



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



THESE  
présentée à  
L'UNIVERSITE DE NANCY I  
pour l'obtention du grade de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE NANCY I

par

NATA SUHARTA

***Etude biodynamique de trois humus forestiers  
modèles de l'Est de la France:  
Caractérisation fine des matières organiques par  
fractionnement granulométrique, datation <sup>14</sup>C et  
observations ultrastructurales***

Soutenue publiquement le 10 Juillet 1992  
devant la Commission d'Examen

Membres du Jury

- MM. A. HERBILLON, Professeur à l'Université de Nancy I, Président
- F. ANDREUX, Directeur de Recherche au CNRS
- J. BALESSENT, Directeur de Recherche à l'INRA Versailles, Rapporteur
- C. FELLER, Directeur de Recherche à l'O.R.S.T.O.M.
- B. GUILLET, Directeur de Recherche à l'Université d'Orléans, Rapporteur
- F. TOUTAIN, Directeur de Recherche au CNRS



## AVANT PROPOS

*Que tous ceux qui m'ont aidé dans la réalisation de ce mémoire soient chaleureusement remerciés.*

*Ma première pensée est pour M. F. TOUTAIN, Directeur de Recherche au Centre de Pédologie Biologique du CNRS de Nancy, qui m'a fait profiter de son expérience sur l'étude de la biodynamique de trois types d'humus modèles forestiers. Ses précieux conseils et les discussions que nous avons pu avoir tout au long de mes travaux, ont conduit à une véritable collaboration. C'est grâce à lui que ce travail a vu le jour. Je le remercie aussi pour ses rares qualités humaines, son amitié et son aide dans les moments difficiles.*

*Ma très grande reconnaissance va également à M. le Professeur A. HERBILLON, Directeur du Centre de Pédologie Biologique du CNRS de Nancy qui m'a accueilli dans son laboratoire et pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider le Jury.*

*J'adresse toute ma gratitude à M. B. GUILLET, Professeur à l'Université d'Orléans et M. J. BALESSENT, Chargé de Recherches à l'I.N.R.A. Versailles, qui m'ont fait partager ces expériences scientifiques sur l'étude de la dynamique de matière organique du sol par datation au  $^{14}\text{C}$ . Leur vue dans les problèmes des datations par  $^{14}\text{C}$  naturel est très large. Les discussions que nous avons pu avoir ont été très utiles. Je les remercie également d'avoir accepté de faire partie de ce Jury.*

*Je remercie M. C. FELLER, Directeur de Recherches à l'O.R.S.T.O.M de Montpellier qui m'a fait profiter de ses connaissances et de ses précieux conseils sur la méthode de fractionnement granulométrique et qui m'a fait l'honneur d'avoir accepté de faire partie de mon Jury. Monsieur F. ANDREUX, Directeur de Recherches au Centre de Pédologie Biologique du CNRS de Nancy d'avoir accepté de juger ce mémoire, je tiens donc à l'en remercier.*

*Je doit remercier M. R. JAEGY, le maître de la datation au  $^{14}\text{C}$  du Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques du CNRS de Nancy qui m'a accueilli amicalement dans son laboratoire et qui m'a fait partager son expérience sur la préparation et la mesure d'activité  $^{14}\text{C}$  naturel de la matière organique du sol. Ce travail a une part importante dans la réalisation de ce mémoire. Ses conseils et son aide tout au long de ce travail m'ont été très utiles.*

*Je remercie Mme. G. VILLEMIN pour sa disponibilité et ses précieux conseils et grace à qui j'ai pu mener à bien l'étude de la morphologie fine au microscope électronique à*

*transmission. Je remercie également M. J. ROUILLER pour son aide et qui m'a fait partager ses connaissances sur les analyses chimiques.*

*Mes remerciement vont aussi à Mme. M. J. BELGY pour ses conseils, sa disponibilité et son aide sur la mesure d'activité  $^{14}\text{C}$ , sur les extractions alcalines et sur la préparation du matériel d'étude.*

*Je tiens également à remercier chaleureusement Mme. T. CHONE, M. J. P. PORTAL, Mme. B. GERARD, M. G. BURTIN et M. MERCIER pour leurs aides divers. Je n'oublierai pas M. M. DOIRISSE pour avoir participé aux prélèvements d'échantillons sur le terrain.*

*Enfin mes remerciements vont aussi à tous ceux qui m'ont apporté leur aide et leur conseil au cours de ce travail et de mon séjour au Centre de Pédologie Biologique du CNRS de Nancy.*

## SUMMARY

This study was carried out on three types of model humus forests in West France. The first type is a moder from an ocre podzolic soil, from Bezange, characterized by a dominant activity of enchytraeids and microarthropods. The latter two brown acid soils from Sainte-Marie and Château Bréhain are of mull type characterized by a high activity of white rot fungi and earthworms respectively. The study on the biodynamic of the above types of humus consisted of fractionation of soil according to particle sizes and subsequent chemical and physical characterizations. This was followed by the measures on  $^{14}\text{C}$  activity, tests of extractibility in alkali and resistance to acid hydrolysis, and finally observations through a transmission electron microscope.

Although the environmental conditions in the three stations were comparable, we conclude that there are important differences in the evolution pedogenesis between ocre podzolic soil and the two brown acid soils. The gradient of the ages as a function of depth is low for ocre podzolic soil from Bezange (770 years/metre), somewhat high for brown acid soil from Château Bréhain (880 years/metre), and high for brown acid soil from Sainte-Marie (2620 years/metre).

The granulometric fractionation method adopted has shown a strong discontinuity of the  $^{14}\text{C}$  activity between the different fractions isolated. The youngest are found in the 200-2000  $\mu\text{m}$  and in the 50-200  $\mu\text{m}$  fractions (less than 50 years) and the oldest are found in the 2-20  $\mu\text{m}$  (250 years) and 0,2-2  $\mu\text{m}$  fractions (150 years). The fine clay particle (<0,2  $\mu\text{m}$ ) is the youngest fraction (90 years) which is found in the <50  $\mu\text{m}$  fractions. The fractionation by alkali showed a good correlation between the age and the degree of extractibility where the old organic fractions have a lower extractibility. The ultrastructural observations showed the presence of the plant debris in all the fractions of ocre podzolic soil from Bezange, but not from the brown acid soils. In the latter soil, very fine organo-mineral association like a "pate" are responsible for the binding between the recognizable constituents.

Key words: Biodynamic of humus, brown acid soil, datation  $^{14}\text{C}$ ,  $^{13}\text{C}$ , granulometric fractionation, beech, mull, moder, organic matter, ocre podzolic soil, ultrastructure.

---

## LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

## A. MATERIEL ET METHODES

Tableau

Tableau I.1: Dates des différents prélèvements dans les trois stations étudiées	13
---	----

Figure

Figure I.1 : Localisation des sites d'études (échelle 1: 500.000)	05
Figure II.1 : Concentration en $^{14}\text{C}$ du $\text{CO}_2$ atmosphérique depuis 1958. La courbe supérieure représente les variations en fonction du temps dans l'hémisphère nord et les courbes inférieures, montrent les variations dans l'hémisphère sud (DELIBRIAS, 1985)	17
Figure II.2 : Un exemple de courbe de densité de répartition $q(i)$ des âges $i$ et de la densité de répartition $p(j)$ des temps de transit $j$ correspondant. $I$ est l'âge moyen ou temps moyen de résidence (TMR), $J$ est le temps de transit moyen ou le temps de turnover (BALESDENT, 1982)	19
Figure II.3 : Distribution exponentielle des âges $q(i)$ et des temps de transit $p(j)$ correspondants (BALESDENT, 1982).	20
Figure II.4 : Relation entre l'activité $^{14}\text{C}$ et l'âge moyen dans le cas d'une distribution exponentielle des âges (courbe construit pour l'anne 1991 dans l'hémisphère nord)(BALESDENT, 1982).	22

## B. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau

Tableau I.1 : Variations stationnelles de la teneur en carbone et en azote, et de la distribution des différentes fractions granulométriques des horizons A1 prélevés dans les trois stations étudiées.	29
Tableau I.2 : Densité apparente des différents horizons pédologiques des trois stations.	31
Tableau I.3 : L'analyse des éléments totaux des litières et des sols globaux (en%) des trois stations étudiées	33
Tableau II.1 : Teneurs en carbone et en azote, rapport C/N, activité $^{14}\text{C}$ et concentration en $\delta^{13}\text{C}$ des feuilles vertes de hêtre et des litières des trois stations étudiées.	37
Tableau II.2 : Activité $^{14}\text{C}$ mesurée ( $\delta^{14}\text{C}$ ) et corrigée ( $\Delta^{14}\text{C}$ ), concentration en $\delta^{13}\text{C}$ , âge apparent et âge corrigé dans les trois stations étudiées.	40
Tableau II.3: Activité $^{14}\text{C}$ du C-labile de chaque horizon du sol brun acide de Château Bréchain	52

Tableau III.1 : Différentes méthodes de dispersions testées dans les horizons A1 de Bezange, Sainte-Marie et Château Bréhain.	54
Tableau III.2 : La répartition du poids, du carbone et de l'azote issue du fractionnement granulométrique des horizons A1 des trois stations de Bezange, de Ste. Marie et de Château Bréhain.	65
Tableau III.3 : L'analyse des éléments totaux des fractions granulométriques des trois stations étudiées, exprimées en ‰.	70
Tableau III.4 : Extraction par le réactif de TAMM dans les différentes fractions granulométriques (exprimées en ‰ du sol et en % de l'élément total).	75
Tableau III.5 : Comparaison des teneurs en carbone et en azote, rapports C/N, activités $\delta^{14}\text{C}$ , âges apparents et âges corrigés des différentes fractions granulométriques de l'horizon A1 de Château Bréhain obtenues par les deux méthodes de fractionnement.	77
Tableau III.6 : Teneur en carbone et en azote, rapport C/N, activité $\delta^{14}\text{C}$ , âges apparents et corrigés des différentes fractions des horizons A1 des trois sols étudiées.	79
Tableau III.7 : Activités des fractions regroupées des trois stations étudiées.	82
Tableau III.8 : Extraction par le pyrophosphate de sodium à pH 9,7 de la matière organique des différentes fractions des trois horizons A1 étudiés.	84
Tableau III.9 : Bilan du carbone et de l'azote après hydrolyse acide des fractions fines (<2 $\mu\text{m}$ ) des horizons A1 des trois stations étudiées.	87
Tableau III.10 : Répartition des formes de l'azote (en % de N-total) après hydrolyse acide des fractions fines (<2 $\mu\text{m}$ ) dans les trois stations étudiées.	88
Tableau III.11 : Activités $^{14}\text{C}$ des résidus et des hydrolysats des fractions fines (<2 $\mu\text{m}$ ) les horizons A1 des trois stations étudiées.	91

### Figure

Figure II.1 : Répartition des âges en fonction de la profondeur dans les trois stations étudiées.	42
Figure II.2 : Courbe des valeurs d'activité $^{14}\text{C}$ de 1983 à 1989 des feuilles (II.2a) et courbe théorique des densité de répartition des âges dans une litière de 7 ans (II.2b).	47
Figure II.3 : Courbe théorique liant l'activité des feuilles avec le pourcentage de $\text{CO}_2$ et l'activité $^{14}\text{C}$ du $\text{CO}_2$ provenant du sol utilisé lors de la photosynthèse (l'activité $^{14}\text{C}$ de l'atmosphère étant de 150‰).	49
Figure II.4: Activité $^{14}\text{C}$ en fonction de l'inverse de la teneur en carbone des horizons	51
Figure III.1 : Action du temps d'agitation (2 heures ou 15 heures). Effet sur la répartition en poids (Figure III.1a), en carbone (Figure III.1b) et en azote (Figure III.1c) dans l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange (représentations cumulées).	55



- Figure III.2 : Action du temps d'agitation (2 heures ou 15 heures). Effet sur la répartition en poids (Figure III.2a), en carbone (Figure III.2b) et en azote (Figure III.2c) dans l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie (représentations cumulées). 56
- Figure III.3 : Action de l'hexamétaphosphate de sodium. Effet sur la répartition du poids (Figure III.3a), du carbone (Figure III.3b) et de l'azote (Figure III.3c) des fractions obtenues à partir de l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie (représentations cumulées). 58
- Figure III.4 : Action des ultrasons. Effet sur la répartition du poids (Figure III.4a), du carbone (Figure III.4b), et de l'azote (Figure III.4c) des fractions obtenues à partir de l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie (représentations cumulées). 59
- Figure III.5 : Répartition du carbone organique avec deux méthodes de fractionnement testées dans le sol ocre podzolique de Bezange (Figure III.5a) et dans le sol brun acide de Sainte-Marie (Figure III.5b)(représentations cumulées). 60
- Figure III.6 : Organigramme du fractionnement granulométrique -Méthode I(BRUCKERT et al., 1978). 61
- Figure III.7 : Organigramme du fractionnement granulométrique -Methode II. 62
- Figure III.8 : Répartition pondérale des fractions granulométriques des trois horizons A1 des stations étudiées. 64
- Figure III.9 : Répartition du carbone (Figure III.9a) et de l'azote (Figure III.9b) dans les fractions granulométriques des horizons A1, exprimées en mg.g<sup>-1</sup> de fraction. 67
- Figure III.10 : Répartition du carbone (a) et de l'azote (b) dans les différentes fractions des horizons A1, exprimées en % du carbone et de l'azote total. 68
- Figure III.11 : Valeurs du rapport C/N en fonction de la taille des particules dans les horizons A1 des trois stations étudiées. 69
- Figure III.12 : Relation entre la teneur en carbone (%) et la perte au feu (‰) dans les différentes fractions des horizons A1 des trois stations. 71
- Figure III.13 : Répartition des éléments totaux de la silice (Figure III.13a), du fer (Figure III.13b) et de l'aluminium (Figure III.13c) dans les fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées, exprimées en ‰. 72
- Figure III.14 : Répartition des éléments de bases des fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées. 73
- Figure III.15 : Répartition des teneurs en fer (Figure III.15a) et en aluminium (Figure III.15b) (exprimées en ‰) extraits par le réactif de TAMM sur les différentes fractions des trois horizons A1 étudiées. 76
- Figure III.16 : Répartition des activités <sup>14</sup>C des différentes fractions organiques des horizons A1 des trois stations. 81
- Figure III.17 : Matrice de répartition des activités des différentes fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées (BZ=Bezange, SM=Sainte-Marie, CB=Château Bréhain). 83
- Figure III.18 : Répartition de l'humine en fonction de la taille des particules. 85

- Figure III.19 : Répartition des différentes formes d'azote, exprimées en % de l'azote total, après hydrolyse acide des fractions  $< 2\mu\text{m}$  des horizons A1 des trois stations d'étude. 90
- Figure III.20 : Activité  $^{14}\text{C}$  et pourcentage du carbone extractible par pyrophosphate de sodium à pH 9,7 dans les différentes fractions granulométriques des trois horizons A1. 113
- Figure III.21 : Répartition du C-ancien (Figure III.21a) et C-jeune (Figure III.21b) dans les différentes fractions des trois stations étudiées (représentations cumulées). 117
- Figure III.22 : Répartition du C-ancien (Figure III.22a) et du C-jeune (Figure III.22b) dans l'ensemble des fractions, et répartition du C-ancien (Figure III.22c) et du C-jeune (Figure III.22d) dans les fractions inférieures à  $50\mu\text{m}$  (représentations cumulées). 118
-

## TABLE DES MATIERES

AVANT PROPOS	ii
RESUME	iv
SUMMARY	v
LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES	vi
TABLE DES MATIERES	x
INTRODUCTION	1
A. <u>MATERIEL ET METHODES</u>	
I. MATERIEL	3
I.1 PRESENTATION DES SITES D'ETUDES	4
1. Localisation des stations	4
2. Le climat	4
3. La roche mère	4
4. La végétation	6
I.2 LES SOLS	6
1. Sites d'études	6
2. Les profils pédologiques	7
3. Principaux organismes jouant un rôle dans la biodégradation et l'humification des humus des stations étudiées	11
3.1 Les pourritures blanches	11
3.2 Les enchytraéides	12
3.3 Les vers de terre anéciques	12
I.3 PRELEVEMENTS ET PREPARATION DES ECHANTILLONS	12
1. Prélèvements des échantillons	12
2. Préparation des échantillons	14
II. METHODES	15
II.1 UTILISATION DU <sup>14</sup> C POUR LA DATATION DES MATIERES ORGANIKES DU SOL	15
1. Généralités sur les datations	15
1.1 Principe	15
1.2 Facteurs intervenant dans l'activité <sup>14</sup> CO <sub>2</sub> atmosphérique et des composés végétaux	16
1.3 Mesures des activités <sup>14</sup> C	18
2. Notion sur la dynamique des compartiments	18
2.1 Le temps moyen de résidence	18
2.2 Le temps de transit moyen	19
2.3 Hypothèse du mélange parfait	20
3. Interprétation de la mesure d'activité <sup>14</sup> C	21
3.1 Généralités	21
3.2 Age apparent et âge corrigé	21

<b>II.2 FRACTIONNEMENT GRANULOMETRIQUE DE LA MATIERE ORGANIQUE DES SOLS UTILISE POUR L'ETUDE DES FRACTIONS ORGANO-MINERALES PAR DATATION DU<sup>14</sup>C</b>	23
1. Introduction	23
2. Essai préliminaire	23
<b>II.3 EXTRACTION ALCALINE DES SUBSTANCES HUMIQUES</b>	24
1. Introduction	24
2. Extraction	24
3. Analyse des fractions obtenus	25
<b>II.4 ETUDE DES MATIERES ORGANIQUES DES FRACTIONS FINES PAR HYDROLYSE ACIDE</b>	25
1. Intérêt de l'hydrolyse acide	25
2. Méthodologie	25
3. Analyse des résidus d'hydrolyse acide et des hydrolysats	26
3.1 Résidu d'hydrolyse	26
3.2 Hydrolysats	26
<b>II.5 ETUDE ULTRASTRUCTURALE DES FRACTIONS ORGANO-MINERALES PAR OBSERVATION AU MICROSCOP ELECTRONIQUE A TRANSMISSION (MET)</b>	26
1. Introduction	26
2. Préparation des échantillons	27
3. Observation des coupes	27
<b>B. <u>RESULTATS ET DISCUSSIONS</u></b>	
<b>I. PARTICULARITES DES PROFILS PEDOLOGIQUES</b>	29
1. Variabilité du terrain	29
2. Comparaisons des caractéristiques physiques et chimiques des trois profil pédologiques	30
2.1 Caractéristiques physiques	30
2.2 Caractéristiques chimiques	31
2.3 Composition chimique totale	32
3. Discussions	34
<b>II. MESURES D'ACTIVITE <sup>14</sup>C ET CONCENTRATION EN <math>\delta^{13}</math>C DES FEUILLES VERTES, DES LITIERES, ET DES SOLS GLOBAUX</b>	37
<b>II.1 LES FEUILLES VERTES ET LES LITIERES</b>	37
1. Teneur en carbone et en azote	37
2. Composition isotopique globale	38
2.1 Mesures de $\delta^{13}$ C	38
2.2 Mesures des activités <sup>14</sup> C	39
<b>II.2 LES SOLS GLOBAUX</b>	39
1. Composition isotopique global du carbone	39
1.1 Mesures de $\delta^{13}$ C	39
1.2 Mesure des activités <sup>14</sup> C	41
2. Gradient d'âge en fonction de la profondeur	41
3. Différences d'âge entre l'horizon A1 et l'horizon sous-jacent	43
<hr/>	
<b>II.3 DISCUSSIONS</b>	44

<b>III. ETUDE DES DIFFERENTES FRACTIONS GRANULOMETRIQUES DES HORIZONS A1, CARACTERISATION DES MATIERES ORGANIQUES PRESENTES</b>	54
<b>III.I RESULTATS METHODOLOGIQUES ET PROTOCOLE DE FRACTIONNEMENT</b>	54
1. Influence du temps d'agitation	54
2. Effet de la dispersion chimique par l'hexaméthaphosphate de sodium	57
3. Effet de la dispersion physique avec les ultrasons	57
4. Effet comparés de l'hexamétaphosphate de sodium, des ultrasons et de divers temps d'agitation	57
5. Protocole de fractionnement adopté	60
<b>III.2 CARACTERISTIQUES DES FRACTIONS GRANULOMETRIQUES DES HORIZONS A1</b>	64
1. Caractéristiques physiques et chimiques	64
1.1 Répartition pondérale des fractions	64
1.2 Répartition du carbone et de l'azote dans les fractions des horizons A1	66
1.3 La composition élémentaire des différentes fractions en éléments totaux	69
1.4 Eléments extraits (Al, Fe, et Si) par le réactif de TAMM dans les différentes fractions	74
2. Caractéristiques de la matière organique des fractions	77
2.1 Mesure d'activité <sup>14</sup> C des différentes fractions	77
• - Comparaisons des résultats obtenus avec les différentes méthodologies	77
• - Résultats obtenus dans les trois stations étudiées	79
2.2 Extractibilité de la matière organique par les solvants alcalins et résistance à l'hydrolyse acide	83
• - Extraction par le pyrophosphate de sodium à pH 9,70	83
• - Résistance des fractions fines (<2 µm) à l'hydrolyse acide	86
2.3 Observations ultrastructurales des différentes fractions présentes dans les horizons A1 des trois stations	91
<b>III.3 DISCUSSIONS ET CONCLUSIONS</b>	108
<b>CONCLUSIONS GENERALES</b>	120
<b>BIBLIOGRAPHIE</b>	124
<b>ANNEXES</b>	

## INTRODUCTION

L'incorporation au sol de matière organique récente sous forme de litière ou de restes racinaires correspond à un apport énergétique qui aboutit soit à la formation d'une matière organique réactive et agrégeante favorisant le recyclage rapide des cations dans la biomasse (cas des humus de type mull), soit au contraire à une accumulation de débris végétaux sur le sol produisant une matière organique soluble acide et agressive provoquant une altération intense de la phase minérale et l'appauvrissement au moins en surface des horizons du sol (cas des humus de type moder)(TOUTAIN, 1987).

Un même matériel végétal constitué de feuilles de hêtre par exemple peut conduire à l'un ou l'autre de ces effets, l'orientation de l'humification étant sous la dépendance du climat (selon la région par exemple) et, sous un même climat, sous la dépendance des caractéristiques physico-chimiques de la roche-mère qui orientent, l'un et l'autre, le type d'activité biologique de l'humus et la présence ou l'absence de tel ou tel organisme transformateur (cf schéma I).

Dans le cadre de son travail de thèse, TOUTAIN (1974) a mené parallèlement des études sur deux hêtraies lorraines de milieux acides situées sur sable rhétien, l'une sur sol brun acide caractérisé par un mull à activité dominante de champignons de la pourriture blanche (forêt de Sainte-Marie) et l'autre sur un podzol à moder (forêt de Bezange). Les études ultérieures menées par d'autres chercheurs sur ces stations (SELMI, 1975; BRISON, 1978; JANEL, 1978; GIRARDIN, 1987) ont montré que dans le sol brun acide de Sainte-Marie, la matière organique présente dans l'horizon A1 était caractérisée par un taux élevé d'humine (humine d'insolubilisation) et présentait des taux de minéralisation du carbone et de l'azote importants. Dans la station de Bezange sur podzol ou sur sol ocre podzolique, la matière organique de l'horizon A1 est constituée de boulettes fécales d'enchytraéides et de microarthropodes (humine héritée) et présente des taux de minéralisation du carbone et de l'azote deux fois plus faibles qu'à Sainte-Marie. Les faibles taux d'argile de ces deux stations (de l'ordre de 5%) qui présentent par ailleurs des teneurs en fer dans la roche-mère nettement différentes (deux fois plus fortes à Sainte-Marie qu'à Bezange) expliquent l'absence de vers de terre dans ces sols. Aussi pour trouver un troisième modèle d'humification conforme aux trois modèles d'humification définis par TOUTAIN (1992) dans la classification morpho-fonctionnelle des humus des milieux tempérés, nous avons prospecté de nouveaux affleurements de grès rhétien situés au nord de la ville de Château Salins en Moselle et trouvé, à une vingtaine de km des stations précédentes, dans la hêtraie de Château Bréhain (station à 11% d'argile) un humus présentant une activité intense de vers de terre anéciques avec un horizon A1 à taux d'humine organo-argillique important.

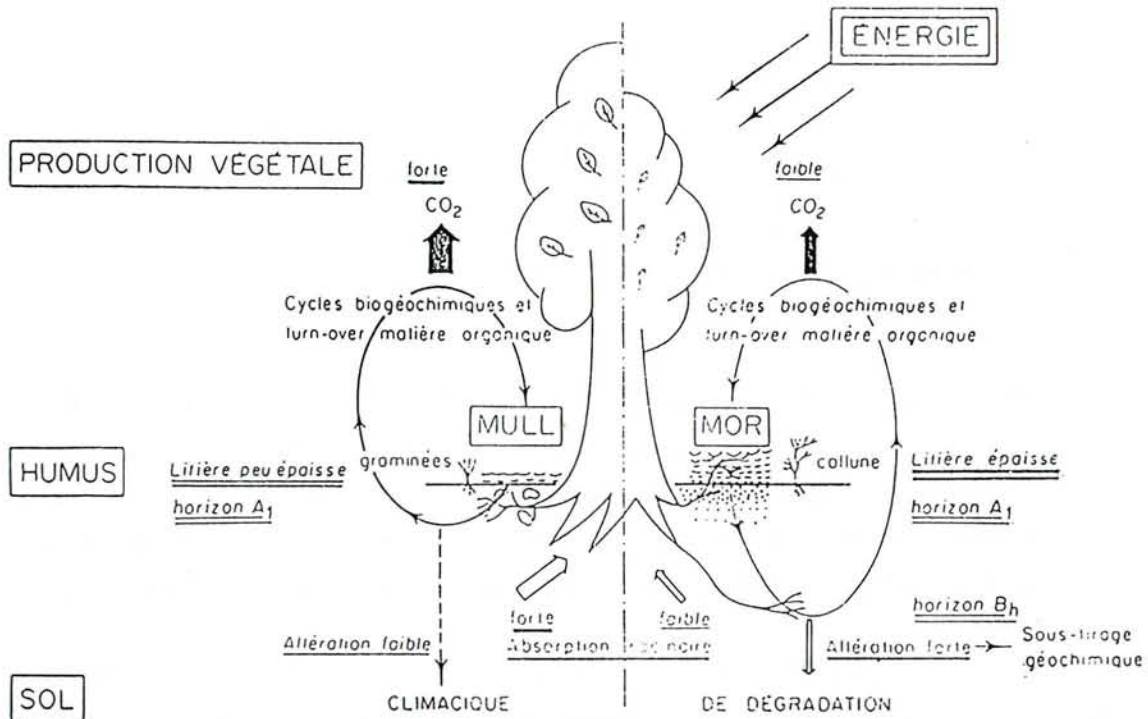


Schéma I

A partir de ces trois humus et donc de ces trois modèles d'humification sous hêtre et sur sable rhétien (l'une sous l'action des enchytraéides et des microarthropodes, l'autre sous l'action des champignons de la pourriture blanche et la troisième sous l'action des vers de terre anéciques), nous nous proposons dans ce travail, de caractériser plus finement les types de matière organique obtenue et leur stabilité. Pour ce faire nous avons fractionné granulométriquement ces matières organiques (BRUCKERT et al., 1978; ANDREUX et al., 1980; FELLER et al., 1991; BALESSENT et al., 1991) et nous avons défini la spécificité de chacune de ces fractions - par des extractions alcalines (SCHNITZER, 1969) - par des datations au  $^{14}\text{C}$  pour déterminer le temps de turnover (O'BRIEN et STOUT, 1978; ANDERSON et PAUL, 1984), la dynamique de l'humification (BALESSENT, 1982; GIRARDIN, 1987) et la stabilité de la matière organique (RIGHI et GUILLET, 1970; GUILLET, 1972, 1990) - et, par des observations ultrastructurales faites au microscope électronique à transmission pour connaître la morphologie de ces différentes fractions, la transformation des matières organiques et l'état des liaisons organo-minérales au sein de ces fractions (BABEL, 1975; OLAH et al., 1978; KILBERTUS, 1980; FOSTER et MARTIN, 1981; FOSTER et al., 1983; OADES, 1984; TIESSEN et al., 1984; FOSTER, 1985).

## *A. MATERIEL ET METHODES*



## I. MATERIEL

### I.1 PRESENTATION DES SITES D'ETUDE

#### 1. Localisation des stations

Ce travail a été réalisé sur trois stations de la plaine lorraine dans l'est de la France (Figure I.1). Deux des stations qui sont des stations de référence (Bezange et Sainte-Marie) (TOUTAIN, 1974), se trouvent à 21 km (Sainte-Marie) et à 27 km (Bezange) au nord-est de Nancy et à 9 km au sud de Château-Salins. La troisième station (Château Bréhain) se situe à 10 km au nord de Château-Salins.

#### 2. Le climat

Les trois stations sont soumises à un même climat océanique marqué d'influences continentales. La pluviométrie est d'environ 750 mm par an. Elle est répartie sur une moyenne de 150 jours (avec un léger maximum en été et en automne). La température moyenne annuelle est d'environ 9°C, avec un écart de 18°C entre le mois le plus chaud (18°C) et le mois le plus froid (0°C) (TOUTAIN, 1974).

#### 3. La roche-mère

Les trois stations reposent sur du grès rhétien (lias inférieur). Cette roche-mère est essentiellement formée de sables fins. L'analyse minéralogique de cette roche-mère met en évidence la large prédominance de quartz, et la très faible quantité de mica muscovite, de feldspaths potassiques et d'oxydes de fer. Les éléments fins inférieurs à 2 µm représentent une réserve minérale altérable très minime (TOUTAIN, 1974).

Les variations granulométriques de ces substrats entre les trois stations sont très faibles. Les sables fins dans l'horizon A1 sont plus abondants à Bezange (80,3%) qu'à Sainte-Marie (66,9%) et à Château Bréhain (61,3%). Par contre, les sables grossiers sont plus nombreux à Château Bréhain (10,0%) qu'à Sainte-Marie (3,2%) et à Bezange (2,7%). Le taux d'argile des roche-mères est de 5,5 à 6,9% (Bezange et Sainte-Marie) (TOUTAIN, 1974) et de 11,0% à Château Bréhain).

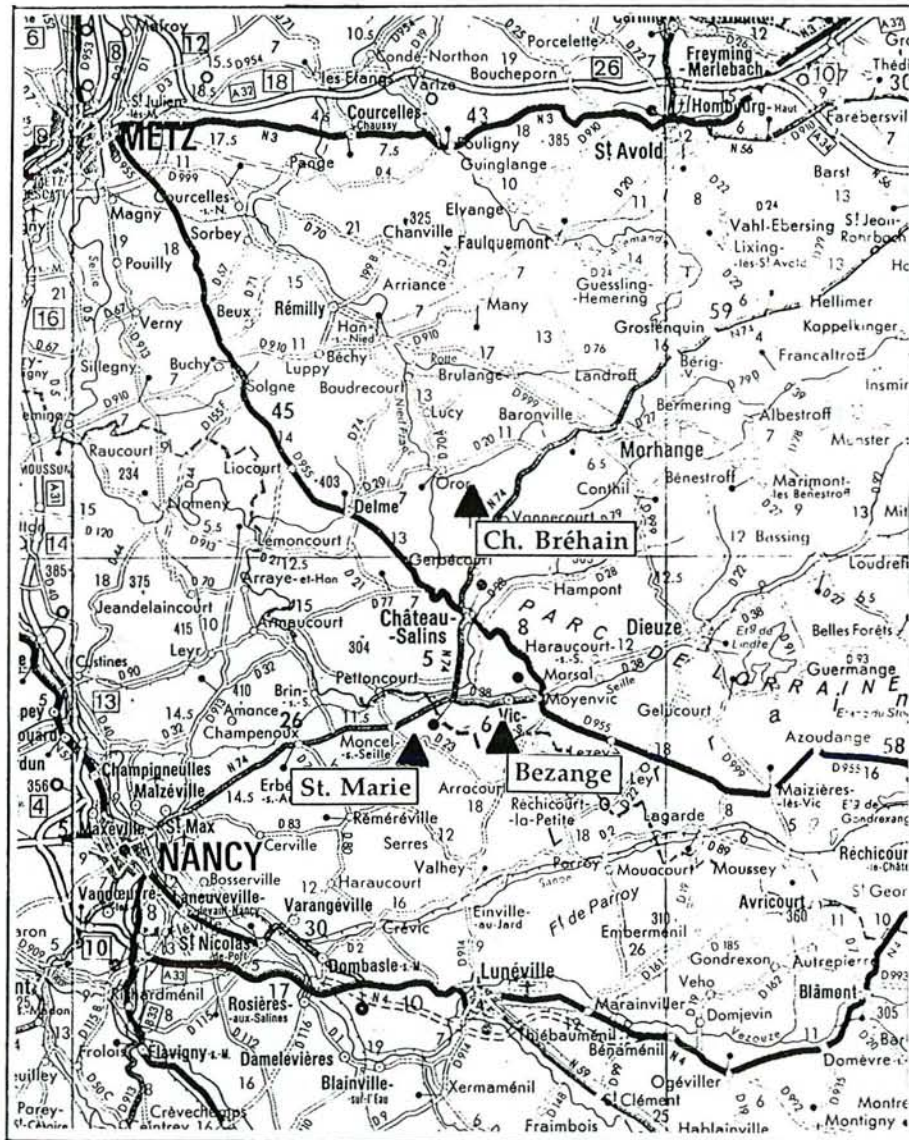


Figure I.1: Localisation des sites d'études

(Echelle 1:500.000)

#### 4. La végétation

Les prélèvements d'échantillons ont été choisis sous hêtraies, dont l'âge moyen est d'une centaine d'années. La flore herbacée qui est peu abondante dans les trois stations, indique que les milieux sont différents. A Bezange, la strate herbacée est essentiellement composée d'espèces acidiphiles (*Pteris aquilinum*, *Lonicera periclymenum*, *Luzula albida*). A Sainte-Marie et à Château Bréhain la strate herbacée est la même, elle est composée de l'association d'espèces indicatrices de mull (*Melica uniflora*, *Lamium galeobdolon*, *Milium effusum*, *Festuca silvatica*), accompagnées d'espèces acidiphiles (*Luzula albida*, *Oxalis acetosella*) (TOUTAIN, 1974).

## I.2 LES SOLS

### 1. Sites d'études

L'étude écologique de l'humification dans les hêtraies acidiphiles (TOUTAIN, 1974) montre une divergence d'évolution vers deux types d'humus: le mull acide à forte activité des champignons de pourriture blanche dans la station à sol brun acide de Sainte-Marie, et le moder à forte activité d'enchytraéides et de microarthropodes dans la station à sol ocre podzolique de Bezange. La teneur en hydrates ferriques, lorsqu'elle se situe au dessus d'un certain seuil, provoque l'insolubilisation immédiate des produits hydrosolubles dans l'horizon A1 du mull avec formation d'humine d'insolubilisation. Au contraire sous le moder, les teneurs étant moindres, il n'y a pas d'insolubilisation dans l'horizon A1 mais seulement au niveau de l'horizon Bh.

Une étude comparative sur la dynamique de l'humification par mesure des activités  $^{14}\text{C}$  des matières organiques du sol a été réalisée dans ces deux types d'humus (GIRARDIN, 1987). Les apports des matières organiques disparaissent plus vite dans le sol brun acide à mull de Sainte-Marie que dans le sol ocre podzolique à moder de Bezange. Le "carbone figuré" de l'horizon A1 persiste plus longtemps ( $\pm 7$  ans) dans le sol ocre podzolique de Bezange que dans le sol brun acide de Sainte-Marie ( $\pm 4$  ans).

#### Station de Bezange

Le sol est un sol ocre podzolique. L'humus est de type moder, caractérisé par une accumulation de litière assez abondante, et une transition progressive entre les couches holorganiques et l'horizon A1. Les principaux organismes du sol intervenant dans la

biodégradation et l'humification sont les enchytraéides et les microarthropodes (TOUTAIN, 1974).

#### Station de Sainte-Marie

Le sol est un sol brun acide. L'humus est de type mull acide, caractérisé par une discontinuité nette entre la litière et l'horizon A1. Dans cette station, les champignons de la pourriture blanche jouent un rôle important dans les processus de biodégradation (TOUTAIN, 1974).

#### Station de Château Bréhain

Il s'agit d'un sol identique à celui de la station de Sainte-Marie, c'est à dire d'un sol brun acide à mull. Mais ici l'humus de type mull est caractérisé par une activité importante de vers de terre anéciques et une activité moindre des champignons de la pourriture blanche.

## 2. Les profils pédologiques

Les principaux caractères stationnels, morphologiques et analytiques des trois fosses étudiées sont présentés dans les pages suivantes. Les trois profils étudiés se situent sur une pente régulière assez faible de l'ordre de 3%, entre 250 et 300 mètres d'altitude. Les analyses courantes reportées, ont été réalisées au Centre de Pédologie Biologique du CNRS de Nancy, suivant les méthodes habituellement utilisées (ROUILLER, 1981). Dans les descriptions analytiques, nous indiquons:

- la distribution granulométrique, exprimé en %
- la teneur en carbone et en azote en %, et le rapport C/N
- le pH (H<sub>2</sub>O)
- les teneurs en bases échangeables au pH du sol, exprimées en m.e/100 g de sol. Le taux de saturation (exprimé en %) est le rapport entre la somme des bases échangeables  $S=Ca+Mg+K+Na$  et la capacité totale d'échange  $T=S+(H+Mn+Fe+Al)$ .
- l'analyse des différentes formes du fer, de l'aluminium, et de la silice a été faite - au réactif de TAMM (acide oxalique+oxalate d'ammonium) qui solubilise les formes amorphes et mal cristallisées; - au réactif de MEHRA-JACKSON (citrate de sodium+bicarbonate de sodium+dithionite) qui extrait tous les oxyhydroxydes de fer cristallins, cryptocristallins, et l'aluminium retenu dans ces oxydes.

**BEZANGE: Sol ocre podzolique à moder**

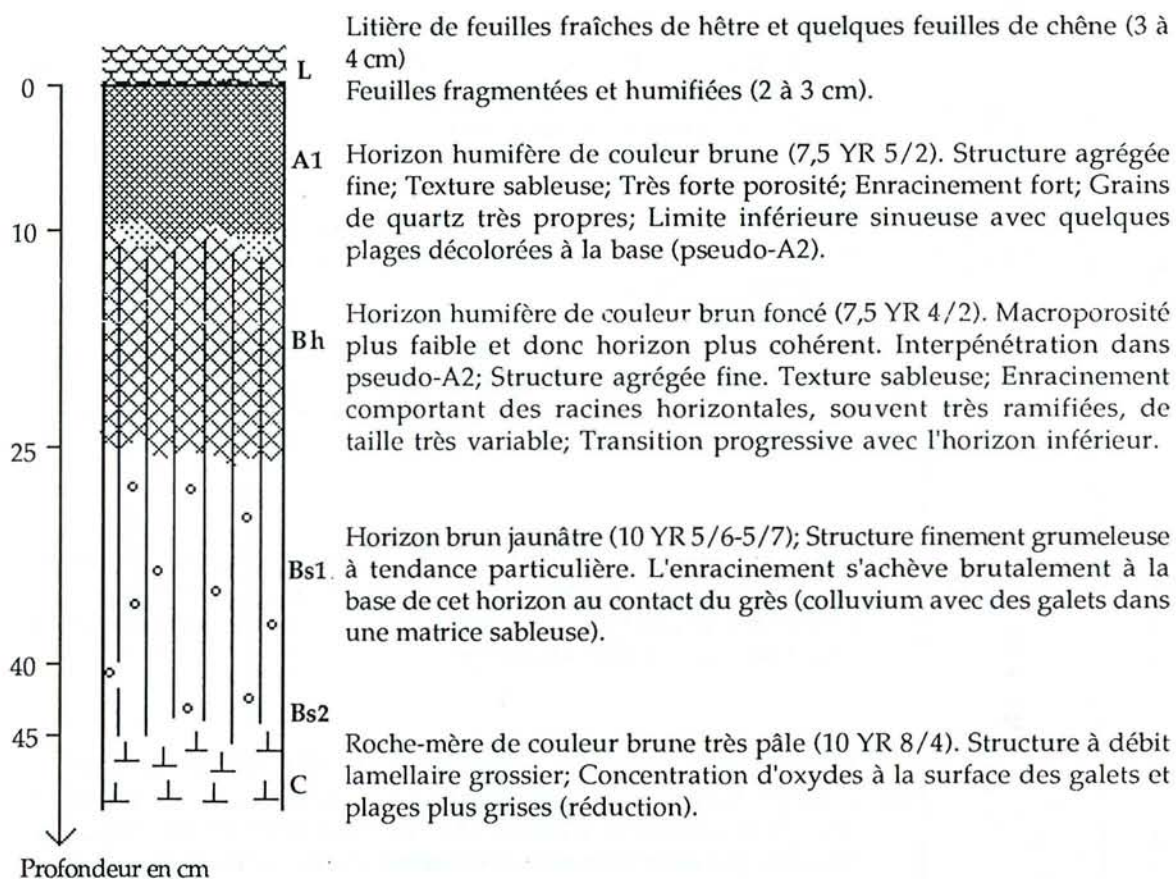
IGN 1/50.000 PARROY-ARRACOURT (Meurthe et Moselle) - E 4,658 gr- N 54,160 gr

Altitude 295 m. Forêt domaniale de Bezange la Grande

Topographie: Replat de sommet, pente faible de l'ordre de 2%

Roche mère: Grès rhétien (Lias inférieur)

Caractéristiques climatiques: Pluviométrie moyenne 750 mm, température moyenne 9,9°C

Végétation: Hêtraie-Chênaie à prédominance de hêtres avec une strate herbacée très éparse composée essentiellement d'espèces acidiphiles: *Pteris aquilinum*, *Lonicera periclymenum*, et *Luzula albida*.

Prof. (cm)	Hor.	Granulométrie-%					C (%)	N (%)	C/N	pH H2O	Bases éch. pH du sol-me/100g de sol							
		SG	SF	LG	LF	A					Ca	Mg	K	Na	Al	Mn	Fe	H
0-10	A1	1,1	80,7	7,3	5,5	5,7	2,91	0,15	19	4,6	0,90	0,17	0,21	0,01	0,30	0,06	0,03	0,83
10-25	Bh	1,2	80,4	7,8	4,7	4,0	1,33	0,07	19	4,4	0,19	0,05	0,13	0,06	1,50	0,00	0,03	0,35
25-40	Bs1	1,2	82,4	3,0	5,3	6,3	0,93	0,05	19	4,7	0,09	0,03	0,08	0,06	1,40	0,00	0,03	0,19
40-45	Bs2	1,2	83,0	3,0	5,3	6,3	0,59	0,03	20	4,6	0,06	0,03	0,08	0,06	0,95	0,00	0,01	0,16
45-60	C	1,2	84,0	2,8	6,0	5,5	0,23	0,02	12	4,8	0,08	0,03	0,07	0,05	0,65	0,00	0,00	0,16

Hor.	S	T	S/T	TAMM (‰)			M.J (‰)		
				Fe	Al	Si	Fe	Al	Si
A1	1,29	2,51	51,4	0,60	0,56	0,12	2,2	0,4	1,8
Bh	0,43	2,31	18,6	0,92	0,28	0,00	2,2	0,2	0,6
Bs1	0,26	1,88	13,9	1,08	1,10	0,20	2,2	1,4	0,4
Bs2	0,23	1,35	17,0	0,60	1,28	0,36	1,8	1,5	0,4
C	0,23	1,04	22,1	0,32	0,84	0,20	1,4	1,1	0,4

(Les représentations utilisées pour les trois profils sont celles proposées par DUCHAUFOR, 1977).

**SAINTE-MARIE: Sol brun acide à mull**

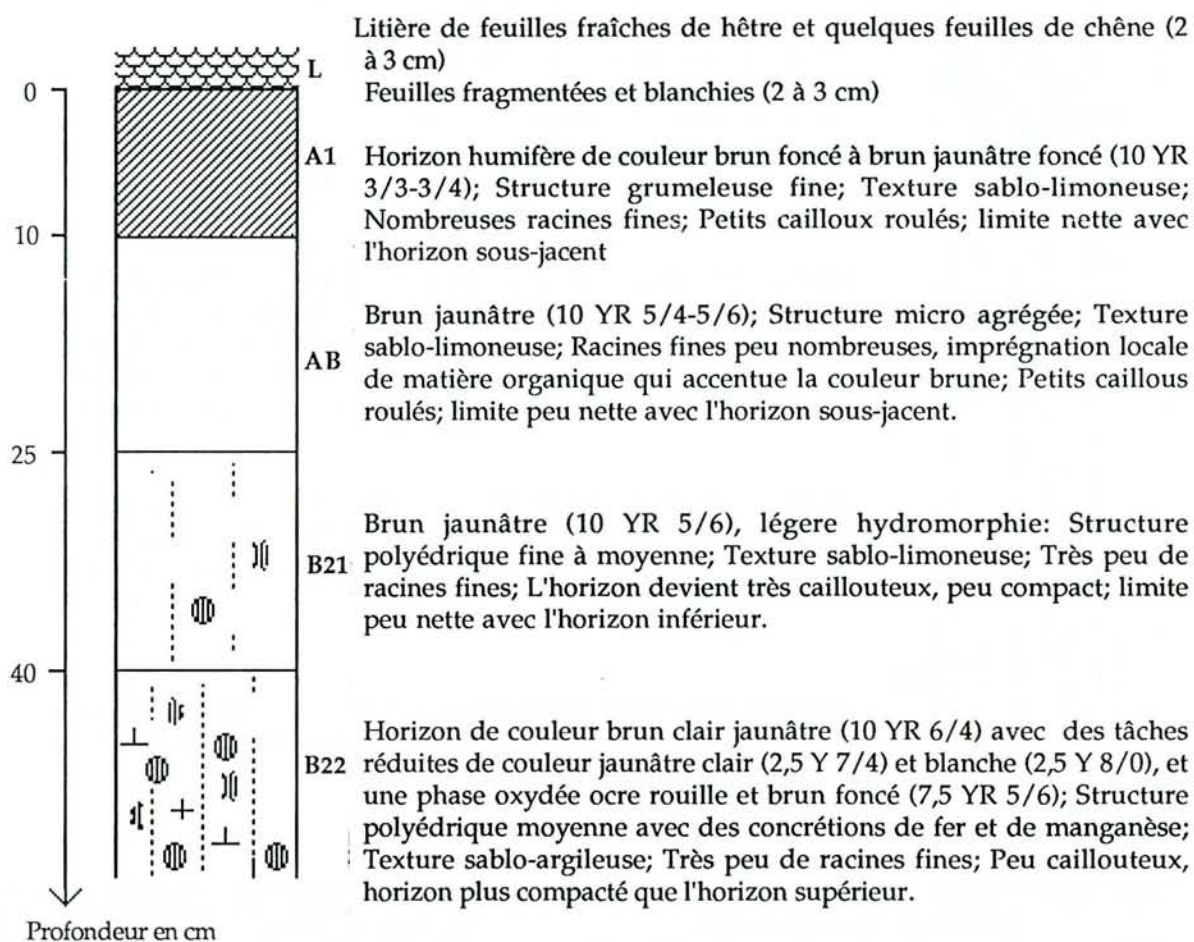
IGN 1/50.000 NANCY (Meurthe et Moselle)-E 4,562 gr-N 54,166 gr

Altitude 250 m. Parcelle 4 de la forêt domaniale de Bezange la Grande (lieu-dit Le Bois de Sainte-Marie)

Topographie: Sur pente régulière assez faible de l'ordre de 3%

Roche mère: Grès rhétien (Lias inférieur)

Caractéristiques climatiques: Pluviométrie moyenne 720 mm, température moyenne 10,2°C

Végétation: Hêtraie avec des espèces indicatrices de mull: *Melica uniflora*, *Lamium galeobdolon*, *Milium effusum*, *Festuca silvatica*, accompagnées d'espèces acidiphiles: *Luzula albida*, *oxalis acetosella*

Prof. (cm)	Hor.	Granulométrie - %				C (%)	N (%)	C/N	pH H2O	Bases éch. pH du sol-me/100 g de sol								
		SG	SF	LG	LF					A	Ca	Mg	K	Na	Al	Mn	Fe	H
0-10	A1	3,1	69,7	6,8	10,4	10,2	1,97	0,13	15	4,4	0,90	0,20	0,29	0,09	1,1	0,45	0,0	0,32
10-25	AB	2,3	67,8	7,1	11,1	11,8	0,92	0,08	12	4,4	0,25	0,07	0,11	0,07	1,4	0,13	0,0	0,15
25-40	B21	2,5	65,8	7,5	11,2	13,1	0,42	0,05	8	4,2	0,14	0,04	0,06	0,00	1,5	0,09	0,0	0,13
40-60	B22	1,6	62,2	5,6	9,1	21,6	0,16	0,03	5	4,3	0,55	0,38	0,16	0,14	3,6	0,06	0,0	0,21

Hor.	S	T	S/T	TAMM (%o)			M.J (%o)		
				Fe	Al	Si	Fe	Al	Si
A1	1,48	3,35	44,2	2,24	0,96	0,08	5,4	1,0	1,4
AB	0,50	2,18	22,9	2,40	1,08	0,08	5,4	1,2	0,6
B21	0,24	1,96	12,2	3,36	1,20	0,12	8,2	1,4	0,6
B22	1,23	5,10	24,1	4,60	1,48	0,24	13,4	1,8	0,6

## CHATEAU BREHAIN: Sol brun acide à mull

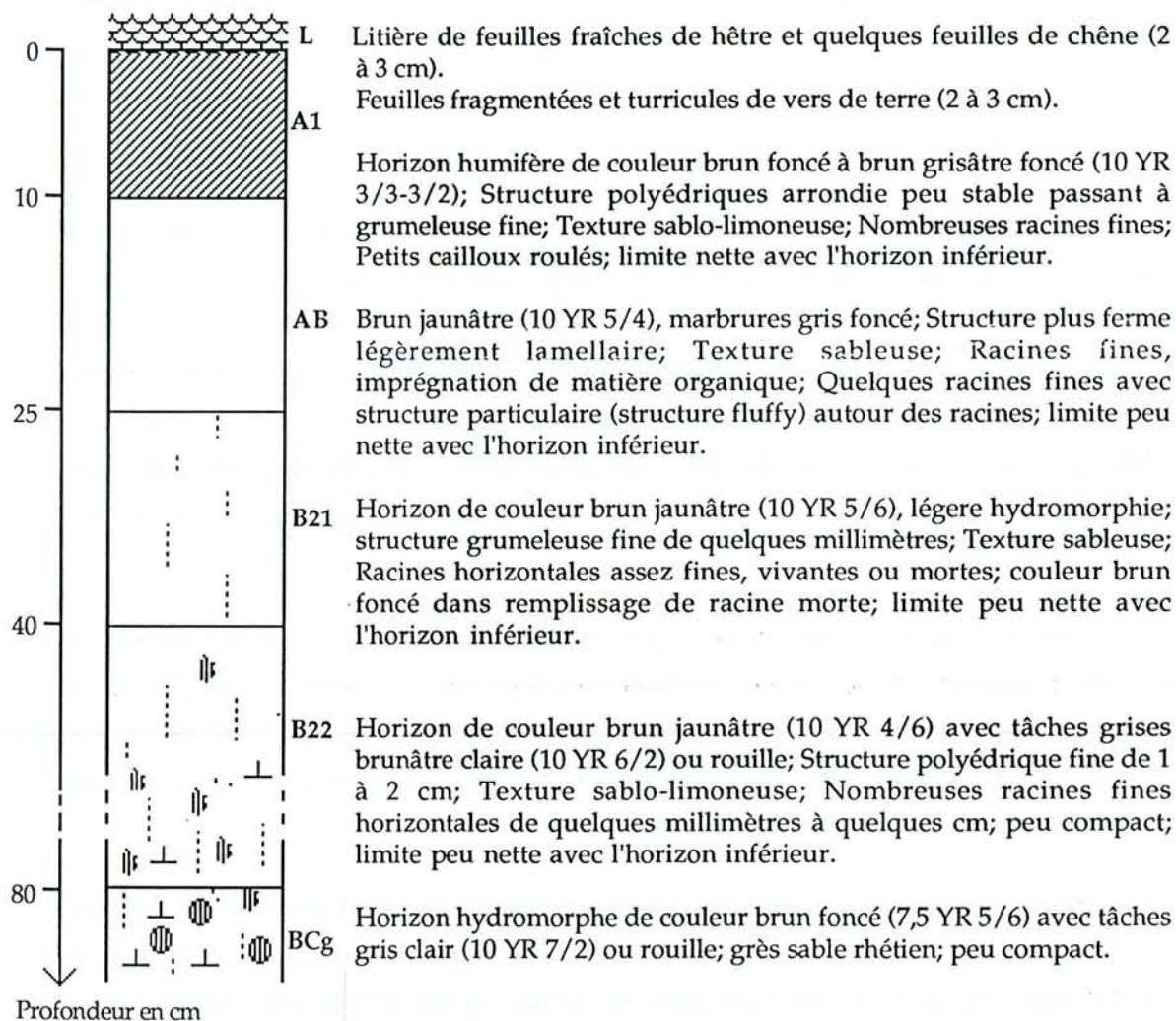
IGN 1/25.000 CHATEAU-SALINS (Meurthe et Moselle) - E 4,642 gr-N 54,331 gr

Altitude 285 m. Forêt domaniale d'Amelecourt (lieu-dit Le Bois de Château Bréchain)

Topographie: Sur pente régulière assez faible de l'ordre de 3%

Roche mère: Grès rhétien (Lias inférieur)

Caractéristiques climatiques: Pluviométrie moyenne 760 mm, température moyenne 10°C

Végétation: Hêtraie avec des espèces indicatrices de mull: *Melica uniflora*, *Lamium galeobdolon*, *Milium effusum*, *Festuca silvatica*, accompagnées d'espèces acidiphiles: *Luzula albida*, *oxalis acetosella*

Prof. (cm)	Hor.	Granulométrie - %					C (%)	N (%)	C/N	pH H <sub>2</sub> O	Bases éch. pH du sol-me/100 g de sol							
		SG	SF	LG	LF	A					Ca	Mg	K	Na	Al	Mn	Fe	H
0-10	A1	8,8	63,9	5,8	7,3	11,4	2,71	0,15	18	3,7	0,9	0,2	0,2	0,08	2,80	0,28	0,05	0,60
10-25	AB	12,7	62,5	4,1	9,0	11,1	1,18	0,07	18	3,8	0,1	0,1	0,1	0,05	2,90	0,04	0,05	0,39
25-40	B21	10,4	65,8	5,6	7,2	11,1	0,68	0,04	17	3,9	0,1	0,1	0,1	0,05	2,80	0,04	0,02	0,28
40-80	B22	9,8	69,6	3,6	5,7	11,3	0,22	0,02	11	4,0	0,2	0,1	0,1	0,05	3,50	0,06	0,01	0,25
160	BC	14,4	65,8	1,0	5,7	11,0	-	-	-	4,3	0,6	0,5	0,2	0,50	1,80	0,04	0,00	0,21

Hor.	S	T	S/T	TAMM (‰)			M.J (‰)		
				Fe	Al	Si	Fe	Al	Si
A1	1,29	5,02	25,7	3,24	1,00	0,12	5	2	2
AB	0,34	3,72	9,1	1,76	0,84	0,04	4	2	<1
B21	0,33	3,47	9,5	1,80	0,88	0,08	5	2	<1
B22	0,44	4,26	10,3	2,16	0,96	0,08	6	3	<1
BC	1,87	3,92	47,7	-	-	-	-	-	-

### 3. Principaux organismes jouant un rôle dans la biodégradation et l'humification des humus des stations étudiées

Il s'agit des champignons de la pourriture blanche dans le sol brun acide à mull de Sainte-Marie, des enchytraéides dans le sol ocre podzolique à moder de Bezange (TOUTAIN, 1974), des vers de terre anéciques essentiellement dans le sol brun acide à mull de Château Bréhain.

