaCO}_3$  et b) entre l'humidité résiduelle du sol et sa teneur en  $\text{CaCO}_3$  (expérimentation de Thibie, conduit par l'AREP en Champagne crayeuse).

### 23. Problèmes liés à l'analyse de terre

La qualité de l'analyse de terre est un autre facteur important à ne pas oublier lorsqu'on veut analyser des évolutions de stock au cours du temps. Notre expérience en matière de comparaison de résultats entre laboratoires montre que les erreurs sur l'analyse (systématiques, non systématiques) peuvent être aussi importantes, parfois davantage, que les variations temporelles que l'on veut mettre en évidence, même lorsque les mesures sont issues de laboratoires accrédités. La figure 5 donne un exemple d'erreur systématique que l'on peut rencontrer sur des sols pourtant analysés par la même méthode sur les mêmes sous-échantillons. D'autres écarts peuvent apparaître entre méthodes d'analyse, notamment entre les méthodes Anne ou Kjeldahl (oxydation humide) et la méthode Dumas (combustion).

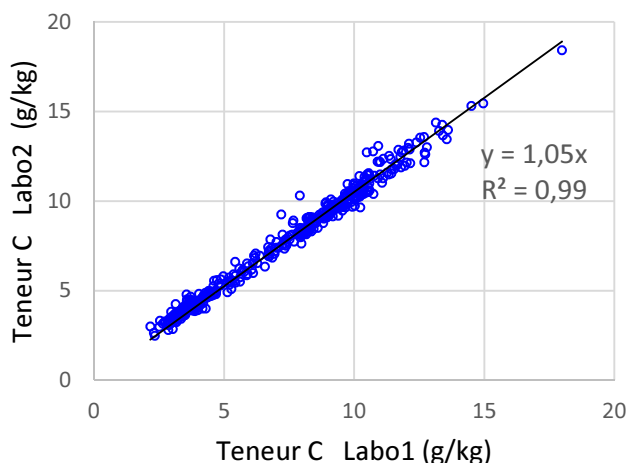


Figure 5. Comparaison des teneurs en carbone de 460 échantillons de sol mesurés dans 2 laboratoires pratiquant la même technique d'analyse (données SOERE ACBB Mons 2015).

### 24. Problèmes liés au calcul du stock d'élément

Le calcul du stock d'élément peut également sembler assez simple. Le stock (exprimé en  $\text{t ha}^{-1}$ ) est en effet le produit des trois termes : densité apparente de terre fine ( $\text{g cm}^{-3}$ ), épaisseur de couche (dm) et teneur en élément ( $\text{g kg}^{-1}$  sol sec à  $105^\circ\text{C}$ ). Cependant, les détails de ce calcul ont leur importance et sont rarement tous pris en compte (corrections liées aux EG, humidité résiduelle, etc.). De plus les

calculs sont rarement faits à masse de terre équivalente, ce qui est pourtant indispensable (Dimassi *et al.*, 2014 ; Ferchaud *et al.*, 2016 ; Autret *et al.*, 2016). Pour homogénéiser les calculs, nous avons mis au point un outil applicatif, appelé *SEME* (pour « Stocks d'Eléments à Masse Equivalente »), qui se présente sous la forme d'un « package » du logiciel R, facile à utiliser (Chlébowski *et al.*, 2017). Il réalise aussi les tests statistiques de comparaison de stocks ou de variations de stocks au cours du temps.

### 3. Quelques résultats

Nous présentons quelques résultats obtenus sur des sols de rendzine de Champagne crayeuse. La figure 6 montre les résultats obtenus sur 4 situations (S1 à S4), qui ont été analysées chacune 2 fois dans le même laboratoire. La première analyse (barres bleues) correspond à la méthode standard du laboratoire. Elle a été faite après un tamisage très incomplet (taux de refus moyen = 55%), sans analyse des refus. La deuxième analyse (barres vertes) a été faite sur les mêmes échantillons de sol mais tamisés plus longtemps (le taux de refus moyen est passé à 23%), avec une analyse du refus. La teneur en C de la terre fine est peu différente entre les 2 analyses, mais la teneur en C globale est nettement inférieure pour la 2ème analyse. Le protocole classique du laboratoire conduit donc à surestimer fortement (en moyenne de 30%) la teneur en carbone de ces types de sol.

