

comifer



11<sup>èmes</sup>

RENCONTRES

de la fertilisation raisonnée et de l'analyse



11<sup>èmes</sup> Rencontres de la fertilisation raisonnée et de l'analyse – 20 et 21 novembre 2013

# Utilisation de la méthode d'analyse des carbonates résiduels pour étudier le devenir au champ des amendements minéraux basiques carbonatés

Jean-Yves Baliteau (SADEF), Alain Bouthier (Arvalis)  
François-Xavier Gaumont (MEAC), Caroline Le Roux (LDAR)

# Sommaire

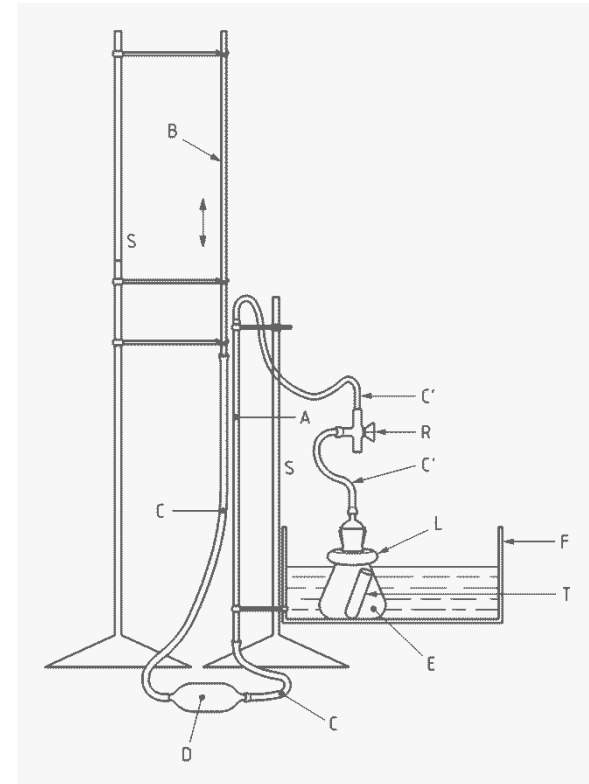
- Rappel de la finalité et du principe la méthode
- Validation de la méthode
- Hypothèses de travail
- Utilisation en incubation
- Utilisation au champ
  - en conditions d'incorporation « parfaites »
  - en conditions agricoles

# Finalité de la méthode

- Limites des indicateurs traditionnels pH et S/CEC
  - Mélange, broyage, eau -> l'effet de la VN apportée est surestimé
- Besoin de comparer sans biais l'efficacité des produits à un temps t
  - $\text{CaCO}_3$  apporté ->  $\text{CaCO}_3$  restant : pas d'efficacité
  - $\text{CaCO}_3$  apporté ->  $\text{CaCO}_3$  dissout : efficacité
- Indicateur d'efficacité : taux de dissolution effectif à un temps t
  - $(\text{CaCO}_3 \text{ apporté} - \text{CaCO}_3 \text{ restant}) \times 100 / \text{CaCO}_3 \text{ apporté}$
- Comment mesurer le carbonate restant ?
  - Adaptation de la mesure du calcaire total (SADEF /J.Y. Baliteau)
  - Précision améliorée
  - Méthode normalisée européenne TS 16375