#### 3.1. Les pourritures blanches

Les champignons de la pourriture blanche sont des Basidiomycètes. Les espèces les plus fréquentes rencontrées dans la station de Sainte-Marie sont: *Clitocybe nebularis*, *Clitocybe inversa*, *Rhodopaxillus nudus*, *Collybia butyracea*, *Agaricus sylvicola* (TOUTAIN, 1974). Ces champignons étant capables de dégrader les polyphénols-proteines ou pigments bruns, semblent par contre incapables de dégrader de façon importante la lignine des vaisseaux du bois et des sclérenchymes (ANDRE, 1984). Les pigments bruns se différencient nettement de la lignine en microscopie électronique à transmission, car ils sont opaques aux électrons (TOUTAIN, 1987).

Une litière peu ou pas colonisée par ces champignons (c'est le cas, par exemple, des humus de type moder), se décomposera lentement et la solubilisation des cations (Ca, Mn, Mg, Na et K) sera ralentie. Par contre, une litière colonisée par les champignons de la pourriture blanche (certains humus de type mull), se décomposera très rapidement, et la solubilisation des cations sera beaucoup plus rapide (ANDRE, 1984).

Dans ce dernier cas (cas du mull à forte activité de pourriture blanche), les cations (Ca, Mg, Mn, Na et K), vont s'accumuler dans l'horizon A1 (mobilisation biologique). Les sucres et les molécules azotées qui sont des substrats faciles à dégrader pour de nombreux micro-organismes, vont être minéralisés sur place, ainsi que la plupart des acides organiques. Les acides organiques et phénoliques sont presque immédiatement insolubilisés par le fer ou l'aluminium à l'état amorphe ou mal cristallisé dans l'horizon A1. Ils évoluent par la suite en donnant des acides fulviques, des acides humiques et des humines d'insolubilisation.

Dans les moder (sans champignons), les membranes cellulaires sont légèrement transformées sur place ("humine héritée") et la formation des produits hydrosolubles néoformés est faible. Les polyphénols formés ralentissent l'activité biologique et migrent dans le profil. Le fer et l'aluminium libres actifs ne sont pas en quantité suffisante pour insolubiliser la totalité des polymères solubles présents qui ne s'insolubilisent qu'au niveau de l'horizon Bh qui présente des teneurs en fer et en aluminium libres plus élevées (TOUTAIN, 1974).



### 3.2. Les Enchytraéides

Ces animaux oligochètes semblent n'interviennent que comme organismes fragmenteurs. La microdivision mécanique qu'ils provoquent entraîne une augmentation de réactivité chimique des parois celluloses vis-à-vis des colloïdes minéraux. Ces représentants de la mésafaune ne possèdent pas de complexe enzymatique susceptible de transformer les pigments bruns, ils consomment en fait les champignons et les bactéries présents dans les cellules mortes des feuilles et rejettent dans leurs boulettes fécales la quasi totalité des pigments ingérés (ALBRECHT, 1984). Leurs boulettes fécales sont très fréquentes dans les humus de type moder où elles forment la quasi totalité (avec les déjections de collemboles) de la couche OH.

### 3.3. Les vers de terre anéciques

En milieu tempéré, les vers de terre anéciques jouent un rôle important dans l'humification et la biodégradation des pigments bruns. L'humus formé est un humus de type mull. Le matériel foliaire ingéré subit une microdivision mécanique au niveau du gésier et une décomposition d'ordre enzymatique dans l'intestin. Au cours du transit intestinal, on observe la formation de microagrégats biologiques constitués par l'agitation de colonies bactériennes, sans doute ingérées en même temps que les feuilles, dans une suspension argileuse. Dans le tube digestif, les synthèses chimiques aboutissent à l'élaboration d'humine organo-argillique par polycondensation de molécules aromatiques et précipitation ou adsorption sur les colloïdes minéraux, ce qui permet la formation d'agrégats stables (RAFIDISON, 1982; TOUTAIN, 1987; CHESHIRE et GRIFFITHS, 1989).

## I.3 PRELEVEMENTS ET PREPARATION DES ECHANTILLONS

### 1. Prélèvements des échantillons

Nous avons prélevé trois types d'échantillons. Le premier est constitué de feuilles vertes de hêtre et de feuilles brunes tombées au sol juste après leur chute. Les prélèvements des feuilles vertes ont été faits sur un arbre de 6 m de hauteur à 2 mètres de hauteur au dessus de la surface du sol. Le deuxième est constitué des litières des couches L1 et L2. La couche L1 est constituée des feuilles tombées à l'automne précédent, elles ont une morphologie bien conservée (il s'agit de la couche OL du RPF-Référenciel Pédologique Français), tandis que la couche L2 se compose de feuilles fragmentées, plus humifiées et plus ou moins mélangées avec des matières minérales ou des turricules de vers de terre (couche OF et éventuellement OH du

RPF). Le troisième type d'échantillon est constitué des échantillons de sols minéraux des horizons A1 et des horizons sous-jacents jusqu'à la profondeur de 60 à 80 cm. Les périodes de prélèvement des différents échantillons dans les trois stations étudiées sont précisées dans le tableau I.1.

Les prélèvements ont été réalisés sur un profil pédologique jusqu'à la profondeur de 60 ou 80 cm. Tous les échantillons ont été prélevés sur une surface de  $0,25 \text{ m}^2$  aux profondeurs correspondant aux horizons pédologiques. Pour la station de Bezange, nous avons repris la même fosse que celle utilisée pour le travail de GIRARDIN (1987) et nous n'avons prélevé de nouveau que les litières et l'horizon A1. Nous avons repris les résultats des datations et les analyses chimiques ou physiques présentés par GIRARDIN (1987) pour les horizons Bh et les horizons sous-jacents.

Tableau I.1: Dates des différents prélèvements dans les trois stations étudiées

Nature des prélèvements (sigles)	Stations		
	Bezange	Sainte-Marie	Ch. Bréchain
Feuilles vertes jeunes sur l'arbre (L01)	juin 1991		
Feuilles vertes âgées sur l'arbre (L02)	octobre 1991		
Feuilles brunes après leur chute (L03)	novembre 1991		
Litières - L1	février 1991	février 1991	juin 1990
Litières - L2	février 1991	février 1991	juin 1990
Horizon A1	mai 1989 février 1991	mai 1989 février 1991	juin 1990
Horizons sous-jacents (AB, B21, B22 et BC) jusqu'à 80 cm	cf. GIRARDIN (1987)	février 1991	juin 1990

Afin de vérifier la représentativité des échantillons de surface prélevés (horizon A1) dans les trois fosses étudiées, nous avons prélevé 10 échantillons autour du profil dans un rayon de 10 m. Les prélèvements ont été faits sur une surface de  $25 \times 25 \text{ cm} = 0,0625 \text{ m}^2$  jusqu'à la profondeur de 10 cm. Après homogénéisation de chaque prélèvement, nous avons prélevé 500 mg d'échantillons pour l'analyse du carbone, de l'azote et la distribution du fractionnement granulométrique.

D'autres prélèvements ont été faits pour la mesure des densités apparentes. L'échantillonnage a été réalisé sur le terrain à l'aide d'un cylindre de fer de volume connu. Tous les échantillons ont été séchés à l'étuve à  $105^\circ\text{C}$ , puis pesés. Le rapport entre le poids et le volume, nous donne la valeur de la densité apparente.

## 2. Préparation des échantillons

Les feuilles de hêtre et les litières ont été séchées à l'air, puis dans l'étuve à 50°C. Tous les échantillons ont été broyés et homogénéisés pour le dosage du carbone, de l'azote, et pour les datations au  $^{14}\text{C}$ . Tous les échantillons d'horizons minéraux ont été tamisés à 2 mm, puis séchés à l'air. Il faut noter que le tamisage a été fait sur un sol légèrement humide afin d'éviter la fragmentation des débris végétaux grossiers qui provoque une contamination des fractions plus fines.

## II. METHODES

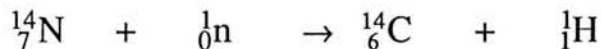
Dans ce chapitre, nous allons présenter la méthodologie utilisée, les méthodes de datations, de fractionnement granulométrique, de caractérisations des fractions organo-minérales par extraction alcaline et hydrolyse acide, et de préparation des observations ultrastructurales des fractions organo-minérales au microscope électronique à transmission (MET). Les méthodes courantes d'analyses chimiques et physiques du sol seront présentées dans l'annexe 1.

### II.1 UTILISATION DU $^{14}\text{C}$ POUR LA DATATION DES MATIERES ORGANIQUES DU SOL

#### 1. Généralités sur les datations

##### 1.1 Principe

Le  $^{14}\text{C}$  naturel se forme dans la haute atmosphère par l'action des neutrons solaires sur l'azote de l'air selon la réaction :



L'atome  $^{14}\text{C}$  s'oxyde immédiatement sous forme de  $^{14}\text{CO}_2$  qui se dilue avec les autres molécules,  $^{12}\text{CO}_2$  et  $^{13}\text{CO}_2$  qui sont beaucoup plus abondantes: respectivement  $1,2 \cdot 10^{-12} \%$  pour le  $^{14}\text{CO}_2$ , 98,89% pour le  $^{12}\text{CO}_2$  et 1,108% du carbone total pour le  $^{13}\text{CO}_2$  (DELIBRIAS, 1985).

Le carbone 14 est un isotope radioactif du carbone (émetteur radioactif  $\beta$ )(constante de désintégration,  $\lambda=1,2097 \cdot 10^{-4} \text{ an}^{-1}$ ), correspondant à une période de demie-vie T de 5730 ans. Les végétaux assimilent le gaz carbonique de l'atmosphère par les processus photosynthétiques. A leur mort, les échanges cessent, le  $^{14}\text{C}$  n'est plus renouvelé, et donc l'activité  $^{14}\text{C}$  du matériel végétal décroît en fonction du temps selon la loi:

$$A(t) = A(t_0) \exp [-\lambda (t-t_0)] \quad (1)$$

A(t) étant l'activité moyenne de l'échantillon au temps t ou temps présent, et A(t<sub>0</sub>), l'activité moyenne du  $^{14}\text{C}$  de l'atmosphère assimilé par les plantes lors de la photosynthèse.

Cette dernière activité,  $A(t_0)$  autrefois constante, est définie comme étant égale à 95% de l'activité d'un acide oxalique fourni par le National Bureau of Standard des USA, sans tenir compte de l'effet Suess ou de l'effet des bombes atomiques dont on reparlera ultérieurement. On peut donc calculer le temps  $t$  entre le moment de la photosynthèse et le moment présent par la formule:

$$t = -1/\lambda \ln (A/A_0) = -8.266 \ln (A/A_0) \quad (2)$$

## 1.2 Facteurs intervenant dans l'activité du $^{14}\text{CO}_2$ atmosphérique et des composés végétaux

On définit l'activité  $^{14}\text{C}$  d'un échantillon par le sigle  $\delta^{14}\text{C}$  avec:

$$\delta^{14}\text{C} \text{ (exprimé en ‰)} = [(A-A_0)/A_0] \times 1000 \quad (3)$$

( $A$  et  $A_0$  étant exprimées en désintégrations/minute/gramme de carbone)

La principale difficulté liée à cette méthode de datation réside dans le fait que l'activité du  $^{14}\text{CO}_2$  atmosphérique n'est pas constante dans le temps (DELIBRIAS, 1985). Une seconde difficulté est due aux éventuels fractionnements isotopiques qui ont lieu lors du transit du carbone dans la biosphère.

### Effet des bombes atomiques

Depuis 1955, les explosions nucléaires aériennes ont augmenté considérablement la teneur en  $^{14}\text{CO}_2$  atmosphérique (Figure II.1). La conséquence est une augmentation de la proportion de  $^{14}\text{C}$  dans l'atmosphère, atteignant jusqu'à +100% dans l'hémisphère nord en 1962-63, c'est à dire à la fin des essais nucléaires américains de 1962. Puis, peu à peu, à la suite des échanges des masses d'air entre hémisphère nord et hémisphère sud d'une part, et des échanges plus lents avec les eaux océaniques et la biosphère d'autre part, la teneur en  $^{14}\text{CO}_2$  atmosphérique a progressivement diminué. Elle ne présente plus actuellement qu'une augmentation de moins de 25% par rapport à la teneur naturelle (DELIBRIAS, 1985). Mais, fait positif pour notre type d'étude, cette augmentation de la teneur en  $^{14}\text{CO}_2$  atmosphérique correspond à un marquage des composés végétaux récents qui permet de dater avec précision des matières organiques récentes.

### Effet Suess

Il s'agit de l'effet de dilution du  $^{14}\text{CO}_2$  atmosphérique dans les énormes quantités de carbone ancien rejeté dans l'air sous forme de  $\text{CO}_2$  par la combustion du charbon et du pétrole. Cet effet provoque un abaissement de la concentration du  $^{14}\text{CO}_2$  atmosphérique dans des proportions variables dans le temps et dans l'espace.

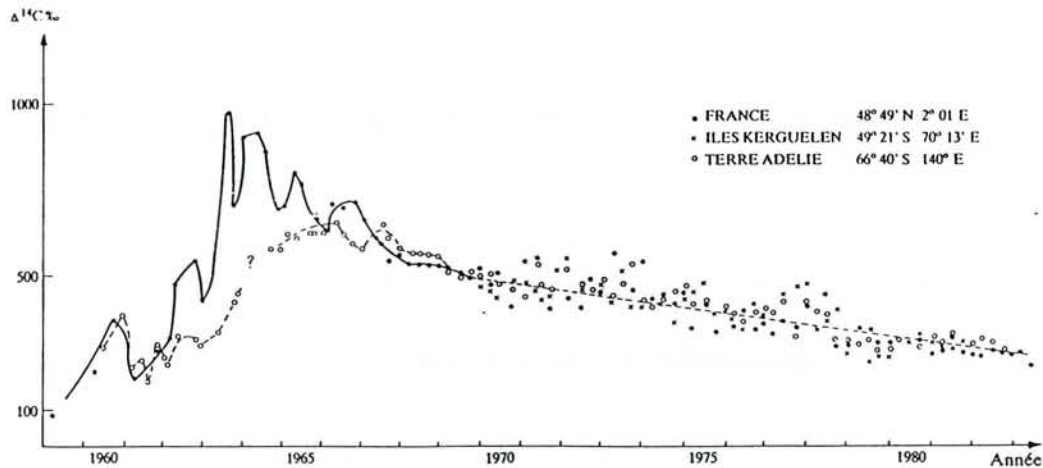


Figure II.1: Concentration en  $^{14}\text{C}$  du  $\text{CO}_2$  atmosphérique depuis 1958. La courbe supérieure représente les variations en fonction du temps dans l'hémisphère nord et les courbes inférieures, montrent les variations dans l'hémisphère sud (DELIBRIAS, 1985).

### Fractionnements isotopiques

Les fractionnements isotopiques se produisent dans la nature soit au cours des processus d'assimilation biologique du carbone par les plantes, soit au cours de la décomposition des matières organiques dans le sol. Pour tenir compte de cet effet, il existe une formule de correction qui tient compte de la concentration en  $^{13}\text{C}$  de l'échantillon par rapport à une valeur standard de PDB (c'est un carbone extrait d'une calcite provenant d'un rostre de bélemnite du Crétacé supérieur). On pourra ainsi calculer l'activité  $^{14}\text{C}$  corrigée (DELIBRIAS, 1985):

$$\Delta^{14}\text{C} = \delta^{14}\text{C} - (2\delta^{13}\text{C} + 50) \left( 1 + \frac{\delta^{14}\text{C}}{1000} \right) \quad (4)$$

La mesure de  $\delta^{13}\text{C}$  de nos échantillons n'a été effectuée que sur les échantillons des feuilles vertes, des litières, et des sols globaux. Pour les sols fractionnés, nous assimilerons  $\delta^{14}\text{C}$  à  $\Delta^{14}\text{C}$ , car dans nos écosystèmes forestiers à végétation dominante de type C3, la valeur de  $\delta^{13}\text{C}$  est très proche de  $-25\text{‰}$ .

### 1.3 Mesures des activités $^{14}\text{C}$

La méthode utilisée est celle mise au point par GUILLET (1972) d'après SCHARPENSEEL et PIETIG (1968), et FONTES (1971). Le protocole est présenté dans l'annexe 2. L'activité (A) est mesurée en scintillation liquide sur du benzène synthétisé à partir du carbone de l'échantillon. L'activité ( $A_0$ ) du standard de NBS est mesurée de la même manière. Périodiquement des mesures du bruit de fond sont effectuées en utilisant du benzène commercial qui ne contient pas de  $^{14}\text{C}$ .

Les mesures d'activité  $^{14}\text{CO}_2$  présentent une erreur statistique liée au caractère aléatoire des désintégrations du  $^{14}\text{C}$  et au bruit de fond de l'appareil. Pour l'exprimer, nous définirons l'intervalle de confiance  $\sigma$  à 68%. L'intervalle de confiance à 95%, sera le double de celui indiqué ( $2\sigma$ )(FONTES, 1971; DELIBRIAS, 1985).

## 2. Notion sur la dynamique des compartiments

Dans le sol, la matière organique est constituée de plusieurs éléments ayant des âges variés. L'activité d'une fraction organique est la résultante des activités de tous ces éléments, et elle dépend de la distribution des âges des éléments. Les définitions et les notions que nous allons utiliser proviennent de BALESIDENT (1982) d'après ERIKSON (1971).

### 2.1 Le temps moyen de résidence

Si nous définissons un compartiment, par exemple, le carbone organique total du sol ou le carbone de certaines fractions organiques, avec des entrées et des sorties, l'activité de la fraction organique de ce compartiment sera la résultante des activités des différents éléments qui la composent. Ces éléments ont des âges variés. L'âge  $i$  d'un élément dans le compartiment est le temps écoulé depuis qu'il y est entré. Le compartiment peut alors être caractérisé par la fonction de densité de répartition des âges des éléments (Figure II.2). L'âge moyen "I" des éléments est aussi appelé le temps moyen de résidence.

$$I = 1 / Q \int_0^{\infty} i q(i) di \quad (5)$$

avec Q la quantité totale des éléments:

$$Q = \int_0^{\infty} q(i) di \quad (6)$$

Le temps moyen de résidence est différent du temps de transit moyen ou du temps de turnover.

## 2.2 Le temps de transit moyen

Le temps de transit "J" d'un élément dans le compartiment est défini comme le temps écoulé entre son entrée et sa sortie du compartiment (BALESDENT, 1982).

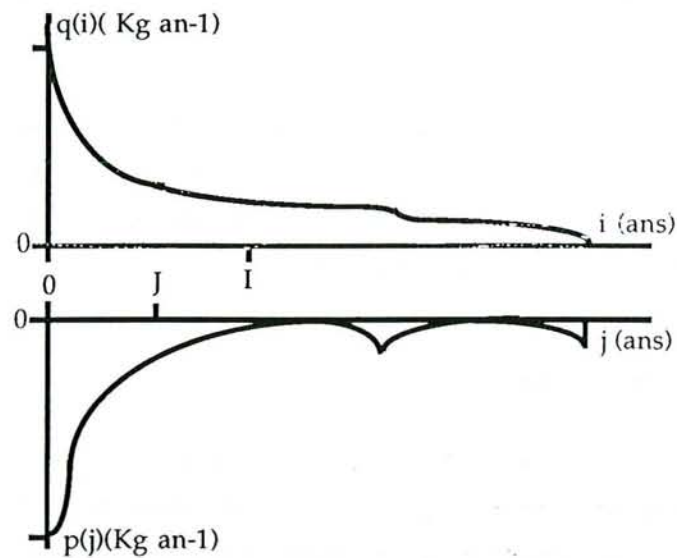


Figure II.2: Un exemple de courbe de densité de répartition  $q(i)$  des âges  $i$  et de la densité de répartition  $p(j)$  des temps de transit  $j$  correspondant.  $I$  est l'âge moyen ou temps moyen de résidence (TMR),  $J$  est le temps de transit moyen ou le temps de turnover (BALESDENT, 1982)

$$J = 1 / P \int_0^{\infty} j p(j) dj \quad (7)$$

On démontre que la densité de répartition  $p(j)$  des temps de transit  $j$  est:

$$p(j) = \int_0^{\infty} dq(j) / dj \quad (8)$$

et les pertes annuelles du système:

$$P = \int_0^{\infty} p(j) dj \quad (9)$$



Le temps moyen de transit "J" peut être appelé également *temps de turnover*, ou *temps de renouvellement*. C'est également l'âge moyen de ce qui quitte le compartiment, par transformation en CO<sub>2</sub> (minéralisation) ou élimination du profil sous forme soluble.

J n'est défini que pour un compartiment où les pertes et les apports s'équilibrent:  $P=q_0$ . Dans ce cas là, le temps de turnover ou le temps de renouvellement correspond au rapport entre le stock total Q et les apports  $q_0$ :  $J = Q/q_0$ . Si le système n'a pas atteint un équilibre, on peut quand même définir le temps de transit moyen comme l'âge moyen de ce qui est minéralisé.

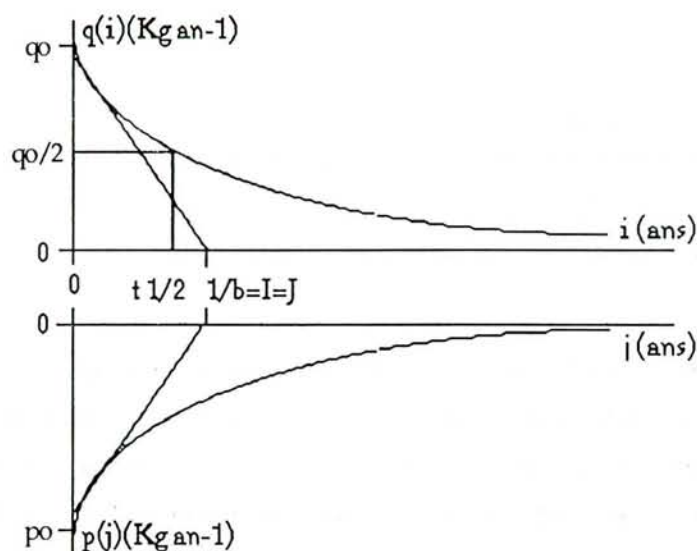


Figure II.3: Distribution exponentielle des âges  $q(i)$  et des temps de transit  $p(j)$  correspondants (BALESDENT, 1982)

### 2.3 Hypothèse du mélange parfait

Le mélange parfait au sein d'un compartiment signifie que les éléments qui sortent à chaque instant du compartiment constituent une fraction représentative de ce compartiment, et qu'ils ont donc la même distribution des âges que celle du compartiment (Figure II.3; BALESDENT, 1982). Dans cette hypothèse, l'âge moyen ou temps moyen de résidence est  $I = 1/b$ , correspond à un coefficient de disparition, par exemple de minéralisation. Le temps de turnover est égal au temps moyen de résidence:  $I = J = 1/b$ . Nous verrons dans la suite de ce travail qui porte sur l'activité <sup>14</sup>C des différentes fractions de la matière organique présente dans les sols que cette hypothèse du mélange parfait ne peut être retenue.

### 3 Interprétation de la mesure d'activité $^{14}\text{C}$

#### 3.1 Généralités

L'activité spécifique A d'un matériel organique est la moyenne des activités  $^{14}\text{C}$  des entités carbonées constituant ce matériel organique. L'activité de chaque entité carbonée est pondérée par la masse de cette dernière (BALESDENT, 1982). On a :

$$A = \frac{\int_0^{\infty} A_i \exp(-\lambda i) q(i) di}{\int_0^{\infty} q(i) di} \quad (10)$$

où: A = activité actuelle du compartiment

$A_i$  = activité moyenne que les éléments d'âge actuel i avaient à leur entrée dans le compartiment

$\lambda$  = constante de désintégration du  $^{14}\text{C}$

$q(i)$  = masse de carbone des éléments carbonés d'âge i

Si on considère le carbone organique du sol comme un compartiment, les seules entrées proviennent de la photosynthèse, et dans cette expression,  $A_i$  est l'activité que le  $\text{CO}_2$  atmosphérique avait il y a i années. Par contre, pour une fraction organique, les entrées peuvent provenir aussi d'autres fractions et  $A_i$  ne correspond plus à l'activité atmosphérique.

#### 3.2 Age apparent et âge corrigé

##### Age apparent

En mesurant l'activité  $^{14}\text{C}$  d'un échantillon, on peut lui faire correspondre un "âge apparent" par la relation:

$$t = -1/\lambda \ln A/A_0$$

Ce calcul suppose la constance de  $A_0$ . L'existence d'une variation de l'activité atmosphérique due à l'effet SUESS et aux explosions nucléaires, imposent des corrections pour toutes les mesures d'âge récent (inférieure à 1000 ans).

Age corrigé

L'âge corrigé est l'âge apparent en tenant compte de l'intervention du  $^{14}\text{C}$  d'origine thermonucléaire. Ces calculs ont été faits selon la méthode décrite par BALESIDENT (1982).

Le principe du calcul est le suivant: La connaissance des variations de l'activité récente du  $\text{CO}_2$  atmosphérique permet de convertir l'activité  $^{14}\text{C}$  des échantillons en âge moyen suivant la distribution des âges exponentielle. Nous pouvons, connaissant la date de prélèvement, déterminer le pourcentage de matière organique ( $\exp(-\lambda t)q_i$ ) qui est entré dans le compartiment à des dates données (i), avec les activités correspondantes  $A(i)$  qui sont celles du  $\text{CO}_2$  atmosphérique de l'époque évaluées sur la courbe de la figure II.1. La somme du produit donne une activité actuelle du compartiment.

La courbe de la figure II.4 indique l'âge moyen du compartiment en fonction de l'activité  $^{14}\text{C}$  actuelle. Cette courbe a été construite pour l'année 1991 dans l'hémisphère nord. Pour des valeurs supérieures à 140 ‰, nous avons deux solutions, soit la courbe descendante, soit la courbe ascendante, le choix dépendra du type d'échantillons étudiés: par exemple, s'il s'agit de litières, nous prendrons la courbe ascendante, s'il s'agit d'échantillons organo-minéraux, généralement plus vieux, nous prendrons la courbe descendante.

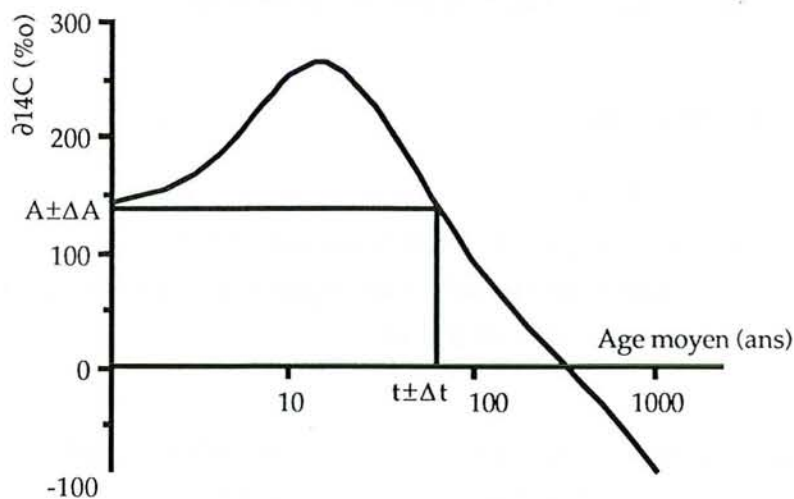


Figure II.4: Relation entre l'activité  $^{14}\text{C}$  et l'âge moyen dans le cas d'une distribution exponentielle des âges (courbe construit pour l'anne 1991 dans l'hémisphère nord)(BALESIDENT, 1982)

## II.2 FRACTIONNEMENT GRANULOMETRIQUE DE LA MATIERE ORGANIQUE DES SOLS UTILISE POUR L'ETUDE DES FRACTIONS ORGANO-MINERALES PAR DATATION DU $^{14}\text{C}$

### 1. Introduction

Les résultats des fractionnements granulométriques obtenus dépendent des méthodes utilisées. Les agents physiques et chimiques utilisés jouent un rôle important dans la répartition des fractions organo-minérales du sol. BRUCKERT et al., (1978) effectuant un fractionnement physique appliqué à l'analyse des complexes organo-minéraux des sols par simple agitation dans l'eau en présence de billes d'agate, montrent que le contrôle du temps d'agitation est beaucoup plus important que le nombre de billes. L'agitation de 15 heures en présence de 5 billes, permet d'atteindre un fractionnement optimum pour la plupart du sol.

Les ultrasons, provoquant une dispersion physique du sol, ont été utilisés dans de nombreuses études (WATSON, 1971; GENRICH et BREMNER, 1972, 1974; GREGORICH et al., 1988; HUNTER et BUSACCA, 1989). Les résultats montrent que le type d'ultrasons, la puissance, la durée de traitement, le type de sol et le rapport de dilution entre l'eau et le sol, sont autant de facteurs influant sur le résultat du fractionnement. Les travaux de BALESSENT et al., (1991), et FELLER et al., (1991), montrent que l'action des ultrasons provoque la dispersion des fractions fines d'une part, et la fragmentation des débris végétaux d'autre part. Ces remarques nous ont conduit à effectuer plusieurs expérimentations.

### 2. Essais préliminaires

Echantillons étudiés: Horizons A1 des stations de Bezange et Sainte-Marie. Chaque expérience a été réalisée sur 35 g de sol (cf méthode BRUCKERT et al., 1978), tamisé à 2 mm, dans 200 ml d'eau distillée (avec ou sans hexamétaphosphate de sodium, 5ml à 102 g/l), et agité dans un flacon de polyéthylène de 500 ml.

Méthodes de dispersion: Nous avons utilisé une méthode de dispersion physique par retournement lent (40 tr/mn) de durée variée, avec ou sans billes d'agate, et avec ou sans ultrasons (6 minutes, 1900 J/mn). L'application des ultrasons n'a été effectuée que sur les fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  (BALESSENT et al., 1991; FELLER et al., 1991). La dispersion chimique des fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  a été faite par l'hexamétaphosphate de sodium (102 g/l). L'efficacité comparée de ces différents traitements sera présentée dans le chapitre "résultats".

Isolement des fractions granulométriques: Toutes les fractions supérieures à 20  $\mu\text{m}$  ont été séparées par tamisage humide sous faible jet d'eau. L'isolement des fractions inférieures à 20  $\mu\text{m}$  a été obtenu par sédimentation (loi de Stoke). La séparation des argiles fines (<0,2  $\mu\text{m}$ ) et des argiles grossières (0,2-2  $\mu\text{m}$ ) a été obtenue par ultracentrifugation basée sur la loi du Stoke. Avec le matériel disponible, la durée de centrifugation est de 60 ou 41 minutes pour les vitesses de 2500 ou 3000 tr/mn respectivement (BALESDENT, 1982). L'argile fine récupérée sous forme de surnageant a été floculée en ajoutant quelques ml de solution  $\text{SrCl}_2$  saturée.

### II.3 EXTRACTION ALCALINE DES SUBSTANCES HUMIQUES

#### 1. Introduction

Pour l'étude des substances humiques dans les fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées, on a procédé à une extraction chimique par le pyrophosphate de sodium à pH 9,7. Cette technique a été utilisée par de nombreux auteurs (BRUCKERT et KILBERTUS, 1980; HIGASHI and SHINAGAWA, 1981; HIGASHI et al., 1981; BALESDENT, 1982; BRAVARD and RIGHI, 1991) pour caractériser les substances humiques des sols.

Le pyrophosphate de sodium est un agent complexant puissant des cations métalliques polyvalents (BRUCKERT et KILBERTUS, 1980; HIGASHI et SHINAGAWA, 1980), qui solubilise les composés humiques liés aux matières minérales (argiles, oxydes, et oxyhydroxydes). L'efficacité de cet agent d'extraction dépend du type de sols et du type d'horizons pédologiques.

L'intérêt de ce travail est d'étudier les caractères généraux des substances humiques dans les différentes fractions des trois stations étudiées extraites par le pyrophosphate de sodium.

#### 2. Extraction

On introduit 1 gramme de sol (broyé fort), 100 ml de pyrophosphate de sodium N/10 à pH 9,7, dans un flacon de centrifugeuse. On agite dans un agitateur tournant à 40 tr/mn pendant une heure. La séparation du surnageant et du culot se fait par centrifugation (10 minutes à 8.000 trs/mn). Cette extraction est répétée trois fois.

Le culot, nommé humine, est rincé par  $\text{HCl}$  0,1N, séché à 50°C, puis pesé. Le surnageant contient ce qu'on appelle les acides humiques (AH) et les acides fulviques (AF). La séparation

de ces deux constituants s'effectue sur 25 ml de solution, par ajout de quelques ml d'HCl 2N jusqu'à pH entre 1,5 et 2,0, et stockage à 4°C pendant une nuit. Les AF sont séparés des AH par centrifugation (20 minutes à 12.000 trs/mn). Le culot contient les AH, les surnageant les AF.

### 3. Analyse des fractions obtenues

Le carbone et l'azote de l'humine ont été dosés au CHN+O CARLO ERBA 1106. Le carbone extractible (AF+AH) a été dosé au CARMOGRAPH. Le carbone des AF a été dosé au TCM, tandis que celui des AH a été obtenu par différence entre le carbone extractible (AF+AH) et celui des AF.

## II.4 ETUDE DES MATIERES ORGANIQUES DES FRACTIONS FINES PAR HYDROLYSE ACIDE

### 1. Intérêt de l'hydrolyse acide

L'hydrolyse acide est une technique très employée en sciences du sol pour les études de matière organique. Ce traitement provoque la rupture des liaisons ester, éther, amide, peptidique, entraînant la libération de molécules plus petites, plus polaires et solubles (JOCTEUR MONROZIER et ANDREUX, 1981; BARRIUSO, 1985). Parmi les molécules solubilisées, on trouve une grande partie de molécules azotées, ayant des C/N faibles. Le résidu, est constitué des fractions organiques les plus stables, les plus condensées, ayant des C/N élevés. L'hydrolyse acide permet donc de distinguer et de séparer des composés humiques selon leur degré de condensation et d'humification. Les fractions organiques hydrolysables correspondent aux chaînes périphériques des macromolécules, alors que les fractions non-hydrolysables représentent les "nucleus" plus condensés (ANDREUX et al., 1971). Les rendements d'hydrolyse dépendent beaucoup de la méthode utilisée et du sol étudié (JANEL, 1978; BALESIDENT, 1982; BARIUSO, 1985).

Ce traitement a été appliqué sur la fraction argileuse globale réunissant les fractions argileuses grossières (0,2-2 µm) et les fractions argileuses fines (< 0,2 µm).

### 2. Méthodologie

Les fractions réunies ont été hydrolysées par HCl 6N à chaud en continu sous reflux pendant 16 heures. Après refroidissement, la séparation entre les hydrolysats et les résidus

d'hydrolyse est obtenu par ultracentrifugation. Le résidu est rincé à l'eau distillée jusqu'à pH normal, séché à l'étuve de 50°C, puis pesé. Le HCl présent dans l'hydrolysate est éliminé à l'évaporateur rotatif (pour doser l'azote  $\alpha$ -aminé).

### 3. Analyse des résidus d'hydrolyse acide et des hydrolysats

#### 3.1. Résidus d'hydrolyse

Le carbone et l'azote total des résidus ont été dosés par "CHN+O, CARLO ERBA 1106". Les mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des résidus, vues les faibles quantités de produits obtenus, ont été réalisées au Centre des Faibles Radioactivités, (Laboratoire mixte CNRS-CEA, Domaine du CNRS, Gif-sur-Yvette).

#### 3.2. Hydrolysats

**Carbone:** Le carbone total hydrolysable a été dosé par "TCM CARLO-ERBA 400" (échantillons liquides solubles en milieu acide).

**Azote:** Trois formes d'azote hydrolysables ont été dosées: L'azote  $\alpha$ -aminé, l'azote ammoniacal, et l'azote osaminé. L'azote total a été dosé par la méthode KJELDAHL. La somme: N  $\alpha$ -aminé et N-NH<sub>3</sub> a été déterminée par coloration à la ninhydrine et mesure de la densité optique à 570 nm dans un spectrophotomètre "BECKMAN DU 70". L'azote ammoniacal a été dosé par distillation en présence de tampon borate (pH 8,8). En outre, on a procédé aux mesures d'azote des osamines par réactif à l'acétylacétone, réactif d'Ehrlich, et mesure de la densité optique à 530 nm. Les concentrations des solutions analysées sont calculées à partir d'une courbe étalon de glucosamine. La différence entre l'azote total et la somme de l'azote  $\alpha$ -aminé, l'azote ammoniacal et l'azote des osamines, représente l'azote non-identifié.

## II.5 ETUDE ULTRASTRUCTURALE DES FRACTIONS ORGANO-MINÉRALES PAR OBSERVATION AU MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE À TRANSMISSION (MET)

### 1. Introduction

Cette étude nous permet d'observer et de distinguer les différents types de matières organiques du sol à très fort grossissement. Ce travail a été réalisé sur les fractions granulométriques des horizons A1. Le but de cette étude est de caractériser les différents types

de matières organiques dans les différentes fractions granulométriques des trois stations étudiées

## **2. Préparation des échantillons**

La technique utilisée est celle mise au point par VILLEMIN et TOUTAIN (1987) d'après la méthode de RYTER et KELLENBERGER (1958). La fixation des échantillons secs, a été effectuée par une solution d'acide osmique à 1% dans un tampon phosphate à pH 7,0. Après enrobage par de l'agar à 2%, l'échantillon est déshydraté par des bains successifs dans l'acétone et inclus dans une résine synthétique de type EPON. La coloration des coupes à l'acétate d'uranyle et au citrate de plomb, permet de contraster les constituants cellulaires.

## **3. Observation des coupes**

Les coupes ont été observées à l'aide des microscopes électroniques à transmission CARL ZEISS EH 9S-2.



## ***B. RESULTATS ET DISCUSSIONS***

## I. PARTICULARITES DES PROFILS PEDOLOGIQUES

## 1. Variabilité du terrain

Les 10 prélèvements des horizons A1 qui ont été faits simultanément dans les trois stations d'étude permettent d'avoir une idée de la variabilité des caractéristiques des stations. Les résultats des analyses statistiques des teneurs en carbone et en azote, et des distributions des différentes fractions granulométriques des horizons A1 (0-10 cm) sur les trois stations étudiées sont présentés dans le tableau I.1.

Tableau I.1: Variations stationnelles de la teneur en carbone et en azote, et de la distribution des différentes fractions granulométriques des horizons A1 prélevés dans les trois stations étudiées

Paramètres	Moyenne	Maximum	Minimum	Ecart-type
<u>Matière organique</u>	<u>Bezange (sol ocre podzolique)</u>			
C (%)	2,69	3,61	1,77	0,58
N (%)	0,14	0,19	0,09	0,03
C/N	19	21	18	1
<u>Granulométrie (µm)</u>				
200-2000	2,1	3,8	1,0	0,8
50-200	80,3	82,0	77,5	1,4
20-50	7,0	7,9	5,8	0,5
2-20	5,2	6,3	4,6	0,5
< 2	5,4	6,5	4,6	0,6
<u>Matière organique</u>	<u>Sainte-Marie (sol brun acide)</u>			
C (%)	1,65	2,09	1,31	0,26
N (%)	0,13	0,15	0,12	0,01
C/N	13	16	11	2
<u>Granulométrie (µm)</u>				
200-2000	3,2	4,0	2,4	0,5
50-200	66,9	71,6	63,9	2,7
20-50	6,9	7,9	6,2	0,7
2-20	11,2	12,5	9,9	0,9
< 2	11,9	13,7	9,6	1,3
<u>Matière organique</u>	<u>Château Bréhain (sol brun acide)</u>			
C (%)	2,46	3,07	1,83	0,34
N (%)	0,13	0,16	0,10	0,02
C/N	19	21	18	1
<u>Granulométrie (µm)</u>				
200-2000	10,0	11,4	8,0	1,2
50-200	61,3	67,8	53,3	4,0
20-50	5,5	7,0	4,0	1,2
2-20	11,4	13,7	8,6	1,6
< 2	11,7	15,1	8,8	1,8

Carbone

Les variations des teneurs en carbone dans les trois stations étudiées sont faibles. L'écart-type est de 0,26 à Sainte-Marie, 0,58 à Bezange et 0,34 à Château Bréhain. La plus forte teneur en carbone se rencontre à Bezange (2,69%), à Château Bréhain, elle est de 2,46% et à Sainte-Marie 1,65%.

Azote

La teneur moyenne en azote dans tous les trois stations étudiées est à peu près identique de l'ordre de 0,13%. Elle est légèrement plus importante dans le sol ocre podzolique de Bezange que dans les sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain. Les variations stationnelles sont faibles.

Rapport C/N

Les variations du rapport C/N des horizons A1 des trois stations étudiées sont faibles. Les deux stations de Bezange et de Château Bréhain présentent des valeurs identiques de C/N (=19). A Sainte-Marie, ces valeurs sont nettement plus faibles (C/N=13).

Granulométrie

Les variations granulométriques entre les horizons A1 des trois stations sont faibles. La teneur en sable à Bezange est plus élevée qu'à Sainte-Marie et Château Bréhain qui contiennent plus d'argile (aux alentours de 12% contre 5% dans le cas du sol ocre podzolique). Les écarts-types des variations stationnelles des différentes fractions granulométriques sont faibles.

Les analyses statistiques mettent en évidence que les variations stationnelles du carbone et de l'azote, ainsi que les distributions des différentes fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées sont faibles.

## 2. Comparaisons des caractéristiques physiques et chimiques des trois profils pédologiques

### 2.1 Caractéristiques physiques

Granulométrie

La répartition granulométrique des trois sols étudiés (cf fiches descriptives 1, 2 et 3 - Chapitre A), est assez homogène. La seule différence porte sur le rapport entre les sables

grossiers (SG) et les sables fins (SF) qui est nettement plus faible dans le sol ocre podzolique de Bezange que dans le sol brun acide de Château Bréhain. Le taux d'argile des sols bruns acides de Sainte Marie et de Château Bréhain est le même en surface, comme nous l'avons déjà souligné, et de l'ordre de 11%. A Château Bréhain, il est constant tout le long du profil, alors qu'à Sainte-Marie, il augmente nettement avec la profondeur jusqu'à 22%. On note également que dans le sol ocre podzolique de Bezange, le taux d'argile augmente légèrement avec la profondeur. Cette augmentation avec la profondeur correspond plus à une hétérogénéité du matériel minéral qu'à un phénomène de lessivage.

### Densité apparente

Les valeurs des densités apparentes dans les différents horizons pédologiques des trois sols étudiés (Tableau I.2), augmentent avec la profondeur. La valeur minimum est observée dans l'horizon de surface du sol brun acide à Château Bréhain (0,92), et la valeur maximum dans l'horizon B22 (1,78) du sol de Sainte-Marie. Il existe une relation entre la densité apparente, la teneur en matière organique, et le taux d'argile (TOUTAIN, 1972). La densité apparente, bien corrélée avec la teneur en argile, est inversement proportionnelle à la teneur en matière organique.

Tableau I.2: Densité apparente des différents horizons pédologiques des trois stations

Bezange		Sainte-Marie		Château Bréhain	
Horizons	Dens. App	Horizons	Dens. App.	Horizons	Dens. App.
A1	1,02	A1	1,22	A1	0,92
Bh*	1,15	AB*	1,33	AB	1,30
Bs1*	1,10	B21*	1,43	B21	-
Bs2*	1,21	B22*	1,78	B22	1,50

\*) GIRARDIN (1987)

## 2.2 Caractéristiques chimiques

### pH

Les pH mesurés dans l'eau, variant entre 3,7 et 4,8, indiquent que les sols sont des sols acides. A Bezange, les valeurs du pH varient entre 4,4 et 4,8, et tendent légèrement à augmenter avec la profondeur. A Sainte-Marie, en surface le pH varie entre 4,2 et 4,4, et tend à se maintenir constant en profondeur. A Château Bréhain en surface le pH est nettement

acide et atteint 3,7, et augmente avec la profondeur jusqu'à pH 4,3. Ces valeurs du pH des horizons A1 ne sont données là qu'à titre indicatif, elles varient quelquefois fortement avec la saison (TOUTAIN, 1974).

### Bases échangeables

Les résultats des analyses mettent en évidence la pauvreté en bases échangeables. Le rapport S/T du total des cations  $S=(Ca+Mg+K+Na)$  et de la capacité totale d'échange au pH du sol  $T=S+(H+Al+Mn+Fe)$ , exprimé en %, est appelé taux de saturation. Pour les trois sols étudiés, le taux de saturation est assez élevé dans les horizons A1, et tend à diminuer avec la profondeur. Cette répartition classique dans les sols forestiers, rend compte d'un apport biologique et d'une mobilisation biologique de ces cations. Dans les horizons profonds, le taux de saturation augmente jusqu'à atteindre 20% à Sainte-Marie et Bezange et 47% à Château Bréhain (à 160 cm de profondeur). L'acidité totale ( $Al^{+++} + H^+$ ) la plus élevée est à Château Bréhain où le pH est le plus acide.

### Formes du fer

Les quantités d'oxydes de fer libérés par le réactif MEHRA-JACKSON dans les trois sols étudiés sont très faibles. Il en est de même des formes du fer amorphe ou moins bien cristallisées extraites par le réactif de TAMM. A Sainte-Marie et à Château Bréhain, les teneurs en oxydes de fer sont identiques (5‰), et plus faibles à Bezange (2‰). Les teneurs en fer amorphe ou mal cristallisé à Sainte-Marie et à Château Bréhain sont toujours plus élevées, de l'ordre de 2 à 3‰ qu'à Bezange (<1‰).

D'autres teneurs en éléments, comme la silice et l'aluminium ne permettent pas de distinguer les trois sols étudiés. Les différences sont très faibles.

## 2.3 Composition chimique totale

### Les teneurs en $SiO_2$ , $Al_2O_3$ , $Fe_2O_3$ , $TiO_2$

L'analyse des éléments totaux des trois profils pédologiques (Tableau I.3), montre que le sol brun acide de Sainte Marie est plus riche en  $Al_2O_3$ ,  $Fe_2O_3$ , et  $TiO_2$  que le sol ocre podzolique de Bezange qui contient plus de  $SiO_2$ . Les teneurs en éléments totaux du sol brun acide de Château Bréhain sont à peu près identiques à celles du sol brun acide de Sainte-Marie, bien que les teneurs en  $Al_2O_3$  soient un peu plus faibles. La distribution de ces éléments

Tableau I.3: L'analyse des éléments totaux des litières et des sols globaux (en %) des trois stations étudiées

Profond. (cm)	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MnO	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	P au Feu
<u>Bezange (sol ocre podzolique)</u>										
L1	22	1	0	2,6	1,4	13,2	0,3	1,2	0,0	954,0
L2	500	17	10	1,4	1,0	6,1	1,5	5,9	1,6	452,0
A1: 0 - 10	885	24	5	0,1	0,6	1,3	2,3	8,4	2,5	70,0
Bh: 10 - 25	925	24	5	0,0	0,5	0,9	2,8	8,7	2,5	26,0
Bs1: 25-40	905	31	10	0,0	1,1	0,1	1,5	7,5	3,0	40,0
Bs2: 40-60	918	34	8	0,1	1,3	0,1	1,5	8,0	2,0	27,0
BC: 100	923	38	8	0,1	1,5	0,1	1,5	8,0	2,0	21,0
<u>Sainte-Marie (sol brun acide)</u>										
L1	27	1	1	3,0	1,3	12,6	0,0	0,9	0,1	947,0
L2	343	27	10	3,7	1,9	7,0	4,2	7,2	1,9	563,0
A1: 0-10	820	61	14	1,9	1,9	2,0	9,7	13,5	4,6	62,0
AB: 10-25	850	64	14	1,1	1,9	1,7	10,0	14,5	5,0	36,0
B21: 25-40	840	68	18	1,5	2,2	1,7	10,4	15,1	4,9	31,0
B22: 40-60	780	94	32	1,2	5,2	1,7	10,0	18,6	5,0	45,0
<u>Château Bréhain (sol brun acide)</u>										
L1	25	2	1	5,5	1,6	12,3	0,3	1,1	0,1	949,0
L2	430	21	8	5,2	1,8	7,2	3,1	6,7	1,6	509,0
A1: 0-10	850	42	16	0,5	1,7	1,8	6,0	13,0	3,2	65,8
AB: 10-25	880	45	12	0,2	1,7	1,4	6,1	12,8	3,3	35,1
B21: 25-40	885	47	13	0,2	1,9	1,4	6,2	12,8	3,3	26,8
B22: 40-80	875	53	15	0,4	2,5	1,5	6,0	13,0	2,9	22,3
BC: 160	875	54	18	0,3	2,6	1,4	5,7	13,5	2,0	22,9

dans les trois sols eux mêmes augmente avec la profondeur. L'analyse de ces éléments au niveau des litières des couches L1 et L2, ne permet pas de distinguer les trois stations étudiées.