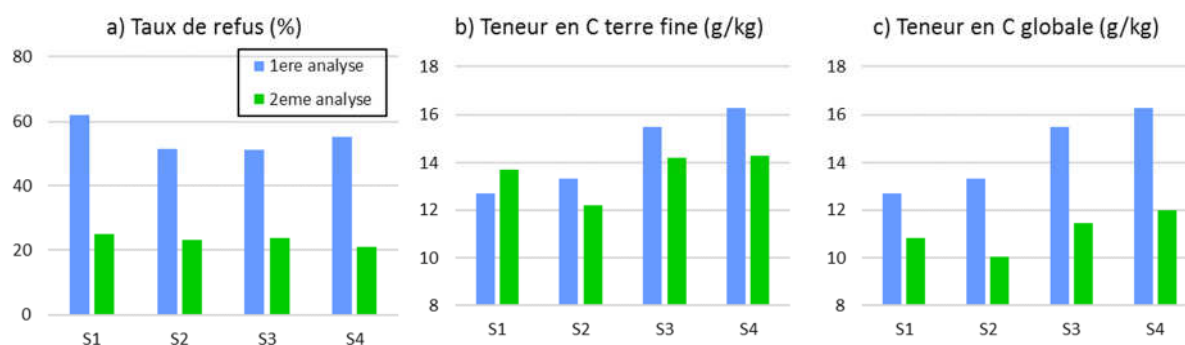


Figure 6. Comparaison de résultats obtenus sur le même sol analysé 2 fois dans le même laboratoire. La première analyse est faite selon le protocole standard du laboratoire avec un refus important. La deuxième analyse est faite sur un sol tamisé plus longtemps.

Les mesures réalisées sur le dispositif lysimétrique de Fagnières, en Champagne crayeuse, de 1976 à 2013, confirment l'importance des corrections à apporter aux analyses pour tenir compte des refus au tamisage (Figure 7).

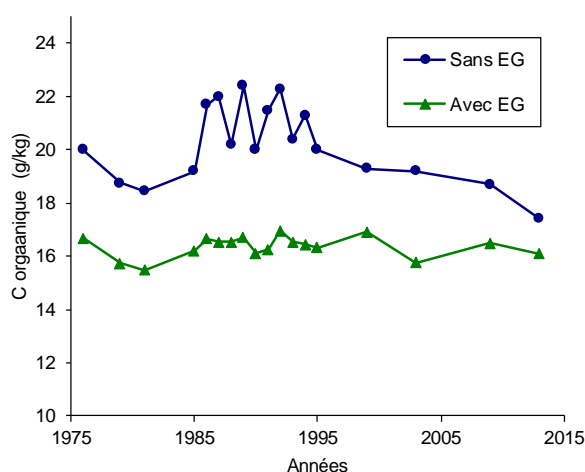


Figure 7. Evolution de la teneur en C organique dans le sol (0-20 cm) d'une case lysimétrique de Fagnières (L11), sans considérer les éléments grossiers (sans EG) ou en les considérant (avec EG).

Les échantillons transmis au laboratoire, tamisés en partie seulement (mais avec un taux de refus inconnu), présentent une teneur en carbone élevée et anormalement variable au cours du temps (courbe 'sans EG'). La teneur en carbone, corrigée à partir de la teneur en CaCO<sub>3</sub> selon la méthode indiquée précédemment (courbe 'avec EG'), varie beaucoup moins, conformément à ce que l'on peut attendre. De plus, elle est très inférieure à la concentration brute donnée par le laboratoire.