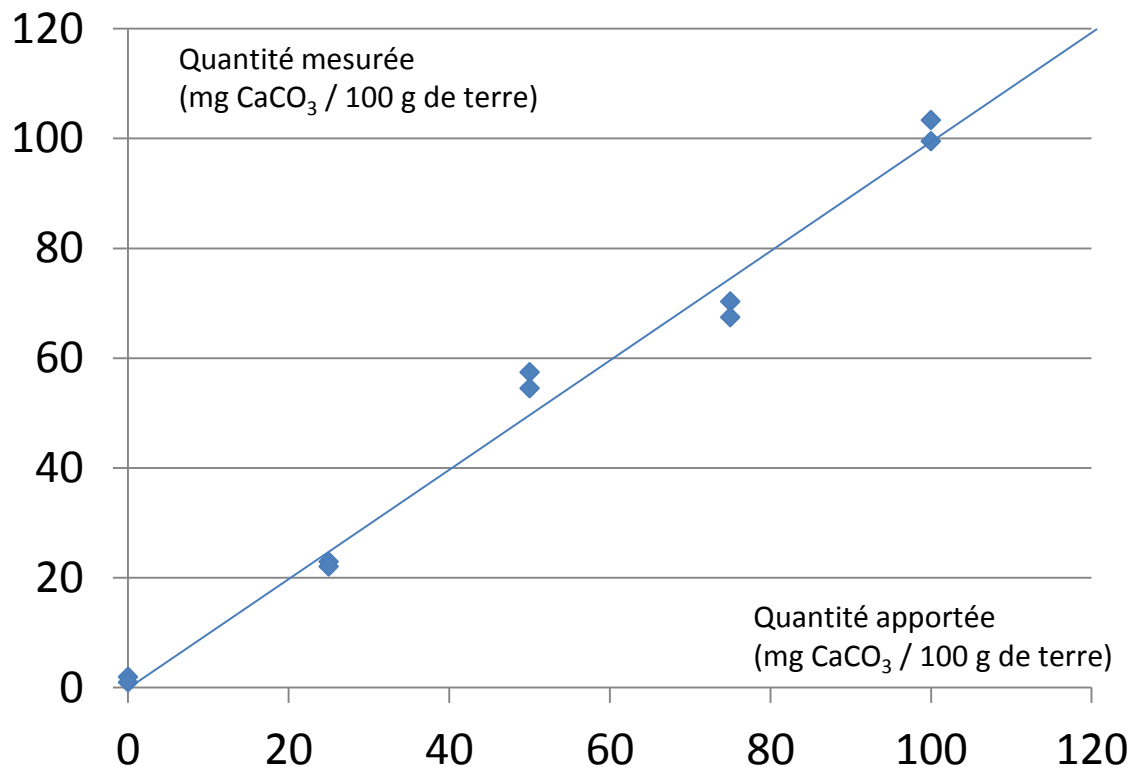
# Principe de la méthode (calcimètre)

- Verrerie plus fine
  - Broyage fin du sol
  - Pièce thermostatée
  - Erlenmeyer en bain thermostaté
  - Pression atmosphérique stable
  - Déroulement minuté
  - Ajouts dosés
- Attention à s'assurer de l'absence de calcaire total initial
  - Dans le cas contraire, ne pas oublier d'en tenir compte (on en trouve bien avant pH 7)
  - Attention à la représentativité de l'échantillon, plus particulièrement s'il y a peu de particules par unité de volume (cas des particules grossières)



# Validation de la méthode

Relation entre  $\text{CaCO}_3$  apporté et  $\text{CaCO}_3$  mesuré



$$y = 0,9856 x + 0,73, R^2 = 0,9853$$

Carbonate 0/160  $\mu$ , prise d'essai 20 g

Limite de détection : 7 mg  $\text{CaCO}_3$  / 100 g de terre

Limite de quantification : 22 mg  $\text{CaCO}_3$  / 100 g de terre

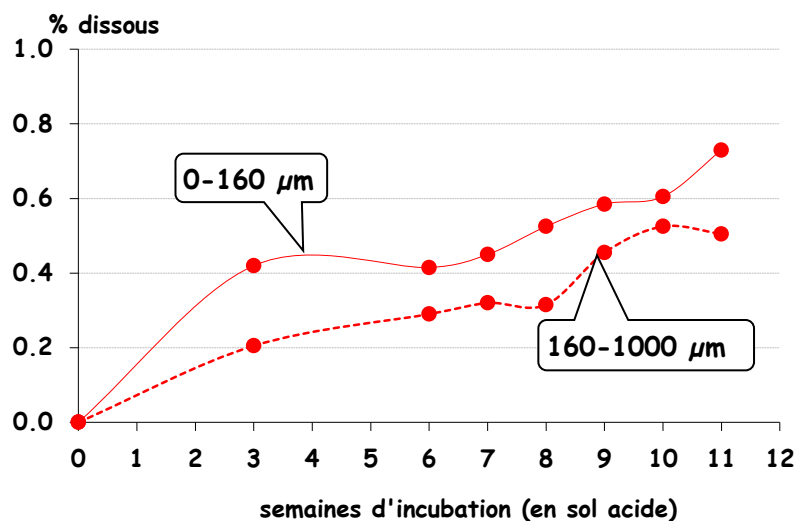
# Hypothèses de travail

- La cinétique de dissolution n'est pas linéaire et dépend de :
  - La finesse des particules
  - L'acidité du milieu
  - La qualité de la dispersion des particules  
(liée au nombre de particules et au travail du sol)
- D'autres facteurs interviennent aussi mais ne sont pas contrôlables
  - La température
  - L'humidité

