



HAL
open science

Contribution à la modélisation des processus d'agrégation et de transfert d'éléments nutritifs dans les Technosols construits à partir de déchets

Sarah Rokia

► **To cite this version:**

Sarah Rokia. Contribution à la modélisation des processus d'agrégation et de transfert d'éléments nutritifs dans les Technosols construits à partir de déchets. Agronomie. Université de Lorraine, 2014. Français. NNT : 2014LORR0009 . tel-01750669

HAL Id: tel-01750669

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01750669>

Submitted on 29 Mar 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



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

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.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



UNIVERSITÉ DE LORRAINE

ÉCOLE DOCTORALE « Ressources Procédés Produits Environnement »

Laboratoire Sols et Environnement
UMR 1120, Université de Lorraine-INRA

THÈSE

Présentée en vue de l'obtention de grade
De **Docteur en Sciences Agronomiques**
de l'Université de Lorraine

Par

Sarah ROKIA

Soutenance prévue le **10 janvier 2014**

**Contribution à la modélisation du processus d'agrégation
et du transfert d'éléments nutritifs
dans des Technosols construits à partir de déchets**

Devant le Jury composé de :

Olivier Damas	Chargé de mission, Plante & cité	Invité
Cécile Delolme	Ingénieur divisionnaire, Université de Lyon	Rapporteur
Francis Douay	Professeur, ISA Lille	Rapporteur
Safya Menasseri	Maître de Conférences, Agrocampus-Ouest	Examinateur
Jean Louis Morel	Professeur, Université de Lorraine	Examinateur
Fabienne Muller	Ingénieur, ADEME	Invité
Christophe Schwartz	Professeur, Université de Lorraine	Directeur de Thèse
Laure Vidal-Beaudet	Maître de Conférences, Agrocampus-Ouest	Co-directrice de Thèse

Remerciements

Je souhaite démarrer cette partie de remerciements par la phrase de Jean-Baptiste Massieu que je garde souvent en mémoire et que j'aime beaucoup :

« **La reconnaissance est la mémoire du cœur.** »

Même si les mots ne sont rien par rapport à ce que chacun a pu m'apporter durant cette aventure de Thèse qui est avant tout une aventure humaine, j'aimerais citer, parler et remercier toutes les personnes que j'ai pu rencontrer durant ce voyage. Cette partie s'annonce longue et bien que la qualité compte plus que la quantité, je tenais à citer précisément tous ceux qui ont contribué à cette aventure et j'espère ne pas en avoir oublié ou que si c'est le cas, ils ne m'en tiendront pas rigueur.

Cette aventure a été d'autant plus mémorable car elle aborde des sujets passionnants qui traitent de « l'agronomie urbaine », des ressources, des déchets, de la brique, du phosphore et des plantes. Ces sujets sont vastes, innovants et surtout sont clés car permettent de répondre à des problématiques très actuelles mais également celles de demain.



Je tiens à exprimer ma vive reconnaissance à **Jean Louis Morel**, directeur du laboratoire Sols et Environnement, non seulement pour son accueil au sein du laboratoire en 2010 mais surtout pour m'avoir fait découvrir le monde de la recherche en 2009, en me faisant rencontrer les collègues de Berlin. Merci de m'avoir communiqué le goût et l'envie d'entrer dans ce monde passionnant des sols et plus précisément des sols urbains. C'est à ce moment là que mon histoire avec la recherche a débuté. Je vous remercie également pour votre écoute, votre soutien au cours de ma Thèse et surtout, cela a été un honneur pour moi que vous acceptiez de présider mon jury de Thèse.

J'exprime toute ma gratitude à mes deux co-directeurs de Thèse **Laure Vidal-Beaudet** et **Christophe Schwartz**, non seulement pour avoir guidé mes pas tout au

long de mon apprentissage de la recherche mais surtout pour la confiance que vous m'avez témoigné durant cette belle aventure, tout en encourageant mes efforts pour aller toujours plus loin.

Le résultat d'une Thèse soutenue au bout de 3 ans et 1 mois est le signe que ce travail riche tant d'un point de vue humain que d'ingénierie et de recherche était réalisable et pouvait aboutir à un « succès ». Quand je dis que la Thèse est une aventure humaine c'est qu'elle permet d'apprendre énormément sur soi et sur les autres.