### Les bases

Les éléments CaO, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>O, MgO, et MnO sont répartis en quantité toujours plus importantes à Sainte Marie et à Château Bréhain qu'à Bezange. Les cations Na<sub>2</sub>O et K<sub>2</sub>O qui proviennent pour la plus grande part de l'altération des minéraux comme les micas muscovite et les feldspaths potassiques (TOUTAIN, 1974), sont les bases les plus abondantes en profondeur. En comparant les résultats d'analyse des litières et ceux des horizons minéraux, on constate que les teneurs en CaO et MnO sont plus élevées dans les horizons organiques que dans les horizons minéraux (mobilisation biologique).

### 3. Discussions

Les nombreux prélèvements faits sur les horizons A1 (0-10 cm) autour des profils dans les trois stations étudiées mettent en évidence que les variations stationnelles des teneurs en carbone et en azote, ainsi que des distributions granulométriques sont faibles. Ces résultats nous permettent de ne pas contester la représentativité des prélèvements faits sur les trois stations étudiées .

Les pH des horizons de surface des trois sols étudiés sont nettement plus acides dans le sol brun acide de Château Bréhain que dans les deux autres. Cette valeur correspond à l'acidité totale la plus élevée. En profondeur, par contre, les valeurs du pH dans les trois sols sont à peu près identiques.

La détermination des bases échangeables au pH du sol ne permet pas de distinguer les trois sols étudiés, si ce n'est le sol brun acide de Château Bréhain qui présente une plus forte teneur en Al échangeable. Le taux de saturation dans ce sol est deux fois plus faible que dans le sol brun acide de Sainte-Marie ou dans le sol ocre podzolique de Bezange. On constate qu'il y a une nette accumulation de calcium d'origine biologique dans les horizons A1. Cette accumulation est maximum à Sainte-Marie et non négligeable à Bezange. Le comportement géochimique du magnésium est bien différent de celui du calcium. Ses teneurs croissent du haut vers le bas des profils. Le bilan de Mn est remarquable par la très forte accumulation biologique dans les horizons A1 et ses teneurs variables au niveau des litières.

L'analyse des différentes formes du fer, de l'aluminium et de la silice a mis en évidence la présence de plus fortes teneurs en fer qu'en aluminium et en silice. La teneur en oxydes de fer extraits par le réactif MEHRA-JACKSON à Sainte-Marie et à Château Bréhain est à peu près 4 à 5 fois plus forte qu'à Bezange. Les teneurs en aluminium et en silice extraits sont à peu près identiques. TOUTAIN (1974) a constaté que les teneurs en fer et en aluminium extraits de l'horizon A1 de Sainte-Marie ne sont que faiblement déficitaires par rapport aux horizons de profondeur. A Bezange, au niveau de l'horizon A1, les quantités de fer extrait par le réactif de MEHRA-JACKSON sont beaucoup plus faibles.

Les teneurs en fer et en aluminium totaux dans les deux sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain sont plus importantes que dans le sol ocre podzolique de Bezange qui contient plus de silice. Les teneurs totales en potassium et en sodium qui sont plus importantes dans les sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain que dans le sol ocre podzolique de Bezange, montrent l'importance des réserves minérales mobilisables à partir de l'altération des feldspaths et de la muscovite (TOUTAIN, 1974). La teneur en ces éléments tend à s'augmenter avec la profondeur. D'autres éléments comme CaO, MgO et MnO totaux présentent une nette mobilisation biologique due à l'accumulation de ces éléments dans les horizons de surface ou dans les litières. La teneur en ces éléments est plus importante dans les sols bruns acides que dans le sol ocre podzolique.

Les facteurs stationnels (climat, topographie, roche-mère et végétation) dans les trois stations étudiées sont semblables et pourtant les observations morphologiques sur le terrain, les analyses physiques et chimiques montrent une nette divergence d'évolution dans la pédogenèse des sols. A Bezange se développe un sol ocre podzolique à moder, caractérisé par une litière assez épaisse composée des feuilles de l'année à morphologie bien conservée (couche OL) reposant sur des morceaux de feuilles des années précédentes et des boulettes fécales (couches OF et OH). L'humus est de type moder. La limite avec l'horizon minéral A1 est peu nette. En profondeur se développe des horizons Bh et Bs où s'accumulent des matières organiques provenant des horizons supérieurs. A Sainte-Marie et à Château Bréhain, on constate la présence d'un sol brun acide à mull caractérisé par une litière peu épaisse presque exclusivement de l'année (couche OL) reposant directement sur l'horizon A1. L'humus est de type mull. En profondeur se développe des horizons assez difficiles à délimiter de couleur brun jaunâtre avec des marques d'hydromorphie à partir de 25 cm de profondeur à Sainte-Marie et de 40 cm à Château Bréhain, plus marquées à Sainte-Marie qu'à Château Bréhain.

La divergence vers deux types d'humus, mull et moder, est liée à trois types d'activités biologiques nettement différentes. A Château Bréhain, il s'agit de vers de terre anéciques et pour une moindre part de champignons de la pourriture blanche qui jouent un rôle important dans la biodégradation et l'humification du matériel foliaire. A Sainte-Marie, les activités



des champignons de la pourriture blanche sont particulièrement importantes. Dans les deux cas, les humus sont du type mull. TOUTAIN (1987) a constaté qu'en milieu acide sur des altérites contenant une certaine quantité de minéraux phylliteux et une quantité importante d'ions calcium, les vers de terre anéciques s'installent dans le milieu. Si les altérites ne renferment que peu de minéraux phylliteux, mais une quantité de fer suffisante pour insolubiliser la matière organique hydrosoluble qui percole dans le sol, ces conditions vont favoriser la présence de la pourriture blanche. Si la roche-mère ne contient que très peu de minéraux altérables, c'est le cas de la station de Bezange, seuls les Enchytraéides et les Microarthropodes pourront s'installer dans le milieu. L'humus est caractérisé par une accumulation de boulettes fécales et par une migration intense des composés solubles acido-complexants dans le sol. Dans ce cas, l'humus est un moder et le sol est du type podzolique.

## II. MESURES D'ACTIVITE $^{14}\text{C}$ ET CONCENTRATION EN $\delta^{13}\text{C}$ DES FEUILLES VERTES, DES LITIÈRES ET DES SOLS GLOBAUX

### II.1 LES FEUILLES VERTES ET LES LITIÈRES

Les teneurs en carbone et en azote, les activités  $^{14}\text{C}$  et les concentrations en  $\delta^{13}\text{C}$  des feuilles vertes (de Bezange) et des litières des trois stations étudiées sont présentées dans le tableau II.1.

Tableau II.1: Teneurs en carbone et en azote, rapport C/N, activité  $^{14}\text{C}$  et concentration en  $\delta^{13}\text{C}$  des feuilles vertes de hêtre et des litières des trois stations étudiées

Référence	C (%)	N (%)	C/N	$\delta^{14}\text{C}$ (‰)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰)	$\Delta^{14}\text{C}$ (‰)
<u>Bezange</u>						
L01	46,75	3,35	14	+125 ± 7	-28,9	+134 ± 7
L02	48,33	2,13	23	+125 ± 7	-29,8	+135 ± 7
L03	48,44	0,94	52	+127 ± 7	-30,2	+138 ± 7
L1	46,10	1,20	38	+137 ± 7	-28,8	+145 ± 7
L2	20,77	0,89	23	+187 ± 7	-29,2	+196 ± 7
<u>Sainte-Marie</u>						
L1	47,20	1,20	39	+140 ± 7	-28,9	+149 ± 7
L2	27,32	1,04	26	+173 ± 6	-27,8	+179 ± 7
<u>Ch. Bréhain</u>						
L1	48,62	1,48	33	+154 ± 7	-27,9	+160 ± 7
L2	17,33	0,89	20	+191 ± 7	-27,3	+197 ± 7
L.int	8,70	0,49	18	+183 ± 7	-27,2	+188 ± 7

L01=feuilles vertes, prélevées en mai 1991

L02=feuilles vertes, prélevées en octobre 1991

L03=feuilles brunes tombées au sol en novembre 1991

L1=Litière récente au sol (couche OL)

L2=Litière ancienne (couche OF et éventuellement couche OH)

#### 1. Teneurs en carbone et en azote

Les résultats présentés dans le tableau II.1 donnent des renseignements sur la dynamique du carbone et de l'azote dans les feuilles vertes de hêtre et les litières. La teneur en carbone dans les feuilles vertes et les litières L1, tend à se maintenir constante (de l'ordre de 46 et

48%). Dans les couches L2, elle diminue rapidement et n'est plus que de 43 à 65% de celle de L1, à la suite de phénomènes de minéralisation et de pollutions minérales. La teneur en azote diminue significativement au cours du vieillissement des feuilles de 3,35% dans les feuilles vertes jeunes (L01) à 0,94% dans les feuilles brunes tombées au sol (L03), ce qui se traduit par une augmentation rapide du rapport C/N de L01 (C/N=14) à L03 (C/N=52). Dans les couches L1, la teneur en azote augmente légèrement, puis diminue dans les couches L2. Le rapport C/N diminue nettement de L1 (C/N=33-39) à L2 (C/N=20-26).

## 2. Composition isotopique globale

### 2.1 Mesures de $\delta^{13}\text{C}$

Les résultats présentés dans le tableau II.1 indiquent que les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  des litières et des feuilles vertes varient entre -27,2 et -30,2‰. Ces valeurs tendent à augmenter en valeur absolue des feuilles vertes (-28,9‰) aux feuilles brunes tombées au sol (-30,2‰). Dans les feuilles vertes elles mêmes les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  augmentent en valeur absolue avec l'âge, les feuilles âgées ayant une valeur négative plus grande en valeur absolue que les feuilles jeunes (VOGEL, 1978), alors qu'au niveau des litières L2, les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  ne sont pas significativement différentes de celles trouvées dans les litières L1. Ces résultats mettent en évidence l'existence d'un fractionnement isotopique intervenant dans les feuilles au cours de la période d'activité et de la sénescence avant leur incorporation dans l'humus.

Les résultats publiés par VOGEL (1978), MEDINA et MINCHIN (1980), et VAN DER MERWE et MEDINA (1989) montrent qu'il existe un gradient des rapports isotopiques dans les feuilles en fonction de leur position dans l'arbre pour les espèces forestières. Ce gradient est moins prononcé en forêt tempérée qu'en forêt tropicale. Dans la forêt tempérée de Bavière sous hêtre en Allemagne, VOGEL (1978) a mesuré un gradient de 3,2 unités  $\delta$  entre des feuilles situées à 2 mètres au dessus de la surface du sol (-31,2‰) et celles prélevées à la hauteur de 19 mètres (-27,9‰). Dans la forêt tropicale du Brésil, VAN DER MERWE et MEDINA (1989) ont mesuré une différence de 6 unités  $\delta$  entre des feuilles situées près du sol (-36‰) et celles prélevées dans la canopée (-30‰).

On peut donc penser que dans la forêt tempérée de Bezange, il existe aussi un léger gradient isotopique. Mais il faut rappeler que dans les résultats présentés dans le tableau II.1, les feuilles vertes ont été prélevées à 2 mètres au dessus de la surface du sol, alors que les feuilles brunes tombées au sol correspondent à l'ensemble des feuilles du même jeune hêtre qui avait 6 m de hauteur.

En comparant les trois stations étudiées, les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  des litières L1 et L2 sont en valeur absolue plus grandes dans le sol ocre podzolique de Bezange que dans les deux sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain. Les litières du sol brun acide de Château Bréhain présentent les valeurs absolues les plus faibles. Par rapport aux résultats présentés par VOGEL (1978), les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  des feuilles situées à 2 mètres au dessus de la surface du sol sont plus faibles en valeurs absolues à Bezange ( $\delta^{13}\text{C}=-29,8\text{‰}$ ) que dans la forêt de Bavière en Allemagne ( $\delta^{13}\text{C}=-31,2\text{‰}$ ).

## 2.2 Mesures des activités $^{14}\text{C}$

*Les feuilles vertes de hêtre* - Les résultats du tableau II.1 mettent en évidence que l'activité  $^{14}\text{C}$  mesurée dans les feuilles vertes et brunes sont quasiment identiques, avec une différence de 3 unités  $\Delta$ . L'activité  $^{14}\text{C}$  corrigée, en tenant compte de l'effet du fractionnement isotopique, est plus forte que celle mesurée, soit une augmentation d'environ de 10 unités  $\Delta$ . Si on considère que les végétaux assimilent du gaz carbonique qui présente une proportion de  $^{14}\text{C}$  à peu près égale à celle de l'atmosphère, alors les résultats obtenus dans nos mesures sont très proches ( $\Delta^{14}\text{C}$  de l'ordre de  $140\text{‰}$ ) de ceux rapportés par LEVIN et al., (1989) en Suisse ( $\Delta^{14}\text{C}=150\text{‰}$ ), l'écart n'est que de l'ordre de  $10\text{‰}$ .

*Les litières* - Les activités  $^{14}\text{C}$  mesurées et corrigées dans les couches L1 sont plus faibles que dans les couches L2, et ceci se retrouve dans les trois stations. Les activités mesurées dans les couches L1 sont de l'ordre de  $145$  à  $160\text{‰}$ , alors que dans les couches L2, elles varient entre  $179$  et  $197\text{‰}$ , soit un écart très important de  $30$  à  $50\text{‰}$ . Les activités corrigées sont un peu plus fortes que les activités mesurées, de l'ordre de  $5$  à  $10$  unités  $\Delta$ .

## II.2 LES SOLS GLOBAUX

### 1. Composition isotopique globale du carbone

#### 1.1 Mesures de $\delta^{13}\text{C}$

Les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  des différents horizons des trois sols étudiés sont présentées dans le tableau II.2. Dans le sol ocre podzolique de Bezange, les 25 premiers cm présentent une valeur de  $\delta^{13}\text{C}$  légèrement plus élevée en valeur absolue que ceux des sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain. Les deux sols bruns acides ont des valeurs quasiment identiques.

La diminution en valeur absolue de  $\delta^{13}\text{C}$  avec la profondeur a déjà été constatée par VITORELI et al., (1989) et DESJARDINS (1991). Ici pour une profondeur donnée, les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  trouvées à Château Bréhain sont en valeur absolue légèrement plus élevées que dans la station de Sainte-Marie, mais à partir de 40 à 60/80 cm, elles sont à peu près identiques et semblent se stabiliser autour d'une valeur très proche de  $\delta^{13}\text{C}=-25\text{‰}$ , qui est celle de végétaux à métabolisme photosynthétique de type C3.

Tableau II.2: Activité  $^{14}\text{C}$  mesurée ( $\delta^{14}\text{C}$ ) et corrigée ( $\Delta^{14}\text{C}$ ), concentration en  $\delta^{13}\text{C}$ , âge apparent et âge corrigé dans les trois stations étudiées

Horizons	Profondeur (cm)	$\delta^{14}\text{C}$ (‰)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰)	$\Delta^{14}\text{C}$ (‰)	Age app. (ans)	Age corrigé (ans)
<u>Bezange</u>						
A1	0 - 10	113 ± 7	-27,8	119 ± 7	Présent	77 ± 5
Bh	10 - 25	-18 ± 14	-27,4	-14 ± 14	116 ± 30	393 ± 82
Bs1	25 - 40	-1 ± 14	-	+1 ± 14	Présent	319 ± 58
Bs2	40 - 45	-11 ± 14	-	-9 ± 14	75 ± 117	367 ± 78
BC	45 - 60	-24 ± 14	-	-22 ± 14	183 ± 120	439 ± 88
<u>Ste. Marie</u>						
A1	0 - 10	110 ± 7	-26,9	114 ± 7	Présent	80 ± 5
AB	10 - 25	-12 ± 7	-26,2	-10 ± 7	83 ± 58	372 ± 38
B21	25 - 40	-24 ± 7	-25,0	-24 ± 7	200 ± 60	450 ± 44
B22	40 - 60	-130 ± 7	-25,9	-129 ± 7	1141 ± 67	1397 ± 95
<u>Ch. Bréhain</u>						
A1	0 - 10	117 ± 7	-27,0	121 ± 7	Présent	75 ± 5
AB	10 - 25	10 ± 7	-26,9	14 ± 7	Présent	265 ± 24
B21	25 - 40	-19 ± 7	-26,7	-15 ± 7	125 ± 58	399 ± 40
B22	40 - 80	-46 ± 7	-25,8	-45 ± 7	380 ± 61	590 ± 51

\*) Les valeurs de  $\Delta^{14}\text{C}$  des horizons Bs1, Bs2 et BC de Bezange ont été calculées en utilisant la valeur moyenne de  $\delta^{13}\text{C}=-26\text{‰}$ .

Si on compare les valeurs de  $\delta^{13}\text{C}$  des horizons A1 des trois stations et des feuilles brunes tombées au sol, nous constatons que l'effet du fractionnement isotopique à Sainte-Marie et à Château Bréhain est quasiment identique, et se manifeste par une diminution en valeur absolue de 3,1 à 3,2 unités  $\delta$ . Cet effet est moins marqué à Bezange et correspond à une diminution de 2,4 unités  $\delta$ . Ces résultats mettent en évidence des différences dans les phénomènes d'humification et de minéralisation entre les stations et donc les types des humus (moder et mull) ce qui est conforme aux travaux de LADYMAN et HARKNESS, (1980), VITORELI et al., (1989), MELILO et al., (1989), et DESJARDINS (1991). On peut observer que l'effet du fractionnement isotopique est plus marqué en surface qu'en profondeur, et en comparant les trois sols étudiés, on constate que cet effet est moins accentué dans les deux sols

bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain que dans le sol ocre podzolique de Bezange.

### 1.2 Mesure des activités $^{14}\text{C}$

Les valeurs des activités  $^{14}\text{C}$  mesurées ( $\delta^{14}\text{C}$ ) et corrigées ( $\Delta^{14}\text{C}$ ), en tenant compte du fractionnement isotopique, des sols globaux des trois stations étudiées sont reportées dans le tableau II.2. Nous y avons également fait figurer les âges apparents correspondant aux valeurs  $\Delta^{14}\text{C}$  négatives et calculées selon l'expression donnée précédemment et les "âges corrigés" qui sont les âges apparents en tenant compte de l'intervention des activités  $^{14}\text{C}$  d'origine thermonucléaire, et en posant comme hypothèse que chaque échantillon présente une distribution exponentielle des âges (BALESDENT, 1982)

Les résultats nous montrent, comme nous venons de le souligner que l'effet du fractionnement isotopique est plus marqué en surface qu'en profondeur. En comparant les valeurs de  $\delta^{14}\text{C}$  et celles de  $\Delta^{14}\text{C}$ , on constate que cet effet en surface est responsable d'une différence de 4 à 6 unités  $\delta$ , alors qu'il est presque négligeable en profondeur (1 unité  $\delta$ ), ce qui correspond à des valeurs de rajeunissement des âges corrigés de moins de 20 ans en surface, et de moins de 5 ans en profondeur.

Dans les horizons A1 des trois stations étudiées, les activités  $^{14}\text{C}$  sont quasiment identiques. Dans les horizons sous jacents, les valeurs de  $\Delta^{14}\text{C}$  sont négatives et sont de plus en plus grandes en valeur absolue, ce qui indique que l'âge des matières organiques augmente avec la profondeur (exception faite du Bh de Bezange dont l'âge est anormalement élevé). Ce vieillissement des matières organiques avec la profondeur est plus marqué dans le sol brun acide de Sainte-Marie que dans les deux autres sols. L'activité du sol global la plus faible (la plus négative) se trouve dans l'horizon profond(B22) du sol brun acide de Sainte-Marie, il correspond à un âge corrigé de 1397 ans.

## 2. Gradient d'âge en fonction de la profondeur

La matière organique jeune et minéralisable est stockée en haut du profil au niveau de l'horizon A1, alors que vers le bas, est conservée une matière organique de plus en plus ancienne au fur et à mesure que l'on s'enfonce en profondeur, très humifiée, et peu sensible à la biodégradation. Dans le cas du sol ocre podzolique de Bezange, comme cela a déjà été vu par GIRARDIN (1987), on constate l'existence d'une anomalie au niveau de l'horizon Bh tout à fait remarquable avec un âge corrigé nettement plus ancien que dans l'horizon sous jacent, ceci est en accord avec GUILLET (1972) qui a observé une anomalie semblable sur un podzol voisin.

Dans le sol brun acide de Sainte-Marie, le gradient d'âge est très différent de celui du sol brun acide de Château Bréhain et du sol ocre podzolique de Bezange. Les deux sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain présentent une bonne corrélation entre les âges corrigés (Y) et la profondeur (X) alors que dans le sol ocre podzolique de Bezange, cette corrélation est beaucoup moins bonne du fait de l'existence d'une matière organique ancienne au niveau de l'horizon Bh (Figure II.1).

Château Bréhain: $Y = 9,34 X - 52$	$R^2 = 0,98$
Sainte-Marie: $Y = 28,25 X - 202$	$R^2 = 0,87$
Bezange : $Y = 6,54 X + 116$	$R^2 = 0,73$

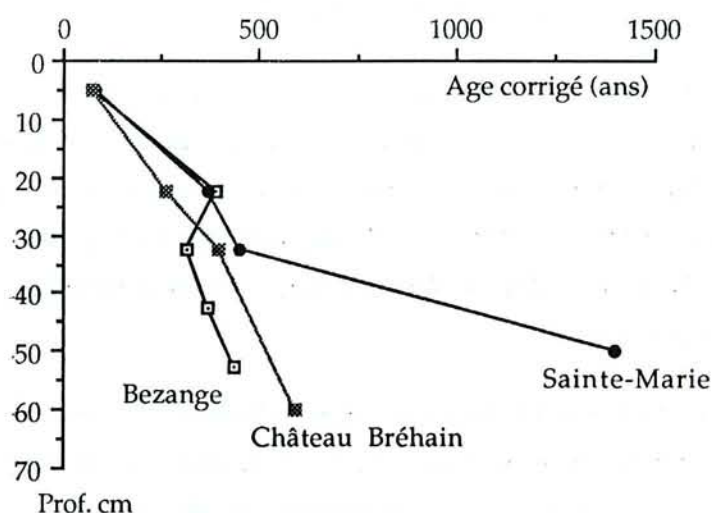


Figure II.1: Répartition des âges en fonction de la profondeur dans les trois stations étudiées

Dans le sol brun acide de Sainte-Marie, la pente est de l'ordre de 2.620 ans par mètre, tandis que dans le sol brun acide de Château Bréhain, le gradient moyen correspondant est plus faible et de l'ordre de 880 ans par mètre. En négligeant l'anomalie du Bh, le sol ocre podzolique de Bezange présente un gradient de 770 ans par mètre.

Comme nous l'avons déjà signalé dans le paragraphe précédent, deux des trois stations, Bezange et Sainte-Marie, diffèrent l'une de l'autre par leur teneur en hydroxydes de fer et d'aluminium et par leur activité biologique intervenant dans les processus de biodégradation et d'humification. A Sainte-Marie, le schéma d'humification proposé par TOUTAIN (1974) dans cette station, souligne l'importance des phénomènes d'insolubilisation de la matière organique dès les premiers centimètres du sol. Les hydroxydes de fer sont considérés comme des éléments stabilisateurs vis à vis de la matière organique du sol (GUILLET, 1972; 1990), ils

provoquent l'insolubilisation de la matière organique soluble mais ils ne freinent pas la minéralisation des composés organiques insolubilisés (ANDREUX, 1978). Si la roche mère est pauvre en oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium, comme dans le cas du sol ocre podzolique de Bezange, l'insolubilisation des complexes organiques sur les hydroxydes est quasi inexistante et elle ne constitue pas un facteur limitant à leur migration, les horizons sous-jacents recevront alors des apports importants de matière organique jeune et dans l'ensemble du profil va s'établir un gradient d'âge faible (GUILLET, 1972; BRUCKERT et METCHE, 1972). A l'inverse, si la roche-mère ou les horizons sont riches en hydroxydes, les complexes organo-minéraux vont s'insolubiliser immédiatement (cas des sols bruns acides), et les horizons sous-jacents recevront de moins en moins d'apports de matière organique jeune, le gradient d'âge sera alors plus marqué.

Dans le cas du sol brun acide de Château Bréhain, le brassage du profil par l'activité de vers de terre anéciques a provoqué une homogénéisation des matières organiques jeunes et anciennes qui va se matérialiser dans le profil par un gradient d'âge plus faible.

### 3. Différences d'âge entre l'horizon A1 et l'horizon sous-jacent

Les mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des différents horizons dans les trois stations étudiées mettent en évidence l'existence de phénomènes de stabilisation de la matière organique qui diffèrent en fonction de profondeur. Dans le sol brun acide de Sainte-Marie, les matières organiques sont plus stables que dans le sol ocre podzolique de Bezange et le sol brun acide de Château Bréhain.

Dans le sol brun acide de Château Bréhain, le gradient d'âge entre l'horizon A1 et l'horizon sous-jacent est le plus faible des trois stations (190 ans), ceci s'explique par l'existence d'un brassage du sol par les vers de terre. Cette activité permet d'homogénéiser la matière organique jeune et ancienne par bioturbation du profil (STOUT et GOH, 1980).

Dans le cas du sol ocre podzolique de Bezange, le brassage par l'activité faunique est très faible, voire inexistant, mais GUILLET (1972) a constaté que la matière organique de l'horizon Bh de ce profil avait une origine double: une partie provenait de la mobilisation d'une matière organique ancienne à partir de la tranche de sol où se différenciera l'horizon A2, et l'autre partie provenait de l'insolubilisation des complexes issus des litières. Le gradient d'âge entre l'horizon A1 et l'horizon Bh est très important, il est de 316 ans.

Dans le cas du sol brun acide de Sainte Marie, le gradient est de 292 ans. Comme l'a souligné GIRARDIN, (1987), le brassage par bioturbation est très faible, et les phénomènes d'insolubilisation des polymères issus des litières du fait de la richesse en hydroxydes de fer



et d'aluminium sont dominants (TOUTAIN, 1974). Par conséquent, les complexes organo-minéraux vont s'insolubiliser dans l'horizon A1 et l'horizon sous-jacent va recevoir de moins en moins d'apport de matière organique jeune (si ce n'est sous forme de racines mortes).

## II.3 DISCUSSIONS

### 1. Existence d'une anomalie entre l'activité $^{14}\text{C}$ des feuilles vertes et des litières

Les résultats présentés au chapitre précédemment montrent l'existence d'une différence significative entre l'activité  $^{14}\text{C}$  des feuilles vertes et celle des litières. Pour essayer d'expliquer cette constatation, nous allons commenter quelques uns des facteurs intervenant dans la mesure de l'activité  $^{14}\text{C}$ . PAUL et al., (1964) et CAMPBELL et al., (1967) constatent que la mesure de l'activité  $^{14}\text{C}$  et la précision des datations par  $^{14}\text{C}$  dépendent du standard et de la technique d'analyse utilisée, de l'effet du fractionnement isotopique, de l'effet des bombes atomiques, et de l'effet de contamination par réutilisation du  $\text{CO}_2$  dégagé par minéralisation.

#### 1.1 La précision du standard et les techniques d'analyse

L'activité spécifique du  $^{14}\text{C}$  contemporain (1950) est défini comme étant égale à 95% de l'activité standard de l'acide oxalique (RM-49) distribué par le National Bureau of Standard des USA. La préparation a été faite par oxydation sous courant d'oxygène en utilisant du sulfate acide de potassium. Cette méthode est considérée comme étant très efficace (VALASTRO et al., 1977) et permet d'éviter le fractionnement isotopique au cours de la transformation de l'acide oxalique en  $\text{CO}_2$  puis en carbonate. La mesure de  $\delta^{13}\text{C}$  du standard n'a pas été déterminée, mais nous avons daté, comme référence, à intervalles réguliers un bois de chêne ancien d'âge connu provenant de Chamagne dans les Vosges. La dernière mesure a été faite au mois de janvier 1991 et a donné un âge de  $4375 \pm 80$  ans. Cette valeur est comparable à celle obtenue en juillet 1988 ( $4400 \pm 70$  ans).

Les précautions prises pendant le traitement ont été les mêmes pour l'ensemble des échantillons. Pour éviter les explosions pendant la combustion, nous avons dilué les débris végétaux dans du sable de Fontainebleau prétraité par  $\text{HCl}$  et chauffé à  $900^\circ\text{C}$ . Les possibilités d'erreur provenant de la technique utilisée semblent de ce fait négligeables.

## 1.2 L'effet du fractionnement isotopique

Les teneurs en différents isotopes du carbone ( $^{12}\text{C}$ ,  $^{13}\text{C}$ , et  $^{14}\text{C}$ ) dans les plantes sont différentes de celles de l'atmosphère à la suite d'un fractionnement isotopique. L'effet de ce fractionnement isotopique peut être corrigé en mesurant le rapport  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  de l'échantillon par rapport à celui du standard. DELIBRIAS (1985) constate que l'estimation des activités  $^{14}\text{C}$  rapportée à une même teneur en  $^{13}\text{C}$  est indispensable, surtout s'il s'agit de comparer entre eux des matériaux d'âge relativement jeune ou des matériaux de nature différente. Les travaux de CAMPBELL et al., (1967) montrent qu'à la suite du fractionnement isotopique, il faut soustraire jusqu'à 115 ans à l'âge moyen de certaines fractions organiques.

Nos résultats montrent que l'activité  $^{14}\text{C}$  corrigée des feuilles vertes de hêtre est très proche ( $\Delta^{14}\text{C}$  d'environ 140‰) de celle de l'atmosphère mesurée par LEVIN et al., (1989) en Suisse ( $\Delta^{14}\text{C}=150‰$ ). La correction apportée par l'effet du fractionnement isotopique obtenue en déterminant le  $\delta^{13}\text{C}$  de tous les échantillons, augmente les valeurs de  $\Delta^{14}\text{C}$  de l'ordre de 10 unités.

## 1.3 L'effet des bombes atomiques

### Variation de l'activité atmosphérique

L'activité  $^{14}\text{C}$  atmosphérique depuis l'arrêt des essais nucléaires aériens tend à diminuer, et elle ne présente plus actuellement qu'une augmentation d'un peu moins de 25% par rapport à la teneur naturelle (DELIBRIAS, 1985). La dernière mesure qui a été faite par LEVIN et al., (1989) en Suisse, montre que de 1983 à 1988, l'activité  $^{14}\text{C}$  atmosphérique décroît de  $-10,4 \pm 1,7‰$  par an. En moyenne en 1988, la valeur de  $\Delta^{14}\text{C}$  était de 169‰ à Schauinsland (48°N, 8°E, 1200 m au dessus de la mer), et de 172‰ à Jungfrauoch (47°N, 8°E, 345 m au dessus de la mer). Comme la décroissance moyenne à partir de 1987 est de  $-6,5 \pm 1,5‰$  par an, l'activité moyenne en 1990 devait être de 156‰ à Schauinsland et de 159‰ à Jungfrauoch, et en 1991 elle devrait être de 149,5‰ à Schauinsland et de 152,5‰ à Jungfrauoch. On peut donc estimer que l'activité  $^{14}\text{C}$  atmosphérique ( $\Delta^{14}\text{C}$ ) en 1990 était de l'ordre de 157 à 158‰, et en 1991 de l'ordre de 150 à 151‰.

Il nous a semblé intéressant d'étudier les variations d'activité  $^{14}\text{C}$  atmosphérique en comparant l'activité  $^{14}\text{C}$  des litières des couches L1 des trois stations qui ont été prélevées à des époques différentes. A Château Bréchain, les prélèvements ont été faits au mois de juin 1990, c'est à dire qu'on a prélevé des feuilles tombées en novembre 1989 dont le  $\Delta^{14}\text{C}$  en Juin 1990 était de 160‰. A Sainte-Marie et à Bezange, on a prélevé des feuilles tombées en novembre 1990 ( $\Delta^{14}\text{C}=145‰$  à Bezange et 149‰ à Sainte-Marie), c'est à dire un an après. Ces

résultats nous montrent qu'il y a une décroissance d'activité  $^{14}\text{C}$  de l'ordre de 11 à 15 unités  $\Delta$  entre les litières prélevées en 1990 et en 1991. On peut également observer dans la station de Bezange en comparant l'activité  $^{14}\text{C}$  de la litière L1, c'est à dire des feuilles tombées en novembre 1990 ( $\Delta^{14}\text{C}=145\%$ ) à celle des feuilles vertes ou brunes tombées au sol en novembre 1991 ( $\Delta^{14}\text{C}=135-138\%$ ), qu'il y a une différence de 7 à 10 unités  $\Delta$ . Si on considère que les activités  $^{14}\text{C}$  des feuilles vertes ou des feuilles brunes venant de tomber et des feuilles brunes de la litière L1 varient dans le même sens que celles de l'atmosphère, on met ainsi en évidence l'existence d'une décroissance d'activité  $^{14}\text{C}$  atmosphérique du même ordre de grandeur que celle donnée par LEVIN et al., (1989).

#### Contamination due à l'effet des bombes atomiques

Cet effet a provoqué une augmentation d'activité  $^{14}\text{C}$  des matières organiques notamment à la surface du sol (O'BRIEN et STOUT, 1977; STOUT et GOH, 1980; ANDERSON et PAUL, 1983). Les travaux de CAMPBELL et al., (1967) montrent que la contamination par les bombes atomiques dépend d'un ou des trois facteurs suivants: la teneur en carbone, le temps de turnover, et l'âge moyen des matières organiques du sol. Si la teneur en matière organique du sol est élevée, la contamination sera faible. Si le sol a une teneur en matière organique faible, et un temps de turnover rapide, la contamination restera faible. Enfin si la matière organique est d'âge récent, la contamination sera aussi peu importante.

L'existence d'une nette différence entre les activités des litières L2 et celles des litières L1 est liée à l'effet des contaminations par les bombes atomiques. La matière organique des litières L2 est constituée surtout de débris foliaires qui ont de 2 à 4 ans dans le sol brun acide de Sainte-Marie et jusqu'à 7 ans dans le sol ocre podzolique de Bezange (TOUTAIN, 1974; GIRARDIN, 1987). Or l'activité des matières organiques tombant sur le sol varie en fonction de l'activité atmosphérique qui décroît au cours des années (DELIBRIAS, 1985; LEVIN et al., 1989). Ce qui signifie que les matières organiques d'origine foliaire vont rejoindre sur le sol des débris foliaires des années précédentes à activités  $^{14}\text{C}$  plus fortes. Pour connaître l'ordre de grandeur des activités  $^{14}\text{C}$  des litières L2 ainsi calculées, on peut imaginer que les matières organiques présentes dans les litières L2 ont jusqu'à 7 ans, c'est le cas dans la litière L2 de la station de Bezange, et que leur répartition se distribue d'une façon continue selon la loi d'Olson:

$$\frac{X}{X_0} = e^{-kt}$$

( $X_0$  étant le poids de litière au temps  $t_0$ ,  $X$  le poids au temps  $t$ , et  $k$  le coefficient d'Olson)

L'histogramme de la figure II.2a présente les valeurs d'activité  $^{14}\text{C}$  de l'atmosphère de 1983 à 1989, et la figure II.2b donne la distribution des densités (théoriques) de répartition des matières organiques présentes dans les litières L2 et âgées au plus de 7 ans.

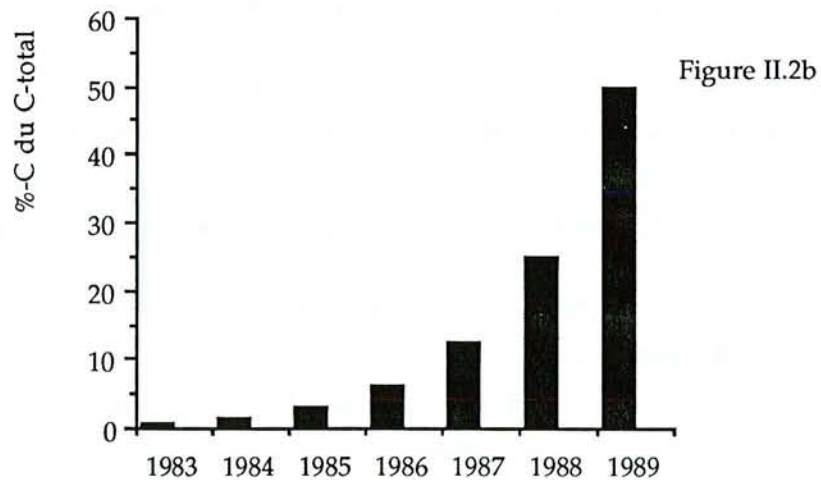
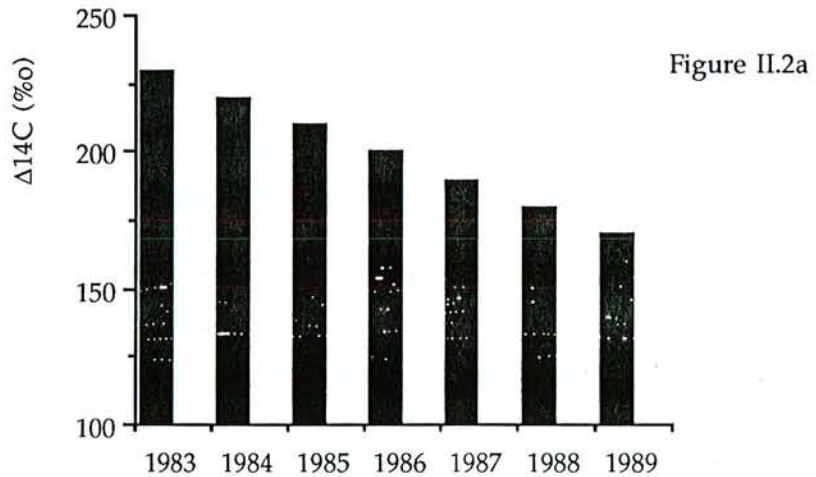


Figure II.2: Courbe des valeurs d'activité  $^{14}\text{C}$  de 1983 à 1989 des feuilles (II.2a) et courbe théorique des densités de répartition des âges dans une litière de 7 ans (II.2b)

En tenant compte des valeurs du  $\Delta^{14}\text{C}$  du  $\text{CO}_2$  de l'atmosphère donnée par LEVIN et al., (1989),  $\Delta^{14}\text{C}=150\text{‰}$  en 1991 et la décroissance d'activité  $^{14}\text{C}$  d'environ 10 unités  $\Delta$  par an, l'activité  $^{14}\text{C}$  moyenne des litières L2 (âgées de plus d'un an et de moins de sept ans) serait pour Bezange:

$$\Delta^{14}\text{C} = (180 \times 0,50) + (190 \times 0,25) + (200 \times 0,125) + (210 \times 0,0625) + (220 \times 0,0313) + (230 \times 0,0156) + (240 \times 0,0078) = 188 \text{ ‰}$$

Les résultats obtenus mettent en évidence que l'activité moyenne des litières L2 est plus forte que l'activité atmosphérique actuelle. Cette explication reste valable dans le cas des humus de type moder comme c'est le cas pour la station de Bezange, elle l'est certainement moins pour les humus de type mull comme ceux des stations de Sainte-Marie et de Château Bréhain où les débris foliaires disparaissent rapidement en 2 ou 3 ans (TOUTAIN, 1974).

#### 1.4 L'effet de contamination par utilisation par les végétaux du CO<sub>2</sub> du sol

L'assimilation directe du CO<sub>2</sub> du sol par les plantes pourrait expliquer en partie la diminution d'activité du carbone dans les feuilles vertes de Bezange par rapport à celle de l'atmosphère. VOGEL (1978) a estimé, dans une forêt de Bavière en Allemagne, que 15% du carbone incorporé dans les feuilles situées à 2 mètres au dessus de la surface du sol provenaient du dégagement du CO<sub>2</sub> du sol. Ceci a été également montré dans les travaux de MEDINA et MINCHIN (1981) et de VAN DER MERWE et MEDINA (1989) qui ont constaté dans une forêt tropicale d'Amazonie, sur podzol, que l'abaissement des valeurs  $\delta^{13}\text{C}$  de la strate foliaire inférieure était liée à l'assimilation du CO<sub>2</sub> du sol par les plantes.

Le CO<sub>2</sub> assimilé par les plantes au cours de la photosynthèse correspond donc à un mélange entre le CO<sub>2</sub> provenant de l'atmosphère et le CO<sub>2</sub> provenant du sol. Tous les atomes de carbone présents dans les feuilles proviennent de ce mélange. Les deux sources importantes de dégagement de CO<sub>2</sub> par le sol sont les suivantes (DORR et MUNICH, 1986; 1987):

- la respiration des racines qui produit un CO<sub>2</sub> ayant des activités <sup>14</sup>C très proches de celles des caractéristiques atmosphériques
- la décomposition des matières organiques du sol par les microorganismes qui libère un CO<sub>2</sub> ayant des activités variées.

L'activité <sup>14</sup>C dans le milieu forestier résultera alors de l'activité du CO<sub>2</sub> de l'atmosphère et de celle du CO<sub>2</sub> provenant de la minéralisation des matières organiques d'âge varié du sol. En période hivernale et au début du printemps, les activités <sup>14</sup>C du CO<sub>2</sub> du sol sont plus faibles qu'en été. En été, le CO<sub>2</sub> dégagé du sol provient surtout des racines et des matières organiques à temps de turnover court. En hiver, au contraire, le peu de CO<sub>2</sub> dégagé par le sol provient des matières organiques anciennes et l'activité <sup>14</sup>C du CO<sub>2</sub> dégagé est basse (DORR et MUNICH, 1986).

Si l'on désigne par le sigle  $C_s$  la proportion du  $CO_2$  provenant du sol et  $C_a=1-C_s$  la proportion du  $CO_2$  provenant de l'atmosphère, l'activité  $^{14}C$  du  $CO_2$  qui sera assimilé par les plantes, sera liée aux activités du  $CO_2$  du sol et au  $CO_2$  de l'atmosphère par la relation:

$$\delta^{14}C_f = \delta^{14}C_a \cdot C_a + \delta^{14}C_s \cdot C_s \quad (11)$$

avec:  $\delta^{14}C_f$  = l'activité  $^{14}C$  du  $CO_2$  assimilé par les plantes

$\delta^{14}C_a$  = l'activité  $^{14}C$  du  $CO_2$  atmosphérique

$\delta^{14}C_s$  = l'activité  $^{14}C$  du  $CO_2$  dégagé par le sol

$C_a + C_s = 1$ , la proportion du  $CO_2$  provenant de l'atmosphère =  $C_a$  et du sol =  $C_s$

et donc:

$$C_s = (\delta^{14}C_f - \delta^{14}C_a) / (\delta^{14}C_s - \delta^{14}C_a)$$

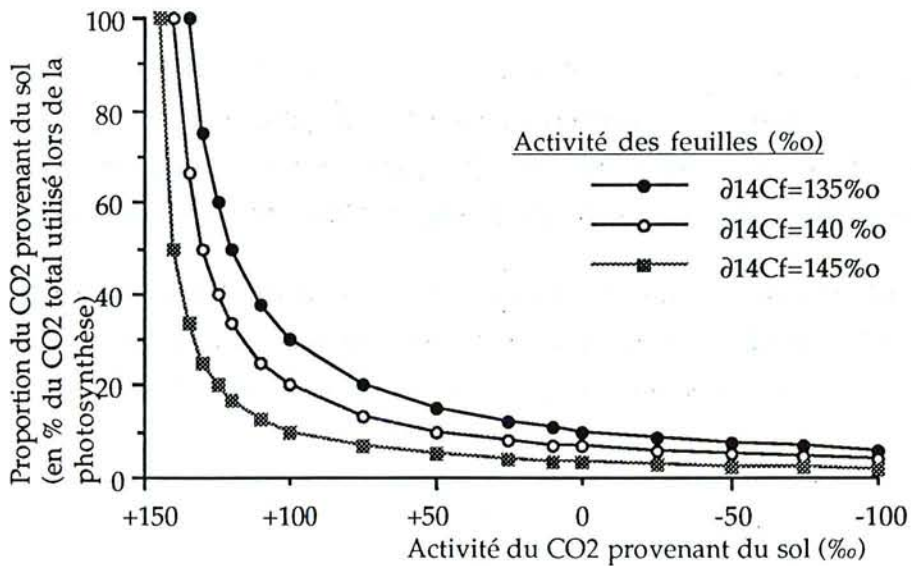


Figure II.3: Courbes théoriques liant l'activité des feuilles avec le pourcentage de  $CO_2$  et l'activité  $^{14}C$  du  $CO_2$  provenant du sol utilisé lors de la photosynthèse (l'activité  $^{14}C$  de l'atmosphère étant de 150‰)

De la figure II.3, on peut alors déduire l'activité  $^{14}C$  du  $CO_2$  assimilé par les plantes en fonction des pourcentages des différents apports ( $CO_2$  du sol et  $CO_2$  de l'atmosphère). A une activité  $^{14}C$  du sol, on peut faire correspondre un pourcentage minimum de  $CO_2$  venant du sol pour obtenir une activité  $^{14}C$  donnée des feuilles. Ainsi, par exemple, l'activité  $^{14}C$  globale des horizons A1 des trois stations étant de l'ordre de +120‰, pour obtenir des feuilles à activités  $^{14}C$  de +140‰, la courbe de la figure II.3 nous montre qu'il faudrait que le  $CO_2$  utilisé lors de la photosynthèse provienne pour 25% du  $CO_2$  dégagé par l'horizon A1 ou pour 10% du  $CO_2$  provenant de la minéralisation d'une matière organique ancienne à activité

$^{14}\text{C} = -20\%$ , ce qui n'est pas très éloigné des chiffres cités par VOGEL (1978) à savoir 15% du  $\text{CO}_2$  global dégagé par le sol. La faible diminution de l'activité des feuilles par rapport à l'activité atmosphérique peut donc s'expliquer par une utilisation du  $\text{CO}_2$  du sol pour la photosynthèse.

## 2 La dynamique de la matière organique du sol

### 2.1 La distribution des âges dans le cas d'un mélange parfait

Nous nous proposons d'étudier la répartition des âges entre le carbone ancien et le carbone jeune en fonction de la profondeur dans le cas d'un mélange parfait.

#### Principe

Cette hypothèse basée sur la relation qui existe entre l'activité  $^{14}\text{C}$  et la teneur en carbone de type  $\delta^{14}\text{C} = f(1/\text{C})$ , C étant la teneur en carbone de l'horizon considéré comme ayant une activité  $^{14}\text{C}$  donnée. Cette relation sera linéaire si les matières organiques anciennes et jeunes sont également réparties dans tous les horizons (GUILLET, communication personnelle).

Soit un échantillon de sol à teneur en carbone total  $\text{C}_t$ , et à activité appelée  $\delta t$ . Il comprend deux types de matières organiques: l'une est la matière organique ancienne à teneur en carbone  $\text{C}_o$  et à activité  $\delta o$ , et l'autre est la matière organique jeune à teneur en carbone  $\text{C}_y$  et à activité  $\delta y$ . On obtient alors les relations suivantes:

$$\text{C}_t \delta t = \text{C}_o \delta o + \text{C}_y \delta y \quad (12)$$

$$\text{C}_t = \text{C}_o + \text{C}_y \quad (13)$$

En divisant l'expression (12) par  $\text{C}_t$ , nous avons une relation entre l'activité ( $\delta^{14}\text{C}$ ) et la teneur en carbone ( $1/\text{C}_t$ ):

$$\delta t = 1/\text{C}_t [\text{C}_o(\delta o - \delta y)] + \delta y \quad (14), \text{ qui est de forme linéaire:}$$

$$Y = A.X + B$$

et qui correspondra à une droite si  $\text{C}_o(\delta o - \delta y)$  et  $\delta y$  sont constants. Ce sera le cas quand la teneur en carbone ancien ( $\text{C}_o$ ) et la différence d'activité entre le carbone ancien et le carbone jeune ( $\delta o - \delta y$ ) seront constantes dans tous les horizons. L'ordonnée à l'origine correspondra à la valeur de  $\delta y$ , l'activité  $^{14}\text{C}$  de la matière organique jeune.

### Résultats

Les résultats obtenus dans le cas des trois stations étudiées sont présentés sur la figure II.4. Les relations ne sont pas de type linéaire, ce qui indique que les matières organiques jeunes et anciennes ne sont pas uniformément réparties dans tous les horizons. On peut noter que les matières organiques anciennes sont plus abondantes dans les horizons intermédiaires que dans les horizons de profondeur et en plus grande quantité dans le sol ocre podzolique de Bezange et dans le sol brun acide de Château Bréhain que dans le sol brun acide de Sainte-Marie.

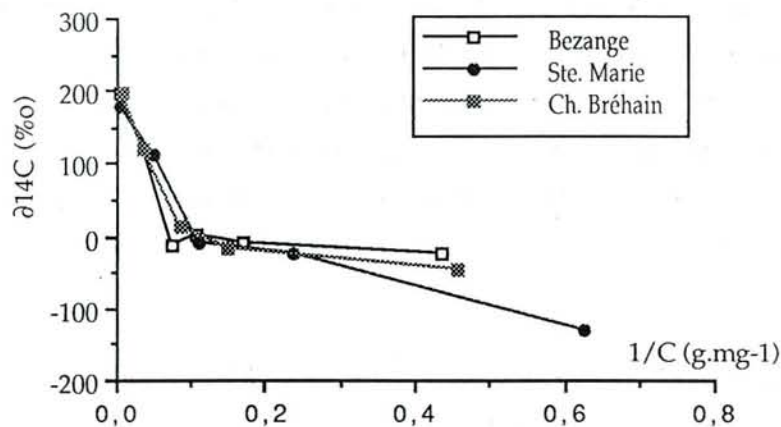


Figure II.4: Activité  $\delta^{14}\text{C}$  en fonction de l'inverse de la teneur en carbone des horizons

La comparaison faite sur l'ensemble des horizons des trois sols étudiés montre que le sol brun acide de Sainte-Marie présente une meilleure corrélation ( $R^2=0,78$ ) que celle du sol brun acide de Château Bréhain ( $R^2=0,58$ ) et surtout que celle du sol ocre podzolique de Bezange ( $R^2=0,39$ ) pour lier  $\delta^{14}\text{C}$  et  $1/\text{C}$ . Par contre si l'on considère les horizons organiques superficiels jusqu'à la profondeur de 25 cm, on constate sur la figure II.4 que l'ensemble des points correspondants aux trois stations se répartissent sur une droite unique ( $R^2=0,93$ ) déterminant un  $\delta y$  d'environ  $+200\text{‰}$ , c'est à dire constitué d'une matière organique jeune âgée de 37 ou 5 ans, l'ensemble des autres points de la figure II.4 correspondant aux horizons profonds se répartissent sur une droite ( $R^2=0,75$ ) déterminant un  $\delta y=18\text{‰}$  qui correspond à un âge de 250 ans.