# Essai en incubation (SADEF) 1/2

Aux incertitudes expérimentales près,

- Pour les produits contenant des particules fines, la cinétique de dissolution ne semble pas linéaire : rapide au début, plus lente ensuite
- Les taux de dissolution semblent plus élevés avec les produits fins en sol acide (ligne 1) qu'avec les produits grossiers en sol neutre (ligne 4)



pH	Granulo	Temps en semaines									
		s3	s4	s5	s6	s7	s8	s9	s10	s11	
Acide (5,6)	0-160µ	47	27	-	42	53	58	59	60	77	
Neutre (6,8)	0-160µ	37	32	-	41	37	47	58	61	69	
Acide (5,6)	160µ-1mm	23	14	-	34	39	36	44	50	55	
Neutre (6,8)	160µ-1mm	18	21	-	24	25	27	47	55	46	

Evolution du taux de dissolution en % selon le pH, la finesse et le temps sur la modalité dose 1 ‰ suivie 1 fois par semaine sans répétition



# Essai en incubation (SADEF) 2/2

- A 1 mois, plus la dose est importante, plus le taux de dissolution diminue (modalité 1 mois, produit 0-160  $\mu$ ). C'est moins évident ensuite à 2 mois.

Dose (g CaCO <sub>3</sub> /kg)	Taux de dissolution (%)	Groupes homogènes (Newman et Keuls)
0,25	53,5	A s = 26,03
0,50	36,4	AB s = 3,58
0,75	26,4	B s = 3,40
1,00	22,1	B s = 8,08

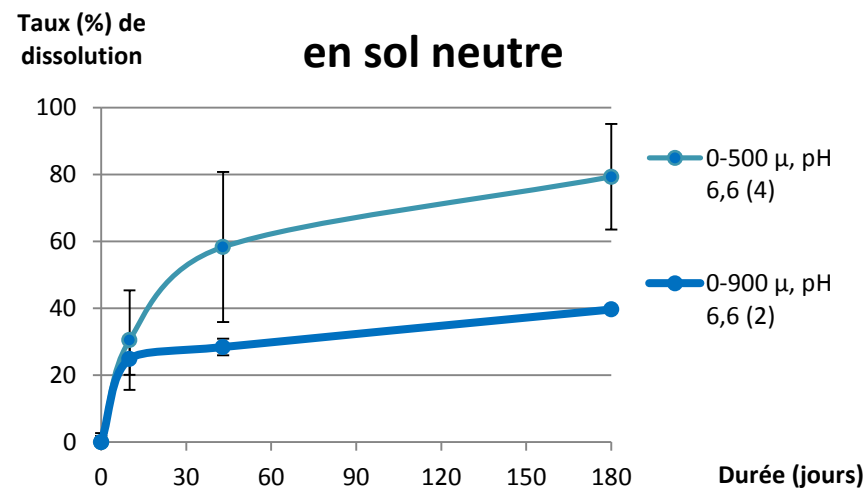
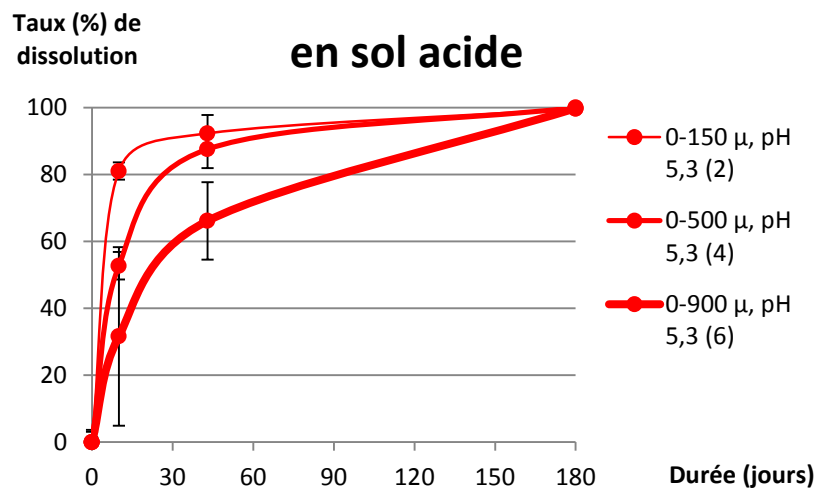
- Résultats comparables obtenus par Ciezielski (EGS Vol 3 2008) : plus la dose augmente, plus l'efficacité ( $\Delta$  pH et  $\Delta$  CEC<sub>cob.</sub>) diminue
- Fortes hétérogénéités liées à la localisation dans le dispositif (effets de bordure) et à la maîtrise du tassement