J'exprime toute ma gratitude à **Cécile Delolme** et **Francis Douay** pour avoir accepté d'être les rapporteurs de cette Thèse. L'intérêt profond que vous avez porté à mon travail ont permis d'initier de nombreuses pistes de réflexion sur les résultats acquis. J'adresse également mes sincères remerciements à **Safya Menasseri**, pour avoir accepté de lire mon manuscrit de Thèse, pour l'intérêt que vous avez porté à mes travaux et la façon dont vous avez contribué aux discussions.

Je remercie vivement **Olivier Damas** et **Fabienne Muller** d'avoir accepté de lire mes travaux et de participer au jury de cette Thèse. Votre présence montre l'intérêt que vous avez pu porter aux travaux que j'ai menés durant 3 ans et qui ont alimenté les résultats du programme de recherche SITERRE soutenu par l'ADEME.

J'en profite pour remercier les membres du comité de pilotage de Thèse, à savoir : **Patrice Cannavo** qui a porté beaucoup d'intérêt pour mes travaux tout au long de ma Thèse (et ce, jusqu'à la soutenance) ; à **Liliane Jean-Soro** de l'IFSTTAR, pour les échanges que nous avons pu avoir ; **Philippe Bataillard**, merci pour toutes les discussions autour des mélangeurs, de la brique et des fameux « CNAB » ; un grand merci également à **Geoffroy Séré** pour les différentes questions, discussions et surtout tout le travail de collaboration que nous avons pu avoir durant ces 3 ans « et des poussières ». Je te remercie sincèrement pour tous ces échanges très enrichissants et constructifs qui permettent de relativiser lorsque l'on voit que beaucoup de choses ne sont pas réalisables et que beaucoup de choses restent possibles (et heureusement). Merci pour ta confiance également et ton enthousiasme.

Durant cette aventure riche de contact et de réseau, je tiens également à remercier **Pascale Chenon** pour toutes les discussions sur l'écotox et les conseils sur la culture de végétaux sur nos « substrats bizarres faits de déchets ». Merci également

pour les accueils toujours chaleureux que tu m'as réservé lors de mes venues à Colmar pour les différentes réunions et occasions. Dans la même équipe, je remercie **Mohamed Abdelghaffour, Samuel Cousy, Aline Coftier, Florimond Brun, Pierre Defrance, Benoît Grand Mougin, Michel Legret, Béatrice Béchet et Julien Subileau**, pour leur sympathie et les échanges que nous avons eu en lien avec le programme SITERRE. Je ne t'oublie pas **Sophie Guimont** et je te suis très reconnaissante pour tous les échanges que nous avons pu avoir tant par mail, lors des réunions, ou lors de moments « hors-cadre ». Je me remémorerais toujours notre grande traversée de la France en octobre 2012. Cette étape de terrain-chantier de réalisation de mélanges on ne peut dire originaux à Thorigné d'Anjou et le transport de fûts bien remplis ! Merci pour tous ces moments.



Je ne voudrais surtout pas oublier de remercier les collègues Allemands avec qui j'ai commencé l'aventure à Berlin en 2009 puis que j'ai pu retrouver en 2010, 2011 et 2012.

[Je m'excuse de passer à l'anglais pour ce paragraphe] I am very grateful to you, **Thomas Nehls** for your welcoming, for your faith in Science and especially for Soil science in anthropologic systems. You had communicated your passion of science to me during this « first internship » when I had my first contact with the bricks, a wonderful material that I really think can be one of the future. I sincerely hope the adventure is not finished yet. I am very grateful to **Gerd Wessolek** to his welcoming in the institute of the Technische Universität of Berlin during my several stays. I want to thank as well all the people that I met there and help me for my work.

[back to French]



Pour retourner aux deux laboratoires dans lesquels j'ai essentiellement travaillé, je tenais à remercier chaleureusement tous les membres de l'unité EPHOR, pour leur accueil et en particulier l'équipe technique et notamment l'aide technique de **Sylvianne, Claudie et Yvette**, vous formez à vous 3 un bon trio, bien efficace !

Je tiens à exprimer ma reconnaissance sincère à tous les membres du LSE et notamment :

Merci à **Françoise Watteau** pour ses conseils avisés sur l'agrégation, sa bienveillance, sa gentillesse et ses encouragements jusqu'à la fin de la Thèse et après...

Merci à **Sophie Leguédois** (alias **SoL**) pour les filons biblio-modelo-AMAPO-RANDO-piscino, ton aide préciseuse autour des questions de modélisation et ta sympathie.