## 2.2 Modèle supposant l'existence d'un pool stable

Il s'agit de vérifier l'homogénéisation des matières organique jeunes et anciennes en fonction de la profondeur à la suite de processus de pédoturbation due aux activités fauniques.

### Principe

Ce modèle est basé sur les hypothèses suivantes:

- les matières organiques du sol se répartissent dans deux pools: un pool stable à temps de turnover très long, et un pool labile à temps de turnover plus court
- le profil est bien homogénéisé par l'activité faunique lombricienne.

Ces brassages biologiques aboutissent à une répartition homogène des deux types de matières organiques dans l'ensemble des horizons considérés. Dans l'horizon profond où l'activité faunique n'existe plus, persiste seule une matière organique ancienne stable. Dans cette hypothèse, on peut calculer l'activité  $^{14}\text{C}$  du C-labile dans chaque horizon supérieur en soustrayant de l'activité  $^{14}\text{C}$  de l'horizon par l'activité  $^{14}\text{C}$  de l'horizon profond (BALESDENT, 1982).

### Résultats

Comme cela a été signalé par GIRARDIN (1987), ce modèle ne peut être appliqué au sol ocre podzolique de Bezange, ni au sol brun acide de Sainte-Marie, ces deux sols ne présentant pas d'activité lombricienne (TOUTAIN, 1974).

Tableau II.3: Activités  $^{14}\text{C}$  du C-labile de chaque horizon du sol brun acide de Château Bréhain.

Horizon	Profondeur (cm)	Teneur en C (%)	$\Delta^{14}\text{C}$ (‰)	$\Delta^{14}\text{C}$ -stable (‰)	$\Delta^{14}\text{C}$ -labile (‰)
A1	0 - 10	2,71	$121 \pm 7$	$-45 \pm 7$	+135
AB	10 - 25	1,18	$14 \pm 7$	$-45 \pm 7$	+27
B21	25 - 40	0,68	$-15 \pm 7$	$-45 \pm 7$	-1
B22 (Pool stable)	40 - 80	C=0,22%	$\Delta^{14}\text{C}=-45 \pm 7\text{‰}$		

Par contre dans le sol brun acide de Château Bréhain, les vers de terres présentent une activité importante dans les processus d'humification et de dégradation de la matière organique du sol. Dans le tableau II.4 sont présentés les résultats du calcul de l'activité  $^{14}\text{C}$  du C-labile en considérant que le pool stable contient 0,22% de C et se situant à la profondeur de 40 à 80 cm et que son activité est de -45‰.

Les résultats obtenus montrent que les activités du C-labile varient entre -1 et +135‰, ce qui représente un écart trop grand pour qu'il soit possible de considérer ces 40 cm comme homogènes. Ces résultats prouvent par contre que la bioturbation par les vers de terre a provoqué la création d'un mélange homogène entre le pool labile et le pool stable, notamment jusqu'à 25 cm de profondeur et expliquent la valeur relativement élevée de l'activité  $^{14}\text{C}$  de l'horizon AB de cette station ( $\Delta^{14}\text{C}=+14\pm 7\text{‰}$ ) par rapport à celle des horizons correspondants des deux autres stations (-14‰ à Bezange et -10‰ à Sainte-Marie).

### III. ETUDE DES DIFFERENTES FRACTIONS GRANULOMETRIQUES DES HORIZONS A1, CARACTERISATION DES MATIERES ORGANIQUES PRESENTES

#### III.1 RESULTATS METHODOLOGIQUES ET PROTOCOLE DE FRACTIONNEMENT

Les différentes méthodes de dispersion testées sont présentées dans le tableau III.1. Les résultats obtenus (cf annexe 3) portent sur la distribution granulométrique, la répartition du carbone et de l'azote dans les différentes fractions exprimées en % du total.

Tableau III.1: Différentes méthodes de dispersion testées dans les horizons A1 de Bezange, Sainte-Marie et Château Bréhain.

Echantillons horizons A1	Méthodes testées				
	1	2	3	4	5
	T2/HMP/US	T2/B	T15/B	T2/B/HMP	T2/B/HMP/US
Bezange	+	+	+	-	-
St. Marie	+	+	+	+	+
Ch. Bréhain	-	-	+	-	+

T2=2 heures d'agitation; T15=15 heures d'agitation; B=Billes d'agate  
HMP=hexamétaphosphate de sodium; US=Ultrasons; - essai non effectué

#### 1. Influence du temps d'agitation

Comme nous pouvons l'observer sur la figure III.1 pour le sol ocre podzolique de Bezange, et sur la figure III.2 pour le sol brun acide de Sainte-Marie, l'action du temps d'agitation a provoqué une modification de la répartition des masses des différentes classes granulométriques ainsi que de la distribution du carbone organique et de l'azote. On peut noter que le poids, la teneur en carbone et en azote des fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  augmentent avec le temps d'agitation. En comparant les deux sols étudiés, l'action du temps d'agitation dans l'eau avec des billes (expériences 2=T2/B et 3=T15/B) est plus marquée dans le sol ocre podzolique de Bezange que dans le sol brun acide de Sainte-Marie. En faisant varier de 2 heures à 15 heures d'agitation, le poids, la teneur en carbone et en azote des fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  dans le sol ocre podzolique de Bezange, augmentent respectivement de 70%, 160% et 180%. Par contre dans le sol brun acide de Sainte-Marie, l'augmentation de poids, de carbone, et d'azote entre les deux traitements est moins importante, elle est de

l'ordre de 30% et 35%. Ceci met en évidence des différences de nature de matière organique et de ciments agrégeants dans les sols étudiés.

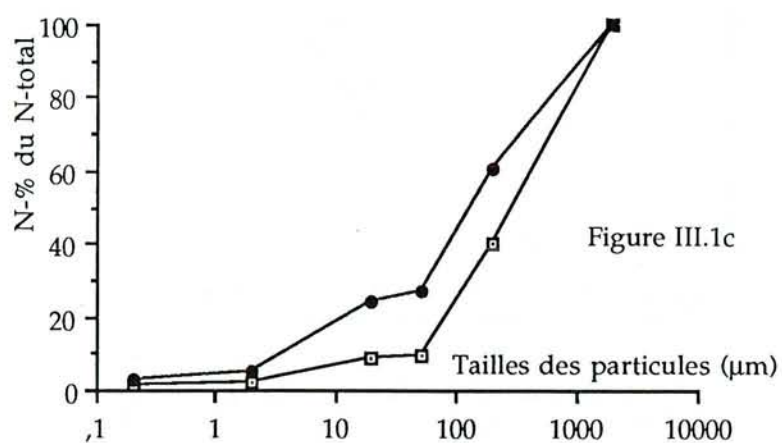
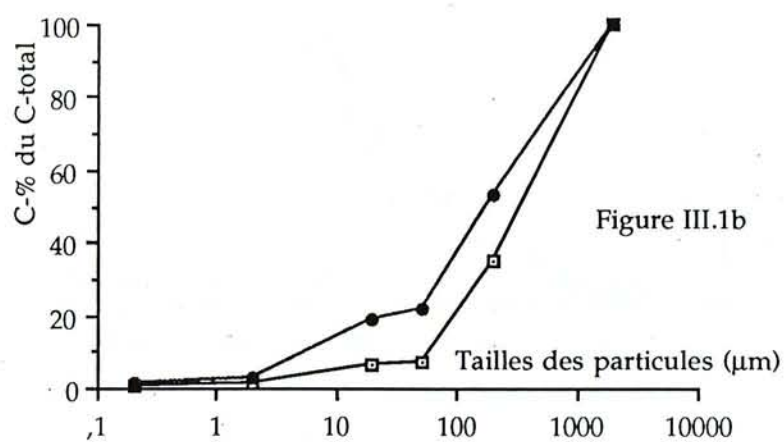
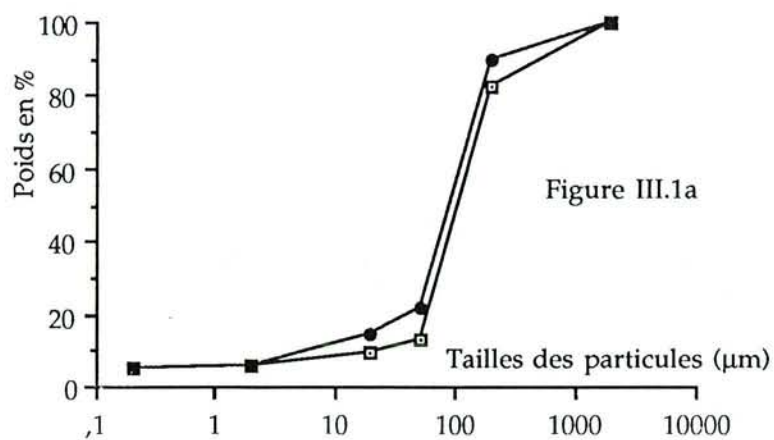


Figure III.1: Action du temps d'agitation (2 heures ou 15 heures). Effet sur la répartition en poids (Figure III.1a), en carbone (Figure III.1b) et en azote (Figure III.1c) dans l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange (représentations cumulées).

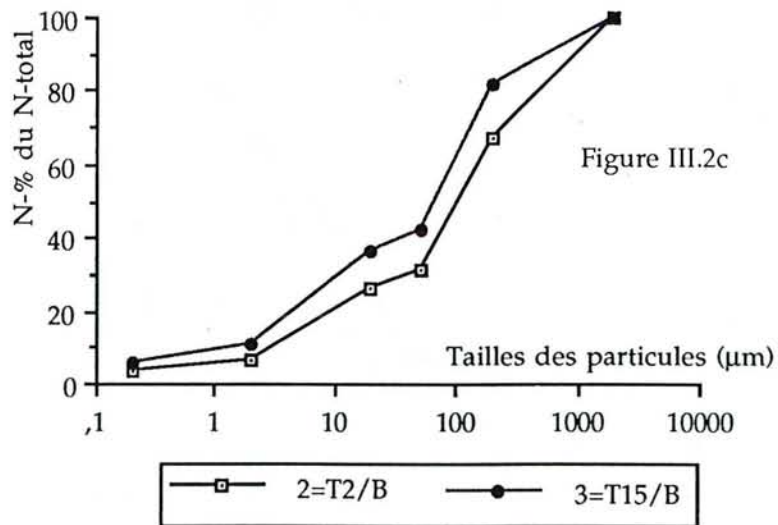
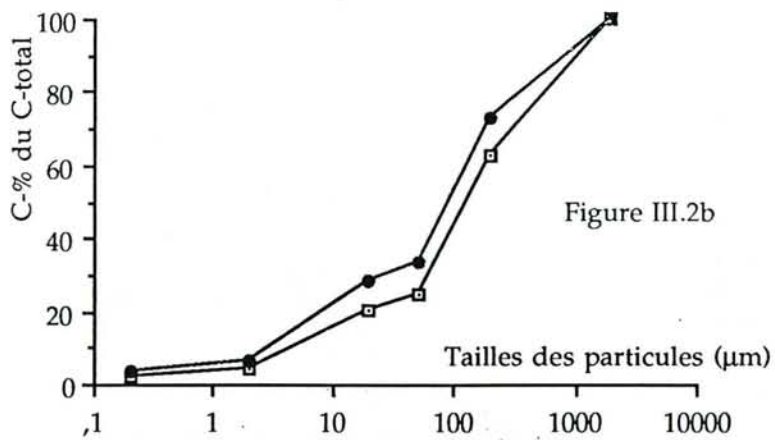
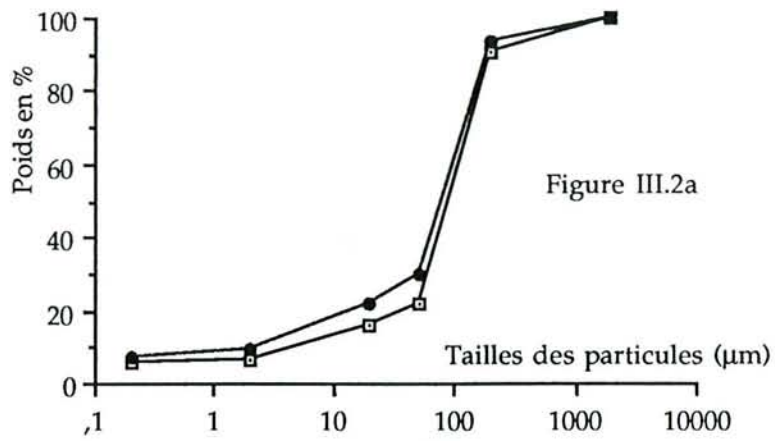


Figure III.2: Action du temps d'agitation (2 heures et 15 heures). Effet sur la répartition en poids (Figure III.2a), en carbone (Figure III.2b) et en azote (Figure III.2c) dans l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie (représentations cumulées).

## 2. Effet de la dispersion chimique par l'hexamétaphosphate de sodium

La comparaison de la répartition en poids, de la teneur en carbone et en azote entre les fractions supérieures à 50  $\mu\text{m}$  et inférieures à 50  $\mu\text{m}$ , met en évidence l'efficacité de la dispersion par l'hexamétaphosphate de sodium. Les résultats des expériences 2=T2/B et 4=T2/B/HMP (Figure III.3), montrent que l'action de l'hexamétaphosphate de sodium provoque une augmentation du poids, du carbone et de l'azote des fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  aux dépens des fractions supérieures à 50  $\mu\text{m}$  et notamment des fractions 50-200  $\mu\text{m}$ . L'augmentation en poids (24%) de la fraction inférieure à 50  $\mu\text{m}$  est moins importante que l'augmentation du carbone et de l'azote qui atteignent jusqu'à 78 et 73%. On peut aussi signaler vues les couleurs de l'extrait que l'hexamétaphosphate de sodium solubilise du carbone et de l'azote des fractions supérieures à 50 $\mu\text{m}$ .

## 3. Effet de la dispersion physique avec les ultrasons

L'effet des ultrasons sur la dispersion des différentes fractions granulométriques inférieures à 50  $\mu\text{m}$  a pu être vérifiée en comparant les résultats des expériences 4=T2/B/HMP et 5=T2/B/HMP/US (Figure III.4). Les distributions du poids, du carbone et de l'azote dans les différentes fractions après traitements par ultrasons, augmente l'importance des fractions argileuses notamment des argiles grossières aux dépens des fractions limoneuses. La dispersion des fractions 0,2-2 $\mu\text{m}$  est incomplète. L'examen des rapports C/N des fractions 0-2  $\mu\text{m}$  montre que les particules fines ont un rapport C/N faible, alors que les particules grossières résiduelles s'enrichissent progressivement en carbone et que leur rapport C/N tend à augmenter (BALESDENT et al., 1991). L'efficacité des ultrasons est plus nette lorsqu'on ajoute de l'hexamétaphosphate de sodium qui va favoriser la dispersion.

## 4. Effets comparés de l'hexamétaphosphate de sodium, des ultrasons et de divers temps d'agitation

En utilisant la dispersion chimique par l'hexamétaphosphate de sodium, on constate que, dans le cas du sol brun acide de Sainte-Marie qui contient plus d'argile que celui du sol ocre podzolique de Bezange, le temps d'agitation a alors un effet moindre. Le total du carbone des fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  de l'expérience 1=T2/HMP/US (2 heures d'agitation avec de l'hexamétaphosphate de sodium et agitation avec des ultrasons) est supérieur à celui obtenu dans l'expérience 3=T15/B (15 heures d'agitation dans l'eau avec des billes d'agate)(Figure III.5a). Par contre dans l'horizon A1 du sol ocre podzolique à Bezange dont la matière organique est constituée d'une grande quantité de débris végétaux, l'augmentation du temps d'agitation avec des billes d'agate garde une grande importance et provoque l'augmentation

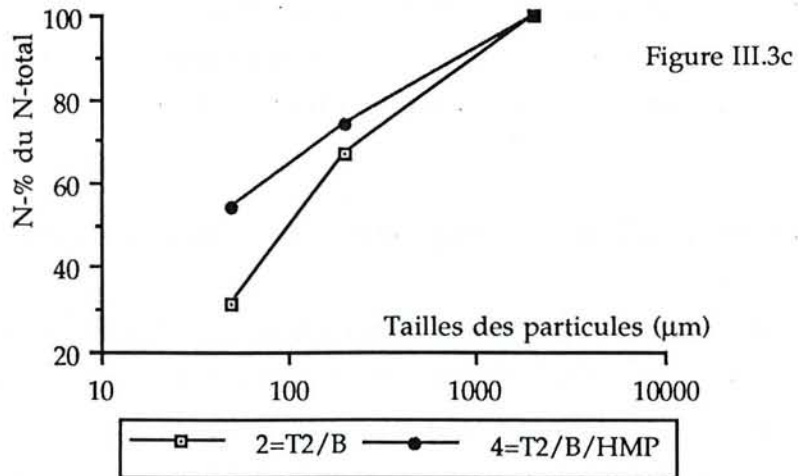
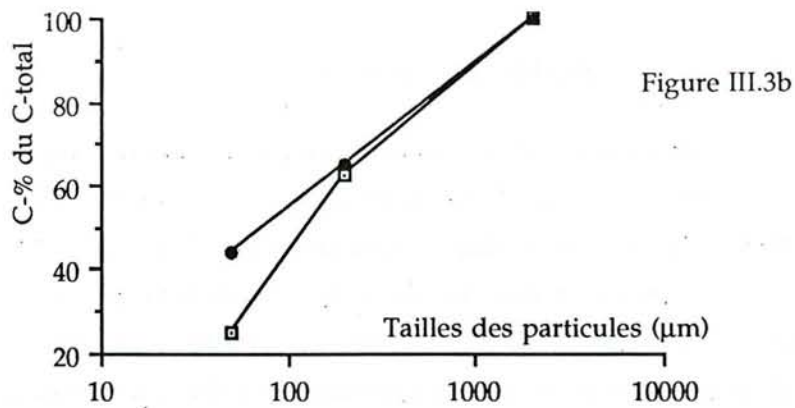
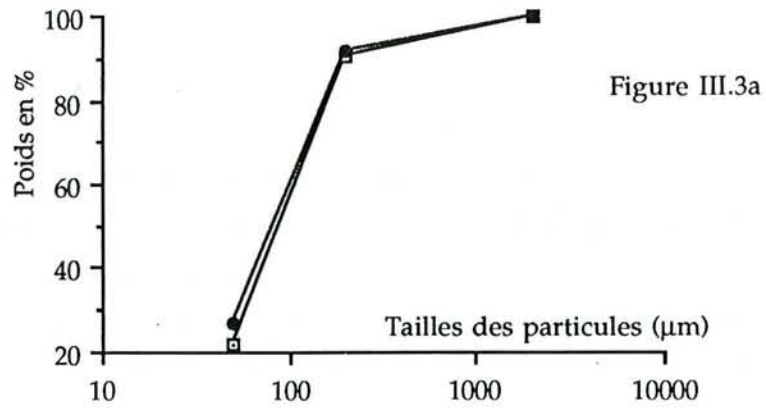


Figure III.3: Action de l'hexamétophosphate de sodium. Effet sur la répartition du poids (Figure III.3a), du carbone (Figure III.3b) et de l'azote (Figure III.3c) des fractions obtenues à partir de l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie (représentations cumulées).

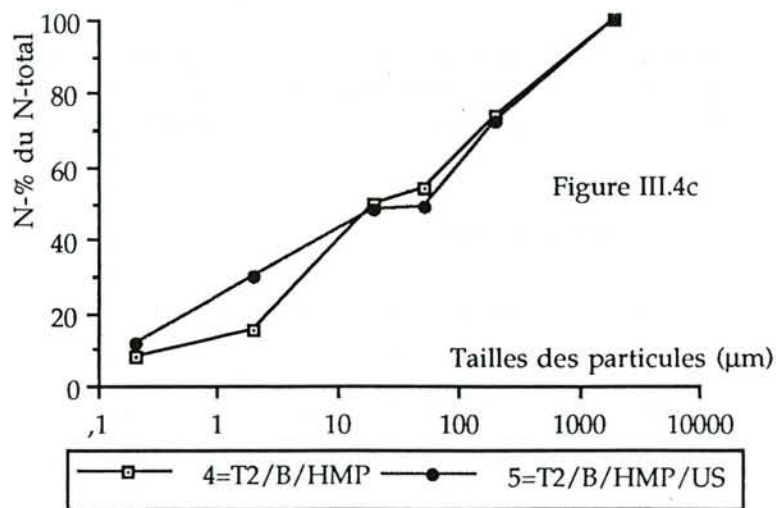
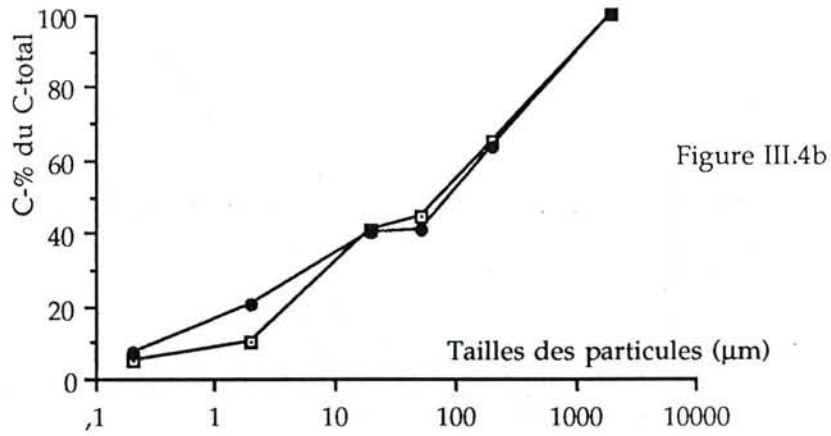
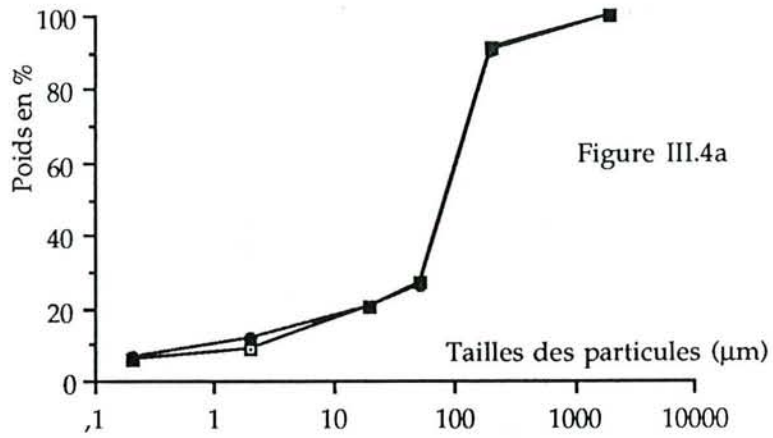


Figure III.4: Action des ultrasons. Effets sur la répartition du poids (Figure III.4a), du carbone (Figure III.4b), et de l'azote (Figure III.4c) des fractions obtenues à partir de l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie (représentations cumulées).



de la quantité de carbone présente dans la fraction 2-20 $\mu\text{m}$  (Figure III.5b). Ces résultats nous montrent que l'efficacité du temps d'agitation et de l'hexamétaphosphate de sodium dépend du type de matière organique, de la texture et de la structure.

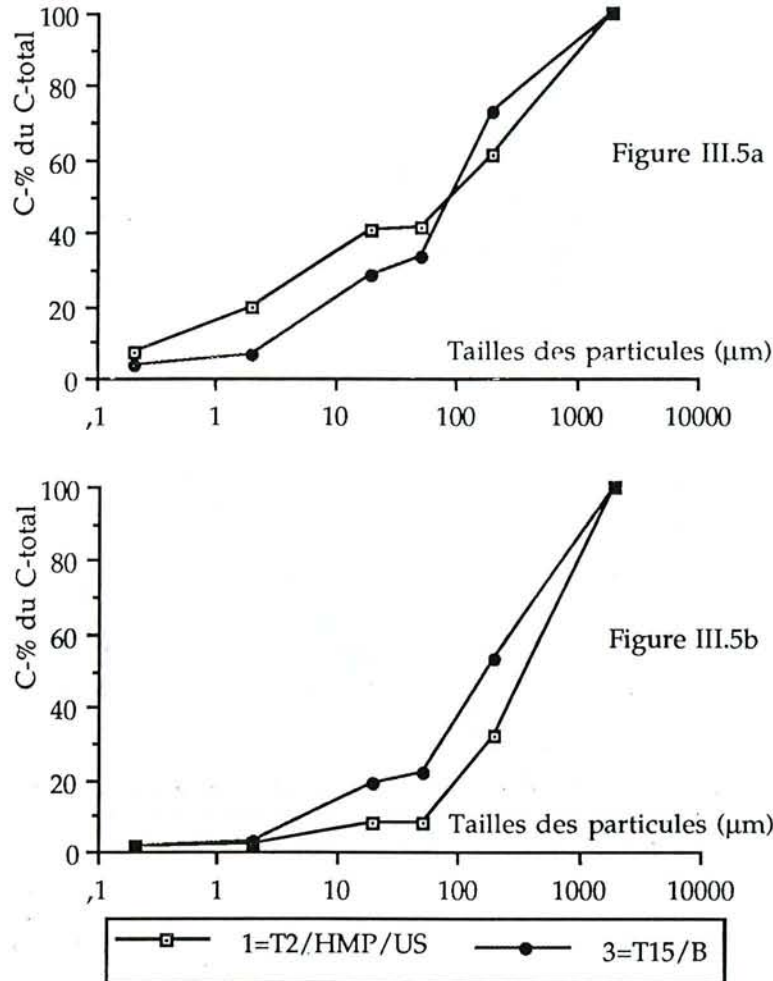


Figure III.5: Répartition du carbone organique avec deux méthodes de fractionnement testées dans le sol brun acide de Sainte-Marie (Figure III.5a) et dans le sol ocre podzolique de Bezange (Figure III.5b) (représentations cumulées).

##### 5. Protocole de fractionnement adopté

En face des résultats de répartitions du carbone et de l'azote obtenus avec les différentes méthodes testées, on peut considérer que le temps d'agitation de 15 heures avec des billes d'agate proposé par BRUCKERT et al., (1978) (Figure III.6), est trop long et provoque une importante fragmentation des matières organiques figurées et débris végétaux. En utilisant l'hexamétaphosphate de sodium qui favorise la dispersion des agrégats et du revêtement d'argile des particules et des débris végétaux (BALESIDENT, 1982), et une agitation de 2 heures (avec ou sans billes), on peut atteindre une bonne dispersion du sol global. L'agitation

Figure III.6: Organigramme du fractionnement granulométrique -Méthode I  
(BRUCKERT et al., 1978)

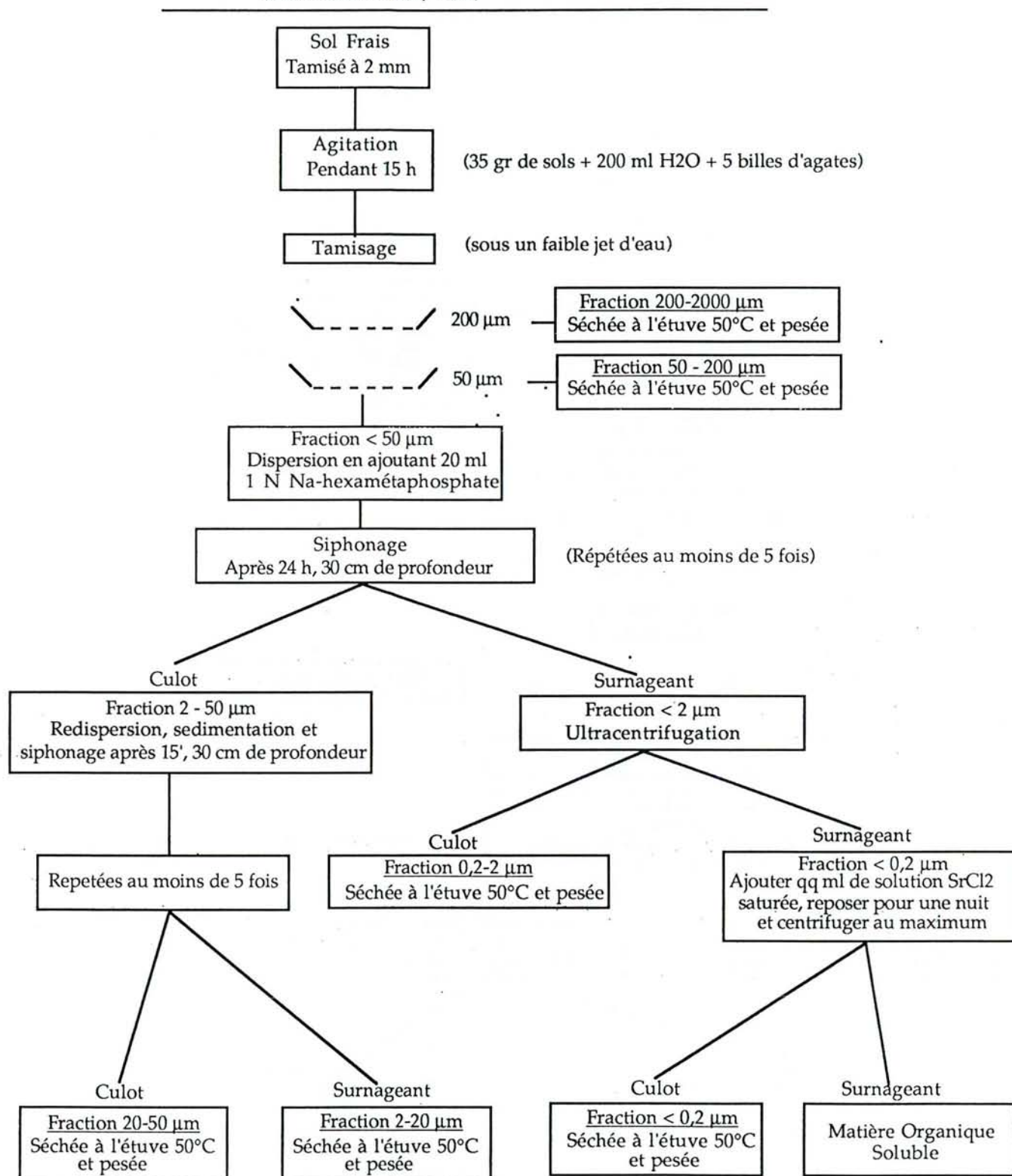
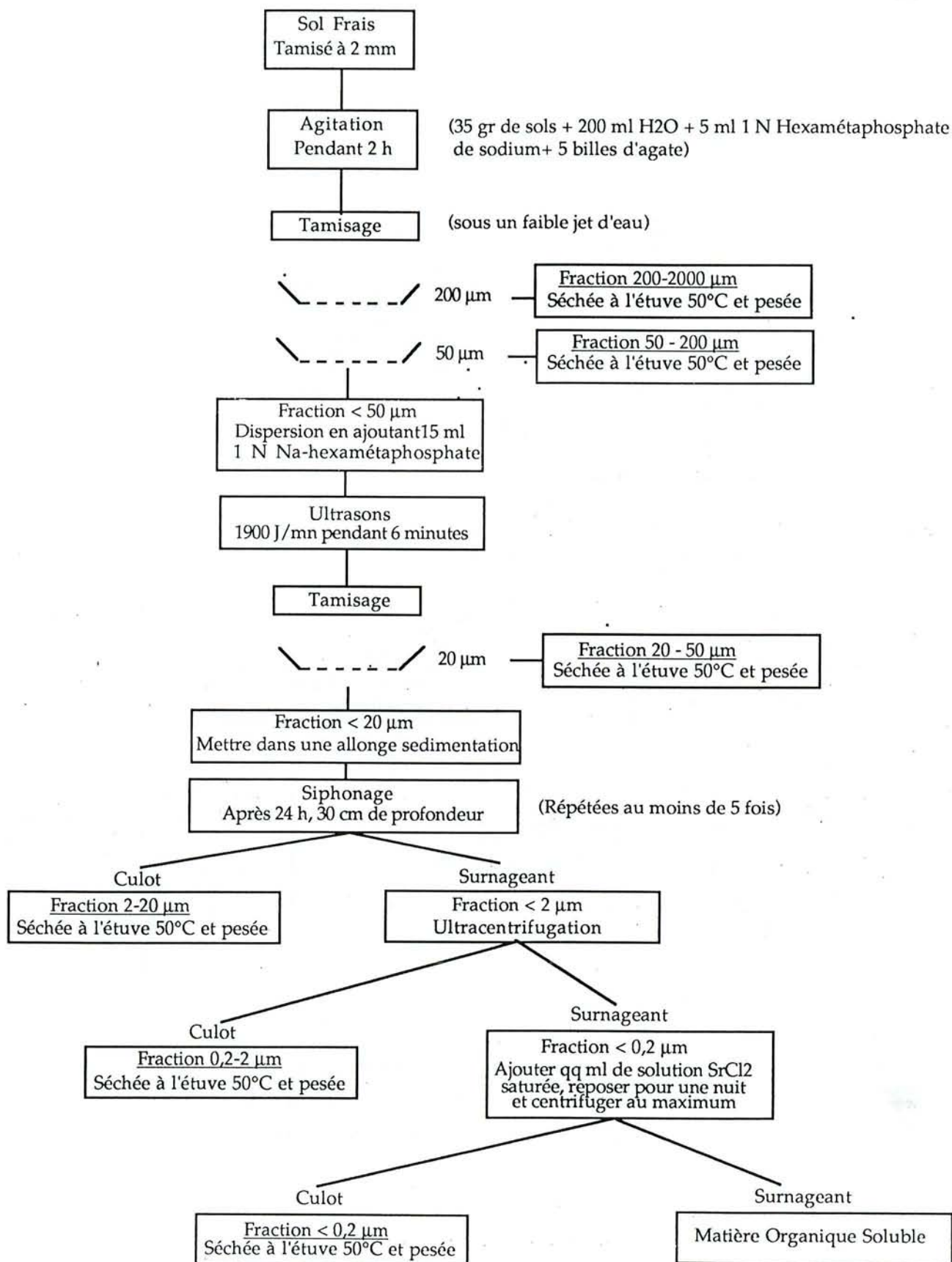


Figure III.7: Organigramme du fractionnement granulométrique - Méthode II



par ultrasons des fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  affine encore la dispersion et la destruction des agrégats, dont on retrouve une partie des constituants dans la fraction argileuse. La séparation des fractions 20-50  $\mu\text{m}$  se fait alors par tamisage à 20 $\mu\text{m}$  afin d'éviter la contamination des particules de faible masse volumique comme les particules organiques qui, si l'on opérait par sédimentation, pourraient présenter des tailles plus grosses que les particules minérales ainsi fractionnées.

Les premiers fractionnements effectués au cours de cette étude ont été obtenus en utilisant la méthode de BRUCKERT et al., 1978 (méthode dite méthode-I avec un temps d'agitation de 15 heures avec des billes d'agate et dispersion de la fraction inférieure à 50  $\mu\text{m}$  avec de l'hexamétaphosphate de sodium, mais sans utilisation des ultrasons). Les essais méthodologiques qui ont été menés ultérieurement ont montré l'intérêt d'un temps d'agitation court (2 heures) qui évite la fragmentation des débris végétaux, et sur la fraction inférieure à 50  $\mu\text{m}$  l'utilisation de l'hexamétaphosphate de sodium comme dispersant et l'agitation par des ultrasons (1900 J/mn pendant 6 minutes) suivi d'un tamisage sous l'eau pour récolter la fraction 20-50  $\mu\text{m}$  (méthode-II). C'est cette méthode qui a été utilisée pour fractionner l'ensemble des horizons A1 des trois stations (Figure III.7).

## III.2 CARACTERISTIQUES DES FRACTIONS GRANULOMETRIQUES DES HORIZONS A1

### 1. Caractéristiques physiques et chimiques

Nous avons adopté une méthode de fractionnement améliorée proche de celle préconisée par BRUCKERT et al., 1978 (il s'agit de la méthode-II). Cette méthode nous a permis d'isoler des fractions organo-minérales en altérant le moins possible les débris végétaux, ce qui est un point très important lorsque l'on veut étudier l'ensemble des fractions pour datation au  $^{14}\text{C}$ . Les six fractions ainsi isolées correspondent aux sables grossiers (200-2000  $\mu\text{m}$ ), sables fins (50-200  $\mu\text{m}$ ), limons grossiers (20-50  $\mu\text{m}$ ), limons fins (2-20  $\mu\text{m}$ ), argiles grossières (0,2-2  $\mu\text{m}$ ) et argiles fines (<0,2  $\mu\text{m}$ ). Les résultats du fractionnement des horizons A1 des trois stations étudiées, sont présentés dans le tableau III.2 et sous formes graphiques.

#### 1.1 Répartition pondérale des fractions

Dans les trois horizons A1, ce sont les sables fins qui représentent la fraction dominante, de l'ordre de 60 à 79% du poids total (Figure III.8). Les fractions argileuses sont peu importantes (entre 8 et 13%), et les sables grossiers ne représentent que moins de 4% (à l'exception du sol brun acide à Château Bréhain où la teneur en sable grossier atteint 11%).

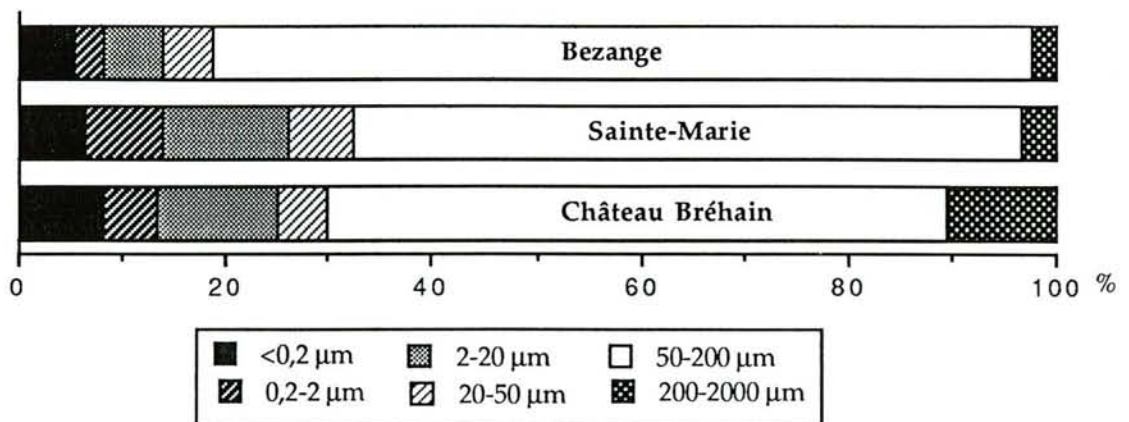


Figure III.8: Répartition pondérale des fractions granulométriques des trois horizons A1 des stations étudiées

Dans les fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$ , ce sont les limons fins qui représentent les fractions les plus abondantes, entre 12 et 13% dans les horizons A1 des deux sols bruns acides,

Tableau III.2: La répartition du poids, du carbone et de l'azote issue du fractionnement granulométrique des horizons A1 des trois stations de Bezange, de Sainte-Marie et de Château Bréhain

Fractions (um)	Poids en % poids total	C - % de fraction	C - mg.g-1 de sol	C-% du C-total	N (%)	N (mg.g-1)	N-% du N-total	C/N
<u>Bezange</u>								
<0,2	5,3	3,83	2,04	7,00	0,36	0,19	12,77	11
0,2 - 2	2,8	15,53	4,41	15,16	0,97	0,28	18,37	16
2 - 20	5,7	7,58	4,34	14,93	0,31	0,18	11,84	24
20 - 50	4,9	4,18	2,03	6,97	0,21	0,10	6,79	20
50 - 200	79,0	0,87	6,87	23,62	0,05	0,37	24,76	19
200 - 2000	2,3	33,47	7,53	25,88	1,52	0,34	22,80	22
<u>Sol Global:</u>								
Mesuré	100	2,91	29,10	100	0,15	1,50	100	19
Calculé	100	2,72	27,22	94	0,15	1,46	97	19
<u>Sainte-Marie</u>								
<0,2	6,3	4,09	2,58	13,08	0,47	0,30	22,78	9
0,2 - 2	7,4	5,25	3,86	19,61	0,50	0,37	28,31	11
2 - 20	12,5	2,27	2,83	14,35	0,16	0,20	15,32	14
20 - 50	6,2	2,33	1,43	7,27	0,15	0,09	7,10	16
50 - 200	64,4	0,64	4,12	20,92	0,04	0,26	19,81	16
200-2000	3,4	14,76	4,96	25,17	0,78	0,26	20,16	19
<u>Sol Global:</u>								
Mesuré	100	1,97	19,70	100	0,13	1,30	100	15
Calculé	100	1,98	19,78	100	0,15	1,48	98	13
<u>Château Bréhain</u>								
< 0,2	8,1	4,21	3,41	12,58	0,43	0,35	23,22	10
0,2 - 2	5,3	7,32	3,88	14,32	0,59	0,31	20,85	12
2 - 20	11,7	3,51	4,11	15,15	0,14	0,16	10,92	25
20 - 50	4,8	4,61	2,21	8,17	0,18	0,09	5,76	26
50 - 200	59,5	1,02	6,07	22,39	0,05	0,30	19,83	20
200 - 2000	10,6	7,08	7,50	27,69	0,36	0,38	25,44	20
<u>Sol Global:</u>								
Mesuré	100,0	2,71	27,10	100	0,15	1,50	100	18
Calculé	100,0	2,72	27,18	100	0,16	1,59	99	17

Matière organique soluble: Bezange= 0,12%; Sainte Marie= 0,15%; Château Bréhain = 0,13%

et 6% dans celui du sol ocre podzolique, les fractions les plus faiblement représentées étant les argiles grossières (3%) dans le sol ocre podzolique et les limons grossiers (5-6%) dans les deux sols bruns acides.

Ces résultats permettent de distinguer nettement l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange qui contiennent plus de fractions grossières supérieures à 50  $\mu\text{m}$  (81,3%) d'une part, et ceux des deux sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain qui sont légèrement plus riches en fractions fines inférieures à 50  $\mu\text{m}$  (entre 30 et 32%) d'autre part. Les horizons A1 des deux sols bruns acides se distinguent l'un de l'autre par un rapport entre sable grossier et sable fin qui est nettement plus important dans le sol brun acide de Château Bréhain que dans celui du sol brun acide de Sainte-Marie.

## 1.2 Répartition du carbone et de l'azote dans les fractions des horizons A1

### Carbone

Les teneurs globales en carbone des horizons A1 des trois stations sont respectivement de 2,91% pour Bezange, 1,97% pour Sainte-Marie et 2,71% pour Château Bréhain. La répartition du carbone dans les fractions granulométriques des horizons A1 des différentes stations est représentée sur la figure III.9a ( en  $\text{mg.g}^{-1}$  de fraction) et sur la figure III.10a (en % du C-total). Dans les trois stations étudiées, les fractions 0,2-2  $\mu\text{m}$  et >200  $\mu\text{m}$  ont des teneurs en carbone nettement plus élevées que celles des autres fractions, respectivement 15,53% et 33,47% à Bezange, 5,25% et 14,76% à Sainte-Marie, 7,32% et 7,08% à Château Bréhain.

Lorsqu'on rapporte les teneurs en carbone en% du C-total (Figure III.10a), on constate dans les trois horizons A1, 50% environ du carbone total se retrouve dans les fractions supérieures à 50  $\mu\text{m}$ , 30 à 35 % dans les fractions comprises entre 0,2 et 20  $\mu\text{m}$ , 13% environ dans les fractions inférieures à 0,2  $\mu\text{m}$  des deux sols bruns acides et seulement 7% dans la fraction la plus fine de l'horizon A1 du sol ocre podzolique.

### Azote

Les teneurs en azote présentées sur la figure III.9b sont faibles pour l'ensemble des trois horizons A1, et varient entre 1,30 et 1,50  $\text{mg.g}^{-1}$  de sol. L'azote se répartit surtout dans les fractions fines (<2  $\mu\text{m}$ ) et dans les fractions grossières (>50  $\mu\text{m}$ ). Les fractions limoneuses sont les fractions les plus pauvres.

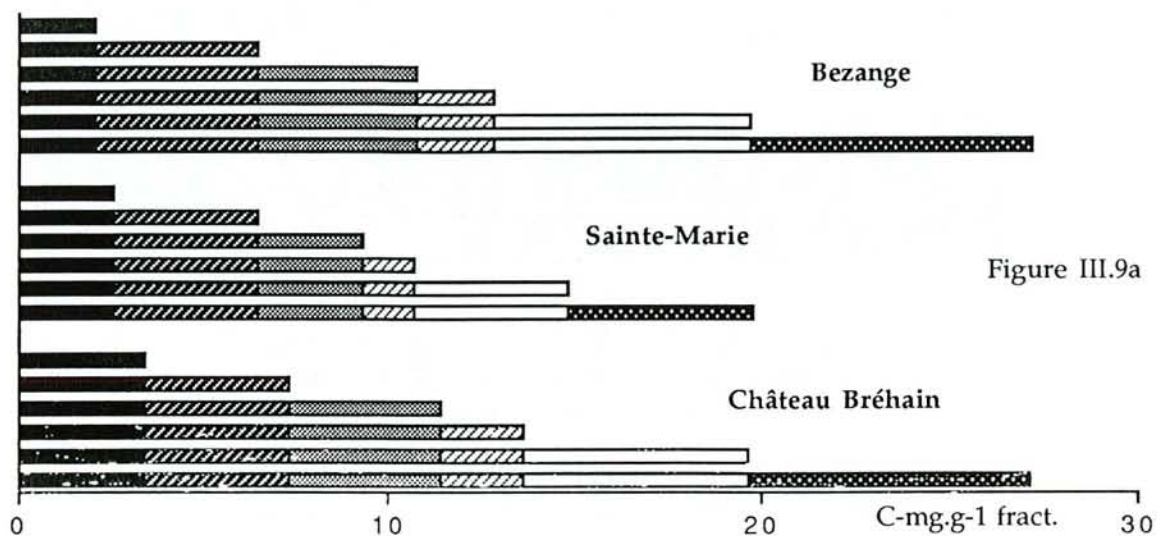


Figure III.9a

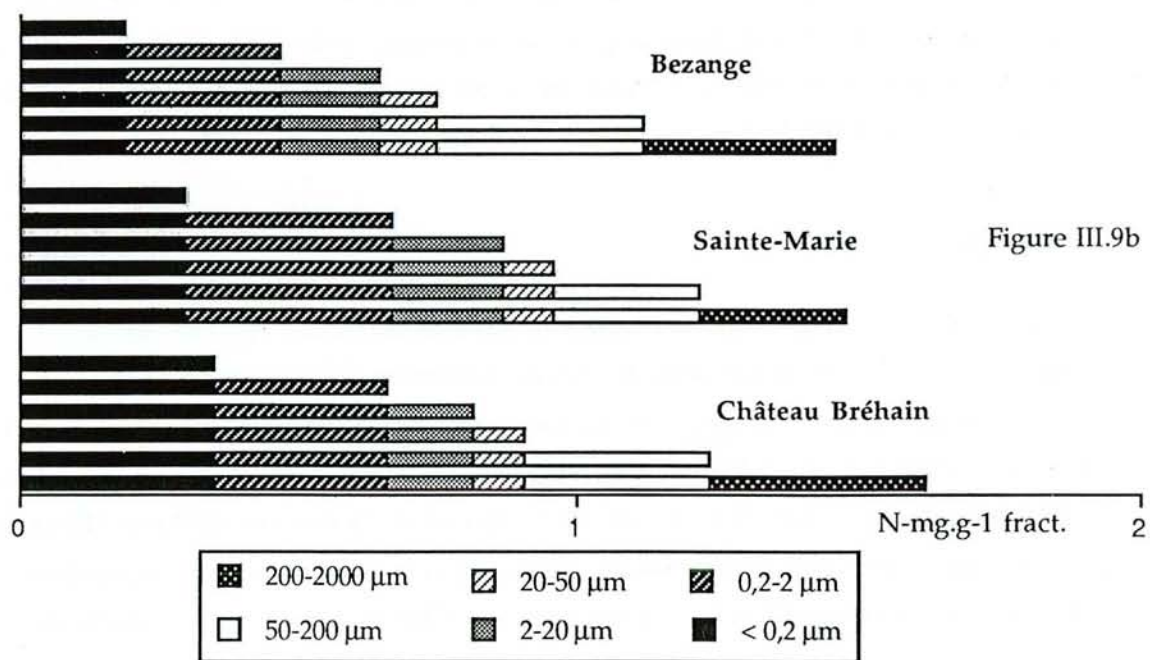


Figure III.9b

Figure III.9: Répartition du carbone (Figure III.9a) et de l'azote (Figure III.9b) dans les fractions granulométriques des horizons A1, exprimées en mg.g<sup>-1</sup> de fraction.



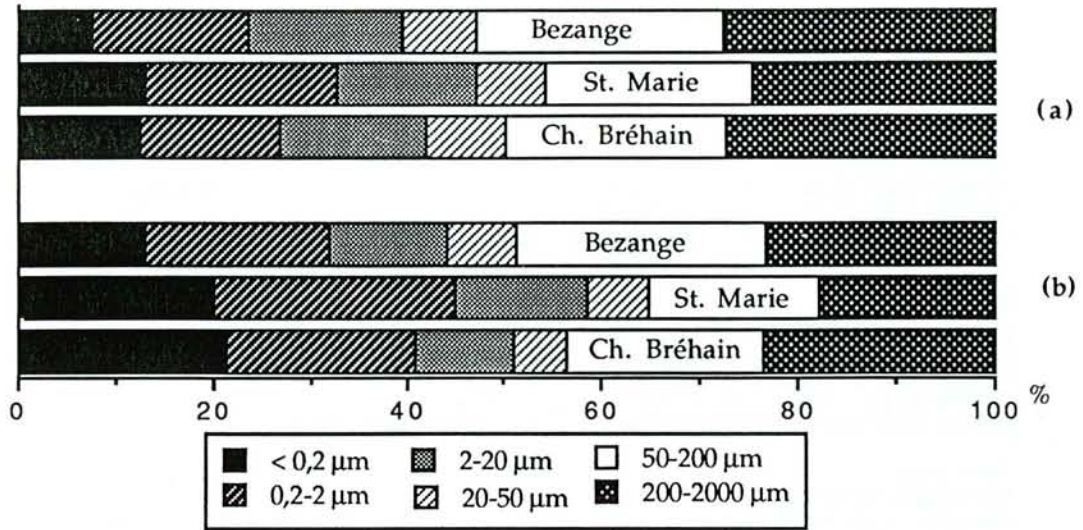


Figure III.10: Répartition du carbone (a) et de l'azote (b) dans les différentes fractions des horizons A1, exprimées en % du carbone et de l'azote total.

Les résultats exprimés en pourcentage de l'azote total, sont présentés sur la figure III.10b. La répartition de l'azote dans les différentes fractions des horizons A1 des trois stations étudiées est très semblable à quelques différences près (51% de l'azote total se retrouve dans les fractions argileuses du sol brun acide de Sainte-Marie contre 44% à Château Bréhain et seulement 31% à Bezange).