# Essai au champ en conditions d'incorporation parfaites (LDAR)

- vérification préalable de l'absence de carbonate
- sol acide et sol neutre de caractéristiques proches :  
16,5 % d'argile, ~ 1,5 % de M.O. et ~ 10 cmol/kg de CEC<sub>cob</sub>)
- Mélange préalable (sol + amendement) à la bétonnière pendant 20 minutes
- 36 pots de 30 litres percés et enterrés au champ en sol nu
- 2 pH initiaux (5,3 et 6,6) x 3 produits (0-150 µ, 0-500 µ, 0-900 µ)
- 3 pots par modalité avec 8 prélèvements regroupés avec 2 mesures à chaque date
- 4 dates (initial, t+10 j, t+43 j, t+180 j, du 7/9/2010 au 8/3/2011)
- indicateur : Taux de dissolution à t<sub>x</sub> en % =  
(CaCO<sub>3</sub> à t<sub>0</sub> - CaCO<sub>3</sub> restant à t<sub>x</sub>) x 100 / CaCO<sub>3</sub> à t<sub>0</sub>), pot par pot

Produits	Origine	Finesse	Solubilité carbonique	VN	Dose
0-150 µ	Erbray (44)	80 % à 50 µ 100 % à 1,6 mm	78,3	55	3 t/ha 1650 kg de VN
0-500 µ	Erbray (44)	80 % à 100 µ 100 % à 1,6 mm	63,6	55	3 t/ha 1650 kg de VN
0-900 µ	Erbray(44)	80 % à 315 µ 100 % à 1,6 mm	45,5	55	3 t/ha 1650 kg de VN

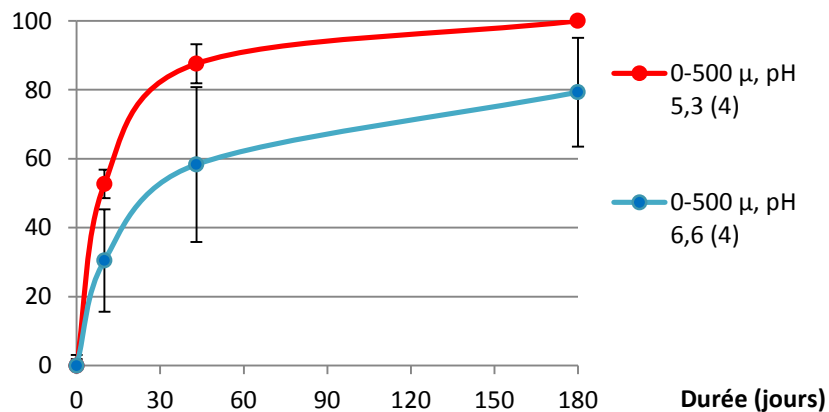
# Effet de la finesse sur le taux de dissolution en conditions d'incorporation parfaites



# Effet du pH initial sur le taux de dissolution en conditions d'incorporation parfaites

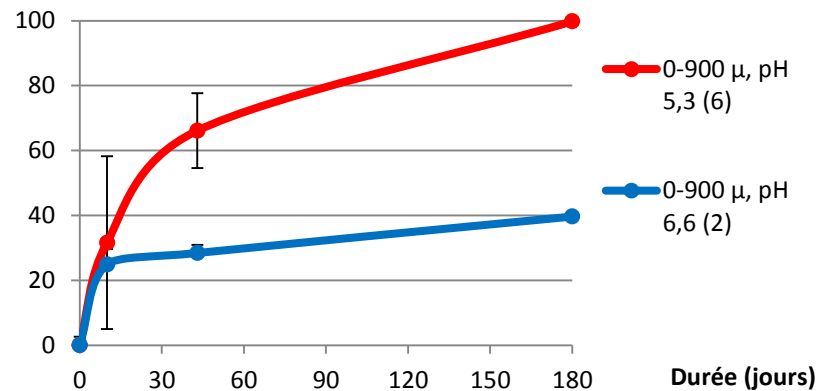
Taux (%) de dissolution

avec 0-500  $\mu$



Taux (%) de dissolution

avec 0-900  $\mu$



# Effet de la dispersion des particules

Ce critère n'est pas étudié dans ce dispositif  
(incorporation « parfaite »)

La comparaison des taux de dissolution dans des modalités (produit et pH) similaires dans les essais Arvalis indiquent que pour obtenir les mêmes taux de dissolution, il faut de l'ordre de 4 fois plus de temps en conditions de travail du sol usuel qu'en travail du sol « parfait ».