Merci à **Adeline Bouchard** pour l'énormissime coup de main (pour ne pas dire coup de bras) pour finir toutes les expériences avant la fin de l'été (merci à Samantha au passage et merci pour les fous rires durant le dépotage des cultures).

Merci à **Stéphanie Ouvrard** pour les discussions sur les résines échangeuses et la diffusion du Phosphore.

Merci à **Pierre Leglize** pour l'expérience d'encadrement des étudiants SGE sur un projet tout aussi enthousiasmant que la Thèse : la construction de sol à partir de déchets !

Merci à **Elodie Chenot** pour ses attentions discrètes et pour les coups de main à la fin de la rédaction.

Merci à **Emile Bénizri** pour les précieux conseils en termes de culture du colza et autres astuces !

Merci à **Stéphane Colin**, pour les coups de main pour vider les fûts de 50L contenant des déchets de briques, de ballasts ou de démolition, mais également, pour les découvertes théâtrales et autres divertissements « hors cadre ».

Merci à **Jean-Claude Béguin** (alias JCB) pour les remplissages d'éthanol et pour le prêt de son étuve à extraction pour tous les tests de stabilité structurale.

Merci à **Alain Rakoto** pour les sublimes conseils d'info-hygiéno-sécurité et party times inoubliables.

Merci à **Romain Goudon** pour la partie chimie et notamment les mesures de phosphore à l'ICP sur les végétaux.

Je n'oublierais pas de citer l'équipe administrative qui a toujours été présente pour les différentes démarches. Je remercie donc **Séverine Bonnenberger**, **Sylvia L'Huillier** et **Laetitia Despouy**.

Je tenais à exprimer ma gratitude à l'équipe de Microhumus et notamment à **Gaylord Machinet** pour les observations précieuses des matériaux organiques, les analyses, les discussions et sa disponibilité imparable. Merci également à **Maxime Maire** et **Geneviève Villemin**.

Au LES, j'ai eu l'occasion d'être enrichie des implications dans les activités du GISFI. Ainsi, je tenais à remercier vivement toute la « GISFI's team » et en particulier **Lucas Charrois** et **Rémi Baldo** pour les longues séances de broyage/tamisage de mes matériaux aussi différents pouvaient-ils être : brique ballast, boues de STEP, boues de papet et compost et pour toutes les poussières aspirées... Rien n'a pu échapper à votre savoir faire ! Merci pour les fous rires lors de la mise en place des lysimètres, notamment à la lueur des projecteurs ! Merci encore pour votre réactivité, votre efficacité et votre aide, toujours avec le sourire. Merci également à **Noële Raoult**, pour les échanges, les pauses ensemble et ta sympathie.



Je tenais à remercier les différents co-bureaux co-Thèse avec lesquels, en Thèse, on partage davantage que des « bureaux », regards ou rapports : merci pour les moments d'intense travail, de réflexions lors des « fameux-SIT » (quelle belle invention qui, qui, j'espère perdurera), des pots de soutenance et soutenances de Thèse, des soirées-diners, des sorties culturelles et cinéma, des WEED (je précise qu'il n'y a vraiment aucun allusions aromatico-botanique).

En particulier, je citerais le dynamisme (ou dynamite) « du FAB » comme on dit en Lorraine, du calme et des discussions enrichissantes avec JM, de tous les moments partagés avec la douce et discrète Hermine (docteur HH), autant au labo pour tous les conseils de paillasse, que les discussions de révolution sur la dynamisation des doctorants et la super mise en place des fameux SIT (devenus SID par la suite) pour s'intéresser davantage aux travaux des autres. Mais aussi pour toutes les discussions sur un meilleur monde, engagé où tout le monde est responsable. Les voyages pour aller à l'AMAP. Merci également à Cédric, pour l'ambiance et le positivisme et son côté à raconter tout et n'importe quoi tant que cela fait rire et détend l'atmosphère !! La complicité et les pauses avec tous les autres Audrey (l'AMAP et les betteraves), Chichi (Fred, Childos), pour le film du LSE, pour les jeux

et la multitude de séances ciné, Jojo, pour ses encouragements, son enthousiasme surtout dans le dernier sprint, un grand merci pour l'accueil et les repas bien riches chez vous « à la maison » avec Dimichou qui permettaient de partager de la convivialité. Merci à Marrrie Rue, pour son énergie, les discussions enrichissantes et le relativisme et l'optimisme qu'elle m'a transmis depuis son arrivée au LSE. Merci à Robin (alias Robino), pour son calme, sa zen attitude, son aide pour la mise en place des lysimètres et le badminton. Sans oublier, Lucia (madame « keskifoo »), Sophie, Ryad (et ses pâtisseries et sa gentillesse), Nouhou, Amina, Ivan (et la préparation de l'oral), Deng Bo, Yeng Tao.