### Rapport C/N

Le rapport C/N augmente dans l'ensemble des trois horizons A1 en fonction de la taille des particules (Figure III.11). Les rapports C/N dans l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie sont toujours plus faibles que ceux de l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange et du sol brun acide de Château Bréhain. Les différences de valeurs C/N entre les trois stations sont faibles dans la fraction la plus fine (<0,2 µm) et dans la fraction >200 µm, elles sont beaucoup plus importantes dans les fractions intermédiaires. Les fractions correspondant aux limons fins et aux limons grossiers de l'horizon A1 de Château Bréhain et aux limons fins de l'horizon A1 de Bezange présentent les rapports C/N les plus élevés (entre 24 et 26).

La comparaison des rapports C/N des fractions des trois horizons étudiés, mettent en évidence que dans le sol brun acide de Sainte-Marie, les valeurs des rapport C/N présentent un gradient croissant avec la taille des particules, alors que dans le sol ocre podzolique de Bezange et dans le sol brun acide de Château Bréhain ces valeurs C/N sont plus élevés dans les fractions limoneuse que dans les fractions sableuses.

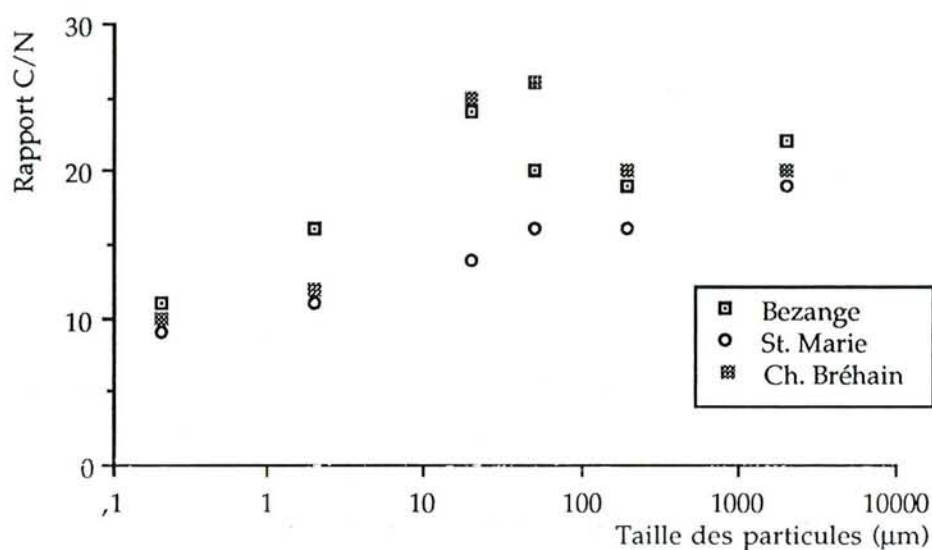


Figure III.11: Valeurs du rapport C/N en fonction de la taille des particules dans les horizons A1 des trois stations étudiées.

### 1.3 La composition élémentaire des différentes fractions en éléments totaux

Les résultats des analyses élémentaires des différentes fractions sont présentés dans le tableau III.3. Les figures III.12 sur lesquelles ont été rapportées les pertes au feu et les teneurs en carbone des différentes fractions, mettent en évidence que la perte au feu des fractions  $>200 \mu\text{m}$  est due pour l'essentiel à la présence de matière organique alors que pour les fractions les plus fines  $<0,2 \mu\text{m}$  qui contiennent relativement peu de matière organique, la perte au feu est due à l'eau liée aux argiles fines surtout dans les deux horizons des sols bruns de Château Bréhain et de Sainte-Marie. Quant à la perte au feu de la fraction  $0,2-2 \mu\text{m}$ , elle est attribuable dans les trois horizons pour une part à la teneur en matière organique et pour l'autre à la présence d'eau liée.

Quelle que soit la station, la silice, l'aluminium, et le fer représentent les éléments dominants des différentes fractions suivis du potassium, du titane, du sodium, du calcium, du magnésium et du manganèse. La répartition des éléments totaux dans les différentes fractions peut être classée selon trois types de courbes. Le premier type est celui de la silice (Figure III.13a). La teneur maximum de cet élément se trouve dans les fractions de taille comprise

Tableau III.3: L'analyse des éléments totaux des fractions granulométriques des trois stations étudiées, exprimées en %o

Fractions (µm)	SiO2	Al2O3	Fe2O3	MnO	MgO	CaO	Na2O	K2O	TiO2	Perte au Feu	TRB*
<b>Bezange</b>											
< 0,2	147	69	32	0,6	6,0	5,7	0,7	7,1	2,1	729,3	19,5
0,2 - 2	451	148	32	0,2	5,0	1,0	6,2	14,3	16,0	325,8	26,6
2 - 20	762	57	14	0,2	1,5	1,8	7,8	17,0	13,7	125,3	28,2
20-50	871	45	4	0,1	0,4	1,7	9,6	22,5	3,1	43,0	34,2
50-200	949	14	3	0,0	0,3	0,8	2,5	6,5	1,2	22,1	10,1
200-2000	284	28	19	0,4	1,2	1,4	11,1	5,1	3,3	645,6	18,8
Total-calculé	863	25	6	0,1	0,8	1,2	3,4	8,1	2,5	89,3	13,5
mesuré	886	24	5	0,1	0,6	1,3	2,3	8,4	2,5	70,1	12,6
<b>Sainte-Marie</b>											
< 0,2	253	145	87	5,8	11,7	2,3	0,7	12,4	3,5	478,2	27,2
0,2 - 2	483	216	48	3,0	8,6	0,6	8,4	23,1	17,2	192,0	40,8
2 - 20	794	82	16	2,3	2,6	2,2	13,1	18,4	14,1	55,3	36,3
20-50	845	65	8	2,0	1,0	3,0	18,1	23,7	5,1	28,2	45,8
50-200	898	40	7	1,1	0,9	1,6	10,1	12,3	3,1	25,2	24,9
200-2000	633	47	40	6,0	2,1	1,0	7,1	7,7	4,1	252,0	18,0
Total-calculé	802	67	17	1,9	2,4	1,7	10,2	14,4	5,7	77,6	28,7
mesuré	828	62	14	1,9	1,9	2,0	9,8	13,6	4,6	62,6	27,4
<b>Château Bréhai</b>											
< 0,2	332	168	92	1,5	15,9	2,1	1,0	14,0	2,6	371,4	33,0
0,2 - 2	480	181	50	0,7	10,1	1,1	8,6	22,2	16,9	229,5	42,1
2 - 20	804	61	20	0,6	2,3	2,7	9,8	18,0	4,0	77,2	32,8
20 - 50	814	50	23	0,6	0,8	2,7	13,4	20,1	3,9	71,6	37,0
50 - 200	924	27	5	0,3	0,5	1,5	6,4	12,1	1,3	21,4	20,5
200-2000	798	16	21	0,8	0,9	1,0	3,2	4,5	1,3	153,1	9,6
Total-calculé	820	51	19	0,5	2,5	1,7	6,5	13,0	2,7	83,7	23,7
mesuré	850	42	16	0,5	1,7	1,8	6,0	13,0	3,2	65,8	22,5

\*) TRB - Totale reserve base

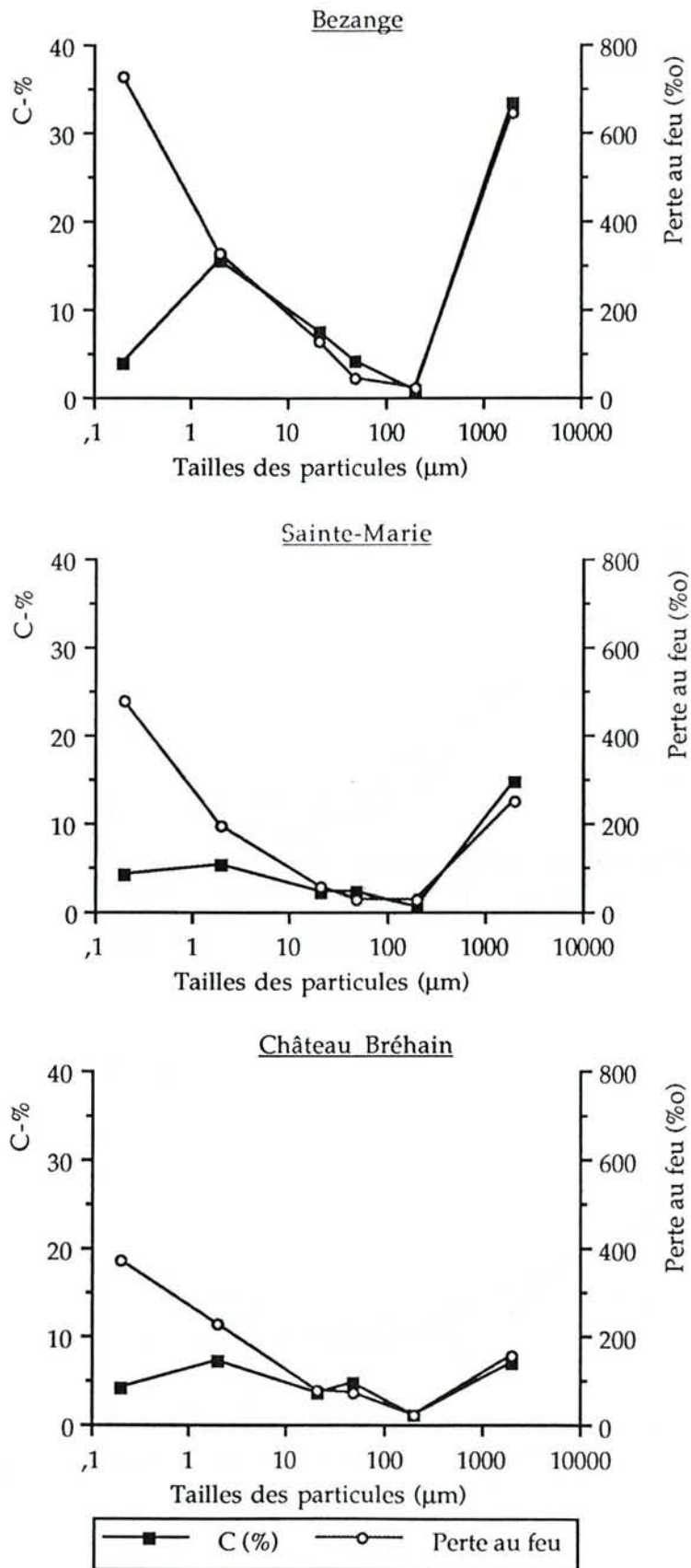
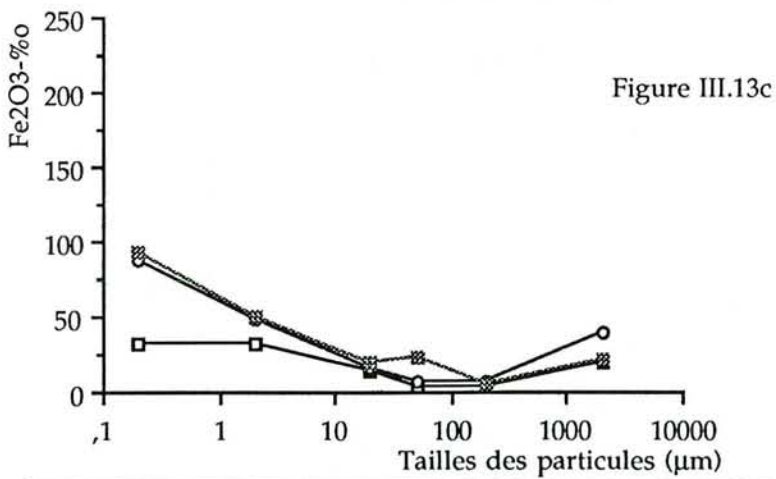
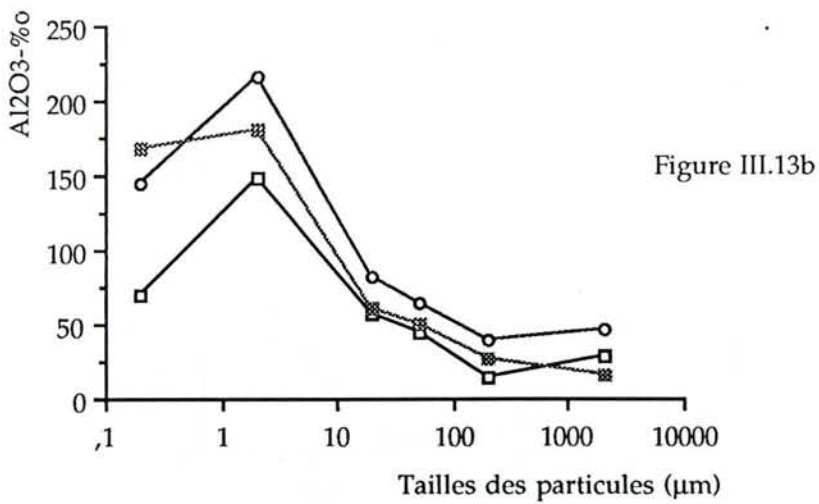
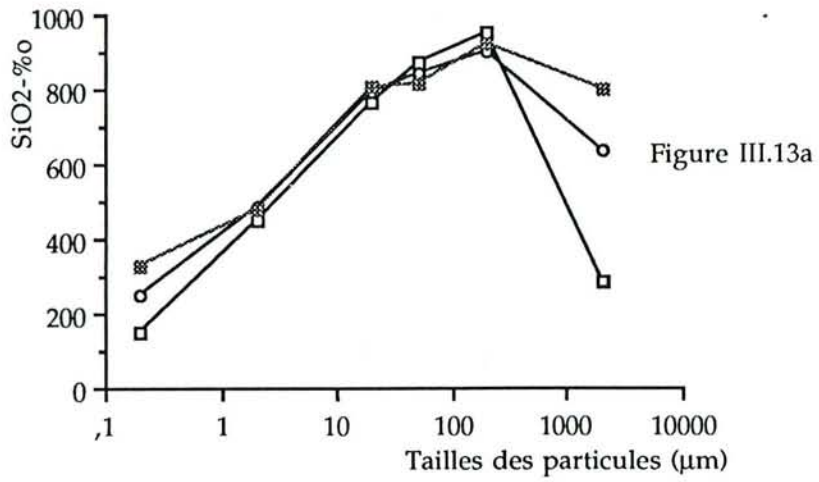


Figure III.12: Relation entre la teneur en carbone (%) et la perte au feu (%) dans les différentes fractions des horizons A1 des trois stations



—□— Bezange —○— St.Marie —■— Ch.Bréhain

Figure III.13: Répartition des éléments totaux de la silice (Figure III.13a), du fer (Figure III.13b) et de l'aluminium (Figure III.13c) dans les fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées, exprimées en %.

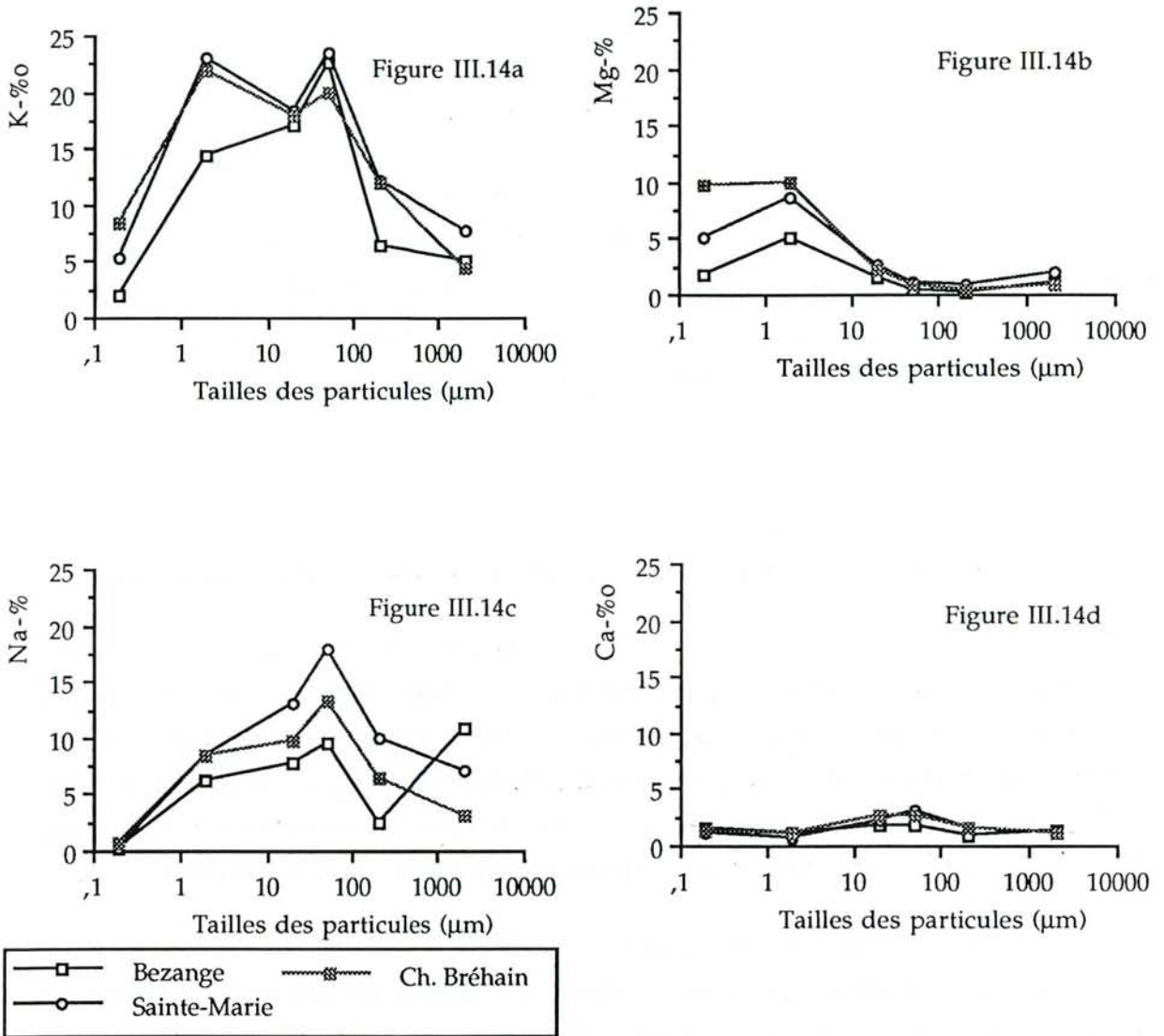


Figure III.14: Répartition des éléments de bases des fractions granulométriques des horizons A1 de trois stations étudiées.

entre 20 et 200 µm (limons fins, limons grossiers et sables fins). Dans les fractions fines <0,2 µm et grossières >200 µm, les teneurs sont nettement plus faibles. Le deuxième type de répartition correspond à ceux de l'aluminium, du fer et du magnésium (Figure III.13b, c et Figure III.14b). Ces éléments sont surtout abondants dans les fractions fines inférieures à 2 µm et peu abondants dans les fractions plus grossières, sauf dans les sables grossiers où leurs teneurs (d'origine biologique pour une grande part) augmentent légèrement. Le troisième type correspond aux courbes de répartition du potassium, du sodium (dont les teneurs ne semblent pas avoir été perturbées par l'utilisation d'hexamétaphosphate de sodium) et du calcium (Figure III.14a, c, d). Ces éléments se répartissent surtout dans les fractions comprises entre 0,2 et 200 µm. Ce

type de répartition indique l'importance des minéraux primaires, feldspath K-Na et biotite comme la source principale de ces éléments (TOUTAIN, 1974). La répartition en  $\text{TiO}_2$  est relativement importante dans les fractions comprises entre 0,2 et 20  $\mu\text{m}$ .

En comparant les résultats des analyses élémentaires des horizons A1 des trois stations étudiées, nous constatons que les horizons A1 des sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain sont plus riches en fer, en aluminium, et en bases que celui du sol ocre podzolique de Bezange qui contient plus de quartz. La réserve totale en bases (TRB), c'est à dire la somme des éléments:  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  et  $\text{K}_2\text{O}$  dans le sol brun acide de Sainte Marie est la plus élevée, suivi de celle du sol brun acide de Château Bréhain, et présente une valeur nettement plus faible pour l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange.

#### 1.4 Eléments extraits (Fe, Al, Si) par le réactif de TAMM dans les différentes fractions

Les teneurs en fer, aluminium et silice présentes sous formes amorphes ou mal cristallisées extraites par le réactif de TAMM sont présentées dans le tableau III.4. Dans les trois horizons étudiés, le fer est l'élément quantitativement le plus important suivi de l'aluminium, et de la silice. Le pourcentage d'éléments extraits rapportés aux éléments totaux montre que le fer est l'élément le plus extractible (17-29%), l'aluminium l'est peu avec seulement 3-5% d'extrait et la silice n'est pratiquement pas extractible (moins de 1%).

Sur la figure III.15 sont représentées les courbes de répartition du fer et de l'aluminium extraits par le réactif de TAMM dans les différentes fractions des trois horizons étudiés. Les argiles fines sont les fractions les plus riches en fer et en aluminium, les argiles grossières (0,2-2  $\mu\text{m}$ ) le sont nettement moins, les fractions comprises entre 2  $\mu\text{m}$  et 200  $\mu\text{m}$  sont pauvres en éléments extractibles, alors que les teneurs en fer et en aluminium extraits dans les fractions 200-2000  $\mu\text{m}$  sont un peu plus fortes. Cette forme de répartition est d'ailleurs semblable à celle du fer total.

Ces extraction par le réactif de TAMM, nous permettent de distinguer les horizons A1 des deux sols bruns acides qui sont relativement plus riches en fer et en aluminium amorphes ou mal cristallisés du sol ocre podzolique nettement plus pauvre. La teneur en silice extractible des trois horizons sont très faibles. Nous constatons enfin que les horizons A1 des deux sols bruns acides se distinguent l'un de l'autre par des teneurs en fer et en aluminium extractibles, au niveau des fractions les plus fines, plus importantes à Château Bréhain qu'à Sainte-Marie.

Tableau III.4 : Extraction par le réactif de TAMM dans les différentes fractions granulométriques (exprimée en ‰ du sol et en % de l'élément total)

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	TAMM en ‰			% - Extractible		
	Fe	Al	Si	Fe	Al	Si
<u>Bezange</u>						
< 0,2	1,96	0,76	0,04	8,76	2,08	0,06
0,2-2	1,48	0,88	0,28	6,61	1,12	0,13
2-20	0,64	0,56	0,00	6,54	1,86	0,00
20-50	0,44	0,60	0,20	15,73	2,52	0,05
50-200	0,44	0,52	0,16	20,97	7,02	0,04
200-2000	2,44	0,20	0,24	18,36	8,10	0,18
Total - calculé	0,61	0,56	0,15	14,46	4,27	0,04
- mesuré	0,60	0,56	0,12	17,16	4,41	0,03
<u>Sainte-Marie</u>						
< 0,2	8,00	4,20	0,40	13,15	5,47	0,34
0,2-2	5,00	1,84	0,28	14,90	1,61	0,12
2-20	1,72	0,44	0,04	15,37	1,01	0,01
20-50	1,20	0,76	0,24	21,45	2,21	0,06
50-200	0,92	0,40	0,68	18,79	1,89	0,02
200-2000	6,60	2,12	0,24	23,60	8,53	0,08
Total - calculé	1,97	0,83	0,13	16,60	2,34	0,03
- mesuré	2,24	0,96	0,08	22,88	2,93	0,02
<u>Ch. Bréhain</u>						
< 0,2	20,40	10,30	0,40	31,71	11,59	0,26
0,2-2	8,00	1,64	0,32	22,88	1,71	0,14
2-20	2,08	0,24	0,04	14,87	0,74	0,01
20-50	1,12	0,16	0,06	6,96	0,60	0,02
50-200	0,76	0,16	0,04	21,74	1,12	0,01
200-2000	2,76	0,56	0,12	18,79	6,62	0,03
Total - calculé	3,12	1,11	0,09	23,47	4,12	0,02
- mesuré	3,24	1,00	0,12	28,96	4,50	0,03



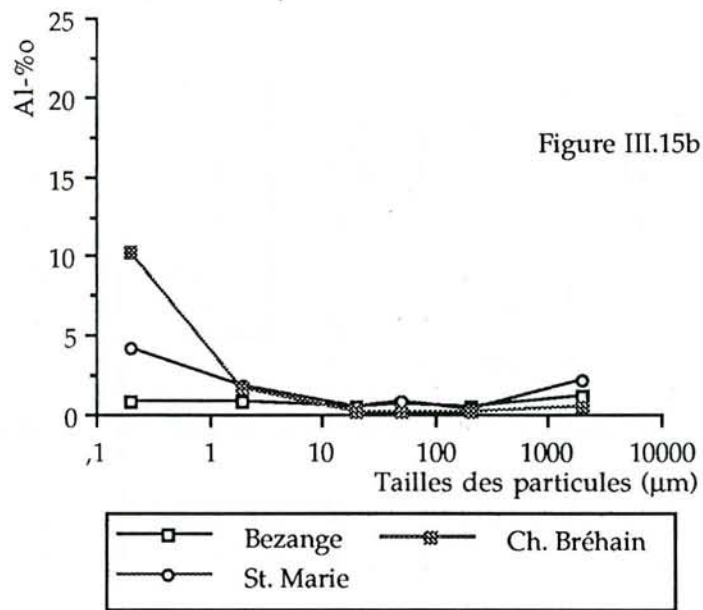
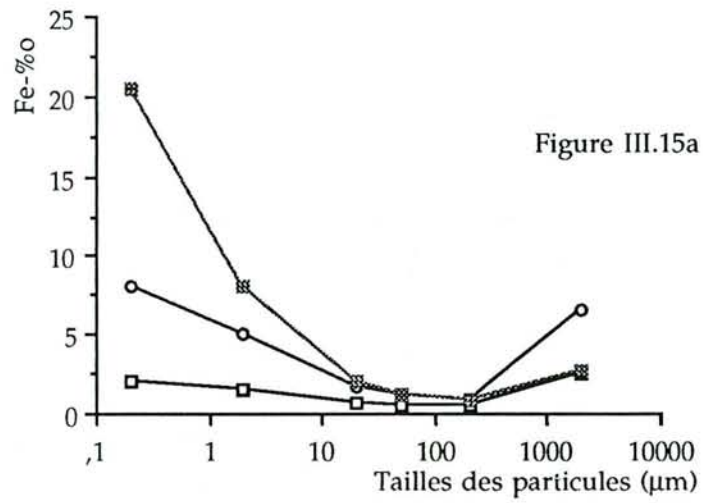


Figure III.15: Répartition des teneurs en fer (Figure III.15a) et en aluminium (Figure III.15b), (exprimée en ‰) extraits par le réactif de TAMM sur les différentes fractions des trois horizons A1 étudiés.

## 2. Caractéristiques de la matière organique des fractions

### 2.1 Mesure de l'activité $^{14}\text{C}$ des différentes fractions granulométriques

#### • Comparaisons des résultats obtenus avec les deux méthodologies

Les résultats des mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions granulométriques obtenues à partir des deux méthodes de fractionnement, (soit 15 heures d'agitation en milieu aqueux avec des billes d'agate pour le sol global puis dispersion de la fraction 0-50  $\mu\text{m}$  par de l'hexamétaphosphate de sodium: méthode-I, soit 2 heures d'agitation avec de l'hexamétaphosphate de sodium pour le sol global et dispersion de la fraction 0-50  $\mu\text{m}$  par utilisation des ultrasons: méthode-II), sont présentés dans le tableau III.5 dans lequel sont précisés également les âges apparents et les âges corrigés (BALESDENT, 1982).

Tableau III.5: Comparaison des teneurs en carbone et en azote, rapports C/N, activités  $\delta^{14}\text{C}$ , âges apparents et âges corrigés des différentes fractions granulométriques de l'horizon A1 de Château Bréhain obtenues par les deux méthodes de fractionnement.

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	C-% du C-total	N-% du N-total	C/N	Activité $\delta^{14}\text{C}$ (‰)	Age app. (ans)	Age corrigé (ans)
<u>Méthode-I</u>						
< 0,2	10,77	19,00	10	81 ± 7	Présent	113 ± 8
0,2-2	10,62	12,44	15	25 ± 7	Présent	228 ± 21
2-20	23,85	18,18	23	34 ± 7	Présent	201 ± 17
20-50	1,71	1,93	16	116 ± 18	Présent	79 ± 12
50-200	33,10	33,88	17	158 ± 7	Présent	54 ± 3
200-2000	19,95	14,57	24	213 ± 7	Présent	33 ± 2
<u>Méthode-II</u>						
< 0,2	12,54	21,90	10	115 ± 7	Présent	80 ± 6
0,2-2	14,27	19,66	12	38 ± 7	Présent	191 ± 18
2-20	15,11	10,30	25	11 ± 7	Présent	277 ± 26
20-50	8,14	5,43	26	42 ± 7	Présent	180 ± 15
50-200	22,33	18,71	20	153 ± 7	Présent	56 ± 3
200-2000	27,61	24,00	20	190 ± 7	Présent	41 ± 3

#### Les fractions supérieures à 50 $\mu\text{m}$

Quelle que soit la méthode de fractionnement, les fractions sableuses (50-2000  $\mu\text{m}$ ) sont les fractions les plus jeunes avec des valeurs de  $\delta^{14}\text{C}$  qui varient entre +153 et +158‰ pour les fractions 50-200  $\mu\text{m}$  et entre +190 et +213‰ pour les fractions >200  $\mu\text{m}$ . Ces résultats nous montrent que les deux méthodes utilisées aboutissent à peu près à la même répartition des âges dans les fractions grossières >50  $\mu\text{m}$ , toutefois les chiffres indiqués dans le tableau III.5

mettent en évidence une activité  $^{14}\text{C}$  de la fraction grossière  $>200\ \mu\text{m}$  un peu plus élevée avec la méthode-I qu'avec la méthode-II sans doute à la suite d'une meilleure dispersion de la fraction minérale et d'une fragmentation et d'un nettoyage plus efficaces des restes végétaux. Ceci se retrouve aussi mais en moins marqué dans la fraction  $50-200\ \mu\text{m}$ .

Les résultats des analyses de carbone et d'azote mettent en évidence le rôle de l'hexamétaphosphate de sodium dans la dispersion des fractions supérieures à  $50\ \mu\text{m}$  au profit des fractions les plus fines. C'est ainsi que les teneurs en carbone et en azote des fractions  $50-2000\ \mu\text{m}$  sont plus importantes avec la méthode-I (53,1% pour le carbone et 48,5% pour l'azote) qu'avec la méthode-II (49,9% pour le carbone et 42,7% pour l'azote). La répartition du carbone et de l'azote dans les fractions sableuses montre que avec la méthode-I, le sable fin de  $50-200\ \mu\text{m}$  contient plus de carbone (33,1%) que le sable grossier de  $200-2000\ \mu\text{m}$  (20,0%). Avec la méthode-II, la teneur en carbone de la fraction sable grossier (27,6%) est supérieure à celle du sable fin (22,3%). Il en est de même pour la teneur en azote avec les deux méthodes testées. Ces résultats nous montrent que la méthode-II a provoqué une dispersion plus efficace que la méthode-I.

#### Les fractions inférieures à $50\ \mu\text{m}$

Les activités  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions inférieures à  $50\ \mu\text{m}$  varient nettement selon la méthode de fractionnement utilisée. Avec la méthode-I, les fractions argileuses  $<2\ \mu\text{m}$  sont plus anciennes que celles obtenues avec la méthode-II. Au contraire, dans les fractions de limon fin  $2-20\ \mu\text{m}$ , l'activité est à peu près trois fois plus forte que celle de la même fraction obtenue avec la méthode-I. On peut dire devant à ces résultats que la méthode-II permet de mieux discriminer la répartition des âges selon la taille des particules que la méthode-I. L'activité la plus faible se trouve dans la fraction limon fin ( $\delta^{14}\text{C}=+11\text{‰}$ ) et l'activité la plus forte dans la fraction argile fine ( $\delta^{14}\text{C}=+115\text{‰}$ ), ceci après utilisation de la méthode-II. Par contre avec la méthode-I, l'activité la plus faible se situe dans la fraction argile grossière ( $\delta^{14}\text{C}=+25\text{‰}$ ) et la plus forte dans l'argile fine ( $\delta^{14}\text{C}=+81\text{‰}$ ) ou les limons grossiers ( $\delta^{14}\text{C}=+116\text{‰}$ ).

Ces résultats mettent donc en évidence que le fractionnement granulométrique obtenu après utilisation de la méthode-II présentent une répartition des âges plus étalée pour les différentes fractions isolées. Les fractions sableuses  $>50\ \mu\text{m}$  sont les fractions les plus jeunes, suivies des fractions argileuses fines  $<0,2\ \mu\text{m}$ . Les fractions les plus stables correspondent aux fractions  $0,2-50\ \mu\text{m}$ . La fraction la plus ancienne est la fraction  $2-20\ \mu\text{m}$  ( $277\pm 26$  ans), la fraction  $0,2-2\ \mu\text{m}$  ( $191\pm 18$  ans) et la fraction  $20-50\ \mu\text{m}$  ( $180\pm 15$  ans). Dans la suite de nos expériences, nous avons donc utilisé cette méthode sur les deux autres stations, celle de Bezange et celle de Sainte-Marie.

• *Résultats obtenus dans les trois stations avec la méthode-II*

Les résultats des mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées obtenues avec la méthode-II sont présentés dans le tableau III.6 où figurent également l'âge apparent et l'âge corrigé selon l'hypothèse exponentielle mais sans tenir compte de l'effet du fractionnement isotopique. Nous commenterons donc les résultats des  $\delta^{14}\text{C}$ . Nous constatons d'abord que les valeurs de  $\delta^{14}\text{C}$  des horizons A1 globaux sont très voisines et ne sont pas significativement différentes les unes des autres ( $\delta^{14}\text{C}$  de l'horizons A1 de Bezange =  $+113 \pm 7\%$ , de Sainte-Marie =  $+110 \pm 7\%$  et de Château Bréhain =  $+117 \pm 7\%$ )

Tableau III.6: Teneur en carbone et en azote, rapport C/N, activité  $\delta^{14}\text{C}$ , âges apparents et corrigés des différentes fractions des horizons A1 des trois sols étudiés.

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	C-% du C-total	N-% du N-total	C/N	Activité $\delta^{14}\text{C}$ (‰)	Age. app (ans)	Age corr. (ans)
<u>Bezange (Sol ocre podzolique)</u>						
< 0,2	7,00	12,77	11	$142 \pm 7$	Présent	$62 \pm 4$
0,2-2	15,16	18,37	16	$53 \pm 7$	Présent	$157 \pm 13$
2-20	14,93	11,84	24	$19 \pm 7$	Présent	$247 \pm 22$
20-50	6,97	6,79	20	$79 \pm 7$	Présent	$115 \pm 8$
50-200	23,62	24,76	19	$162 \pm 7$	Présent	$52 \pm 3$
200-2000	25,88	22,80	22	$195 \pm 7$	Présent	$39 \pm 4$
Sol global:						
mesuré	100	100	19	$113 \pm 7$	Présent	$81 \pm 5$
calculé	94	97	19	$118 \pm 7$	Présent	$77 \pm 5$
<u>Sainte-Marie (Sol brun acide)</u>						
< 0,2	13,08	22,78	9	$101 \pm 8$	Présent	$91 \pm 7$
0,2-2	19,61	28,31	11	$52 \pm 7$	Présent	$158 \pm 134$
2-20	14,35	15,32	14	$15 \pm 7$	Présent	$262 \pm 25$
20-50	7,27	7,10	16	$61 \pm 7$	Présent	$142 \pm 11$
50-200	20,92	19,81	16	$159 \pm 7$	Présent	$53 \pm 3$
200-2000	25,17	20,16	19	$207 \pm 7$	Présent	$35 \pm 2$
Sol global:						
mesuré	100	100	15	$110 \pm 7$	Présent	$84 \pm 6$
calculé	100	113	13	$115 \pm 7$	Présent	$80 \pm 6$
<u>Château Bréhain (Sol brun acide)</u>						
< 0,2	12,58	23,22	10	$115 \pm 7$	Présent	$80 \pm 6$
0,2-2	14,32	20,85	12	$38 \pm 7$	Présent	$191 \pm 18$
2-20	15,15	10,92	25	$11 \pm 7$	Présent	$277 \pm 26$
20-50	8,17	5,76	26	$42 \pm 7$	Présent	$180 \pm 15$
50-200	22,39	19,83	20	$153 \pm 7$	Présent	$56 \pm 3$
200-2000	27,69	25,44	20	$190 \pm 7$	Présent	$41 \pm 3$
Sol global:						
mesuré	100	100	18	$117 \pm 7$	Présent	$78 \pm 5$
calculé	100	106	17	$112 \pm 7$	Présent	$82 \pm 5$

### Bilan du fractionnement

Les résultats des bilans du fractionnement sont tout à fait remarquables. Quelle que soit la station étudiée, la différence entre l'activité  $^{14}\text{C}$  du sol global mesuré et celle du sol global calculé à partir des mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions, est négligeable et seulement de l'ordre de 5 unités  $\delta^{14}\text{C}$ . Dans le sol ocre podzolique de Bezange et dans le sol brun acide de Sainte-Marie, les activités des sols globaux calculés sont légèrement supérieures à celles réellement mesurées, alors que dans le sol brun acide de Château Bréhain, l'activité du sol global calculé est légèrement inférieure à celle du sol global mesurée. L'activité du sol global mesurée varie entre +110 et +117‰, et calculée varie entre +112 et +118‰.

### Répartition des âges dans les différentes fractions granulométriques

Les résultats des mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions granulométriques des trois stations étudiées mettent en évidence qu'il existe une relation entre la taille des particules et l'activité  $^{14}\text{C}$  ( et donc la distribution des âges). A partir pratiquement du même âge des horizons A1 des trois sols étudiés, nous constatons que les différentes fractions ont des activités  $^{14}\text{C}$  et des âges nettement différents. Les fractions les plus jeunes sont les fractions les plus grossières (>200  $\mu\text{m}$ ), elles ont une activité  $\delta^{14}\text{C}$  de l'ordre de +190 ou +200‰. L'activité  $^{14}\text{C}$  des fractions plus fines décroît d'une façon progressive jusque dans la fraction 2-20  $\mu\text{m}$  où le  $\delta^{14}\text{C}$  atteint des chiffres de l'ordre de +15‰ (19±7‰ dans le sol ocre podzolique de Bezange, 15±7 ‰ dans le sol brun acide de Sainte-Marie, 11±7‰ dans le sol brun acide de Château Bréhain, ce qui correspond à des âges corrigés de 247±22 ans à Bezange, 262±25 ans à Sainte-Marie et 277±26 ans à Château Bréhain). L'activité  $\delta^{14}\text{C}$  des fractions les plus fines est plus élevée que celles des fractions précédentes (avec une valeur moyenne pour la fraction 0,2-2  $\mu\text{m}$  comprise entre +38‰ et 53‰, +53±7‰ dans le sol ocre podzolique ce qui correspond à un âge corrigé de 157±13 ans, 52±7‰ dans le sol brun acide de Sainte-Marie et un âge de 158±13 ans et enfin 38±7‰ dans le sol brun acide de Château Bréhain avec un âge corrigé de 191±18 ans) et des valeurs nettement plus élevées mais assez différentes entre les stations pour la fraction <0,2  $\mu\text{m}$  (+142±7‰ soit un âge corrigé de 62±4 ans pour Bezange, +101±8‰ et 91±76 ans pour Sainte-Marie et enfin +115±7‰ soit un âge corrigé de 80±6 ans pour Château Bréhain).

On peut donc résumer les résultats du tableau III.6 et de la figure III.16 en disant que la matière organique des trois horizons A1 des stations étudiées est constituée pour l'essentiel:

- par un pool important en quantité (de l'ordre de 45 à 50% du carbone) de matière organique fraîche (de quelques dizaines d'années) de taille >50  $\mu\text{m}$  à activité située entre 150 et 200‰ qui se présente sous forme de débris végétaux.

- par un pool beaucoup moins important en quantité (15% du carbone des horizons) de matière organique ancienne (245 à 280 ans) très liée à la fraction minérale et que l'on trouve dans la fractions limons fins (2-20  $\mu\text{m}$ ).

- enfin par un pool relativement peu important en quantité (entre 7 et 13% du carbone total des horizons) de matière organique fine (fraction  $<0,2 \mu\text{m}$ ) constituée de métabolites bactériens à turn-over relativement rapide (âges corrigés compris entre 60 et 90 ans).

Ces résultats sont conformes aux résultats obtenus par ANDERSON et PAUL (1984) sur un Mollisol.

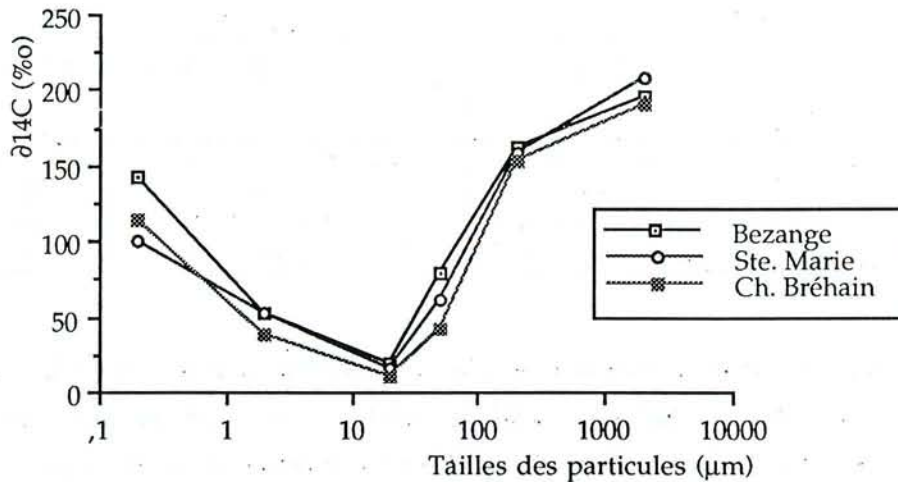


Figure III.16: Répartition des activités  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions organiques des horizons A1 des trois stations.

Enfin en ce qui concerne la valeur des activités  $\delta^{14}\text{C}$  obtenues dans les différents horizons A1, on constate que l'activité  $^{14}\text{C}$  de toutes les fractions isolées de l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange sont systématiquement plus élevées (et donc les âges plus récents) que dans les fractions correspondantes des deux autres stations, la matière organique présente dans toute ces fractions est donc moins stable avec le temps du turn-over plus rapide que dans les deux autres stations où la présence de fer et d'argile en plus grande quantité favorise l'humification et les liaisons organo-minérales (GUILLET, 1990). Quant à la comparaison entre les horizons A1 des deux sols bruns acides, on constate que si la fraction la plus fine ( $<0,2 \mu\text{m}$ ) de la station de Sainte-Marie a une activité  $^{14}\text{C}$  plus faible que la fraction correspondante de Château Bréhain et donc un âge plus ancien ( $91 \pm 7$  ans contre  $80 \pm 6$  ans) probablement à la suite de liaisons fortes avec le fer (GUILLET, 1990), les autres fractions de Sainte-Marie sont systématiquement plus jeunes que les fractions correspondantes de Château Bréhain, et ont donc un turn-over plus rapide. Cela s'explique probablement par la présence d'une plus grande quantité d'argile (MARTIN et al., 1990) dans l'horizon A1 de Château

Bréhain et par l'élaboration de liaisons fortes entre argile et matière organique à la suite de la pédoturbation créée par l'activité des vers de terre à Château Bréhain.

Si nous définissons une activité moyenne pondérée en tenant compte du taux du carbone dans chaque fraction, nous pouvons alors calculer les activités des différentes fractions réunies. Les résultats du tableau III.7 nous permettent de comparer les différentes fractions réunies dans les trois stations étudiées.

Tableau III.7: Activités des fractions regroupées des trois stations étudiées

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	Activité $\delta^{14}\text{C}$ (‰)-Age corrigé (ans)		
	Bezange	Sainte-Marie	Château Bréhain
50-2000	179‰ - 45 ans	185‰ - 43 ans	173‰ - 47 ans
0-50	60‰ - 144 ans	55‰ - 153 ans	50‰ - 162 ans
0-2	81‰ - 113 ans	71‰ - 126 ans	74‰ - 122 ans
2-50	38‰ - 191 ans	30‰ - 213 ans	22‰ - 237 ans
0,2-20	36‰ - 196 ans	36‰ - 196 ans	24‰ - 231 ans
0,2-50	44‰ - 175 ans	40‰ - 186 ans	28‰ - 218 ans

On peut noter que les fractions organiques inférieures à 50  $\mu\text{m}$  du sol brun acide de Château Bréhain sont les plus stables ( $\delta^{14}\text{C}=+50\text{‰}$ ), suivies de peu par celles du sol brun acide de Sainte-Marie ( $\delta^{14}\text{C}=+55\text{‰}$ ), et ensuite par celles du sol ocre podzolique de Bezange ( $\delta^{14}\text{C}=+60\text{‰}$ ). Les différences d'activité  $^{14}\text{C}$  de cette fraction <50  $\mu\text{m}$  entre le sol brun acide de Château Bréhain et le sol ocre podzolique de Bezange sont significatives, elles sont très faibles entre le sol ocre podzolique de Bezange et le sol brun acide de Sainte-Marie aussi bien qu'entre les deux sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain.

Dans les fractions limoneuses regroupées (2-50  $\mu\text{m}$ ), les activités correspondant aux trois stations sont significativement différentes les unes des autres, notamment entre sol brun acide de Château Bréhain et sol brun acide de Sainte-Marie qui est plus stable. Dans les fractions argileuses regroupées <2  $\mu\text{m}$ , les deux sols bruns acides ont des activités quasiment identiques ( $\delta^{14}\text{C}=+71$  et  $+74\text{‰}$ ) et les matières organiques sont plus stables que celles présentes dans la fraction <2  $\mu\text{m}$  du sol ocre podzolique de Bezange ( $\delta^{14}\text{C}=+81\text{‰}$ ).

Si on réunit l'ensemble des fractions 0,2-20 $\mu\text{m}$  des trois stations, on peut noter que c'est celle du sol brun acide de Château Bréhain qui est la plus stable ( $\delta^{14}\text{C}=+24\text{‰}$ ). Celle du sol brun acide de Sainte-Marie et du sol ocre podzolique de Bezange ont des activités identiques ( $\delta^{14}\text{C}=+36\text{‰}$ ).

Si l'on réunit la fraction de 0,2-50 $\mu\text{m}$ , celle du sol brun acide de Château Bréhain est encore la plus stable ( $\delta^{14}\text{C}=+28\text{‰}$ ). L'activité  $^{14}\text{C}$  du sol brun acide de Sainte-Marie

( $\delta^{14}\text{C}=+40\%$ ) étant plus faible et non significativement différente de celle du sol ocre podzolique de Bezange ( $\delta^{14}\text{C}=+44\%$ ).

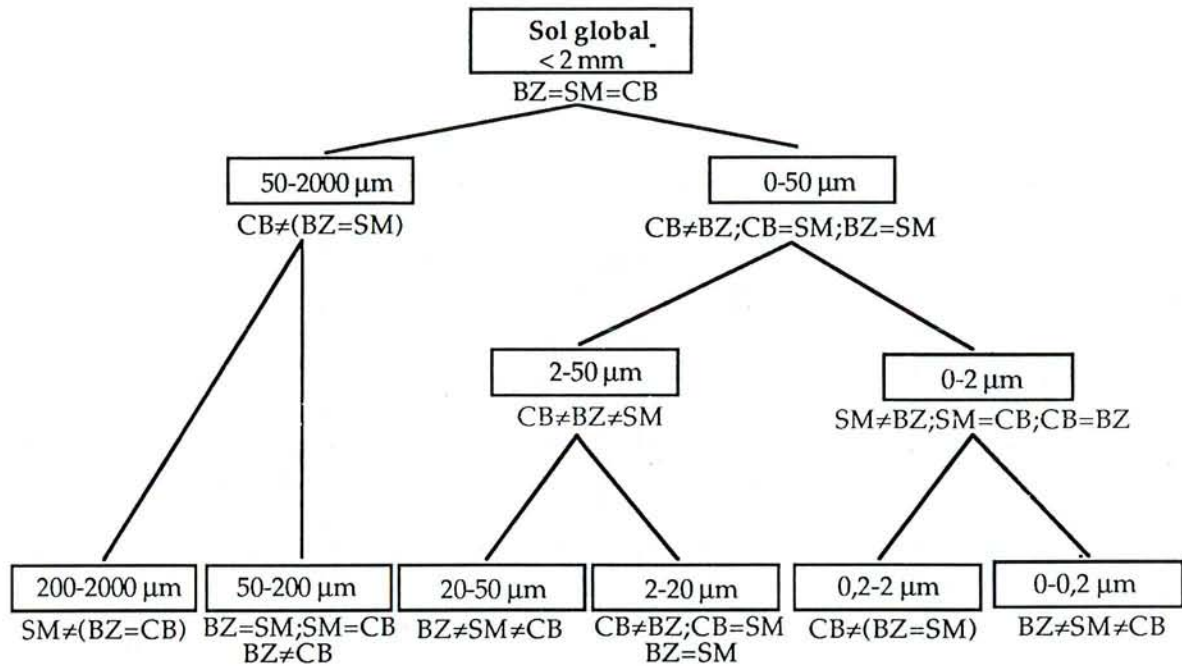


Figure III.17: Matrice de répartition des activités des différentes fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations étudiées (BZ=Bezange, SM=Sainte-Marie, CB=Château Bréhain)

La figure III.17 présente une matrice de répartition des activités  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions en utilisant une valeur de 7 unités  $\delta$  (valeur moyenne de l'erreur statistique) comme indice pour distinguer les fractions. Ces résultats nous montrent nettement les différences et les similitudes des différentes fractions granulométriques isolées dans les trois stations étudiées.

## 2.2 Extractibilité de la matière organique par les solvants alcalins et résistance à l'hydrolyse acide

### • Extraction par le pyrophosphate de sodium à pH 9,7

Ce travail a été effectué sur les différentes fractions granulométriques et les échantillons globaux des horizons A1 des trois stations étudiées. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III.8.



Tableau III.8: Extraction par le pyrophosphate de sodium à pH 9,7 de la matière organique des différentes fractions des trois horizons A1 étudiés

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	C-Extractible		Ac.Fulviques		Ac.Humiques		AF/AH	Humine		
	(mg/g)	%	(mg/g)	(%)	(mg/g)	(%)		(mg/g)	C/N	%
<b>Bezange</b>										
< 0,2	20,40	48	10,20	24	10,20	24	1,00	22,96	10	52
0,2 - 2	18,60	12	8,40	5	10,20	7	0,82	136,52	17	88
2 - 20	7,80	12	4,80	7	3,00	5	1,60	57,25	33	88
20 - 50	6,00	24	3,60	14	2,40	10	1,50	19,16	32	76
50 - 200	3,60	46	3,60	46	0,00	0	-	4,23	23	54
200-2000	38,40	12	14,40	5	24,00	8	0,60	275,76	25	88
Sol global	7,50	27	4,69	17	2,81	10	1,67	20,10	24	73
<b>Sainte Marie</b>										
< 0,2	18,60	53	9,60	28	9,00	26	1,07	16,21	8	47
0,2 - 2	8,68	18	6,94	15	1,74	4	3,99	38,98	12	82
2 - 20	5,00	20	3,70	15	1,30	5	2,86	20,19	19	80
20 - 50	5,22	22	3,49	15	1,73	7	2,01	18,15	28	78
50 - 200	3,52	56	1,83	29	1,68	27	1,09	2,76	15	44
200-2000	14,19	11	9,34	7	4,85	4	1,93	117,59	20	89
Sol global	9,60	40	4,80	20	4,80	20	1,00	14,32	21	60
<b>Château Bréchain</b>										
< 0,2	27,60	67	8,40	20	19,20	47	0,44	13,62	10	33
0,2 - 2	12,00	18	6,00	9	6,00	9	1,00	54,74	16	82
2 - 20	5,40	16	4,60	14	0,80	2	5,72	28,07	34	84
20 - 50	6,00	33	3,60	20	2,40	13	1,50	12,42	44	67
50 - 200	4,71	68	3,29	47	1,42	20	2,32	2,26	14	32
200-2000	13,80	25	8,63	16	5,17	9	1,67	41,53	29	75
Sol global	9,60	36	6,06	23	3,54	13	1,71	17,09	24	64

### Pertes de poids

Au cours de l'extraction, les fractions organo-minérales "solubilisées" varient entre 2 et 86% du poids total. Les fractions les plus solubles correspondent aux fractions argileuses fines: le solvant "extrait" 66% du poids de la fraction fine à Château Bréhain, 77% à Sainte-Marie, et 86% à Bezange ce qui représente une quantité nettement supérieure à la teneur en matière organique de la fraction et indique que l'extraction par le pyrophosphate de sodium entraîne par dispersion une grande partie des matières minérales de cette fraction  $<0,2 \mu\text{m}$ . Les fractions supérieures à  $0,2 \mu\text{m}$  sont par contre peu solubilisées entre (2 et 19% du poids total).