# Essais au champ en conditions agricoles (ARVALIS)

<b>Sites</b>	La Jaillière (44370 La Chapelle Saint Sauveur)	Saint Jean de Brévelay (56660)
<b>Type de sol</b>	Limon argileux sur altérite de schiste, pH eau:6.3, % MO:2.3, CECMetson: 9.4 cmol.kg <sup>-1</sup>	Limon sableux sur schiste, pH eau:5.4, % MO:3.3, CECMetson: 10.5 cmol.kg <sup>-1</sup>
<b>Date de mise en place</b>	2 avril 2009	2 avril 2009
<b>Modalités d'apport</b>	Apport manuel (3 à 4 passages /parcelle)	Apport manuel (3 à 4 passages /parcelle)
<b>Modalités d'incorporation</b>	Deux passages de rotavator ( profondeur de 10.5 cm)	Un passage de rotavator (profondeur de 12 cm)

## 3 fractions granulométriques d'un carbonate de l'usine MEAC d'Écouché (61): VN 55 %

Type de granulométrie	Finesse (%) à 800 $\mu$	Finesse (%) à 315 $\mu$	Solubilité carbonique (%) (<1.6 mm)	Dose d'apport kg CaO/ha
0-100		99.7	84	1000
				2000
100-700	99	75.4	30	1000
				2000
800-1200	37.5	9.6	10	1000
				2000

# Essais au champ en conditions agricoles (ARVALIS)

## La Jaillière

### *Les deux essais*

Travail superficiel

Travail superficiel

Blé tendre

Féverole d'hiver

## St Jean de Brévelay

Labour

Travail superficiel

Mais fourrage

Triticale

Sol cultivé

Sol nu non travaillé

Apport  
2 avril  
2009

2009

2010

2011

2012

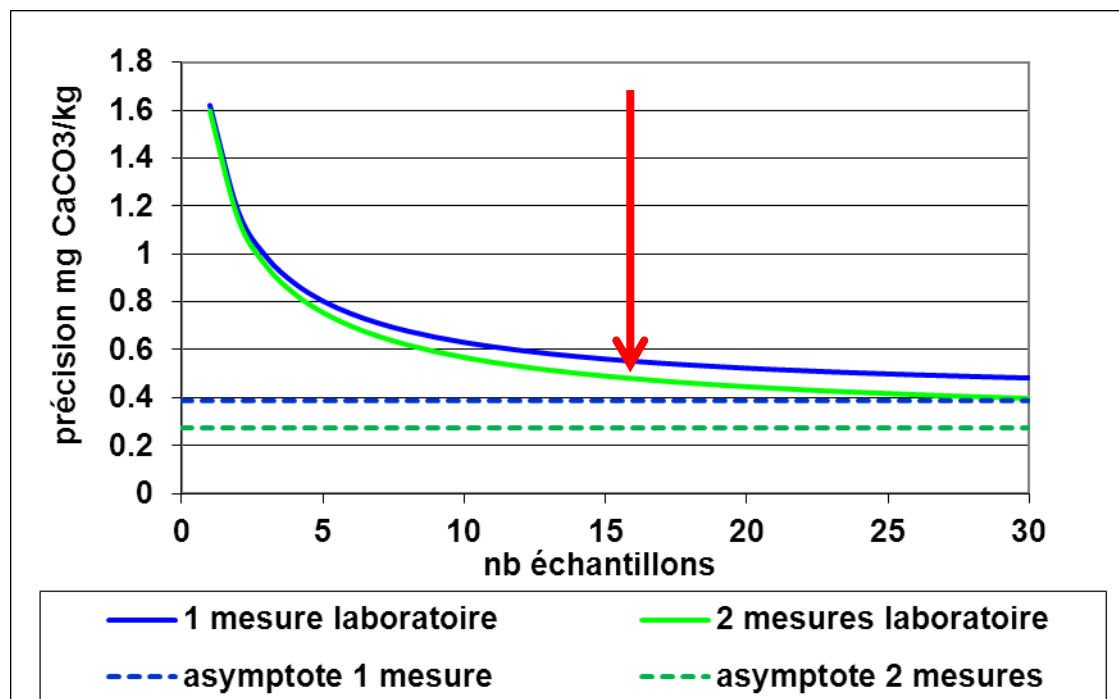
# Essais au champ en conditions agricoles (ARVALIS)

Test méthodologique sur essai de La Jaillière : apport 2000 kg CaO/ha (3.63 t CaCO<sub>3</sub>/ha), de la fraction 800-1200 μ

- Nombre de prises au champ
- Nombre de mesures au laboratoire

Apport de 3.64 t CaCO<sub>3</sub>/ha dans 1190 t/ha de terre fine  
➔ 3.05 g CaCO<sub>3</sub>/kg