Je ne voudrais surtout pas oublier toutes les autres personnes rencontrées lors de cette aventure. Merci à Jess, Cécile et Damien pour les délires partagés de l'ex « LIMOS ».

La team « stagiaires » 2013 qui été magique (Yanou, Marrrie, Benny, Momo) et tous les stagiaires qui m'ont donné de bons coups de main en 2012 et 2013 : merci à Axel, Lydia, Manon, Maha et Bouthaina.



Merci à tous mes amis, de n'avoir cessé de me demander et re-demander « et c'est sur quoi ta Thèse déjà ? » me permettant d'améliorer, de peaufiner mon discours et de me rendre compte que c'était bien Ma Thèse, Mon projet, Mon bébé ! Merci aussi à tous, pour la pression de la fin et les questions du type « et tu la soutiens quand alors la Thèse ? », permettant de réaliser que vous étiez plusieurs à me suivre... Des pensées à ma Lyly, Jéjé, Rainbow, Némoo pour la team d'avant-Thèse. Et qui m'ont suivie de près et de loin durant cette aventure.

Merci à ceux qui ont partagé mon quotidien, de près ou de loin, dans les bons mais aussi les moins bons moments (Krikri à la coloc). Spéciale dédicace à « mon pote Nico », ou plutôt désormais surnommé Nicolas Tarsida Ouédraogo qui est encore dans la traversée et qui tient le bon bout ! Et à sa chère et tendre Flo, merci pour tous les échanges, drôles, moins drôles, constructifs, furtifs ou évasifs !

Merci aux belles rencontres.

Nadège d'avoir apporté beaucoup de soleil lors de la dernière année et pour les coups-durs. Merci d'avoir été ma source de ressource, mon souffle d'inspiration, mon

réservoir d'énergie et d'envie. De m'avoir secoué quand nécessaire. Force et Honneur (et volupté) loin et bien au-delà !! Et surtout vive la liberté ! Merci pour les diners philosophiques et évasifs ou encore pour tous les picnic et les évasions artistiques tant en danse, en improvisation-vocale (avec Delphine Berthod !) ou encore en théâtre et stage de clown et de danse. Je n'oublierais pas aussi Anna, Niobé et Edith. Delph, pour l'expérience d'impro-vocale qui a été magique, révélatrice et enrichissante.

Ophélie « ça va le faire » et les délires en danse, en répétition, en repas ou pauses tisanes et chocolat chaud ! Baptisto d'avoir été là, à sa façon, même loin, sur son île et surtout pour les échanges instructifs sur l'agrégation des briques des mélanges briques/compost et j'en passe ! Merci à Léo d'avoir pris des nouvelles pour savoir « où en était cette Thèse » ! Fabien et le Canigou, pour le souffle montagnard et le ressourcement auxquels ils ont contribué. Merci également à Maurice Picco et sa ferme « du repos ».



Pour terminer je tenais à exprimer ma profonde reconnaissance à mes proches. Merci à ma famille, à mes parents pour leur soutien, leurs encouragements et leur confiance en toutes circonstances. Mon père, par delà les mers et les océans, par des mails, textos appels et autres moyens de communications. Ma mère, pour sa présence au plus près, ses petites attentions qui ont fait THE big difference. A ma sœur Esma pour ses critiques, ses pics et ses claques qui m'ont parfois permis de me secouer et me surpasser. A mon coach, mon petit frère, Moundji, merci pour les entraînements d'athlétisme, les conseils pour l'endurance, le dépassement de soi, conseils qui sont tout à fait appliqués au travail de sprint endurant de la dernière année de Thèse. Présent, à ta façon, dans un coin, discret, mais bien là. Merci pour ta foi en moi.

A ma grand-mère, qui nous a quitté récemment, Mima, je te dédicace cette Thèse elle est pour toi.