Nous avons souligné précédemment la nécessité de prendre en compte une profondeur de mesure au moins égale à la profondeur de labour (ancienne profondeur si le labour est arrêté). Cette remarque est confirmée par la figure 8 qui montre les résultats obtenus sur le traitement « agriculture de conservation » de l'essai de La Cage (INRA de Versailles). Après 18 ans de non labour, on observe un profil très différencié de N organique, et un profil très similaire de minéralisation d'azote. Bien que le taux de minéralisation de la couche 10-25 cm soit inférieur à celui de la surface, la contribution de cette couche à la minéralisation cumulée reste très importante. Une mesure du stock de N organique en surface ne permet donc pas de prévoir la capacité de minéralisation du sol en azote.

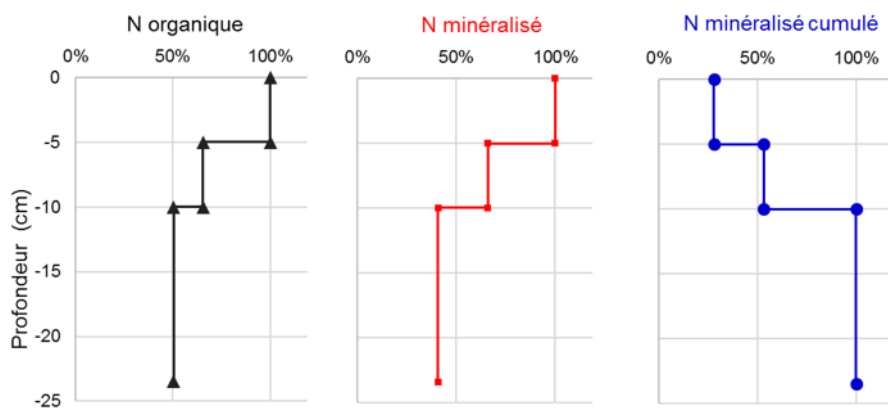


Figure 8. Profils observés sur le traitement « agriculture de conservation » de l'essai de longue durée de La Cage (Versailles) : a) N organique ; b) N minéralisé en incubation ; c) N minéralisé cumulé. Toutes les valeurs sont exprimées en valeur relative par rapport à la couche 0-5 cm (Autret et al., 2017)

#### 4. Recommandations

Nous proposons des améliorations dans la chaîne de prélèvement-analyse-calcul :

##### Protocole de prélèvement :

La date de prélèvement la plus favorable pour calculer des stocks d'éléments est la récolte, avant tout travail du sol. Cette période permet en effet de se situer loin de la dernière opération de travail du sol, d'avoir une masse volumique moins variable, et de ne pas inclure dans le prélèvement les derniers résidus de récolte qui sont en surface du sol. Si l'on veut faire un suivi dans le temps, les sites de prélèvement doivent être repérés précisément et les mesures faites dans un rayon de 2 m autour de ces sites.

##### Profondeur de prélèvement :

Elle doit être suffisante, **au moins égale à la plus grande profondeur de travail du sol** déjà pratiqué sur la parcelle. Une profondeur standard de 30 cm semble bien adaptée dans la plupart des sols, sauf ceux qui sont travaillés sur une profondeur moindre depuis longtemps (cas des sols de craie par exemple). La profondeur ne doit pas être modifiée au cours du temps.

On peut envisager de réaliser une mesure supplémentaire si l'on souhaite aussi connaître la concentration en carbone à la surface du sol (par exemple 0-5 cm) qui influe sur les propriétés physiques du sol (résistance à l'érosion, infiltrabilité, etc.). Cependant, même si le sol est définitivement géré en TCS ou en semis direct, il faut continuer de faire des prélèvements sur l'ancienne profondeur de labour car cette couche contribue significativement à la fourniture d'éléments minéraux et à la minéralisation d'azote, comme nous venons de le montrer.

##### Tamissage au laboratoire :

Il faut chercher à avoir un refus au tamisage minimal. Dans le calcaire tendre (telle qu'une rendzine sur craie), le refus devrait être quasi nul. Si ce n'est pas le cas, la teneur en éléments grossiers de l'échantillon de sol confié au labo devrait **systématiquement être fournie au demandeur d'analyse**. Dans certains cas (sols de craie), le refus contient aussi du C et N. Il faut alors mesurer la teneur en C et N dans le refus.