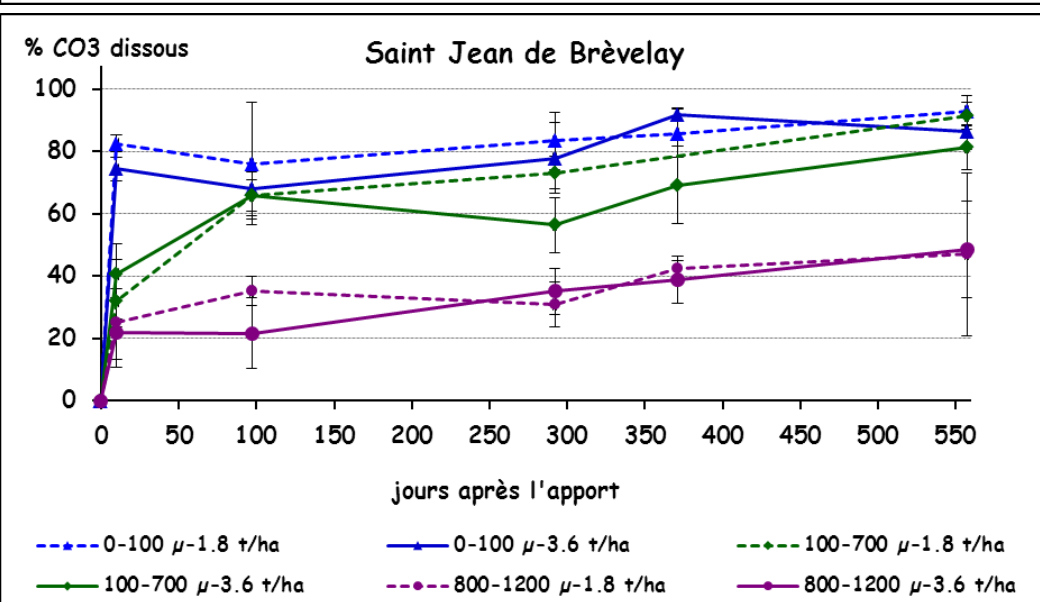
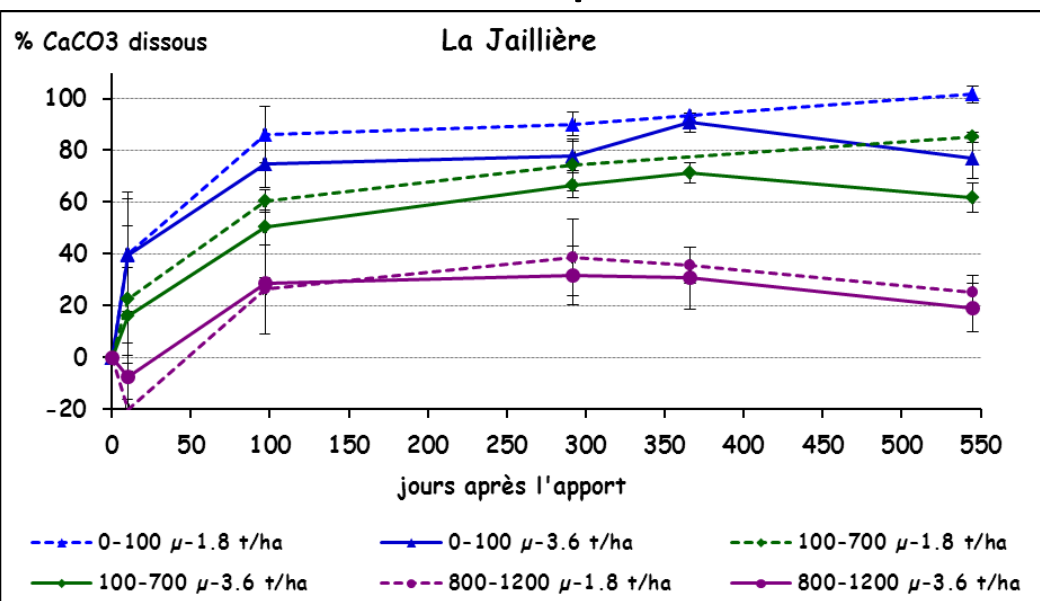
Précision de 0.5 g CaCO<sub>3</sub>/kg  
➔ 600 kg CaCO<sub>3</sub>/ha