Préambule

Cette Thèse s'inscrit dans les thématiques de recherche de l'équipe «Fonctionnement et évolution des sols très anthropisés - Technosols» du Laboratoire Sols et Environnement (UMR 1120 Université de Lorraine-INRA), et dans celle du Laboratoire Environnement Physique de la plante Horticole (UPSP, Agro-Campus-Ouest Angers). Plus largement, les travaux de Thèse se sont insérés dans le programme de recherche **SITERRE** (Procédé de construction de Sols à partir de matériaux Innovants en substitution à la TERRE végétale et aux granulats de carrière) (2011-2015) financé par l'ADEME et qui regroupe 10 partenaires publics et privés. L'objectif de ce programme de recherche est de raisonner la construction de sols à partir d'une combinaison de déchets et sous-produits afin de créer un support fertile de végétation. Les sols résultant de l'assemblage de matériaux choisis sont qualifiés de **Technosols construits** et permettent la valorisation des déchets et l'économie de matériaux terreux naturels et de matière organiques « nobles » habituellement mis en œuvre pour la requalification de sites dégradés. Ainsi, les travaux de Thèse prendront comme modèle d'étude de Technosols, des sols construits à partir des matériaux et sous-produits choisis dans le programme SITERRE. La Thèse s'intègre également dans la stratégie scientifique du **GISFI** (Groupement d'Intérêt Scientifique sur les Friches Industrielles ; <http://www.gisfi.fr>), notamment en ce qui concerne la protection et la remédiation des sites et sols dégradés qui fait en partie appel au génie pédologique et à la construction de sols, composantes du génie écologique. La Thèse a ainsi bénéficié de l'adossement scientifique et industriel pluridisciplinaire du GISFI (en particulier sur la station expérimentale située à Homécourt (54)).

Les travaux de Thèse ont également contribué à une collaboration internationale (programme **PHC PROCOPE**) avec Berlin (Technische Universität) en Allemagne sur la problématique du stockage et de la phytodisponibilité du phosphore en Technosols urbains, dans un objectif de phyto-P-mining.

De façon moins directe, les travaux de Thèse sont impliqués dans le Pari scientifique de l'INRA intitulé NUMERISOL, autour du développement de modèles ou modules

de simulation numérique du fonctionnement des sols et de l'interface sol-plante sur une plateforme de modélisation commune de l'INRA : Sol Virtuel.

Les travaux ont été soutenus par l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie).

Table des matières

Préambule	3
Table des figures.....	11
Table des tableaux.....	19
Introduction.....	23
I. Chapitre 1 : Etat de l'art	28
1. <i>Les sols urbains</i>	<i>30</i>
1.1. Fonctions et services assurés par les sols.....	32
1.2. Définitions et classifications des sols urbains	34
1.3. Propriétés physico-chimiques des Technosols construits.....	35
1.4. Conclusion partielle.....	37
2. <i>Construction de Technosols fertiles et utilisation de déchets et sous-produits urbains.....</i>	<i>38</i>
2.1. Les techniques historiques de construction de sols.....	38
2.2. Les matériaux nouveaux à développer dans les Technosols construits.....	39
2.3. Théorie des mélanges et conséquences sur les propriétés des Technosols construits	41
3. <i>Les processus précoces de formation des Technosols à l'origine de leur fertilité physico-chimique.....</i>	<i>42</i>
3.1. Les propriétés des Technosols liées à leur fertilité physico-chimique	43
3.2. L'agrégation dans les Technosols construits	43
3.3. La réactivité chimique et le transfert de phosphore (P) dans les Technosols construits.....	49
3.4. Conclusion partielle.....	52
4. <i>Conclusion</i>	<i>52</i>
5. <i>Questions et objectifs scientifiques.....</i>	<i>53</i>
II. Chapitre 2 : Proposition d'une méthode de sélection des déchets constitutifs d'un Technosol construit ...	57
1. <i>Définitions et terminologie utilisées</i>	<i>59</i>
1.1. Déchet	59
1.2. Matériau technogénique.....	59
1.3. Substrat	59
2. <i>La première liste de déchets éligibles</i>	<i>60</i>
2.1. Les premiers filtres de sélection.....	60