#### Masse volumique :

Cette mesure reste difficile à réaliser en dehors des sites expérimentaux. Pourtant, la masse volumique peut varier notablement en fonction du type de sol et du mode de travail du sol appliqué. Il faut bien préciser la méthode de mesure de la masse volumique : densité globale ou densité de terre fine. Dans les sols caillouteux, la teneur en éléments grossiers doit être impérativement prise en compte : soit directement mesurée, soit fournie par le laboratoire si on lui fournit un échantillon de sol représentatif.

#### Qualité d'analyse :

Un laboratoire, même accrédité, peut fournir des résultats comportant des erreurs aléatoires et/ou systématiques. Une méthode de détection et de correction possible de ces erreurs consiste à intercaler dans les séries d'analyse un échantillon de sol témoin, par exemple tous les 20 échantillons. La justesse de l'analyse peut aussi dériver entre 2 périodes successives de mesure. Lorsqu'on veut caractériser l'évolution des stocks au cours du temps, il est indispensable de ré-analyser à la date t2 quelques échantillons préalablement analysés à la date t1 pour vérifier l'absence de dérive.

#### Calcul du stock d'élément :

De nombreuses variantes de calcul du stock sont possibles. Pour caractériser l'évolution des stocks d'éléments de façon rigoureuse, nous proposons un modèle de calcul unique applicable à toutes les situations, avec calcul à masse équivalente de sol. Ce modèle est diffusé librement.

Ces améliorations très souhaitables ne deviendront effectives qu'avec le concours actif des laboratoires d'analyse. Sans ce concours, elles resteront cantonnées aux expérimentations de recherche.

### **Références bibliographiques**

- Autret B, Mary B, Chenu C, Balabane M, Girardin C, Bertrand M, Grandeau G, Beaudoin N (2016) Alternative arable cropping systems: a key to increase soil organic carbon storage? Results from a 16 year field experiment. *Agriculture, Ecosystems and Environment*, 232: 150–164.
- Autret B, Guillier H, Pouteau V, Mary B, Chenu C (2017) Similar mineralization rates of soil organic carbon and nitrogen in four alternative arable cropping systems. *European Journal of Soil Science*, soumis.
- Baize D (2006) *Guide des analyses courantes en pédologie*. QUAE éditions, 266 pp.
- Bigorre F, Tessier D, Pedro G (2000) Contribution des argiles et des matières organiques à la rétention de l'eau dans les sols. *C. R. Acad. Sci. Paris*, 330: 245-250.
- Bruchou C, Mary B (2007) Analyse statistique de caractéristiques permanentes et non-permanentes du sol d'une parcelle agricole. *Agriculture de précision*, QUAE Editions, 292 pp.
- Chlébowski F, Labreuche J, Ferchaud F, Mary B (2017) *SEME* : un applicatif de calcul des stocks d'éléments à masse équivalente de sol. Notice explicative, INRA Laon.
- Dimassi B, Mary B, Wylleman R, Labreuche J, Couture D, Piraux F, Cohan JP (2014) Long-term effect of contrasted tillage and crop management on soil carbon dynamics during 41 years. *Agriculture, Ecosystems and Environment*, 188: 134-146.
- Ferchaud F, Vitte G, Mary B (2016) Changes in soil carbon stocks under perennial and annual bioenergy crops. *GCB Bioenergy*, 8: 290-306, doi: 10.1111/gcbb.12249
- Gras R (1995) Sols caillouteux et productions végétales. QUAE éditions, 178 pp.
- Mary B, Cohan JP, Dimassi B, Recous S, Laurent F (2014) Effet du travail du sol sur les cycles biogéochimiques du carbone et de l'azote : compréhension des mécanismes et conséquences pour la gestion des pratiques agricoles. "*Faut-il travailler le sol ?*", QUAE éditions, Versailles, 63-88.