**15 prises et 2 mesures par échantillon broyé à 100 μ, ont été retenus pour la suite de l'étude**



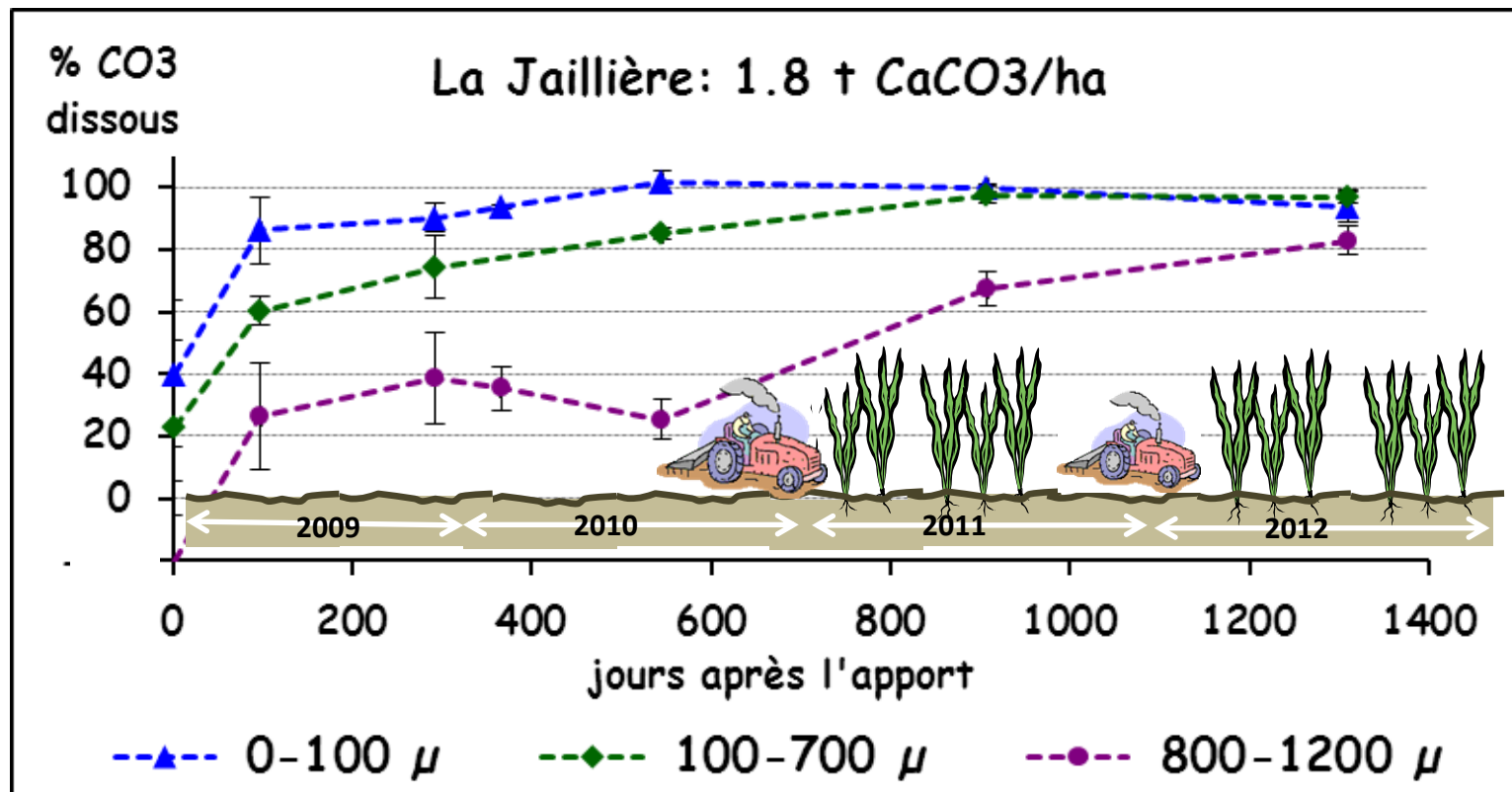
# Essais au champ en conditions agricoles (ARVALIS)



## Sur 18 mois en sol nu non travaillé

- Vitesse de dissolution plus rapide au départ
- Effet de la granulométrie sur la cinétique de dissolution
- Faible effet de la dose sur le taux de dissolution (tendance sur 0-100 et 100-700)
- Cinétiques comparables entre les deux sites: plus rapide au départ sur sol acide