### Extractibilité des fractions organiques

A l'exception des fractions sables grossiers (200-2000  $\mu\text{m}$ ) qui sont pour une part importante constituées de débris végétaux, l'abondance du carbone dans l'humine nous donne une indication importante sur la stabilité chimique des fractions organiques. Nous pouvons observer que la distribution de l'humine dans les différentes fractions des horizons A1 des trois sols étudiés est voisine (Figure III.18). Les fractions  $0,2-2 \mu\text{m}$  et  $2-20 \mu\text{m}$  sont les fractions les moins extractibles et les plus stables chimiquement, viennent ensuite les fractions  $20-50 \mu\text{m}$  correspondant aux limons grossiers et enfin les fractions argileuses fines ( $<0,2 \mu\text{m}$ ) et les sables fins ( $50-200 \mu\text{m}$ ).

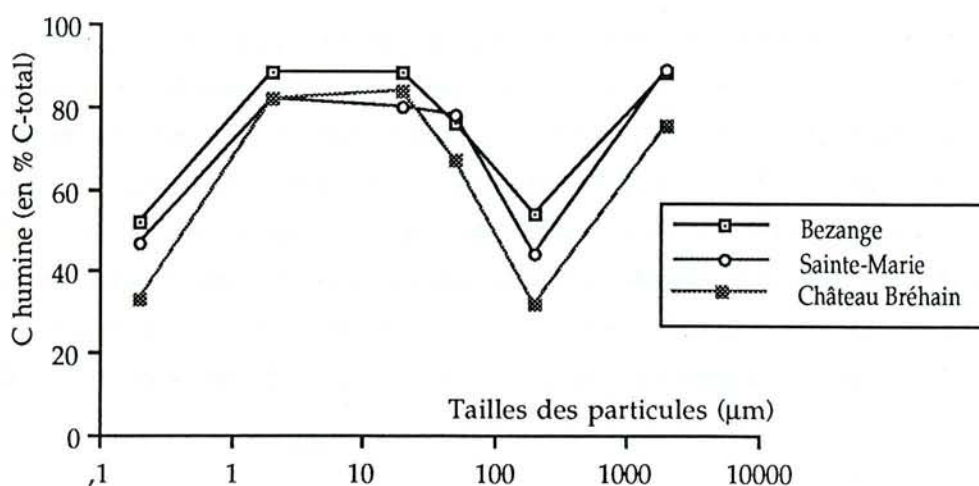


Figure III.18: Répartition de l'humine en fonction de la taille des particules

Les résultats concernant l'extractibilité des horizons A1 globaux (cf tableau III.8) ont montré qu'il n'y avait pas de différence significative entre les teneurs en humine après extraction des deux sols bruns acides (de l'ordre de 60 et 64% du C-total). Par contre dans

l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange, la quantité d'humine est assez nettement plus importante (de l'ordre de 73% du C-total).

### Carbone extractible

Les considérations que nous avons faites sur les teneurs en humine des horizons A1 et de leurs différentes fractions sont évidemment complémentaires de celles que nous pouvons faire sur le carbone extrait. Les valeurs de carbone extrait par le pyrophosphate de sodium à pH 9,7 varient beaucoup selon les fractions. Les fractions argileuses fines et sables fins sont les fractions les plus extractibles (48-68% du C-total). Les fractions argileuses fines (<0,2  $\mu\text{m}$ ) présentent une matière organique constituée de métabolites et de substances facilement extractibles, les fractions sables fins (50-200  $\mu\text{m}$ ) sont constituées d'une matière organique déjà fortement biodégradée et de ce fait assez facilement extractible. Alors que les fractions argileuses grossières, limons fins et sables grossiers (>200  $\mu\text{m}$ ) sont les fractions les moins solubles (11-20% du C-total). Ces considérations sont valables pour les trois horizons A1.

Les extractions faites sur les horizons globaux extraient dans l'horizon A1 du sol de la station de Sainte-Marie autant d'acides fulviques que d'acides humiques (AF/AH=1) alors que dans les deux autres stations la quantité d'acides fulviques extraits est nettement plus forte que celle des acides humiques extraits (AF/AH=1,67 à Bezange et =1,71 à Château Bréhain).

Dans les différentes fractions, on constate que le rapport AF/AH de la matière organique extraite est le plus faible dans la fraction fine (<0,2  $\mu\text{m}$ ) de l'horizon A1 de la station de Sainte-Marie et celle de Château Bréhain (AF/AH respectivement de 1,07 à Sainte-Marie et de 0,44 à Château Bréhain dans une fraction qui contient donc dans cette station 2 fois plus d'acides humiques que d'acides fulviques) alors que dans l'horizon A1 du sol ocre podzolique le rapport AF/AH de cette fraction est égale à 1. Certaines fractions présentent une matière organique extractible constituée surtout d'acides fulviques (fraction 2-20  $\mu\text{m}$  des trois stations avec un rapport AF/AH de 1,6 à Bezange, 2,9 à Sainte-Marie et 5,7 à Château Bréhain).

### •Résistance des fractions fines (< 2 $\mu\text{m}$ ) à l'hydrolyse acide

Pour mener à bien cette étude nous avons regroupé les fractions 0,2-2  $\mu\text{m}$  et <0,2  $\mu\text{m}$  au prorata de leur poids initial et reconstitué ainsi pour les trois horizons A1 les fractions <2  $\mu\text{m}$  correspondantes.

Solubilisation des fractions, pertes de poids

Les pertes de poids au cours de l'hydrolyse acide correspondent à des pertes de 60 à 70% du poids total des fractions argileuses. Dans le sol ocre podzolique de Bezange et dans le sol brun acide de Château Bréhain, on note que les fractions minérales sont plus hydrolysables que le carbone. La perte de poids au cours de l'hydrolyse est de l'ordre de 70% dans la fraction argileuse de l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange, elles sont plus faibles et assez semblables pour les deux sols bruns acides: 58% à Sainte-Marie et 62% à Château Bréhain.

Carbone et azote hydrolysables

Nous avons déterminé les teneurs en carbone et en azote des hydrolysats et des résidus (tableau III.9). Comme c'est le cas général dans l'hydrolyse acide, l'azote est nettement plus hydrolysable que le carbone, et les valeurs C/N des fractions organiques dans les résidus sont plus élevées que dans les hydrolysats. Les fractions hydrolysables qui se composent surtout de molécules azotées, ont des valeurs C/N faibles, et identiques (C/N=7) dans les trois horizons A1 étudiés.

Tableau III.9: Bilan du carbone et de l'azote après hydrolyse acide des fractions fines (<2 µm) des horizons A1 des trois stations étudiées

	Bezange	Sainte-Marie	Ch. Bréhain
<u>Echant. de départ: fraction &lt;2 µm</u>			
C - %	7,90	4,72	5,44
N - %	0,57	0,49	0,49
C/N	14	10	11
<u>Résidus d'hydrolyse acide:</u>			
C-% du C-total	57	35	45
N-% du N-total	9	6	6
C/N	91	55	81
<u>C et N Hydrolysables:</u>			
C-% du C-total	43	65	55
N-% du N-total	91	94	94
C/N	7	7	7

Au total, entre 43 à 65 % du carbone initial, et entre 91 et 94% de l'azote initial de la fraction fine sont hydrolysables. La comparaison des trois échantillons montre que le carbone et l'azote sont plus facilement hydrolysables dans les horizons A1 des deux sols bruns acides que dans celui du sol ocre podzolique.

Carbone et azote non hydrolysables

Les matières organiques correspondant au résidu d'hydrolyse sont surtout constituées principalement de produits poly-aromatiques chimiquement stables (JOCTEUR MONROZIER et ANDREUX, 1981; BALESSENT, 1982). L'abondance de l'azote humique résistant à l'hydrolyse (ANDREUX, 1978) diffère notablement selon le sol d'origine, et se situe habituellement autour de 7 à 15%.

Les résultats du tableau III.9 montrent que la quantité de carbone du résidu de la fraction <2 µm de l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange est la plus importante et représente 57% du C-total, vient ensuite celle correspondant au sol brun acide de Château Bréhain (45% du C-total), et enfin celle du sol brun acide de Sainte Marie (35% seulement du C-total). La quantité d'azote non hydrolysable des trois échantillons étudiés est à peu près la même, elle varie entre 6 et 9% de l'azote total. Les valeurs des rapports C/N des résidus sont très élevés, 91 à Bezange, 55 à Sainte-Marie et 81 à Château Bréhain ce qui s'explique par le fait que les fractions organiques non-hydrolysables sont constituées surtout de molécules hétérocycliques.

Analyse des formes de l'azote hydrolysable

Nous avons distingué quatre formes d'azote dans les hydrolysats: l'azote α-aminé, l'azote ammoniacal, l'azote-osamine et l'azote non identifié. On appelle azote non identifié, l'azote hydrolysable qui n'est pas dosable sous forme d'azote α-aminé, d'azote ammoniacal ou d'azote osamine. Les résultats sont présentés dans le tableau III.10.

Tableau III.10: Répartition des formes de l'azote (en % de N-total) après hydrolyse acide des fractions fines (<2µm) dans les trois stations étudiées.

Fraction <2µm horizon A1	N-total (%)	Azote hydrolysable-%					N-non hydrol.-%
		Total	N-aminé	N-NH4	N-OA	N-non.id	
Bezange	0,57	88	43	27	3	15	12
Ste.Marie	0,49	84	32	34	8	10	16
Ch.Bréhain	0,46	85	28	37	9	11	15

Azote des amino-acides. L'essentiel de l'azote organique du sol se trouve sous forme d'acides α-aminés. BREMNER (1965) a montré que dans la plupart des horizons de surface, la teneur en acides α-aminés correspond à un pourcentage compris entre 20 et 40% de l'azote total. En fait, la teneur en α-amino-acides varie selon le type de sol, le rapport C/N, les conditions

d'activités biologiques, et la saison (JANEL, 1978). La proportion d'azote aminé par rapport à l'azote total du sol augmente lorsque le C/N croît. JANEL (1978) a montré que la teneur en azote  $\alpha$ -aminé est maximale en hiver au moment de la plus faible activité biologique dans les humus de type mull (74% de l'azote total dans un mull acide, et 42% dans un mull calcaire). Les résultats présentés dans le tableau III.10 montrent que c'est l'échantillon correspondant au sol ocre podzolique de Bezange avec le C/N le plus élevé qui est le plus riche en  $\alpha$  amino-acides: 2,463 mg/g de sol, soit 43% de l'azote total. Dans les sols bruns acides de Sainte Marie et de Château Bréhain, les teneurs en azote  $\alpha$  aminés sont assez semblables, avec respectivement: de 1,575 et 1,363 mg/ g de sol, soit de 32 et 28% de l'azote total.

***Azote ammoniacal.*** L'azote ammoniacal provient essentiellement de la désamination (JANEL et al., 1979). La production d'ammoniaque au cours de l'hydrolyse acide peut représenter de 10 à 35% de l'azote total (BARIUSSO, 1985). Les composés susceptibles de produire de l'ammoniaque par dégradation acide sont, selon BREMNER (1965), les osamines, les amides et certains amino-acides. Dans les trois sols étudiés, l'azote ammoniacal obtenu après hydrolyse représente des quantités importantes qui varient en sens inverse des teneurs obtenues en azote  $\alpha$ -aminé. L'échantillon du sol brun acide du Château Bréhain qui a la plus faible proportion d'azote  $\alpha$ -aminé, est le plus riche en azote-ammoniacal: 1,834 mg/g de sol, soit 37% de l'azote total. Par contre, celui du sol ocre podzolique de Bezange qui est le plus riche en azote  $\alpha$ -aminé, présente la plus faible teneur en azote ammoniacal: 1,565 mg/g de sol, soit 27% de l'azote total.

***Azote des osamines.*** Les osamines, particulièrement la glucosamine, interviennent dans la structure des parois bactériennes et fongiques, ainsi que dans les structures pariétales animales. En moyenne, 20% des osamines disparaissent par désamination au cours de l'hydrolyse acide (BARIUSSO, 1985). Nous avons pu observer que dans les trois échantillons étudiés, les quantités d'osamines étaient faibles, moins de 10% de l'azote total. La fraction  $<2$   $\mu$ m des horizons A1 des deux sols bruns acides est la plus riche en azote osamine, environ 10% de l'azote total, alors que l'échantillon du sol ocre podzolique est environ 3 fois moins riche et de l'ordre de 3% de l'azote total. La proportion d'azote osamine dans le sol croît avec le taux d'argile, et les valeurs les plus faibles se trouvent dans les sols sableux (JOCTEUR MONROZIER et ANDREUX, 1981).

***Azote non-identifié.*** Les chiffres présentés dans le tableau III.10 montrent bien que les teneurs en azote non-identifié varient dans le même sens que ceux de l'azote hydrolysable. Ces résultats confirment ceux obtenus par ANDREUX (1978) et JOCTEUR MONROZIER et ANDREUX (1981): plus le pourcentage d'azote hydrolysable est important, plus la teneur en azote non-identifié est forte.

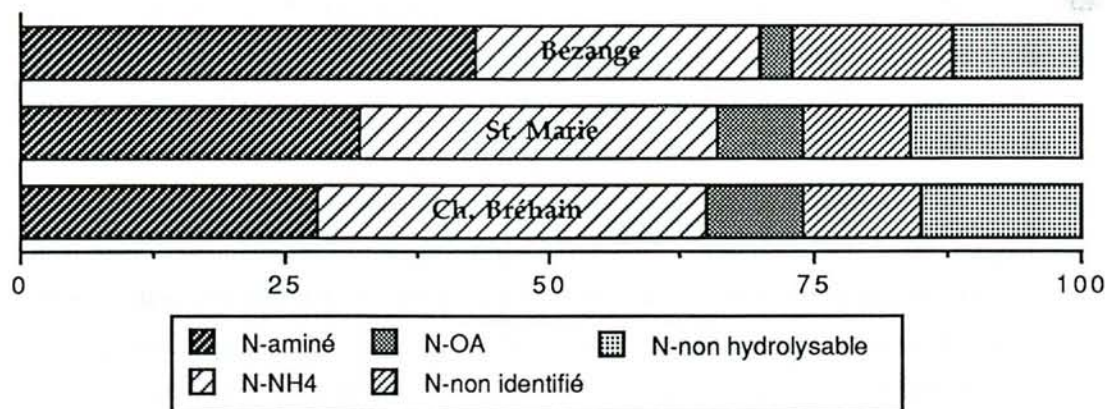


Figure III.19: Répartition des différentes formes d'azote, exprimées en % de l'azote total, après hydrolyse acide des fractions <2 µm des horizons A1 des trois stations d'étude

L'analyse des formes d'azote dans les trois sols étudiés, nous permet donc de distinguer la fraction fine de l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange d'une part, de celles des sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain d'autre part. Les teneurs en azote hydrolysable sont à peu près identiques dans tous les trois échantillons étudiés, mais la répartition des formes d'azote diffère quelque peu. Les teneurs en azote  $\alpha$ -aminé et azote non-identifié sont plus élevées dans l'échantillon du sol ocre podzolique que dans celui des deux sols bruns acides. Par contre, les teneurs en azote-ammoniacal et en azote-osamine sont plus élevées dans les échantillons des deux sols bruns acides que dans celui du sol ocre podzolique. Au total, 60 à 70% de l'azote hydrolysable sont représentés d'azote  $\alpha$ -aminé et d'azote ammoniacal (Figure III.19).

#### Activité $^{14}\text{C}$ des hydrolysats et des résidus de l'hydrolyse des fractions <2 µm

Les résultats des mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des résidus d'hydrolyse acide des fractions fines (<2 µm) des trois échantillons étudiés sont présentés dans le tableau III.11. Les activités  $^{14}\text{C}$  des hydrolysats présentés dans ce tableau ont été obtenues par calcul.

Les résultats des mesures d'activité  $^{14}\text{C}$  des résidus des fractions fines <2 µm des trois échantillons étudiés montrent une différence importante. Le résidu le plus jeune est celui qui provient du sol ocre podzolique de Bezange ( $\delta^{14}\text{C}=+34\text{‰}$ ) et le plus vieux, celui qui provient du sol brun acide de Sainte-Marie ( $\delta^{14}\text{C}=-10\text{‰}$ ). L'activité  $^{14}\text{C}$  de l'échantillon du sol brun acide de Château Bréhain est de  $+13\text{‰}$ . Si l'on interprète ces activités selon l'hypothèse exponentielle, elles correspondent à des âges de 200 ans pour Bezange, de 270 ans pour Château Bréhain et de 370 ans pour Sainte-Marie. En considérant l'effet du fractionnement isotopique ( $\delta^{13}\text{C}=-28,4\text{‰}$  pour Bezange,  $-28,8\text{‰}$  pour Sainte-Marie et  $-28,3$  pour Château

Bréhain), les âges corrigés des résidus sont de 185 ans pour Bezange, 245 ans pour Château Bréhain, et 330 ans pour Sainte-Marie.

Tableau III.11: Activités  $^{14}\text{C}$  des résidus et des hydrolysats des fractions fines ( $<2\mu\text{m}$ ) les horizons A1 des trois stations étudiées

Références	Fractions fines ( $<2\mu\text{m}$ )		Résidus		Hydrolysats $\delta^{14}\text{C}$ (‰)
	C-% du C-total	$\delta^{14}\text{C}$ (‰)	C-% du C-total	$\delta^{14}\text{C}$ (‰)	
Bezange	100	+81	57	+34	+143
St. Marie	100	+71	35	-10	+114
Ch. Bréhain	100	+74	45	+13	+124

Les activités  $^{14}\text{C}$  des fractions organiques hydrolysables obtenues par calcul, nous montrent que ces fractions sont beaucoup plus jeunes que les résidus (BALESDENT, 1982). L'activité  $^{14}\text{C}$  des hydrolysats la plus faible se retrouve dans l'échantillon provenant du sol brun acide de Sainte-Marie ( $\delta^{14}\text{C}=+114\text{‰}$ ) et la plus forte dans celui du sol ocre podzolique de Bezange ( $\delta^{14}\text{C}=+143\text{‰}$ ). L'activité  $^{14}\text{C}$  de l'hydrolysate du sol brun acide de Château Bréhain est de  $+124\text{‰}$ . Ces activités correspondent à des âges corrigés de 61 ans pour Bezange, de 73 ans pour Château Bréhain et de 80 ans pour Sainte-Marie.

### 2.3 Observations ultrastructurales des différentes fractions présentes dans les horizons A1 des trois stations.

**2.3.1 Observations ultrastructurales des sols globaux:** exemple de l'horizon A1 du sol brun acide de la station de Sainte-Marie. Cet horizon a été choisi d'une façon spécifique car il ne présente pas de traces d'activité lombricienne et peut donc servir de sol de référence avant toute agitation artificielle ou lombricienne.

Il faut d'abord rappeler avant toute description ultrastructurale que cet horizon, comme ceux des deux autres stations, est constitué pour 70% de sables grossiers et sables fins et que toutes les structures fines que nous allons décrire enveloppent ou entourent les grains de quartz très dominants et que nous avons évités lors de la coupe (Planche I et II).





BEZANGE (sol ocre podzolique à moder)

Photo 1: Vue d'ensemble du profil

Photo 2: Détail de l'humus



SAINTE-MARIE (sol brun acide à mull)

Photo 3: Vue d'ensemble du profil

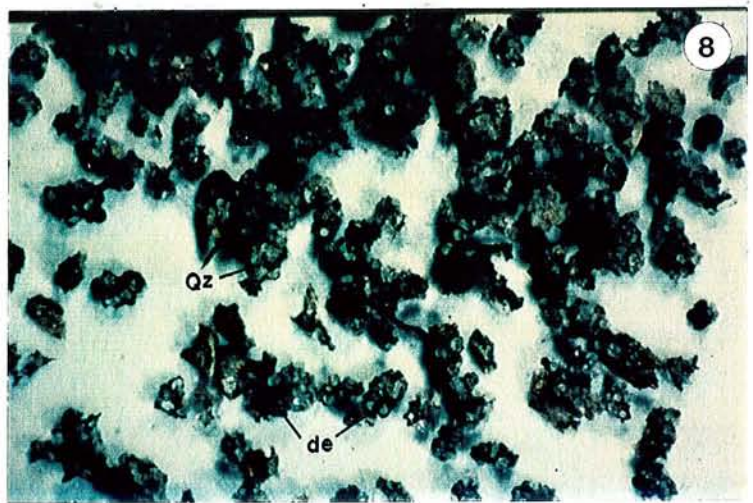
Photo 4: Détail de l'humus



CHATEAU BREHAIN (sol brun acide à mull)

Photo 5: Vue d'ensemble du profil

Photo 6: Détail de l'humus

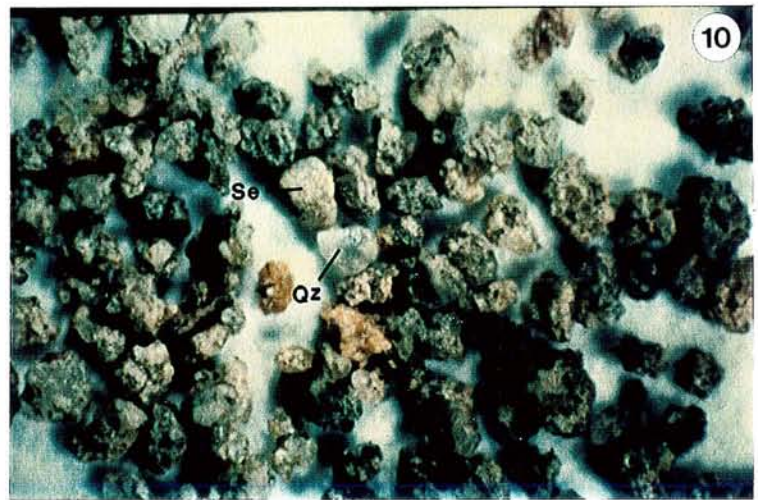
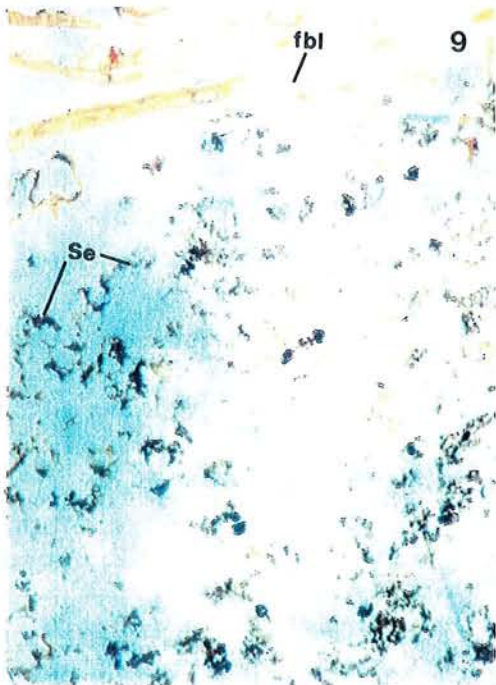


**BEZANGE (sol ocre podzolique à moder)**

Photo 7: Lame mince de l'horizon de surface

Photo 8: Fraction 100-200 µm constituée de sables bien "lavés" + boulettes fécales

fbr=feuille brune hêtre; de=déjections enchytraéides; Qz=quartz

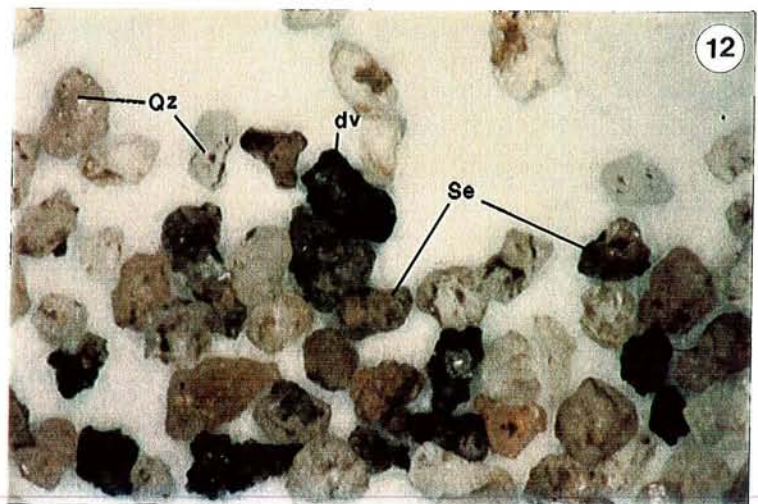
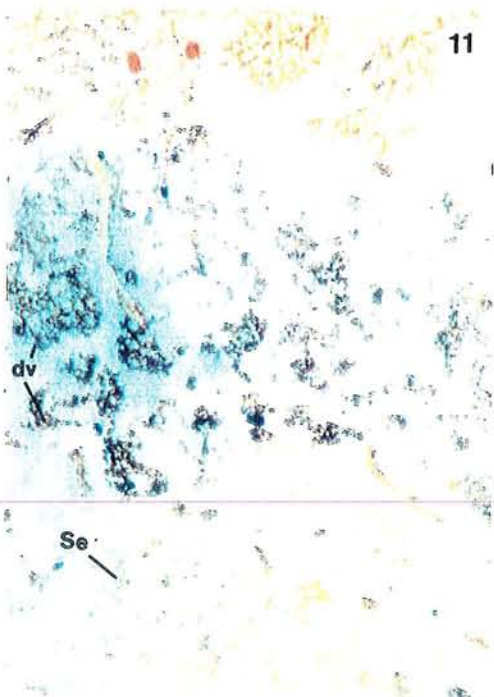


**SAINTE-MARIE (sol brun acide à mull)**

Photo 9: Lame mince de l'horizon de surface

Photo 10: Fraction 100-200 µm constituée de sables enrobés de particules fines (argile + matière organique)

fbl=feuille blanchie (pourriture blanche) hêtre; Se=grain minéral avec pellicule d'argile + matière organique; Qz=quartz



**CHATEAU BREHAIN (sol brun acide à mull)**

Photo 11: Lame mince de l'horizon de surface

Photo 12: Fraction 100-200 µm constituée de déjections de vers de terre + sables enrobés de particules fines (argile + matière organique)

dv=déjections ver de terre; Se=grain minéral avec pellicule d'argile + matière organique; Qz=quartz

Les agrégats de petite taille présentent une juxtaposition de restes de parois cellulaires ou de restes tissulaires (photo 13) déjà très altérés et avec de très nombreux granules assez bien individualisés (photo 14) et peu de pigments bruns encore opaques aux électrons. On constate la présence de colonies bactériennes ou de bactéries isolées entre les restes pariétaux mais ces colonies bactériennes ne sont pas entourées de phyllites. Dans le même agrégat, certaines zones sont davantage concentrées en fractions minérales au sein desquelles on peut trouver des colonies bactériennes installées dans les phyllites mais sans entourage concentrique de phyllites (photo 15). Ces bactéries présentent un cytoplasme opaque aux électrons et un réseau granulo-fibrillaire autour des bactéries. Ce réseau granulo-fibrillaire peut être appliqué contre des phyllites (photo 16), mais n'est pas entouré de phyllites déposées de façon concentrique. On constate donc dans ce type d'agrégat de l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie la présence, en couches ou en paquets, de restes de structures foliaires ne présentant pratiquement plus de pigments bruns et dans un état de dégradation fortement marqué, sans doute à la suite de l'activité des champignons de la pourriture blanche dont il ne reste que peu de filaments reconnaissables et de l'activité des bactéries isolées ou groupées dans les restes végétaux ou dans le mélange organo-minéral. On note aussi l'existence dans ces structures intergranulaires d'une matière organo minérale extrêmement fine que nous allons retrouver dans toutes les fractions de l'horizon A1 de cette station.

### 2.3.2 Observations ultrastructurales des fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations.

#### Fractions 20-50 $\mu\text{m}$

- a - Horizon A1 de la station de Bezange: On reconnaît dans cette fraction la présence de boulettes fécales de microarthropodes (photo 17) constituées par un ensemble compact de restes de parois entre lesquelles peuvent persister des pigments bruns opaques aux électrons et des lambeaux de lamelles intercellulaires bien reconnaissables avec leur allure triangulaire. Entre ces restes végétaux ou les replis des parois, on constate la présence de bactéries isolées ou de bactéries en colonie (photo 18) et de minéraux phylliteux et quartzeux. On note aussi la présence fréquente dans ces déjections de parois fongiques mélanisées ou non en voie de biodégradation et de nombreux granules dans les parois lignifiées. Les débris figurés ont une taille moyenne supérieure à 20  $\mu\text{m}$ .

- b - Horizon A1 de la station de Sainte-Marie: La structure générale est beaucoup moins compacte qu'à Bezange (photo 19). Ces structures végétales bien reconnaissables (parois végétales ou parois mycéliennes) sont souvent biodégradées et juxtaposées les unes aux autres (photo 20) par des éléments organo-minéraux fins qui servent de ciment entre ces grands restes

**PLANCHE III**

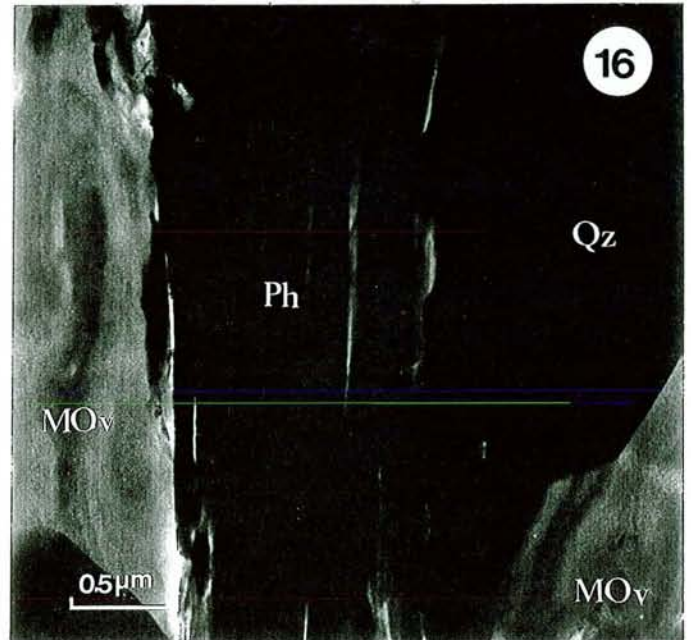
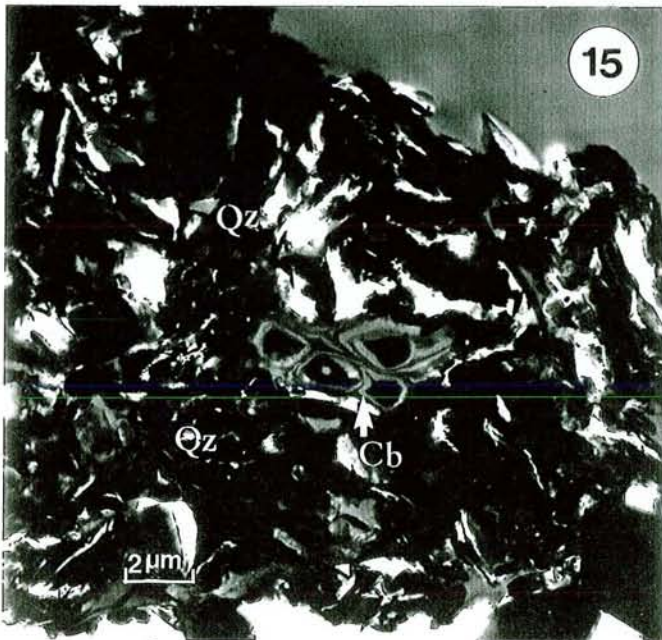
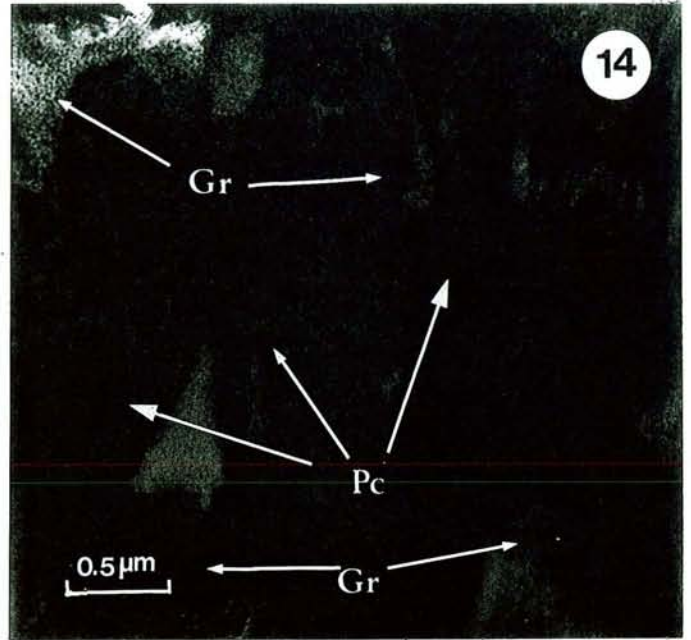
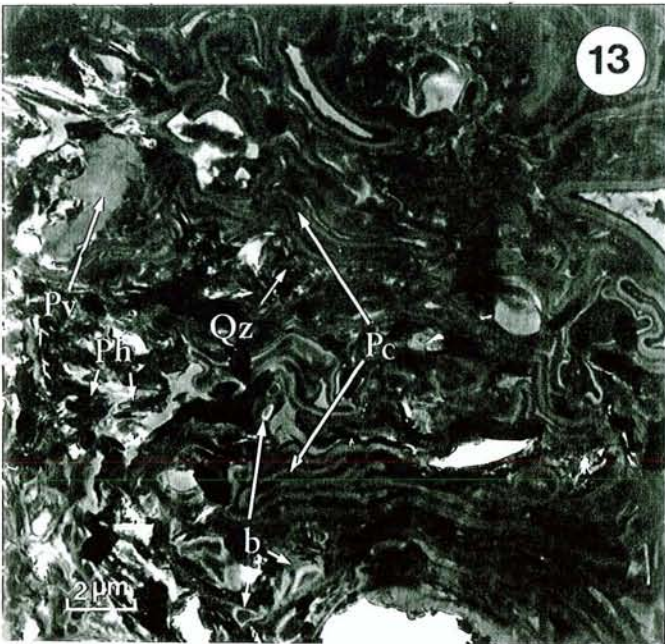
**Microscopie électronique à transmission du sol global de l'horizon A1  
du sol brun acide de Sainte-Marie**

Photo 13: Vue d'ensemble d'un micro-agrégat

Photo 14: Détail des restes pariétaux humifiés

Photo 15: Détail de la fraction quartzeuse présence de colonie bactérienne

Photo 16: Juxtaposition des divers éléments: Quartz, phyllites et matière organique végétale  
biodégradée.



### PLANCHE III

#### LEGENDE

Pc - Paroi cellulaire

Pv - Paroi végétale

Pvi - Paroi végétale  
(triangle intercellulaire)

Pm - Paroi mycélienne

Pb - Pigments bruns

Ph - Phyllites

Qz - Quartz

b - Bactérie

Cb - Colonie bactérienne

Ps - Polysaccharides

Es - Endospore

Gr - Grannulaires

MO<sub>f</sub> - Matière organique fine

MO<sub>v</sub> - Matière organique végétale

OM<sub>f</sub> - Matière organo-minérale fine

Rm - Restes membranaires

**PLANCHE IV****Microscopie électronique à transmission de la fraction 20-50  $\mu\text{m}$  de l'horizon A1  
des trois stations étudiées****BEZANGE (sol ocre podzolique à moder)**

Photo 17: Vue d'ensemble de la fraction, présence de grands restes pariétaux insérant les minéraux

Photo 18: Détail, montrant la présence de colonie bactérienne et l'insertion des particules fines minérales dans les restes pariétaux

**SAINTE-MARIE (sol brun acide à mull)**

Photo 19: Vue d'ensemble de la fraction: Grands restes de parois végétales liées à la fraction organo-minérale fine

Photo 20: Détail de la fraction, montrant des parois biodégradées, des bactéries liées à la fraction organo-minérale fine

**CHATEAU BREHAIN (sol brun acide à mull)**

Photo 21: Vue d'ensemble de la fraction: Restes de parois humifiées liés à la fraction organo-minérale fine

Photo 22: Biodégradation de la matière organique végétale sous forme granulo-fibrillaire et granules condensés.

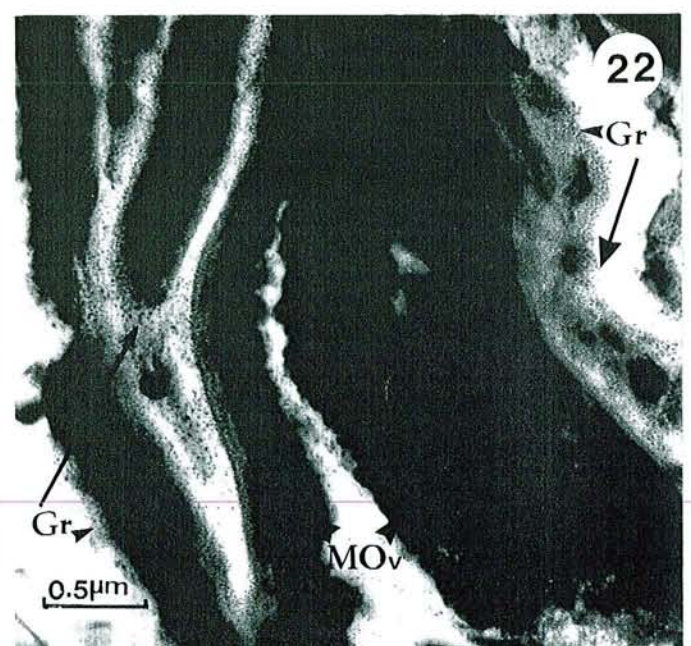
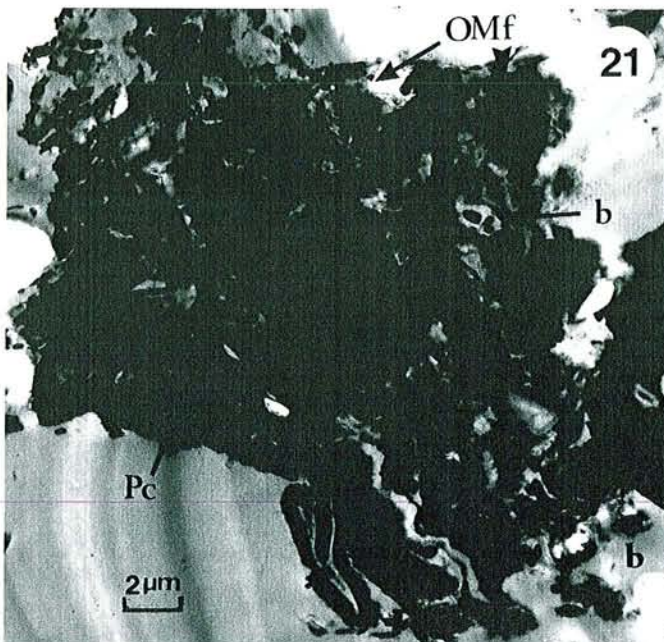
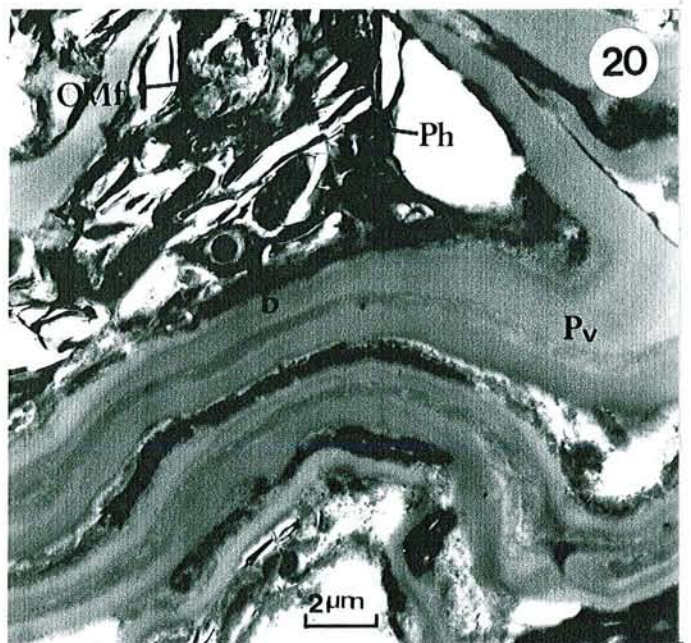
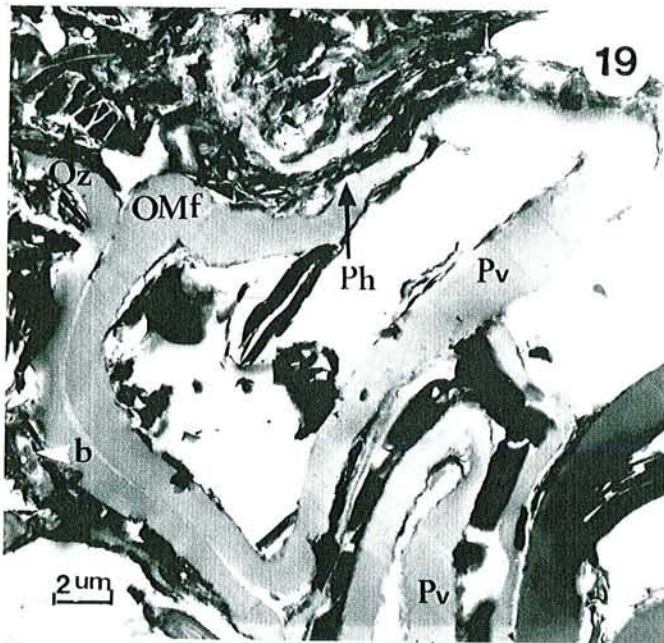
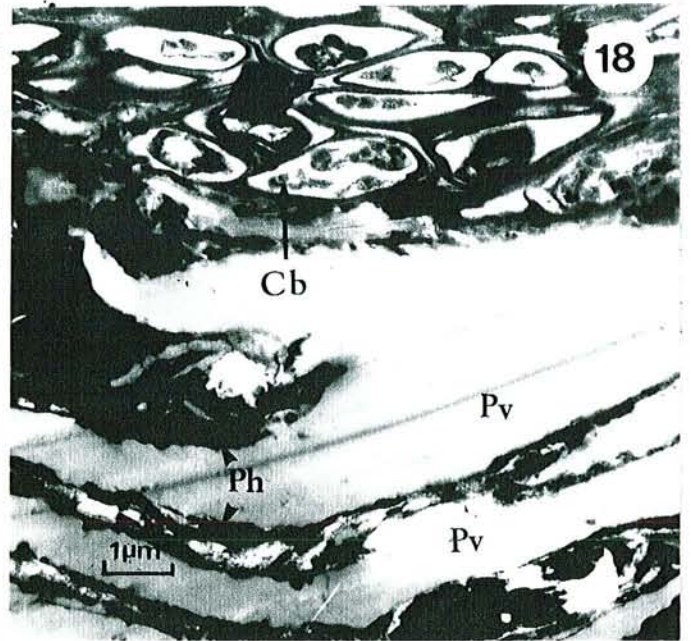


PLANCHE IV

**PLANCHE V****Microscopie électronique à transmission de la fraction 2-20  $\mu\text{m}$  de l'horizon A1  
des trois stations étudiées****BEZANGE (sol ocre podzolique à moder)**

Photo 23: Vue d'ensemble de la fraction présence de grands restes de parois végétales et mycéliennes insérant des paquets de phyllites et des quartzs.

Photo 24: Détail, colonie bactérienne située dans les restes organiques végétaux

**SAINTE-MARIE (sol brun acide à mull)**

Photo 25: Vue d'ensemble de la fraction, composée en majorité de matière organo-minérale fine et de quelques restes pariétaux de petite taille.

Photo 26: Détail, colonie bactérienne entourée de polysaccharides et de phyllites, restes de paroi mycélienne

**CHATEAU BREHAIN (sol brun acide à mull)**

Photo 27: Vue d'ensemble de la fraction où on retrouve de grands restes de paroi végétale associés plus ou moins à la matière organo-minérale fine

Photo 28: Détail, liaison entre les divers éléments, paroi végétale biodégradée, phyllites et quartz



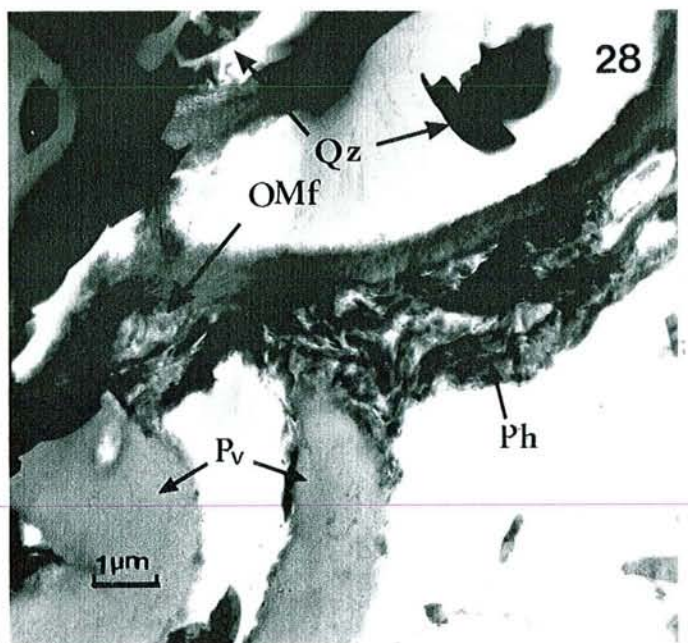
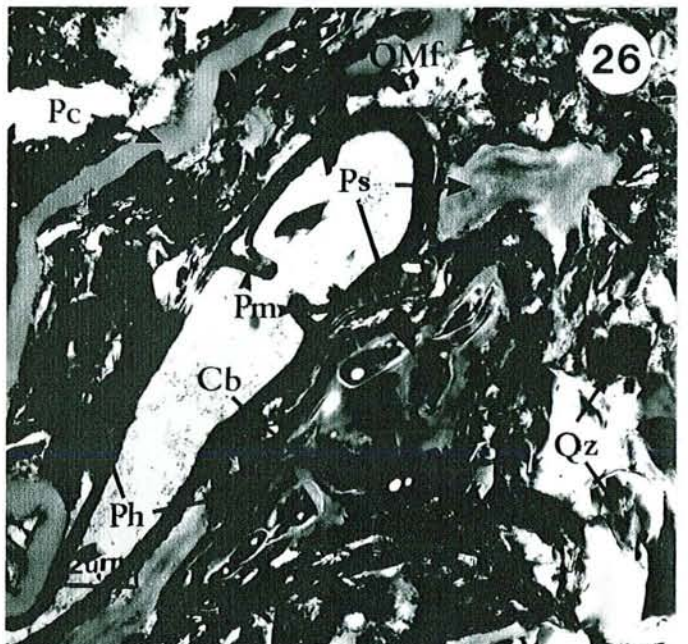
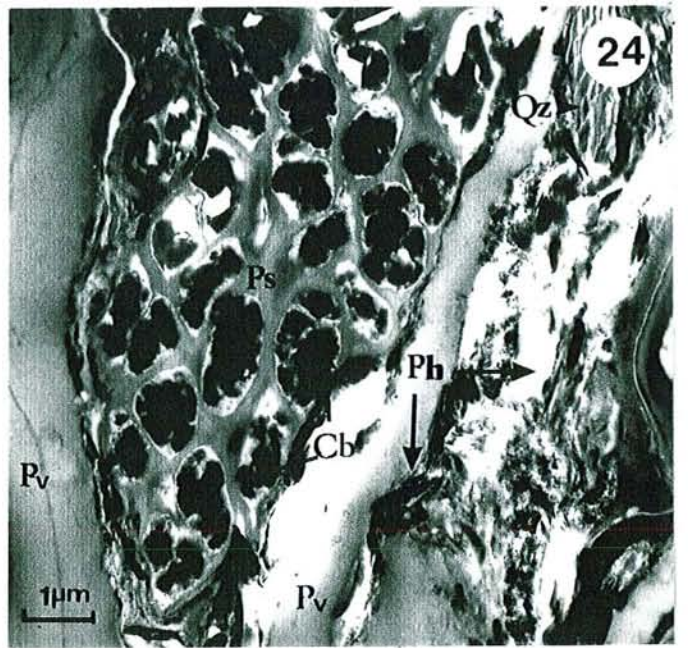
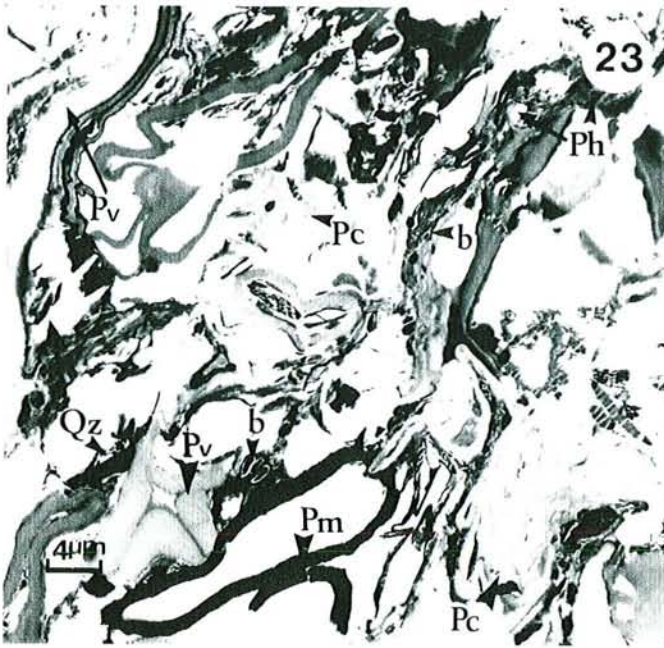


PLANCHE V

## PLANCHE VI

Microscopie électronique à transmission de la fraction 0,2-2  $\mu\text{m}$  de l'horizon A1  
des trois stations étudiées

BEZANGE (sol ocre podzolique à moder)

Photo 29: Vue d'ensemble de la fraction constituée en majorité par la matière organo-minérale fine, toutefois on retrouve encore de grands restes pariétaux d'origine végétale et mycélienne.