# Essais au champ en conditions agricoles (ARVALIS)

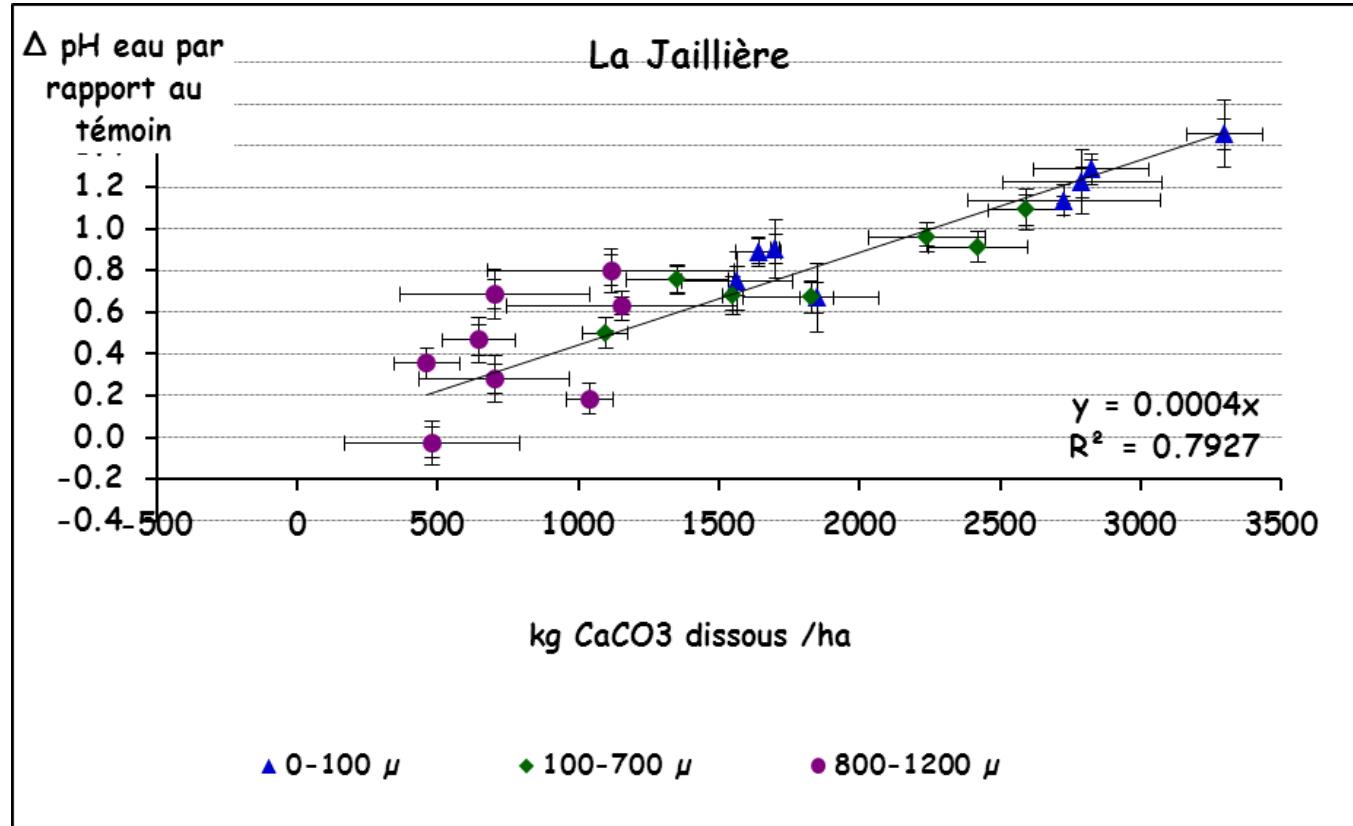


Poursuite de la dissolution des produits 100-700 μ et 800-1200 μ, au cours des campagnes 2011 et 2012, sur les deux sites

- en présence de culture
- avec travail du sol

# Essais au champ en conditions agricoles (ARVALIS)

Relation entre le pH eau et la dissolution des carbonates



Dans la gamme de granulométrie des produits testés dans les deux essais:

- La mesure du pH eau rend bien compte de la dissolution des carbonates
- Dispersion un peu plus importante pour la granulométrie plus grossière en lien avec la variabilité plus forte de la mesure de carbonates résiduels

# Conclusions sur la mesure des carbonates restants

- Cette méthode permet de mieux rendre compte de la dissolution et de l'efficacité des amendements minéraux basiques carbonatés à un temps  $t$ .
- Sa limite est la représentativité de l'échantillon prélevé, surtout s'il y a peu de particules.
- La méthode est plus adaptée au suivi des essais qu'à une analyse de terre en routine.
- Des travaux sont en cours pour valider un modèle de dissolution et contribuer au bilan de protons (cf. poster).

# Conclusions générales sur les cinétiques de dissolution

- **Evolution similaire des taux de dissolution des carbonates dans les différents dispositifs expérimentaux : phase initiale de dissolution plus rapide des particules les plus fines, suivie d'une dissolution plus lente.**
- **Impact important de la granulométrie des amendements sur la cinétique de dissolution.**
- **Impact du pH initial du sol.**
- **Forte interaction avec le travail du sol :**
  - **Dissolution complète à moyen terme des amendements plus grossiers dans des systèmes de culture avec travail du sol**
  - **Quelle cinétique de dissolution en cas d'incorporation nulle ou réduite ?**



**Merci de vos questions**

Photo ARVALIS: épandage produits à St Jean de Brévelay