Photo 30: Quartz et matière organique fine dans laquelle on retrouve des bactéries isolées.

SAINTE-MARIE (sol brun acide à mull)

Photo 31: Vue d'ensemble de la fraction en majorité constituée des éléments minéraux: quartz des petites tailles, paquets de phyllites, et encore quelques restes figurés de paroi mycélienne et de paroi végétale.

Photo 32: Visualisation de la fraction organo-minérale fine dans laquelle on retrouve fréquemment des colonies bactériennes avec polysaccharides entourées de phyllites.

CHATEAU BREHAIN (sol brun acide à mull)

Photo 33: Vue d'ensemble de la fraction composée de matière organo-minérale fine dans laquelle on retrouve des restes de paroi végétale, de paroi mycélienne et des colonies bactériennes

Photo 34: Endospores entourées de phyllites, quartz et matières organiques fines.

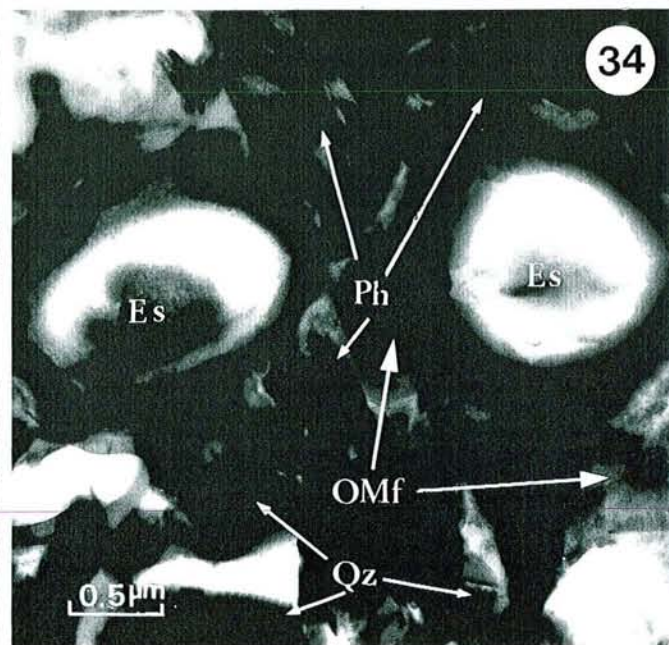
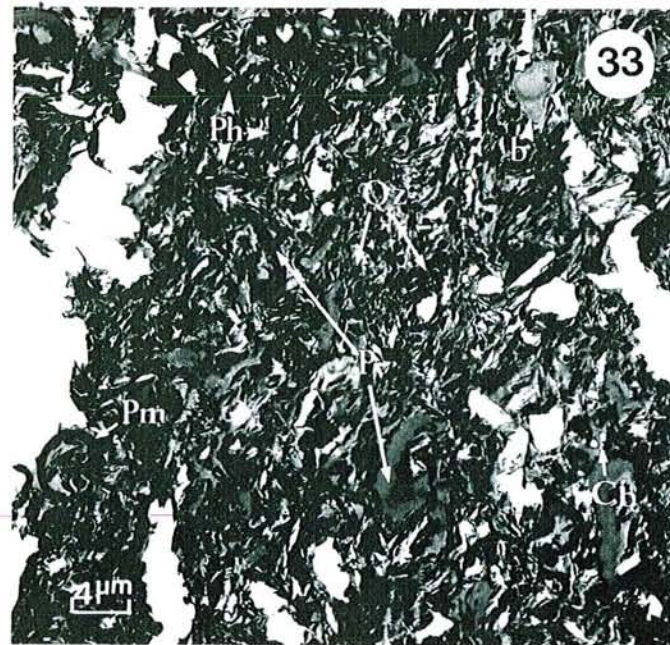
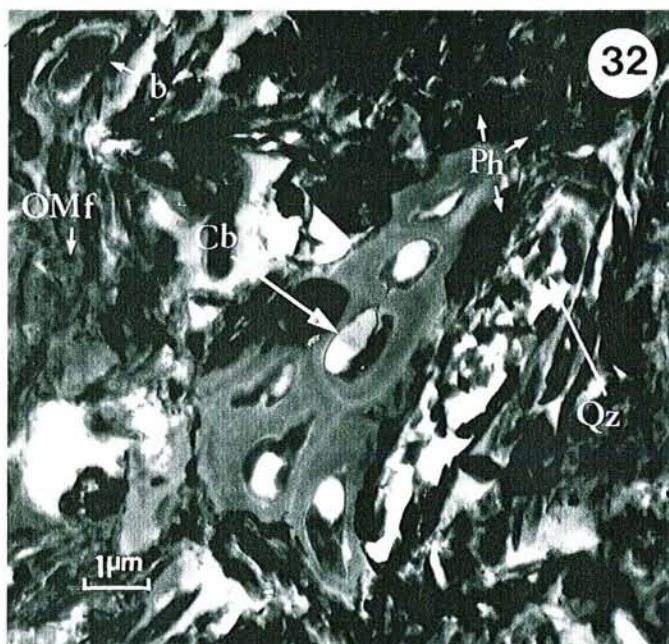
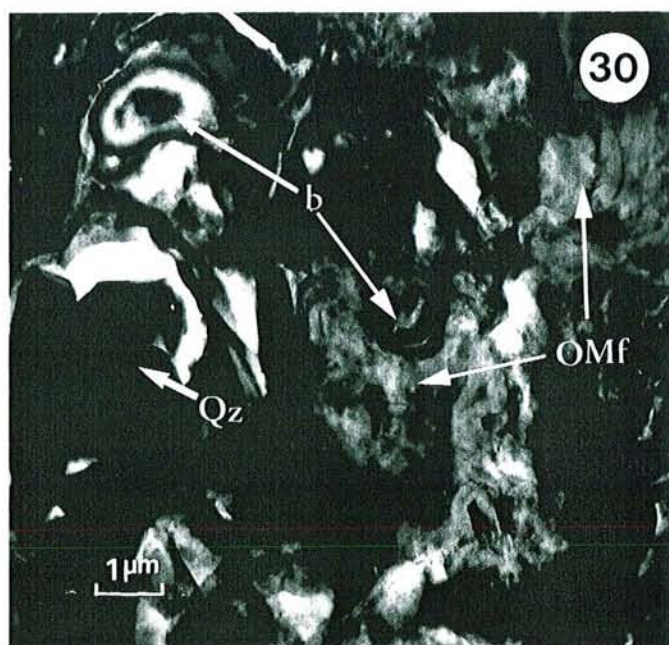
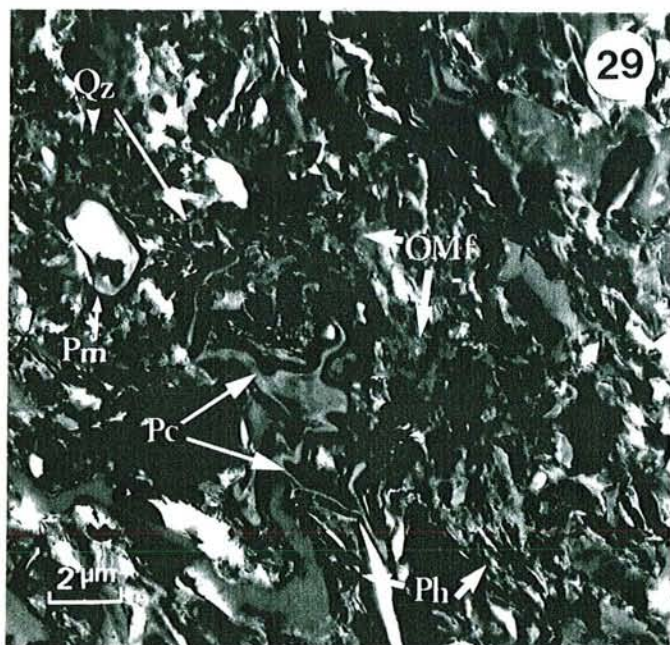


PLANCHE VI

PLANCHE VII

Microscopie électronique à transmission de la fraction  $<0,2 \mu\text{m}$  de l'horizon A1  
des trois stations étudiées

BEZANGE (sol ocre podzolique à moder)

Photo 35: Restes de parois végétales humifiées et bactéries lysées

Photo 36: Eléments fins constitués des granules condensés enrobant les phyllites

SAINTE-MARIE (sol brun acide à mull)

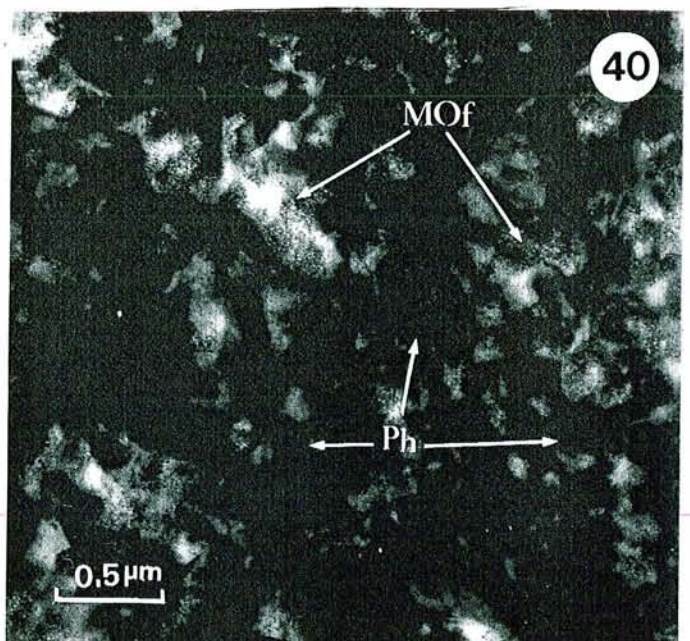
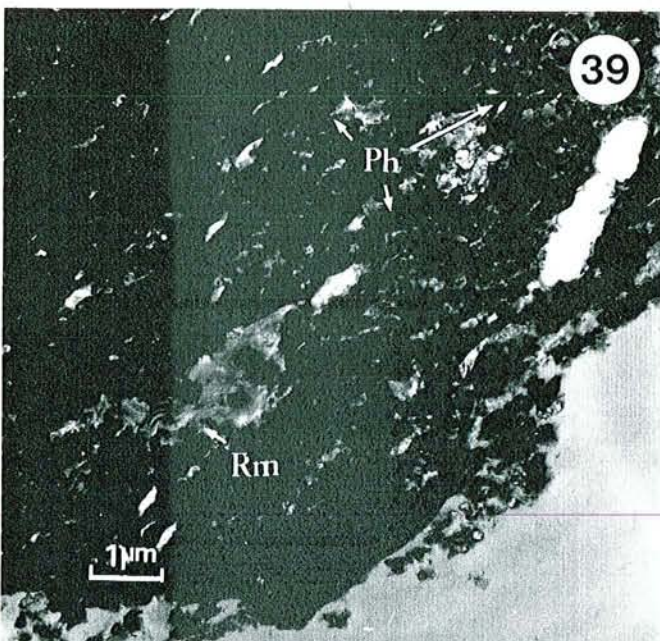
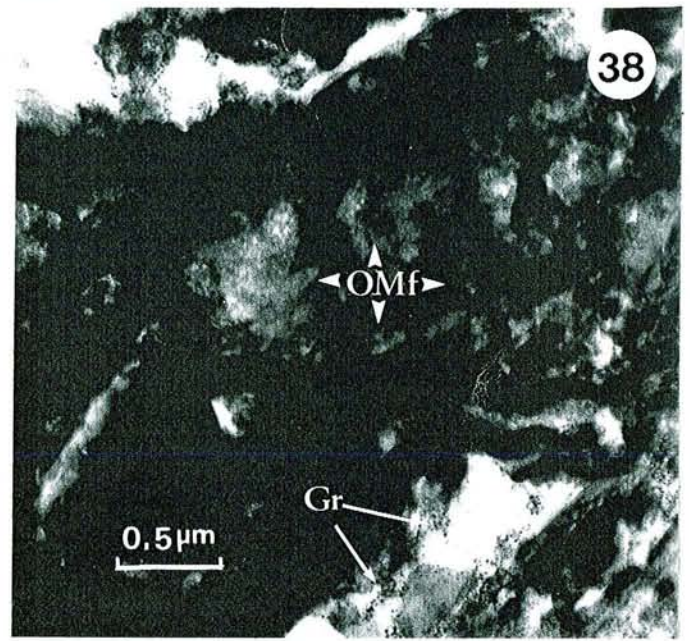
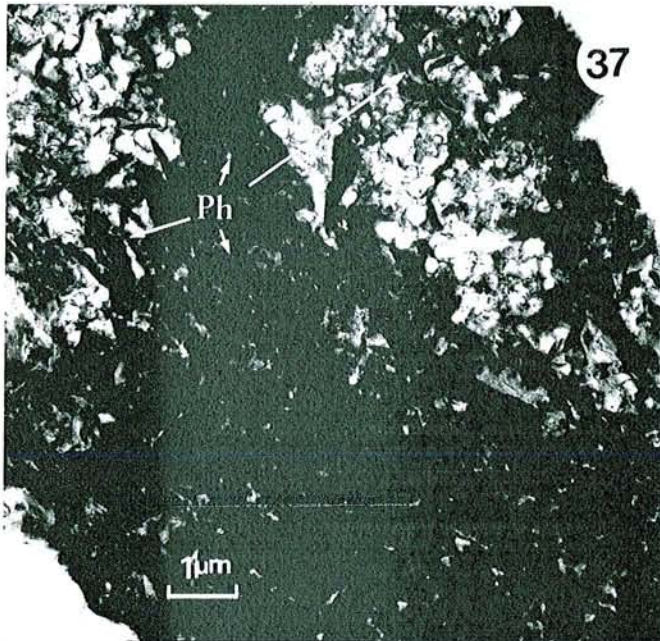
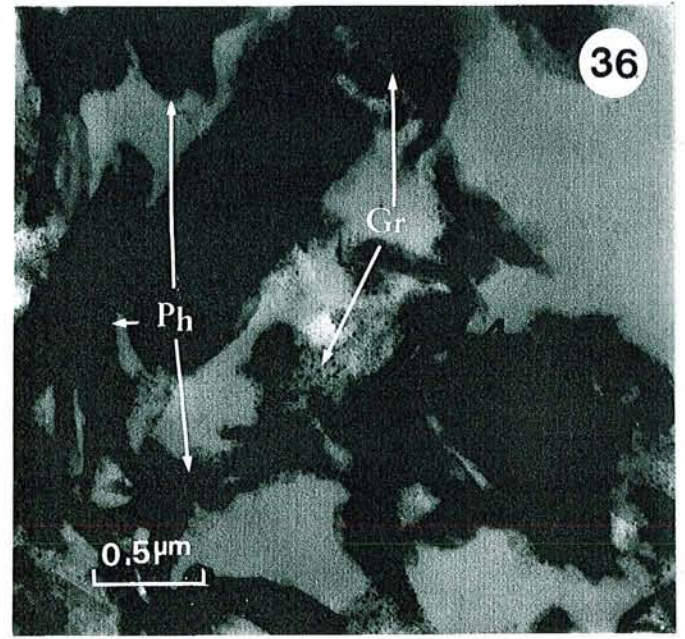
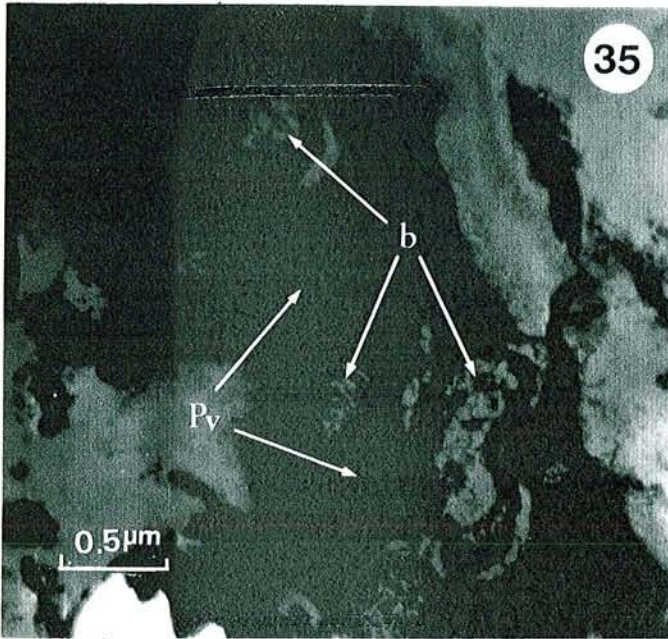
Photo 37: Vue d'ensemble de la fraction essentiellement constituée par des éléments fins: phyllites et matière organique fine

Photo 38: Détail montrant les fractions minérales: quartz, phyllites enrobés par la matière organique fine.

CHATEAU BREHAIN (sol brun acide à mull)

Photo 39: Vue d'ensemble de la fraction constituée par des phyllites et des matière organiques fines.

Photo 40: Détail montrant l'aspect granulaire de la matière organique fine enrobant les phyllites.



végétaux et autour des minéraux grossiers, mais sans orientation préférentielle. Quant aux bactéries isolées ou groupées, on les rencontre très fréquemment soit en place dans les structures végétales altérées, ce qui met en évidence leurs fonctions lytiques, soit dans une pâte organo-minérale très fine dans laquelle on ne reconnaît même plus les phyllites, soit encore entre des phyllites mais qui ne sont pas orientées autour des bactéries. On constate aussi la présence de quelques restes mycéliens. Les débris figurés ont une taille moyenne de 15 à 20  $\mu\text{m}$ .

- c - Horizon A1 de la station de Château Brehain: La photo 21 montre l'existence dans cette fraction d'agrégats organo-minéraux constitués de restes pariétaux et de débris cellulaires très transformés (photo 22) en particulier au niveau des parois et des pigments bruns qui ont perdu de leur opacité aux électrons avec dans les deux cas libération d'une grande quantité de granules de quelques centaines d'angstroms. On ne voit que peu de restes mycéliens. Sur la photo 21 on constate que la fraction organo-minérale fine sert de ciments entre les éléments figurés et que dans ces "agrégats" se rencontrent des bactéries isolées ou groupées dans les restes végétaux mais aussi de nombreux agrégats bactériens entourés de phyllites déposés d'une façon concentrique ce qui suppose une agitation qui s'est fait dans le tube digestif de vers de terre. Ces débris figurés encore assez nombreux dans cette fraction ont une taille moyenne de 15 à 20  $\mu\text{m}$ .

On constate donc dans cette fraction 20-50  $\mu\text{m}$  et dans les trois horizons A1 une abondance plus ou moins grande - de restes végétaux - de l'existence plus ou moins marquée de liaisons organo-minérales (nettes Ste. Marie et à Château Bréhain, faibles à Bezange) - la présence d'une fraction fine condensée mêlée aux phyllites abondante à Château Bréhain et d'une fraction organo-minérale amorphe extrêmement fine qui sert de ciment entre les restes végétaux et de revêtement autour des grains de quartz.

#### Fraction 2-20 $\mu\text{m}$

- a - Horizon A1 de la station de Bezange: La structure générale de la fraction (photo 23) est plus lâche que celle de la fraction 20-50  $\mu\text{m}$  mais on reconnaît l'existence d'un grand nombre de débris végétaux et en particulier de restes pariétaux collés les uns contre les autres relativement peu biodégradés bien que des bactéries isolées ou en colonies avec beaucoup de réserves cytoplasmes se rencontrent fréquemment contre ces restes végétaux (photo 24). Les phyllites se distribuent souvent entre les restes pariétaux et contre les débris végétaux. Les restes de parois fongiques souvent mélanisées sont nombreux. La présence de granules condensés de quelques centaines d'angstroms est fréquente. La taille moyenne de débris figurés nombreux dans cette fraction est de l'ordre de 10 à 20  $\mu\text{m}$ .

- **b** - Horizon A1 de la station de Sainte-Marie: Cette fraction présente beaucoup moins de débris figurés que la fraction correspondante de Bezange, seulement quelques restes pariétaux. Les grains de quartz plus ou moins pulvérisés et les phyllites sont présents en grande abondance (photo 25). Sur la photo 26, on reconnaît la présence de paroi fongique (ici d'un ascomycète) et l'existence de nombreuses bactéries présentant cytoplasme dense et opaque aux électrons. Ces bactéries sont entourées de polysaccharides mais les argiles qui sont autour ne paraissent pas orientées. On constate la présence en quantité non négligeable d'une matière organo-minérale très fine qui joue le rôle de liant ou de revêtement autour des limons et d'une certaine quantité de granules sur des structures granulo-fibrillaires. Les quelques débris figurés ont une taille moyenne de 5 à 7  $\mu\text{m}$ .

- **c** - Horizon A1 de la station de Château Bréhain: Présence de quelques débris figurés encore reconnaissables (photo 27). Ces débris sont biodégradés et présentent souvent des structures fibrillo-granulaires. Sur ces restes végétaux adhèrent des phyllites nettement orientées parallèlement à la surface (photo 28). On observe quelques parois fongiques mélanisées ou non et de bactéries isolées ou en colonies entourées de polysaccharides et entourées d'argile. Présence en quantité assez importante d'une fraction organo-minérale très fine jouant un rôle de ciment entre les restes végétaux et les grains minéraux. La taille des restes végétaux est de l'ordre de 10 à 20  $\mu\text{m}$ .

#### Fraction 0,2-2 $\mu\text{m}$

- **a** - Horizon A1 de la station de Bezange: On reconnaît dans cette fraction assez compacte encore d'assez nombreux débris végétaux (restes de parois végétales et de parois fongiques) ainsi que des quartz très pulvérisés et fragmentés et des phyllites non orientées (photo 29) mais souvent collées en paquet contre les débris végétaux assez fortement biodégradés. On note (photo 30) la présence de bactéries isolées dans une substance à structure granulo-fibrillaire non entourées d'argile. La taille des débris végétaux est comprise entre 2 et 8  $\mu\text{m}$  ( le fractionnement ayant été fait par sédimentation permet de récolter des fragments organiques  $>2 \mu\text{m}$ ).

- **b** - Horizon A1 de la station de Sainte-Marie: Sur la photo 31 on note dans cette fraction la présence de rares débris figurés (parois végétales brisées et parois fongiques mélanisées) mais surtout d'une grande quantité de quartz brisés et de paquets de phyllites et de nombreuses bactéries isolées ou surtout en colonies entourées de polysaccharides (photo 32) à réserves abondantes mais non systématiquement entourées d'argile orientée. Présence d'une matière organo-minérale fine sans structure reconnaissable.

- **c** - Horizon A1 de la station de Château Bréhain: On reconnaît dans cette fraction (photo 33) quelques débris pariétaux de 3 à 5  $\mu\text{m}$  assez fortement biodégradés et quelques restes de filaments mycéliens mélanisés ou non contre lesquels sont venues se coller des phyllites (sans doute au cours de l'agitation spécifique du transit intestinal des lombriciens). On constate aussi dans cette fraction (photo 34) l'existence de bactéries isolées ou groupées entourées de polysaccharides et autour desquels se sont déposés en très fines dépôts concentriques des éléments phylliteux. Au fort grossissement on peut voir la présence de granules et d'un matériel organo-minéral très fin.

#### Fraction 0-0,2 $\mu\text{m}$

- **a** - Horizon A1 de la station de Bezange: Comme on peut le constater sur la photo 35, cette fraction très fine est constituée de quelques restes végétaux de petite taille, fortement biodégradés et dans lesquels on note la présence de bactéries isolées ou groupées qui lysent ces matières végétales en provoquant l'apparition d'une structure granulo-fibrillaire et sur la photo 36, l'existence de très nombreux granules de quelques centaines d'angstroms assez fortement opaques aux électrons et apparemment associés aux éléments phylliteux.

- **b** - Horizon A1 de la station de Sainte-Marie: L'allure d'ensemble de la photo 37 montre bien que cette fraction est ici constituée de phyllites de petite taille et d'éléments plus clairs aux électrons de nature non-identifiée. A plus fort grossissement (photo 38), on constate la présence d'argile fine et aussi probablement d'oxyhydroxydes de fer dans un réseau granulo-fibrillaire avec de nombreux granules d'une centaine d'angstroms moyennement opaques aux électrons.

- **c** - Horizon A1 de la station de Château Bréhain. La photo 39, souligne la relative homogénéité de cette fraction qui est constituée à ce grossissement surtout d'éléments minéraux phylliteux. A plus fort grossissement (photo 40) on constate qu'il s'agit de minéraux phylliteux fins et probablement aussi d'oxy-hydroxydes de fer sur lesquels sont adsorbés de très nombreux granules de matière organique qui se présentent en amas ou dans un réseau granulo-fibrillaire.

En conclusion de ces observations nous constatons d'une façon nette:

- que les différentes fractions granulométriques de l'horizon A1 de la station de Bezange présentent toutes une plus grande quantité de débris végétaux reconnaissables (sauf bien sûr dans la fraction 0-0,2  $\mu\text{m}$ ) que les fractions correspondantes des deux autres stations.

- que les fractions de l'horizon A1 de la station de Sainte-Marie présentent une densité relativement forte de bactéries dans les débris végétaux en voie de biodégradation et l'existence d'une quantité importante de granules dans un réseau fibrillo-granulaire et dans



toutes les fractions d'une matière organo-minérale à structure très fine et à éléments non reconnaissables.

- que les fractions de l'horizon A1 de la station de Château Bréchain présentent des éléments végétaux reconnaissables jusque dans les fractions 0,2-2  $\mu\text{m}$ , que ces éléments ont été agités pendant le transit intestinal des lombriciens anéciques dans une suspension argileuse qui les a entourés d'argile ainsi que les bactéries entourées initialement de polysaccharides, et que la matière organique fine à structure granulaire et granulo-fibrillaire est fortement liée à la matière minérale (phyllites et oxy-hydroxydes de fer).

### III.3 DISCUSSIONS ET CONCLUSIONS

#### 1. Avantages et inconvénients de la méthode de fractionnement granulométrique utilisée

L'approche granulométrique pour caractériser les fractions organiques du sol par datation au  $^{14}\text{C}$  nécessite la mise au point d'une méthode satisfaisante et efficace pour séparer ces fractions selon leur taille, leurs caractéristiques et la répartition des âges. Dans ce travail, nous avons amélioré, après essais expérimentaux sur nos sols, la méthode de fractionnement préconisée par BRUCKERT et al., (1978). Toute méthode de fractionnement présente des avantages et des inconvénients qui dépendent surtout de l'intérêt et de l'objectif recherchés. Nous allons expliciter ici les avantages et les inconvénients de la méthode préconisée et voir les limites de cette méthode.

#### Les avantages

Dispersion: La méthode de dispersion par l'hexamétaphosphate de sodium et les ultrasons comme agents dispersants est en parfait accord avec celle proposée par FELLER et al., (1991) et BALESSENT et al., (1991). Les résultats présentés précédemment nous ont montré que l'hexamétaphosphate de sodium débarrassait les particules grossières ou les débris végétaux de leurs revêtements de particules fines riches en carbone et en azote. L'effet des ultrasons comme cela a été montré clairement par les travaux de BALESSENT et al., (1991) provoque une division importante des débris végétaux. Pour éviter cet inconvénient, l'utilisation des ultrasons n'a été effectuée que sur les fractions inférieures à 50  $\mu\text{m}$  avec une énergie relativement faible (1900 J/mn, pendant 6 minutes).

Temps d'agitation: Les résultats de nos expériences nous montrent qu'en ajoutant de l'hexamétaphosphate de sodium pendant l'agitation et en utilisant les ultrasons, il est possible de réduire le temps d'agitation de 15 heures à 2 heures, et d'éviter ainsi la fragmentation des débris végétaux au cours de l'agitation. Mais il faut noter que l'efficacité de ce mode de dispersion dépend de la nature de la matière organique du sol. La comparaison des résultats obtenus avec la même méthode sur les horizons A1 de Bezange et de Sainte-Marie montre une efficacité de la dispersion plus marquée dans le sol brun acide de Sainte-Marie que dans le sol ocre podzolique de Bezange.

### Les inconvénients

Modifications physiques et chimiques subies par les fractions organiques à la suite des modalités opératoires: L'énergie apportée par les ultrasons peut modifier, chimiquement ou physiquement la matière organique du sol (WATSON, 1971). Le travail de BALESSENT et al., (1991) a montré que les ultrasons provoquaient une fragmentation importante des restes végétaux dont on retrouvait la trace dans les fractions plus fines. D'autre part comme les substances humiques (WATSON, 1971) sont constituées de grandes molécules avec des chaînes périphériques plus ou moins longues, elles sont susceptibles de subir des ruptures mécaniques et des altérations chimiques, ce qui peut aboutir à une véritable dénaturation des fractions organiques au cours du fractionnement si l'énergie apportée par les ultrasons est importante.

Formation de phosphate de strontium: L'utilisation de l'hexamétaphosphate de sodium comme agent dispersant chimique, introduit des ions phosphates et sodium dans le milieu. L'utilisation ultérieure de chlorure de strontium sur la fraction  $<0,2\mu\text{m}$  pour flocculer les argiles fines provoque la formation de phosphate de strontium qui va précipiter en même temps que l'argile, ce qui n'est pas sans poser de problème quand on établit des bilans pondéraux et quand on fait l'analyse des éléments totaux. Pour éviter cet inconvénient, un lavage efficace de l'ion phosphate libre dans le milieu est indispensable.

### Les limites de cette méthode de fractionnement

Les études et les approches complémentaires qui ont été faites au cours de ce travail sur les caractérisations physico-chimiques et ultrastructurales des fractions nous permettent d'émettre quelques réserves sur l'efficacité de la méthode de fractionnement utilisée. Si les répartitions en poids, carbone et azote et rapports C/N des fractions des différents horizons A1 des trois stations ainsi que les activités  $^{14}\text{C}$  de ces fractions n'amènent pas de remarques particulières, il n'en est pas de même quand on regarde au microscope électronique à transmission l'ultrastructure de ces fractions. Ceci est particulièrement net pour les horizons

A1 de la station de Bezange et de la Station de Sainte-Marie. On constate en effet à Bezange, et cela est important pour comprendre le fonctionnement de cet humus, la présence dans toutes les fractions (à l'exception de la fraction  $<0,2 \mu\text{m}$ ) de débris végétaux de taille variable, bien sûr, en fonction de la fraction mais de morphologie toujours reconnaissable. Cette présence s'explique d'abord par le fait que ces débris végétaux existent en grande quantité dans l'horizon A1 de Bezange où ils se trouvent incorporés dans des boulettes fécales d'enchytraéides et de microarthropodes (matière organique héritée) et aussi par le fait, comme nous l'avons déjà dit, que les fractions fines  $<20 \mu\text{m}$  ayant été séparées par densimétrie, ces débris végétaux légers peuvent avoir une taille nettement supérieure à celle des fractions minérales ou organo-minérales considérées. Dans l'horizon A1 de la station de Sainte-Marie (et pour une moindre part aussi à Château Bréhain) le problème est autre et repose sur les observations ultrastructurales qui mettent en évidence la présence, dans toutes les fractions  $<50 \mu\text{m}$ , d'une matière organo-minérale très fine qui entoure les grains minéraux et peut servir de liant entre les minéraux fins et les débris figurés. Cette matière organo-minérale particulièrement abondante dans la fraction  $<0,2 \mu\text{m}$  est, avec la méthodologie que nous avons utilisée, difficilement dispersable. Dans l'état actuel de nos connaissances, nous pouvons penser que cette matière organique correspond à une matière d'insolubilisation qui s'est adsorbée sur une fraction minérale très fine (phyllites de très petite taille et oxy-hydroxydes de fer et d'aluminium).

En conclusion nous constatons que l'utilisation de l'hexamétaphosphate de sodium au cours de l'agitation nous a permis de réduire le temps d'agitation dans l'eau avec des billes d'agate (2 heures à la place de 15 heures) et donc d'éviter la pulvérisation des débris végétaux dans les fractions plus fines. Un apport énergétique supplémentaire par ultrasons à dose modérée sur la fraction  $<50 \mu\text{m}$  améliore la dispersion sans provoquer apparemment de trop grandes perturbations mais il n'en reste pas moins que cette dispersion n'est jamais complète et ne semble que peu toucher la matière organique insolubilisée sur les constituants minéraux très fins et que l'utilisation sur les fractions  $<20 \mu\text{m}$  d'une méthode densimétrique de séparation ne sépare pas tous les constituants de même taille.

## 2. Caractéristiques physiques et chimiques des fractions

La répartition pondérale des fractions des horizons A1 des trois types d'humus modèles étudiés sous hêtraie reposant sur une même roche mère (grès rhétien), montre quelques différences entre le sol ocre podzolique à moder de Bezange qui présente une fraction supérieure à  $50 \mu\text{m}$  plus importante que celles des deux sols bruns acides à mull de Sainte-Marie et de Château Bréhain dont les fractions fines  $<2 \mu\text{m}$  sont quantitativement mieux représentées. Dans l'ensemble des trois horizons A1, les sables fins représentent la fraction

dominante. Le rapport entre sables grossiers et sables fins discrimine bien les deux sols bruns acides. Ce rapport est plus élevé dans le sol brun acide de Château Bréhain que dans le sol brun acide de Sainte-Marie. Dans le sol ocre podzolique de Bezange, ce rapport est le plus faible.

Les teneurs en carbone des différentes fractions montrent que, dans les trois horizons A1, 50% environ du carbone total se retrouvent dans les fractions  $>50 \mu\text{m}$ . Dans les fractions  $<50\mu\text{m}$ , le carbone se concentre surtout dans les argiles grossières et les limons fins. La teneur en carbone dans les argiles fines est moins importantes que celle présente dans les argiles grossières (ANDERSON et al., 1981; TIESSSEN et STEWART, 1983; BALESSENT et al., 1987, 1988). Par contre, comme le montrent les activités  $^{14}\text{C}$  et les observations ultrastructurales, la nature de la matière organique présente dans ces deux fractions n'est pas la même (corps microbiens, restes végétaux, granules condensés, dans la fraction  $0,2-2 \mu\text{m}$  et granules et métabolites non reconnaissables dans la fraction  $<0,2 \mu\text{m}$ , l'azote se retrouve surtout dans les fractions argileuses et en quantité non négligeable dans les fractions  $>50 \mu\text{m}$  d'où des valeurs de rapports C/N plus élevés dans les fractions de  $2-50 \mu\text{m}$  que dans les fractions  $<2 \mu\text{m}$  ou  $>50 \mu\text{m}$  (sauf dans le sol brun acide de Sainte-Marie)).

Les analyses élémentaires des différentes fractions présentent une nette différence entre l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange qui contient plus de silice et les horizons A1 des deux sols bruns acides de Château Bréhain et de Sainte-Marie qui ont des teneurs plus importantes en fer, en aluminium et en bases. Avec le réactif de TAMM, on extrait davantage de fer et d'aluminium amorphes ou mal cristallisés dans les horizons A1 des deux sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain que dans l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange. Or le rôle du fer amorphe dans le fonctionnement de certains humus de type mull comme à Sainte-Marie a été montré clairement par TOUTAIN (1974). Au dessus d'une certaine teneur dans le sol, le fer amorphe provoque l'insolubilisation immédiate des substance humiques hydrosolubles au niveau de l'horizon A1 et la formation d'humine d'insolubilisation.

### 3. Caractéristiques de la matière organique présente dans les horizons A1 des trois stations.

#### Caractéristiques globales

Dans les trois horizons A1 des stations étudiées on constate que la moitié environ de carbone total se retrouve dans les fractions supérieures à  $50 \mu\text{m}$ , 20 à 25% dans les fractions comprises entre 2 et  $50 \mu\text{m}$  et entre 7 et 13% dans les fractions les plus fines  $<0,2 \mu\text{m}$  (7% dans le

sol ocre podzolique, 13% dans les sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain, ce qui semble assez fortement différencier le mode de fonctionnement des humus). Les rapports C/N de la matière organique présente dans les fractions augmente globalement avec la taille des fractions dans les horizons A1 bien que les rapports C/N les plus élevés se rencontrent dans les fractions 2-20 et 20-50  $\mu\text{m}$  de la station du sol ocre podzolique et de la station du sol brun acide de Château Bréhain, fractions qui présentent une quantité importante de débris figurés.

#### Extractibilité de la matière organiques des différentes fractions

L'extractibilité de la matière organique présente dans les fractions par le pyrophosphate de sodium à pH 9,7 est faible dans les fractions les plus grossières (>200  $\mu\text{m}$ ) des trois horizons A1 constituées d'ailleurs surtout de débris figurés, elle est de 10% du carbone à Bezange et à Sainte-Marie et de 25% environ dans le mull à forte activité de vers de terre de Château Bréhain. Elle atteint une valeur maximum d'ailleurs très comparable pour chaque horizon A1 dans la fraction 50-200 $\mu\text{m}$  et dans la fraction la plus fine <0,2  $\mu$  (50% environ du carbone total dans le moder de Bezange, 55% dans le mull de Sainte-Marie et elle est beaucoup plus forte, 65% dans le mull à activité lombricienne de Château Bréhain. L'extractibilité est la plus faible dans les fractions 0,2-2  $\mu\text{m}$  et 2-20  $\mu\text{m}$  de chacune des stations et varie entre 12 et 20% du carbone total.

Il est intéressant de comparer ces résultats aux activités  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions des horizons A1 des trois stations (Figure III.20). Sur cette figure nous constatons en effet qu'en dehors des fractions 200-2000  $\mu\text{m}$  constituées, comme nous l'avons déjà dit, de restes et débris végétaux jeunes plus ou moins fragmentés (à  $\delta^{14}\text{C}$  de l'ordre de 200‰ et qui sont peu extractibles), il y a une corrélation manifeste entre l'extractibilité et l'âge moyen de la fraction, les fractions les plus anciennes (et donc les plus stables avec le temps du turn-over plus long) ayant le taux de matière organique extractible le plus faible, c'est le cas des fractions 0,2-2  $\mu\text{m}$  et 2-20  $\mu\text{m}$  pour l'ensemble des stations, mais il faut aussi remarquer à propos des fractions les plus fines (<0,2 $\mu\text{m}$ ) qu'en ce qui concerne les stations à mull, pour une activité  $^{14}\text{C}$  voisine l'extractibilité du carbone de la matière organique passe de 55% dans la station de Sainte-Marie à 65% dans la station de Château Bréhain à forte activité lombricienne.

#### Résistance à l'hydrolyse de la fraction fine <2 $\mu\text{m}$

La résistance à l'hydrolyse acide des fractions argileuses <2 $\mu\text{m}$  des horizons A1 est variable. Elle est forte dans la fraction argileuse de l'horizon A1 du sol ocre podzolique où l'on

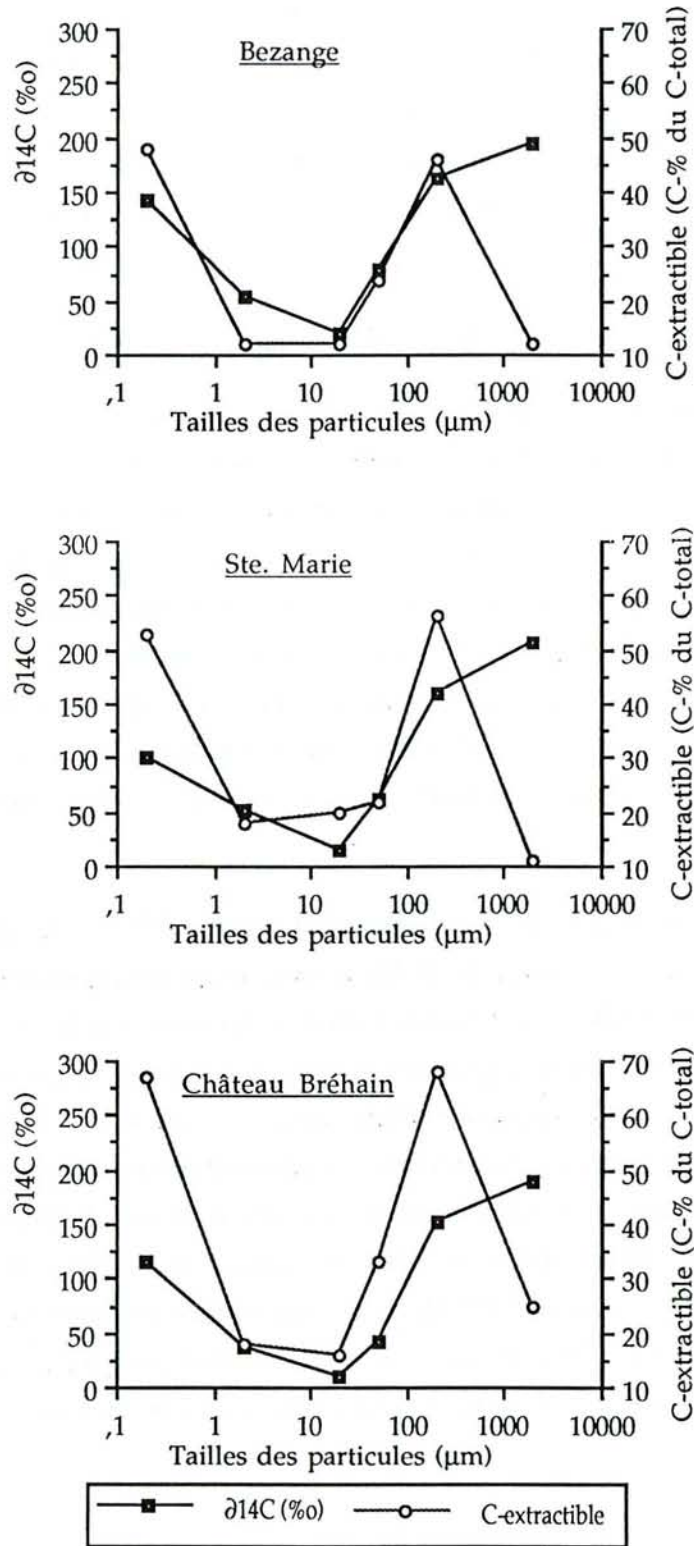


Figure III.20: Activité <sup>14</sup>C et pourcentage du carbone extractible par pyrophosphate de sodium à pH 9,7 dans les différentes fractions granulométriques des trois horizons A1.

rencontre, d'après les observations au MET encore beaucoup de débris végétaux, peu de bactéries et des substances fines granulo-fibrillaires (seulement 43% du carbone de la fraction est hydrolysé). Elle est moyenne dans la fraction  $<2 \mu\text{m}$  de l'horizon A1 du sol brun acide de Château Bréhain à activité lombricienne où l'on rencontre d'après les observations ultrastructurales quelques débris végétaux, des bactéries et de nombreux grains de matière organique condensée (55% du carbone est hydrolysé). Elle est faible dans la fraction argileuse de l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie dont le taux de minéralisation est élevé (TOUTAIN, 1974) et où l'on rencontre de nombreuses bactéries, des granules de matière organique condensée et surtout une matière organo-minérale très fine liée probablement à des phénomènes d'insolubilisation (65% du carbone est hydrolysable).

#### Activité $^{14}\text{C}$ et stabilité de la matière organique des différentes fractions

En ce qui concerne l'activité  $^{14}\text{C}$  de la matière organique présente dans les horizons A1 des trois stations d'étude, les résultats présentés dans le chapitre précédent ont montré l'existence d'une forte discontinuité entre les activités des différentes fractions isolées au niveau des horizons A1. Cette discontinuité existe entre les activités  $^{14}\text{C}$ , et donc les âges moyens, des fractions grossières  $>50\mu\text{m}$  et ceux des fractions  $<50\mu\text{m}$  qui sont systématiquement plus anciens. Macroscopiquement, nous pouvons distinguer de nombreux débris végétaux dans l'ensemble des fractions  $>50\mu\text{m}$ . Ces fractions sont les fractions les plus jeunes avec des activités  $^{14}\text{C}$  variant entre 150 et 200‰ et correspondant à des âges moyens corrigés de quelques dizaines d'années.

Dans les fractions inférieures à  $50 \mu\text{m}$ , il existe une autre discontinuité importante entre les fortes activités  $^{14}\text{C}$  des argiles fines ( $<0,2\mu\text{m}$ ) et donc le temps du turnover plus rapide d'une part et celles très faibles des argiles grossières ( $0,2-2 \mu\text{m}$ ) et des limons fins ( $2-20 \mu\text{m}$ ) et donc le temps du turnover plus long d'autre part. Ces mêmes résultats ont été obtenus par ANDERSON et PAUL (1983) et BALESSENT et al. (1987, 1988) qui ont aussi trouvé les matières organiques les plus anciennes et donc les plus stables dans ces fractions  $0,2-20 \mu\text{m}$ . Nous avons d'ailleurs signalé que la matière organique de ces fractions était peu extractibles dans le pyrophosphate de sodium. Les observations aux MET montrent que les différents types de matières organiques existant dans ces deux fractions sont fortement liées aux minéraux phylliteux qui se présentent à Sainte-Marie souvent en amas. Le mélange organo-minéral fin décrit comme une "pâte" et surtout présent à Sainte-Marie et à Château Bréhain se retrouve dans ces fractions. Les bactéries dans ces fractions sont nombreuses sous forme de colonies associées aux minéraux phylliteux avec des réserves de polyhydroxybutyrate (PHB) et un cytoplasme dense, le tout entouré de polysaccharides. Dans le sol ocre podzolique de Bezange, les colonies bactériennes se retrouvent surtout dans les parois végétales, tandis que dans les

deux sols bruns acides, elles sont en général entourées de polysaccharides eux mêmes entourées d'argile. ANDERSON et PAUL (1984) ont constaté que l'origine de la stabilité de la matière organique dans le sol est liée - à la formation de complexes avec des polymères phénoliques, - à l'augmentation de la polycondensation des composés aromatiques et - à la protection par des phyllites qui assurent une stabilité à la matière organique pour plusieurs centaines d'années.

Les argiles fines ( $<0,2\mu\text{m}$ ) qui sont les fractions les plus actives, les plus riches en azote et en acides fulviques avec des chaînes aliphatiques (ANDERSON et al., (1981) ont une grande importance dans l'évolution de la matière organique du sol. La perte de carbone après mise en culture étudiée par TIESSEN et STEWART (1983) montre que les matières organiques associées aux argiles fines diminuent rapidement pendant les 50 premières années et plus lentement par la suite. Les matières organiques associées aux fractions limoneuses sont très différentes de celles associées à ces fractions argileuses fines. Les observations au MET montrent que ces fractions argileuses fines  $<0,2\mu\text{m}$  sont constituées surtout de phyllites plus ou moins individualisées ou en amas de faible dimension. Les matières organiques quant à elles se présentent sous forme amorphe, elles sont souvent très opaques aux électrons et ont une structure granulo-fibrillaire. La matière organique figurée dans cette fraction  $<0,2\mu\text{m}$  n'est encore visible que dans l'horizon A1 de la station de Bezange.

Les argiles plus grossières ( $0,2-2\mu\text{m}$ ) et les limons fins ( $2-20\mu\text{m}$ ) qui correspondent donc aux fractions les plus stables de ces horizons de surface occupent d'après ANDERSON et PAUL (1984) une même position au sein des agrégats. Les argiles fines ( $<0,2\mu\text{m}$ ) plus jeunes et donc la matière organique représente une réserve d'éléments pour le court et le moyen terme se situeraient toujours d'après ces auteurs à la surface ou le long des fentes des agrégats. La destruction des agrégats et la libération des particules fines s'accompagnent donc d'une diminution de l'écart des âges entre les matières de la fraction fine et celles des fractions  $0,2-20\mu\text{m}$ . Ces résultats sont en parfait accord avec ceux que nous avons obtenus en comparant les résultats obtenus avec les deux méthodes de fractionnement, les différences d'âges entre les fractions  $<0,2\mu\text{m}$  et  $2-20\mu\text{m}$  étant plus faibles après utilisation de la méthode-I (15 heures d'agitation) qu'avec la méthode-II (2 heures seulement d'agitation) la désagrégation étant plus forte.

*Répartition du carbone de la matière organique des fractions entre carbone jeune et carbone ancien*

Nous nous proposons de rendre compte de l'activité  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions granulométriques des horizons A1 des trois stations d'étude en supposant que la matière organique de ces fractions est constituée de deux pools de carbone, un de carbone jeune et un de carbone ancien.



**Principe**

Nous supposons que toute l'activité  $^{14}\text{C}$  du carbone des différentes fractions est la résultante d'un mélange entre du C-jeune et du C-ancien. Pour vérifier la répartition des deux types de carbone dans chacune des fractions, il nous faut connaître l'activité du C-ancien et du C-jeune et les teneurs en carbone. Dans ce travail, nous avons choisi l'activité  $^{14}\text{C}$  du C-jeune comme étant égale à l'activité  $^{14}\text{C}$  la plus forte des fractions isolées ( $\delta^{14}\text{C}=200\%$ ), et l'activité du C-ancien comme égale aux valeurs moyennes des activités  $^{14}\text{C}$  des horizons B, soit d'environ  $-40\%$ . Comme nous l'avons déjà montré dans le chapitre précédent, nous pouvons calculer la proportion de C-jeune et de C-ancien dans chaque fraction (GUILLET et BALESSENT, communication personnelle) en utilisant la formule suivante:

$$\text{Ct} \cdot \delta t = \text{Co} \cdot \delta o + \text{Cy} \cdot \delta y \quad (12)$$

avec:  $\delta t$  = activité  $^{14}\text{C}$  de carbone total  
 $\delta o$  = activité  $^{14}\text{C}$  de C-ancien  
 $\delta y$  = activité  $^{14}\text{C}$  de C-jeune  
 $\text{Ct} = \text{Co} + \text{Cy}$ , où  $\text{Ct}$  = la teneur en carbone total,  $\text{Co}$  = la teneur en C-ancien,  
 $\text{Cy}$  = la teneur en C-jeune.

et donc:

$$\text{Co} = \text{Ct} \cdot \frac{(\delta t - \delta y)}{(\delta o - \delta y)}$$

**Résultats**

Répartition du C-jeune et du C-ancien: Les résultats présentés sur la figure III.21 donnent la distribution granulométrique du C-jeune et du C-ancien (en  $\text{mg.g}^{-1}$  de sol). En comparant la répartition entre le C-ancien et le C-jeune, on peut observer que le C-jeune représente une quantité de carbone beaucoup plus importante que celle du C-ancien. Les deux types de carbone se distribuent de la même façon dans les trois stations étudiées. Le C-jeune se retrouve surtout dans les fractions grossières de 50 à 2000  $\mu\text{m}$ , et le C-ancien dans les fractions plus fines entre 0,2 à 20  $\mu\text{m}$ . En comparant les trois stations étudiées, le C-ancien (Figure III.21a) est plus abondant dans le sol brun acide de Château Bréhain (10,02  $\text{mg.g}^{-1}$  de sol) que dans le sol ocre podzolique de Bezange (8,69  $\text{mg.g}^{-1}$  de sol) et dans le sol brun acide de Sainte-Marie (7,15  $\text{mg.g}^{-1}$  de sol). Si on suit la répartition du C-ancien dans le sol ocre podzolique de Bezange et dans le sol brun acide de Château Bréhain, on constate que les deux répartitions sont quasiment parallèles, ce qui indique que la répartition du C-ancien dans les deux sols est identique bien que la quantité de C-ancien soit plus importante dans le sol brun acide de Château Bréhain que dans le sol ocre podzolique de Bezange.

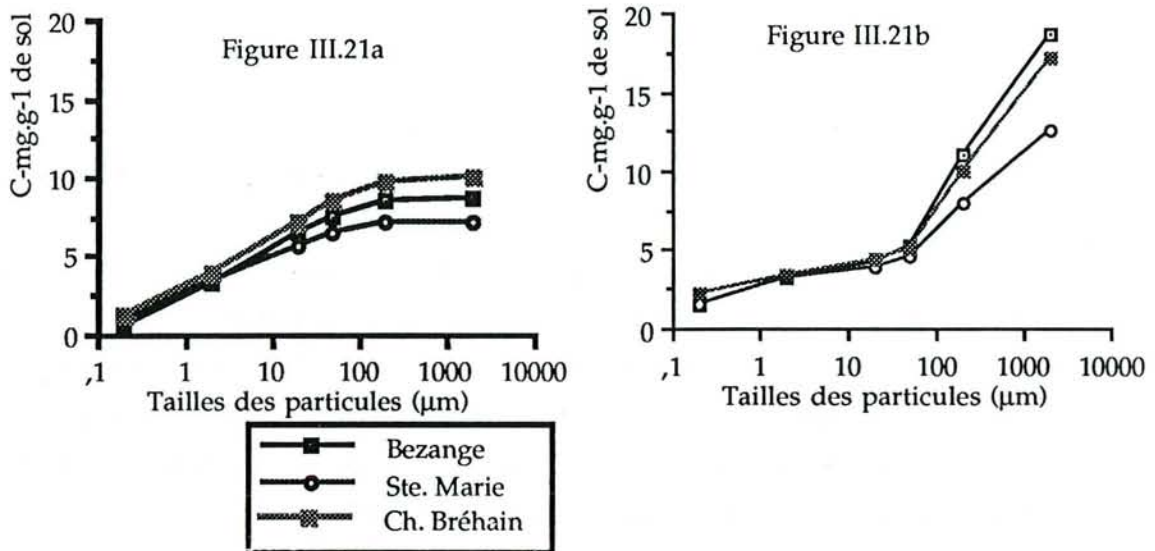


Figure III.21: Répartition du C-ancien (Figure III.21a) et C-jeune (Figure III.21b) dans les différentes fractions des trois stations étudiées (représentations cumulées).

Par contre la distribution du C-jeune diffère de celle du C-ancien (Figure III.21b). La plus grande partie du C-jeune se retrouve dans les fractions de 50-2000 µm et elle est presque négligeable dans les fractions inférieures à 50 µm. La quantité de C-jeune dans le sol brun acide de Sainte-Marie est nettement moins importante que dans les deux sols de Bezange et de Château Bréhain. La quantité de C-jeune est de 18,6 mg.g-1 de sol dans le sol ocre podzolique de Bezange, de 17,16 mg g-1 de sol dans le sol brun acide de Château Bréhain et de 12,6 mg g-1 de sol dans le sol brun acide de Sainte-Marie.

Types de matière organique: La répartition du C-jeune et du C-ancien rapporté à 100% de C-total, nous donne des renseignements intéressants sur les différents types de matière organique en fonction de la répartition granulométrique. La figure III.22a nous montre que pour l'ensemble des trois horizons A1, le C-ancien se répartit dans les fractions comprises entre 0,2 à 50 µm, alors que le C-jeune se retrouve dans les fractions les plus grossières entre 50 et 200 µm (Figure III.22b). Mais si on ne tient compte que du carbone des fractions <50µm, on constate que la teneur en C-jeune des argiles fines représente une part très importante de ce carbone de l'ordre de 29% pour Bezange, 36% pour Sainte-Marie, et 43% pour Château Bréhain (Figure III.22d). Bien évidemment et corrélativement les teneurs en C-ancien sont faibles dans les fractions fines <0,2 µm, elles varient entre 7 et 16%. La distribution du C-jeune et du C-ancien dans les fractions inférieures à 50 µm, nous montre que le C-jeune se retrouve dans les fractions argileuses fines (<0,2 µm), alors que le C-ancien est pour l'essentiel dans les fractions correspondant aux argiles grossières et aux limons fins (0,2-20 µm).

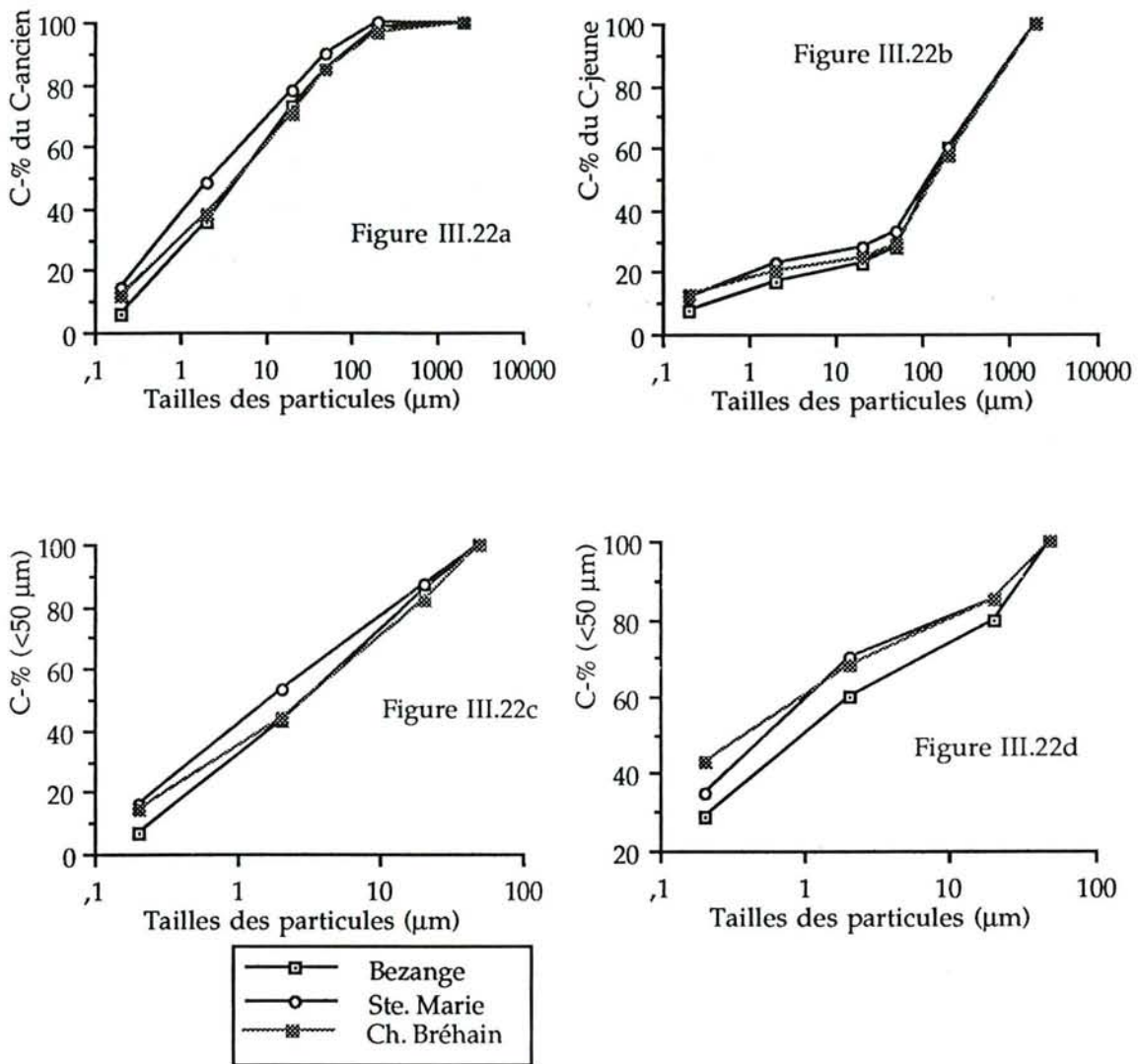


Figure III.22: Répartition du C-ancien (Figure III.22a) et du C-jeune (Figure III.22b) dans l'ensemble des fractions, et répartition du C-ancien (Figure III.22c) et C-jeune (Figure III.22d) dans les fractions inférieures à 50 µm (représentations cumulées).

Nous pouvons ainsi distinguer deux grands types de matière organique répartis granulométriquement d'une façon différente: une matière organique ancienne répartie dans des fractions granulométriquement fines comprises entre 0,2 et 20 µm, et une matière organique jeune répartie dans deux classes granulométriques, une fraction grossière (50-2000 µm) quantitativement la plus importante et une fraction très fine (<0,2 µm) quantitativement faible mais qualitativement très importante.



En conclusion nous constatons que ces approches différentes concernant la caractérisation des matières organiques des horizons A1 des trois stations étudiées (caractérisations granulométriques, caractérisations physico-chimiques, tests d'extractibilité aux solvants alcalins, réponses aux hydrolyses acides des fractions fines, activités  $^{14}\text{C}$  des fractions et observations ultrastructurales), apportent des renseignements très complémentaires et convergents sur la qualité, le comportement et le passé des matières organiques de ces trois humus modèles.

## ***CONCLUSIONS GENERALES***

## CONCLUSIONS GENERALES

Cette étude porte sur la définition du fonctionnement biodynamique de trois humus forestiers modèles des milieux tempérés par la caractérisation des matières organique présentes dans les horizons de surface. Il s'agit de trois humus formés sous hêtraie sur grès rhétien de l'est de la France: l'un de type moder dans une station à sol ocre podzolique caractérisé par une activité dominante des enchytraéides et des microarthropodes (station de Bezange), les deux autres de type mull sur sol brun acide, l'une caractérisée par une forte activité des champignons de la pourriture blanche (station de Sainte-Marie), l'autre par une activité de vers de terre anéciques (station de Château Bréhain).

Le rôle des hydrates ferriques comme éléments insolubilisant les précurseurs humiques hydrosolubles provenant des horizons A1 des mull a été mis en évidence dans la station de Sainte-Marie par TOUTAIN (1974). Il se forme alors des quantités importantes d'humine d'insolubilisation. L'action du fer provoque non seulement une insolubilisation de la matière organique soluble, mais aussi une augmentation des activités bactériennes et fongiques et l'accélération des phénomènes de minéralisation et de polymérisation ainsi qu'une intensification de l'activité ligninolytique par effet direct. Dans le moder au contraire, la ligninolyse est lente et incomplète ainsi que la transformation des pigments bruns et la matière organique résiduelle s'accumule sous forme d'humine héritée. Enfin dans le mull à activité importante de vers de terre anéciques, généralement plus riche en minéraux phylliteux, la matière organique correspond pour une part à la matière organique insolubilisée et pour une autre part à une matière organique fine fortement transformée et très liée aux argiles (matière organo-argillique).

Pour étudier et caractériser ces types de matière organique nous avons d'abord procédé à des fractionnements granulométriques. Nous avons ensuite caractérisé physiquement et chimiquement ces fractions et la matière organique contenue dans ces fractions. Pour avoir une idée de la stabilité de ces matières organiques et de leur turn-over, nous avons déterminé l'activité  $^{14}\text{C}$  des fractions. Et enfin pour connaître la morphologie fine de ces matières organiques et leur relation avec la fraction minérale, nous avons observé ces fractions en microscopie électronique à transmission.

Mise au point d'une méthode de fractionnement granulométrique. La comparaison des résultats obtenus sur l'ensemble des horizons A1 de nos stations par différentes méthodes de dispersion nous a permis de définir une méthode de fractionnement granulométrique bien adaptée à nos échantillons et qui ne dispersait pas d'une façon trop drastique les

microagrégats présents dans ces humus. L'utilisation de l'hexamétaphosphate de sodium sur les fractions globales et des ultrasons (à faible apport énergétique) sur la fraction  $<50\mu\text{m}$  comme agents dispersants nous a permis de réduire le temps d'agitation dans l'eau avec des billes d'agate de 15 heures (BRUCKERT et al., (1978) à 2 heures ce qui évite une trop forte fragmentation des débris végétaux.

Caractérisations physiques et chimiques des sols étudiés et des matières organiques globales présentes dans les sols. Bien que les conditions stationnelles de ces sols soient relativement comparables (même climat, même matériel végétal initial, même matériel constitué de sable rhétien mais contenant en fait plus ou moins de fer et d'argile), on constate une nette divergence d'évolution pédogénétique entre le sol ocre podzolique de Bezange et les deux sols bruns acides de Sainte-Marie et de Château Bréhain, le premier contenant peu de fer et peu d'argile, les deux sols bruns étant caractérisés par des teneurs en fer et en aluminium nettement plus importantes. La répartition des teneurs en carbone de ces 2 types de stations est aussi très différente, elle diminue d'une façon continue dans les deux sols bruns acides, elle présente par contre une redistribution en profondeur au niveau de l'horizon Bh dans le sol ocre podzolique. La distribution des activités  $^{14}\text{C}$  dans les profils présentent aussi certaines différences mais aussi certaines similitudes. Le gradient de répartition des âges en fonction de la profondeur est faible dans le sol ocre podzolique de Bezange (de l'ordre de 770 ans par mètre), il est plus important dans le sol brun acide de Château Bréhain (880 ans par mètre) et est élevé dans le sol brun acide de Sainte-Marie (2620 ans par mètre). Par contre l'anomalie existant entre les activités  $^{14}\text{C}$  des litières récentes et des litières anciennes se retrouve dans les trois stations mais avec des intensités peu différentes. Cette anomalie qui porte sur le fait que les litières anciennes L2 ont un  $\Delta^{14}\text{C}$  plus élevé que celui des litières récentes L1 (avec une différence de 51 unités  $\Delta$  à Bezange, 30 unités  $\Delta$  à Sainte-Marie et 37 unités  $\Delta$  à Château Bréhain) s'explique par le fait que les feuilles tombées au sol, il y a quelques années, avaient un  $\Delta^{14}\text{C}$  supérieur à celui des feuilles actuelles (le gradient de différence de 10‰ par an généralement adopté souligne la plus grande ancienneté des litières L2 de Bezange par rapport à celles de Château Bréhain et surtout de Sainte-Marie.

Caractérisations chimiques et ultrastructurales des matières organiques présentes dans les fractions granulométriques des horizons A1 des 3 humus étudiés, stabilité de ces matières organiques. Les observations ultrastructurales des différentes fractions nous montrent que dans les 3 stations les fractions  $>50\mu\text{m}$  sont surtout constituées de débris végétaux que l'on retrouve par ailleurs dans la plupart des fractions de l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange (y compris dans les fractions fines 0,2-2  $\mu\text{m}$ ). On constate d'autre part, dans la plupart des fractions de l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie, mais aussi, et pour une moindre part, dans celle de l'horizon A1 du sol brun acide de Château Bréhain à forte activité lombricienne, la présence jusque dans les fractions les plus fines d'un assemblage organo-

minéral très fin correspondant à une véritable pâte qui enrobe les grains minéraux et sert de liant entre les constituants reconnaissables. L'extractibilité dans les solvants alcalins de ces matières organique est faible pour les fractions grossières  $>200\mu\text{m}$  mais aussi pour l'ensemble des fractions  $0,2-50\mu\text{m}$  qui sont les fractions les plus âgées, elle est forte et peut atteindre 50 à 70% du carbone total de la fraction pour les fractions les plus fines  $<0,2\mu\text{m}$  et pour les fractions  $50-200\mu\text{m}$  qui sont les fractions les plus jeunes. Ceci est vrai pour l'ensemble des trois horizons A1 mais les valeurs des taux d'extraction et des âges des fractions sont modulés en fonction des stations: les taux d'extraction sont plus élevés dans les fractions de l'horizon A1 du sol brun acide de Château Bréhain que dans celle du sol brun acide de Sainte-Marie et surtout que dans celles du sol ocre podzolique de Bezange. Quant à la répartition des âges, si les matières organiques les plus vieilles se trouvent dans les horizons A1, dans la fraction  $2-20\mu\text{m}$  qui montre en microscopie électronique à transmission de fortes liaisons entre la matière organique fine, condensée et des phyllites en amas, c'est dans l'horizon A1 de la station de Château Bréhain que la matière organique de cette fraction est la plus ancienne, suivie de peu par celle de la même fraction de l'horizon A1 de Sainte-Marie et enfin par celle de la station de Bezange. Quant aux matières organiques les plus récentes présentes dans la fraction  $<0,2\mu\text{m}$ , c'est dans la station de Bezange que l'on trouve la matière organique la plus jeune ( $62\pm 4$  ans), celle de la station de Château Bréhain étant un peu plus vieille ( $80\pm 6$ ans) et celle de la station de Sainte-Marie étant nettement plus ancienne ( $91\pm 7$  ans). Au total la distribution des activités  $^{14}\text{C}$  des différentes fractions présentes dans les trois horizons A1 permet de répartir les matières organiques en deux pools: un pool de matières organique jeune (actuelle  $\Delta^{14}\text{C}=200\text{‰}$ , constituée de débris végétaux) et un pool de matière organique ancienne (de l'ordre de 550 ans,  $\Delta^{14}\text{C}=-40\text{‰}$ ). Le mélange de ces deux types de matière organique dans chacune des fractions des trois horizons A1 nous permet de définir une matière organique ancienne répartie dans les fractions  $0,2-20\mu\text{m}$  et une matière organique plus jeune répartie soit pour l'essentiel, dans les fractions grossières  $>50\mu\text{m}$  soit, pour une part beaucoup plus faible, dans la fraction très fine  $<0,2\mu\text{m}$  et cela d'un façon quantitativement modulée selon les trois stations et donc selon le fonctionnement biodynamique des humus.

En conclusion de cette étude, il apparaît que la méthode utilisée pour le fractionnement granulométrique des horizons humifères des trois humus sableux de référence permet de bien différencier les caractéristiques de la matière organique présente dans ces humus témoins dont le fonctionnement biodynamique est différent. La spécificité de certaines fractions (extractibilité aux solvants alcalins, activité  $^{14}\text{C}$  et allure ultrastructurale) en particulier des fractions  $<0,2\mu\text{m}$  relativement jeunes et  $0,2-20\mu\text{m}$  plus anciennes et plus stables, apparaît comme une donnée importante de ce travail. L'étude fine de ces fractions testées amènera dans l'avenir des renseignements importants sur le fonctionnement biodynamique des humus et par là sur le fonctionnement même des écosystèmes.



## ***BIBLIOGRAPHIE***

## BIBLIOGRAPHIE

- ALBRECHT A., 1984. Rôle des enchytraéides dans l'agrégation et l'humification d'humus de type moder de l'Est de la France. Thèse Doct. Univ. Nancy I, 106 p.
- ANDERSON D. W., SAGGAR S., BETTANY J. R., and STEWART J. W. B., 1981. Particle size fractions and their use in studies of soil organic matter: I. The nature and distribution of forms of carbon, nitrogen and sulfur. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 45:767-772.
- ANDERSON D. W., and PAUL E. A., 1984. Organo-mineral complexes and their study by radiocarbon dating. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 48:298-301.
- ANDRE Ph., 1984. Rôle différentiel de l'activité biologique des sols sur l'agrégation et sa stabilité. Thèse Doct. Ing. Univ. Nancy I, 97 p.
- ANDREUX F., METCHE M. et JACQUIN F., 1971. Incorporation de l'azote aminé dans la phytomélanine issue de la polymérisation oxydative de l' $\alpha$ -hydrojuglone. *C. R. Acad. Sc. Paris*, 272D, 2729-2731 p.
- ANDREUX F., 1978. Etude des étapes initiales de la stabilisation physico-chimique et biologiques d'acides humiques modèles. Thèse Doct. Etat, Univ. Nancy I, 174 p + annexes.
- ANDREUX F., BRUCKERT S., CORREA A. et SOUCHIER B., 1980. Sur une méthode de fractionnement physique et chimique des agrégats des sols: Origines possibles de la matière organique des fractions obtenues. *C.R. Acad. Sci., Paris, série D*, t.291:381-384.
- BABEL U., 1975. Micromorphology of soil organic matter. In: "Soil Components". Vol. 1. "Organic Components". J. E. Gieseking (ed.), Springer Verlag, New York, 369-473 p.
- BALESDENT J., 1982. Etude de la dynamique de l'humification de sol de prairies d'altitude (Haut-Jura) au moyen des datations  $^{14}\text{C}$  des matières organiques. Thèse Doct. Ing., Univ. Nancy I, 94 p + annexes.
- BALESDENT J., MARIOTTI A., and GUILLET B., 1987. Natural  $^{13}\text{C}$  abundance as a tracer for studies of soil organic matter dynamics. *Soil Biol. Biochem.*, Vol. 19 (1):25-30.
- BALESDENT J., WAGNER G. H., and MARIOTTI A., 1988. Organic matter turnover in long-term field experiments as revealed by carbon-13 naturel abundance. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 52:118-124.
- BALESDENT J., PETRAUD J. P., FELLER C., 1991. Effets des ultrasons sur la distribution granulométrique des matières organiques des sols. *Sciences du sol, A.F.E.S*, Vol. 29 (2):95-106.
- BARRIUSO BENITO E., 1985. Caractérisation des fractions organo-minérales et des constituants humiques d'un sol de pelouse subalpine. Thèse Doct. Univ. Nancy I, 170 p. + annexes.
- BRAVARD S. et RIGHI D., 1991. Characterization of fulvic and humic acids from an oxisol-spodosol toposequence of Amazonia, Brasil. *Geoderma*, Vol. 48:151-162.
- BREMNER J. M., 1965. Organic Nitrogen in Soils. In: "Soil Nitrogen". Ed. by W. V. Bartholomew and E. Clark. Am. Soc. of Agron. Inc. No. 10, Pub. Madison Wisconsin USA.

- BRISON M., 1978. Etude de l'humification par introduction in situ de Maïs marqué ( $^{14}\text{C}$ ) comme traceur dans trois types d'humus sous hêtre. Thèse Doct. 3<sup>ème</sup> cycle, Univ. Nancy I, 69 p.
- BRUCKERT S., 1972. Dynamique du fer et de l'aluminium en milieu podzolique: Caractérisation des complexes organo-métalliques des horizons spodique. Bull. E.N.S.A.I.A de Nancy.
- BRUCKERT S, ANDREUX F, CORREA A, AMBOUTA K. J. M, et SOUCHIER B., 1978. Fractionnement des agrégats appliqué à l'analyse des complexes organo-minéraux des sols. "Note technique no. 22", Centre de Pédologie Biologique, CNRS de Nancy, 16 p.
- BRUCKERT S. et KILBERTUS G., 1980. Fractionnement et analyse des complexes organo-minéraux de sols bruns et de chernozems. *Plant and soil*, Vol. 57:271-295.
- CAMPBELL C. A., PAUL E. A., RENNIE D. A., and Mc CALLUM K. J., 1967. Factors affecting the accuracy of the carbon-dating method in soil humus studies. *Soil Science*, Vol. 104 (2):81-85.
- CHESHIRE M. V, and GRIFFITHS B. S., 1989. The influence of earthworms and crane fly larvae on the decomposition of uniformly  $^{14}\text{C}$  labelled plant material in soil. *Journal of Soil Science*. No. 40 :117-124.
- DELIBRIAS G., 1985. Le Carbone-14. In: "Méthodes de datation par les phénomènes nucléaires naturels". C.E.A. Ed. MASSON, 421-458 p.
- DESJARDINS T., 1991. Variation de la distribution de la matière organique (Carbone total et  $^{13}\text{C}$ ) dans les sols ferrallitiques du Brésil. Modifications consécutives à la déforestation et à la mise en culture en Amazonie orientale. Thèse Doct. Univ. Nancy I, 144 p + annexes.
- DORR H. et MUNNICH K. O., 1986. Annual variation of the  $^{14}\text{C}$  content of soil  $\text{CO}_2$ . *Radiocarbon*, Vol. 28 (2A):338-345.
- DORR H. et MUNNICH K. O., 1987. Annual variation in soil respiration in selected areas of the temperate zone. *Tellus*. 39B:114-121.
- DORR H. et MUNNICH K. O., 1980. Carbon-14 and carbon-13 in soil  $\text{CO}_2$ . *Radiocarbon*, Vol. 22 (3):909-918.
- DUCHAUFOR P., 1977. *Pédologie Tome I, "Pédogénèse et Classification"*. Masson, Paris 477p.
- FELLER C., BURTIN G., GERARD B., BALESSENT J., 1991. Utilisation des résines sodiques et des ultrasons dans le fractionnement granulométrique de la matière organique des sols. Interêt et limites. *Sciences du sol. A.F.E.S*, Vol. 29(2): 77-93.
- FONTES J. Ch., 1971. Un ensemble destiné à la mesure de l'activité du radiocarbone naturel par scintillation liquide. *Révue de Géographie Physique et de Géologie Dynamique* (2), Vol.XIII, Fasc, 1, Paris, p:67-86.
- FOSTER R. C. and MARTIN J. K., 1981. In situ analysis of soil components of biological origin. In: "*Soil Biochemistry*", Vol. 5, E. A. Paul and J. N. Ladd (ed.), marcel Dekker Inc. New York, 75-111 p.

- FOSTER R. C., ROVIRA A. D. and COOK T. W., 1983. Ultrastructure of the root-soil interface. *Am. Phytopathol Soc. St. Paul, Minn.*, 157 p.
- FOSTER R. C., 1985. In situ localization of organic matter in soils. *Quaestiones Entomologicae*, 21, 609-633 p.
- GENRICH D. A. and BREMNER J. M., 1972. A reevaluation of the ultrasonic-vibration method of dispersing soils. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, Vol. 36:944-947.
- GENRICH D. A., and BREMNER J. M., 1974. Isolation of soil particle-size fractions. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, Vol. 38 :222-225.
- GIRARDIN C., 1987. Comparaison de la dynamique de l'humification d'un Sol Ocre Podzolique, sous hêtraie de la plaine Lorraine, par mesure des activités  $^{14}\text{C}$  des matières organiques. *DEA de Pedologie, Univ. Nancy I*, 58 p.
- GREGORICH E. G, KACHANOSKI R. G, AND VORONEY R. P, 1988. Ultrasonic dispersion of aggregates: Distribution of organic matter in size fractions. *Can. J. Soil. Sci.* 68:395-403.
- GUILLET B., 1972. Datation des sols par le  $^{14}\text{C}$  naturel I. La méthode de datation en scintillation liquide. *Bull. E.N.S.A.I.A. de Nancy*, XIV(1):117-122.
- GUILLET B., 1972. Datation des sols par le  $^{14}\text{C}$  naturel II. Application à la détermination et à la signification des âges d'horizon Bh et Bs de podzols vosgiens. *Bull. E.N.S.A.I.A Nancy*, XIV(1):123-131.
- GUILLET B., 1972. Relation entre l'histoire de la végétation et la podzolisation dans les Vosges. *Thèse Doct. Etat, Univ. Nancy I*, 111 p.
- GUILLET B., 1990. Le vieillissement des matières organiques et des associations organo-minérales des andosols et des podzols. *Science du sol, AFES*, Vol. 28 (4): 285-299.
- HIGASHI T., DE CONINCK F. et GELAUDE F., 1981. Characterization of some spodic horizons of the campine (Belgium) with dithionite-citrate, pyrophosphate and sodium hydroxyde-tetraborate. *Geoderma*, Vol.25:131-142.
- HIGASHI T. et SHINAGAWA A., 1981. Comparaison of sodium hydroxide-tetraborate and sodium pyrophosphate as extractants of Al/Fe-humus "complexes" in Dystrandeps, Japan. *Geoderma*, Vol. 25:285-292.
- HUNTER C. R, and BUSACCA A. J., 1989. Dispersion of three andic soils by ultrasonic vibration. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 53:1299-1302.
- JANEL Ph., 1978. Etude saisonnière des formes de l'azote organique dans trois types d'humus sous hêtraie: moder, mull acide, mull calcaire. *Thèse Doct. Univ. Nancy I*, 63 p.
- JANEL Ph., JOCTEUR MONROZIER L. et TOUTAIN F., 1979. Caractérisation de l'azote des litières et des sols par hydrolyse acide. *Soil Biol. Biochem.* Vol. 11:141-146.
- JOCTEUR MONROZIER, L., et ANDREAUX, F., 1981. L'azote organique des sols. Exemples de quantification des formes protéiques et des combinaisons complexes. *Science du sol, Bull. A.F.E.S.*, No. 3:219-242.
- KILBERTUS G., 1980. Etude des microhabitats contenus dans les agrégats du sol. Leur relation avec la biomasse bactérienne présente et la taille des procaryotes. *Revue Ecol. Biol. Sol*, 17:543-557.

- LADYMAN S. J., and HARKNESS D. D., 1980. Carbon isotope measurement as an index of soil development. *Radiocarbon*, Vol. 22(3):885-891.
- LEVIN I., GLOCKLER R., KROMER B., MUNICH K. O. et FRANCEY R., 1989. Radiocarbon in atmospheric CO<sub>2</sub>: Global distribution and trends. In: "Third Int. Conf. on Anal. and Eval. of Atmospheric CO<sub>2</sub> data Present and Past". World Meteorological Organization et University of Heidelberg, No.59:55-60
- MARTEL J. A., and PAUL E. A., 1974. The use of radiocarbon dating of organic matter in the study of soil genesis. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 38:501-506
- MARTIN A., MARIOTTI A., BALESDENT J., LAVELLE P., et VUATTOUX R., 1990. Estimate of organic matter turnover rate in a savanna soil by <sup>13</sup>C natural abundance measurements. *Soil Biol. Biochem.*, 22:517-523.
- MEDINA E. et MINCHIN P., 1980. Stratification of  $\delta^{13}\text{C}$  values of leaves in Amazonian rain forests. *Oecologia (Berl)*. 45:377-378.
- MELLILO J. M., ABER J. D., LINKINS A. E., RICCA A., FRY B., et NADELHOFFER K. J., 1989. Carbon and nitrogen dynamics along the decay continuum: Plant litter to soil organic matter. *Plant and Soil*. 115:189-198.
- OADES J. M., 1984. Soil organic matter and structural stability mechanisms and implications for management. *Plant and Soil*, 76:319-337.
- O'BRIEN B. J., and STOUT J. D., 1977. Movement and turnover of soil organic matter as indicated by carbon isotope measurement. *Soil Biol. Biochem.*, Vol. 10:309-317.
- OLAH G. M., REISINGER O. et KILBERTUS G., 1978. *Biodégradation et humification. Atlas ultrastructural*. Presses de l'Université, Laval, Québec.
- PAUL E. A., CAMPBELL C. A., RENNIE D. A., Mc CALLUM K. J., 1964. Investigations of the dynamic of soil humus utilizing carbon dating techniques. In: "8th Intern. Congress of Soil Sci.", Bucharest, Romania. 201-208 p.
- POLACH H. A., 1979. Correlation of <sup>14</sup>C activity of NBS oxalic acid with Arizona 1850 wood and ANU sucrose standards. "Radiocarbon Dating. Proc. of ninth int. conf. Los Angeles and La Jolla, 1976". Ed. by R. Berger and Hans E. Suess, University of California Press Berkeley-Los Angeles-London. 115-124 p.
- RAFIDISON G. Z., 1982. Rôle de la faune dans l'humification: Transformation des feuilles de hêtre par un ver anécique (*Nicodrilus velox*). Thèse Doct. Univ. Nancy I, 104 p.
- RIGHI D., et GUILLET B., 1970. Datations par le carbone-14 naturel de la matière organique d'horizons spodiques de Podzols des Landes du Medoc (France). IAEA-SM-211/70.
- ROUILLER J., 1981. Analyses des sols, techniques de laboratoire. "Note technique no.32", Centre de Pédologie Biologique, CNRS de Nancy, 41 p.
- SCHARPENSEEL H.W. et PIETIG P., 1968. Einfache boden und wasserdatierung durch messung der <sup>14</sup>C oder tritiumkonzentration. *Géoderma*, Vol. 2:273-289.
- SCHARPENSEEL H.W., and PIETIG F., 1971. University of Bonn, Natural radiocarbon measurement IV. *Radiocarbon*, Vol. 13 (2):189-212.
- SCHNITZER M., 1969. Reaction between fulvic acids, a soil humic compound and inorganic soil constituents. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, Vol. 33 (1): 75-81

- SELMI M., 1975. Contribution à l'étude de l'humification des litières de hêtre dans l'Est de la France. Thèse Doct. Spéc., Univ. Nancy I, 65 p.
- STOUT J. D., and GOH K. M., 1980. The use of radiocarbon to measure the effects of earthworms on soil development. *Radiocarbon*, Vol. 22 (3):892-896.
- TIESSEN H., and STEWART J. W. B., 1983. Particle size fractions and their use in studies of soil organic matter: II. Cultivation effects on organic matter composition in size fractions. *Soil Sci. Soc. Am. J.*, Vol. 47:509-514.
- TIESSEN H., STEWART J. W. B., and HUNT H. W., 1984. Concepts of soil organic matter transformations in relation to organo-mineral particle size fractions. *Plant and Soil*, 76:287-295.
- TOUTAIN F., 1972. Etude comparée de deux hêtraies sur grès rhétien: Divergences climatiques et biochimiques. *Bull. E.N.S.A.I.A de Nancy*, XIV(1):103-116.
- TOUTAIN F., 1974. Etude écologique de l'humification dans les hêtraies acidiphiles. Thèse Doct. Etat, Univ. Nancy I, 114 p.
- TOUTAIN F., 1987. Activité biologique des sols, modalités et lithopéndice. *Biology and Fertility of Soils*. No. 3:31-38.
- TOUTAIN F., BELGY M. J., VILLEMEN G. et DOIRISSE M., 1992. Biodegradation of organic matter and the different types of humification studied by submicroscopic methods (EM). *Proc. of the symph. "Importance of micromorphology in applied soil science"*, spec. issue of *journal scient. "Landbauforschung völkensrode"*, 10 p. + append.
- VALASTRO S. JR., LAND L. S. et VARELA A. G., 1977. An improved procedure for wet oxidation of the  $^{14}\text{C}$  NBS oxalic acid standard. *Radiocarbon*, Vol. 19 (3):375-382.
- VAN DER MERWE N. J. et MEDINA E., 1989. Photosynthesis and  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  ratios in Amazonian rain forest. *Geochim. Cosmochim. Acta*, Vol. 53:1091-1094.
- VILLEMEN G., et TOUTAIN F., 1987. Méthode de fixation d'échantillons organo-minéraux de sols pour la microscopie électronique à transmission. In: "*Micromorphologie des sols, Soil Micromorphology*". N.Fedoroff, L. M. Bresson et M. A. Courty (eds), A. F. E. S. Paris Publ, 43-48 p.
- VITORELLO V. A., CERRI C. C., ANDREUX F., FELLER C., and VICTORIA R. L., 1989. Organic matter and natural carbon-13 distribution in forested and cultivated oxisols. *Soil Sci. Am. J.*, Vol. 53 :773-778.
- VOGEL J. C., 1978. Recycling of carbon in a forest environment. *Oecol Plant*. 13(1):89-94
- WATSON J. R., 1971. Ultrasonic vibration as a method of soil dispersion. *Soils and Fertilizers*, Vol. 34 (2):127-134.

## *ANNEXES*

## ANNEXE 1

### Méthodes analytiques

#### Granulométrie:

Utilisation de la pipette de Robinson après agitation par retournement lent pendant 15 heures en milieu aqueux avec billes d'agates et dispersion par l'hexaméthaphosphate de sodium 1N.

#### Carbones Organiques.

- Dosage par combustion en four ouvert à 940°C sous courant d'oxygène et carbonatation d'une solution basique (N/40 NaOH) dont on mesure les variations de conductivité ("Carmographe 12 WOSTHOFF").
- Dosage par combustion en four fermé à 1020°C avec formation de CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O et oxydes d'azote, postérieurement réduit en N<sub>2</sub>. Le dosage des éléments s'effectue en CPG 5 Gaz vecteur Hélium, détecteur à conductivité thermique)("CHN+O, CARLO ERBA 1106")
- Dosage par combustion en four fermé à 880°C, méthanisation du CO<sub>2</sub> fermé et dosage par détecteur d'ionisation de flamme ("TCM, CARLO ERBA 400").

#### Azotes Organiques.

- "CHN+O CARLO ERBA 1106" (voir carbone total) et méthode KJELDAHL (échantillons liquides).

#### pH (H<sub>2</sub>O).

- Méthode du rapport 2:5, soit 4 g de sol et 25 ml de solution (l'eau distillée)

#### Bases échangeables à pH du sol.

- Méthode à l'échange avec électrolyte neutre 1N KCl par la technique de centrifugation après une heure d'agitation par retournement. Dosage des éléments par absorption atomique et dosage des espèces acides par pH-métrie.

#### Si, Al, Fe.

- Par le réactif de TAMM (acide oxalique + oxalate d'ammonium à pH 3,30)
- Par l'extraction citrate-bicarbonate-dithionite (MEHRA-JACKSON)

#### Eléments totaux.

Mise en solution solide par fusion au métaborate de strontium. Dissolution de perle dans HNO<sub>3</sub>. Dosages par spectrophotométrie absorption atomique.



## ANNEXE 2

### Méthode de mesure de l'activité $^{14}\text{C}$

La méthode utilisée est celle mise au point par GUILLET (1972) d'après SCHARPENSEEL et PIETIG (1968) et FONTES (1971).

#### 1. Combustion

Avant d'être brûlés, les échantillons du sol global sont tamisés à 2 mm, puis séchés à l'air. Les différentes fractions du sol obtenues par granulométrie ainsi que les échantillons de feuilles sont séchés à l'étuve à 50°C, puis broyés finement. La combustion des échantillons s'effectue sous courant d'oxygène à 900°C dans un tube de verre. Le  $\text{CO}_2$  dégagé est piégé dans une solution d'ammoniaque à 10 %, puis précipité sous forme de carbonate de barium ( $\text{CO}_3\text{Ba}$ ) qui peut être stocké.

Pour la combustion des feuilles et des fractions 200-2000 $\mu\text{m}$ , nous avons ajouté du sable de Fontainebleau préalablement traité par HCl et brûlé à 900°C. Cette technique est nécessaire afin d'éviter une combustion trop brutale des matières végétales.

1. C de l'échantillon +  $\text{O}_2$  ----->  $\text{CO}_2$
2.  $\text{CO}_2$  +  $\text{NH}_4\text{OH}$  ----->  $\text{CO}_3(\text{NH}_4)$  +  $\text{H}_2\text{O}$
3.  $\text{CO}_3(\text{NH}_4)$  +  $\text{Cl}_2\text{Ba}$  ----->  $\text{CO}_3\text{Ba}$  +  $2\text{ClNH}_4$

#### 2. Synthèse du benzène

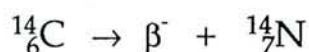
La synthèse du benzène à partir du carbone de l'échantillon ( $\text{CO}_3\text{Ba}$ ), s'effectue dans un ligne à vide. Elle comprend trois unités: production de carbure du lithium, production d'acétylène, enfin synthèse catalytique du benzène.

Le  $\text{CO}_2$  du  $\text{CO}_3\text{Ba}$  est libéré par HCl. On introduit le  $\text{CO}_2$  sur du lithium fondu à 600°C dans une chambre à lithium. Cette réaction conduit à la formation de carbure de lithium. Après refroidissement de la chambre à lithium, de l'eau non-tritiée est introduit pour donner de l'acétylène. L'acétylène est polymérisé en benzène par réaction catalytique sur un support d'alumine hydratée activée au chrome III connu sous le nom de "Perkatalysator Neu".



### 3. Comptage

Le carbone 14 est émetteur radioactif  $\beta$ , il se désintègre selon le schéma suivant:



Chaque échantillon est compté pendant au moins 24 heures dans un spectromètre  $\beta$  de type Tri-Carb Packard, modèle 3003. L'activité d'un échantillon A est comptée en désintégration par minute. L'appareil présente un bruit de fond B qui est mesuré périodiquement sur du benzène commercial dont on sait qu'il ne contient plus de  ${}^{14}\text{C}$ . La masse, m, de carbone soumis au comptage est mesurée. L'activité spécifique de l'échantillon est :  $(A-B)/m$ , exprimée en coups par minute par gramme de carbone; celle-ci est rapportée à l'activité spécifique de l'acide oxalique standard distribué par le NBS (National Bureau of Standard des USA) qui est mesurée de la même manière.

### 4. Erreur statistique et précision

Les mesures d'activité  ${}^{14}\text{C}$ , et leurs précisions sont toujours limitées par la nature aléatoire du phénomène de désintégration. Les désintégrations  $\beta$  émises par l'échantillon sont distribuées au hasard dans le temps, et par conséquent, le résultat des mesures est affecté de fluctuations statistiques suivant une loi de Poisson (FONTES, 1971). La déviation statistique ( $\sigma$ ) sur le nombre de désintégration N est  $\sigma = \sqrt{N}$ . Par suite, l'âge est donné avec un intervalle de confiance qui correspond à:  $N + \sqrt{N}$ . et  $N - \sqrt{N}$  dans lequel il y a 68% de chance de trouver l'âge réel. L'intervalle de confiance devient de 95%, si l'on double la déviation standard ( $2\sigma$ ). Pour nos calculs, nous avons utilisé l'intervalle de confiance  $\sigma$  à 68%.

L'erreur statistique sera d'autant plus faible que l'échantillon sera radioactif et que le comptage sera long. Les échantillons ont été comptés pendant 24 ou 48 heures selon leur activité et leur quantité de carbone soumis au comptage.

**Calcul d'erreur statistique:** Si l'activité de l'échantillon exprimée en coups par minute et par gramme de carbone est  $A \pm a$  et l'activité du standard de NBS est  $A_0 \pm a_0$ , alors l'erreur statistique peut être calculée de la manière suivante (SCHARPENSEEL et PIETIG, 1968; POLACH, 1979):

Division : 
$$\frac{(A \pm a)}{(A_0 \pm a_0)} = \frac{A}{A_0} \pm \frac{A}{A_0} \sqrt{\left[\frac{a}{A}\right]^2 + \left[\frac{a_0}{A_0}\right]^2}$$

Addition ou soustraction :

$$(A \pm a) + \text{ou} - (A_0 \pm a_0) = (A + \text{ou} - A_0) \pm \sqrt{a^2 + a_0^2}$$

### ANNEXE 3a

Répartition du carbone et de l'azote dans les différentes méthodes testées,  
l'horizon A1 du sol ocre podzolique de Bezange

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	Poids (%)	C (%)	C ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )	C-% du C total	N (%)	N-% du N total	C/N
Expérience.1							
< 0,2	5,3	2,26	1,20	1,2	0,18	1,9	13
0,2 - 2	0,5	17,71	0,89	0,9	1,44	1,5	12
2 - 20	3,3	17,42	5,75	5,7	0,95	6,3	18
20 - 50	3,9	1,03	0,40	0,4	0,06	0,5	17
50 - 200	64,7	3,81	24,65	24,2	0,19	24,9	20
200 - 2000	22,3	30,86	68,82	67,6	1,44	64,9	21
Total:	100	10,17	101,70	100,0	0,49	100,0	21
Expérience.2							
< 0,2	5,3	1,75	0,93	0,9	0,14	1,5	13
0,2 - 2	0,3	14,90	0,45	0,4	1,16	0,7	13
2 - 20	3,6	16,43	5,91	5,6	0,94	6,8	17
20 - 50	3,6	1,96	0,71	0,7	0,10	0,7	20
50 - 200	69,7	4,18	29,13	27,7	0,22	30,6	19
200 - 2000	17,5	38,87	68,02	64,7	1,71	59,7	23
Total:	100	10,52	105,15	100,0	0,50	100,0	21
Expérience.3							
< 0,2	5,3	3,30	1,75	1,7	0,28	3,0	12
0,2 - 2	0,8	18,35	1,47	1,4	1,35	2,2	14
2 - 20	8,6	19,23	16,54	16,0	1,06	18,7	18
20 - 50	7,0	4,14	2,90	2,8	0,23	3,3	18
50 - 200	68,0	4,77	32,44	31,4	0,24	33,4	20
200 - 2000	10,3	46,91	48,32	46,7	1,87	39,4	25
Total:	100	10,34	103,41	100,0	0,49	100,0	21

## ANNEXE 3b

Répartition du carbone et de l'azote dans les différentes méthodes testées,  
l'horizon A1 du sol brun acide de Sainte-Marie

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	Poids (%)	C (%)	C ( $\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$ )	C-% du C total	N (%)	N-% du N total	C/N
Expérience.1							
< 0,2	6,4	2,86	1,83	7,0	0,29	11,1	10
0,2 - 2	5,1	6,37	3,25	12,4	0,59	18,0	11
2 - 20	9,1	6,17	5,61	21,4	0,38	20,6	16
20 - 50	4,9	0,61	0,30	1,1	0,04	1,2	15
50 - 200	64,0	0,80	5,12	19,6	0,05	19,1	16
200 - 2000	10,5	9,59	10,07	38,5	0,48	30,0	20
Total:	100	2,62	26,18	100,0	0,17	100,0	16
Expérience.2							
< 0,2	5,6	1,23	0,69	2,4	0,11	3,6	11
0,2 - 2	1,3	4,39	0,57	2,0	0,44	3,4	10
2 - 20	9,5	4,89	4,65	16,0	0,35	19,4	14
20 - 50	5,4	2,45	1,32	4,5	0,16	5,0	15
50 - 200	68,4	1,60	10,94	37,6	0,09	36,0	18
200 - 2000	9,8	11,15	10,93	37,5	0,57	32,6	20
Total:	100	2,91	29,10	100,0	0,17	100,0	17
Expérience.3							
< 0,2	7,3	1,65	1,20	3,7	0,16	6,0	10
0,2 - 2	2,1	4,76	1,00	3,1	0,46	5,0	10
2 - 20	12,8	5,43	6,95	21,5	0,39	25,7	14
20 - 50	7,5	2,32	1,74	5,4	0,14	5,4	17
50 - 200	63,8	2,00	12,76	39,6	0,12	39,5	17
200 - 2000	6,5	13,25	8,61	26,7	0,55	18,4	24
Total:	100	3,23	32,27	100,0	0,19	100,0	17
Expérience.4							
< 0,2	5,6	2,44	1,37	5,3	0,23	7,9	11
0,2-2	2,8	4,68	1,31	5,1	0,43	7,4	11
2-20	12,1	6,53	7,90	30,7	0,46	34,0	14
20-50	6,5	1,72	1,12	4,3	0,12	4,8	14
50-200	64,6	0,83	5,36	20,8	0,05	19,7	17
200-2000	8,4	10,33	8,68	33,8	0,51	26,2	20
Total	100	2,57	25,74	100,0	0,16	100,0	16

(continuer: annexe 3b)

Expérience.5							
< 0,2	6,3	3,13	1,97	7,5	0,31	11,6	10
0,2-2	5,6	6,17	3,46	13,1	0,55	18,3	11
2-20	8,6	5,91	5,08	19,3	0,36	18,4	16
20-50	5,7	0,3	0,17	0,7	0,02	0,7	15
50-200	64,6	0,94	6,07	23,1	0,06	23,1	16
200-2000	9,2	10,36	9,53	36,3	0,51	27,9	20
Total	100	2,63	26,28	100,0	0,17	100,0	16

### ANNEXE 3c

Répartition du carbone et de l'azote dans les différentes méthodes testées,  
l'horizon A1 du sol brun acide de Château Bréhain

Fractions ( $\mu\text{m}$ )	Poids (%)	C (%)	C (mg.g <sup>-1</sup> )	C-% du C total	N (%)	N-% du N total	C/N
Expérience.3							
< 0,2	8,0	3,55	2,84	10,8	0,36	19,0	10
0,2 - 2	4,1	6,83	2,81	10,6	0,46	12,4	15
2 - 20	9,5	6,62	6,29	23,8	0,29	18,2	23
20 - 50	7,3	0,62	0,45	1,7	0,04	1,9	16
50 - 200	64,2	1,36	8,73	33,1	0,08	33,9	17
200 - 2000	6,9	7,63	5,26	20,0	0,32	14,6	24
Total:	100	2,64	26,38	100,0	0,15	100,0	17
Expérience.5							
< 0,2	8,1	4,21	3,41	12,5	0,43	21,9	10
0,2 - 2	5,3	7,32	3,88	14,3	0,59	19,7	12
2 - 20	11,7	3,51	4,11	15,1	0,14	10,3	25
20 - 50	4,8	4,61	2,21	8,2	0,18	5,4	26
50 - 200	59,5	1,02	6,07	22,3	0,05	18,7	20
200 - 2000	10,6	7,08	7,50	27,6	0,36	24,0	20
Total:	100	2,72	27,18	100,0	0,16	100,0	17

Note:

Exp.1: Hexamétaphosphate-Na, 2 heures d'agitation sans billes , avec des ultrasons

Exp.2: 2 h d'agitation avec de billes, sans ultrasons

Exp.3: 15 h d'agitation avec de billes, sans ultrasons

Exp.4: Hexamétaphosphate-Na, 2 heures d'agitation avec de billes , sans ultrasons

Exp.5: Hexamétaphosphate-Na, 2 heures d'agitation avec de billes , avec des ultrasons

# UNIVERSITE DE NANCY I

NOM DE L'ETUDIANT : Monsieur SUHARTA Nata

NATURE DE LA THESE : DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE NANCY I  
en PEDOLOGIE

VU, APPROUVE ET PERMIS D'IMPRIMER

NANCY, le 22 JUIN 1992 n° 334

LE PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DE NANCY I



M. BOULANGE



THESE DE DOCTORATE D'UNIVERSITE

Université de Nancy I - UFR-STMP

Année 1992

Discipline: Science de la Terre - Pédologie

Auteur: NATA SUHARTA

Centre de Pédologie Biologique, C. N. R. S.

B.P. 5 - 54501 VANDŒUVRE LES NANCY

## RESUME

Ce travail a été réalisé sur trois types d'humus modèles forestiers de l'est de la France. L'un de type moder du sol ocre podzolique de Bezange caractérisé par une activité dominante des enchytraéides et des microarthropodes, les deux autres de type mull des sols bruns acides caractérisés par une forte activité de vers de terre à Château Bréhain et une forte activité de pourriture blanche à Sainte-Marie. L'étude de la biodynamique de ces types des humus a comporté un fractionnement granulométrique, et sur les fractions ont été faites des caractérisations physiques et chimiques, des mesures d'activité  $^{14}\text{C}$ , des test d'extractibilité aux solvants alcalins et de résistances à l'hydrolyse acide, ainsi que des observations au microscope électronique à transmission.

Bien que les conditions stationnelles soient relativement comparables, on constate une nette divergence d'évolution pédogénétique entre le sol ocre podzolique et les deux sols bruns acides. Le gradient en fonction de la profondeur des âges obtenus par datation  $^{14}\text{C}$  est faible dans le sol ocre podzolique de Bezange (770 ans/m), plus important dans le sol brun acide de Château Bréhain (880 ans/m) et très important dans le sol brun acide de Sainte-Marie (2620 ans/m).

La méthode de fractionnement granulométrique adopté aux échantillons a montré une forte discontinuité des activités  $^{14}\text{C}$  entre les différentes fractions isolées. Les fractions les plus jeunes se retrouvent dans les fractions 200-2000  $\mu\text{m}$  et dans les fractions 50-200  $\mu\text{m}$ . Les fractions les plus anciennes sont les fractions 2-20  $\mu\text{m}$  (de l'ordre de 250 ans) et 0,2-2  $\mu\text{m}$  (de l'ordre de 150 ans). Les argiles fines <0,2  $\mu\text{m}$ , sont des fractions jeunes qui se retrouvent dans les fractions <50  $\mu\text{m}$  (de l'ordre de 90 ans). L'extractibilité des fractions aux solvants alcalins montre une corrélation manifeste entre l'âge moyen et l'extractibilité où les fractions organiques anciennes ayant le taux d'extractibilité faible. Les observations ultrastructurales montrent la présence de débris végétaux que l'on retrouve dans toutes les fractions du sol ocre podzolique de Bezange. Par contre dans les deux sols bruns acides, on constate l'existence d'un assemblage organo-minéral très fin qui sert de liant entre les constituant reconnaissables.

**Mots Clés:** Biodynamique des humus - datation  $^{14}\text{C}$  -  $^{13}\text{C}$  - fractionnement granulométrique - hêtraie - matière organique - mull - moder - sol ocre podzolique - sol brun acide - ultrastructure.