2.2.	La notation 0/1	61
3.	<i>L'évaluation des déchets éligibles par une étude bibliographique qualitative</i>	63
3.1.	Fertilité	64
3.2.	Propriétés physiques et mécaniques	66
4.	<i>Typologie des matériaux pour le choix de matériaux modèles</i>	70
4.1.	Typologie des matériaux	73
4.2.	Prise en compte des gisements de matériaux et de leur disponibilité	75
5.	<i>Synthèse de la méthode de sélection</i>	76
6.	<i>Conclusion</i>	78
III. Chapitre 3 : Comment construire des sols fertiles à partir de déchets ? Formulation de mélanges fertiles 81		
1.	<i>Matériels et méthodes</i>	83
1.1.	Echantillonnage et description des matériaux	83
1.2.	Les méthodes de caractérisation des matériaux	86
1.3.	Méthodes de sélection et de formulation des mélanges	95
2.	<i>Résultats</i>	100
2.1.	Description des matériaux	100
2.2.	Caractérisation de la fertilité	105
2.1.	Modélisation des propriétés des mélanges	119
3.	<i>Discussion</i>	123
3.1.	Caractéristiques et proposition d'une typologie des matériaux individuels	123
3.2.	Hétérogénéité des matériaux et procédé de mélange	124
3.3.	Assimilation des mélanges de matériaux à un sol fertile	125
4.	<i>Conclusion du chapitre 3</i>	126
IV. Chapitre 4 : Etude dynamique de l'agrégation et de la disponibilité du phosphore dans les mélanges.. 128		
1.	<i>Matériels et Méthodes</i>	130
1.1.	Matériels	130
1.2.	Méthodes d'étude des mélanges au cours du temps	133
2.	<i>Résultats</i>	143
2.1.	Evolution du processus d'agrégation dans l'horizon de croissance d'un Technosol construit sous l'influence de différents facteurs	143
2.2.	Evolution des transferts d'éléments nutritifs du solide vers la solution du sol sous l'influence de différents facteurs	166

3.	<i>Conclusion du chapitre 4</i>	186
V. Chapitre 5 : Interactions entre le processus d'agrégation et les transferts d'éléments des mélanges de matériaux technogéniques vers la solution		
189		
1.	<i>Matériels et méthodes</i>	191
1.1.	Caractérisation des matières organiques constitutives des mélanges	191
1.2.	Analyses du transfert d'éléments nutritifs des mélanges vers la plante via le système poral....	194
1.3.	Analyses statistiques	197
1.4.	Bilan des analyses réalisées en fonction des expériences	197
2.	<i>Résultats</i>	199
2.1.	Etude des interactions entre l'agrégation et la disponibilité du P	199
2.2.	Impact de la nature de la matière organique sur le processus d'agrégation et sur la libération d'éléments nutritifs	203
2.3.	Statut nutritionnel des mélanges avant et après culture.....	213
2.4.	Transferts du P du compartiment « mélange » vers la plante	218
2.5.	L'espace poral, un lieu de transfert d'éléments.....	224
3.	<i>Conclusion du chapitre 5</i>	232
VI. Chapitre 6 : Synthèse des résultats et Discussion générale		
235		
1.	<i>Apport de connaissances à la définition des Technosols construits</i>	236
2.	<i>Contribution à la compréhension des processus pédogénétiques au sein des Technosols</i>	239
2.1.	Agrégation dans les Technosols construits	240
2.2.	Libération d'éléments nutritifs (P) dans les Technosols.....	247
3.	<i>Apports à la compréhension de la fertilité physico-chimique des Technosols</i>	252
3.1.	Identification d'une typologie de matériaux technogéniques en fonction de leurs fertilité physico-chimique.....	252
3.2.	Fonctionnement et évolution des Technosols construits	253
4.	<i>Outils d'étude de la fertilité des Technosols construits</i>	254
4.1.	Adaptabilité des moyens analytiques et des techniques d'observation	254
4.2.	Les indicateurs de fertilité des Technosols construits.....	257
4.3.	Validation des méthodes d'analyse	257
VII. Chapitre 7 : Applications en génie pédologique pour l'optimisation de procédés de construction de sols et de filières de production de biomasse		
260		
1.	<i>Applications en génie pédologique en termes de gestion et de valorisation des déchets</i>	261

1.1.	Recyclage de déchets et conservation du patrimoine pédologique	261
1.2.	Le Technosol construit à partir de déchets et sous-produits : une nouvelle ressource fertile ?	263
2.	<i>Applications et contributions au génie pédologique</i>	264
2.1.	Généricité des méthodes	264
2.2.	Modèle conceptuel développé.....	265
2.3.	Prmiers pas vers l'élaboration d'un outil d'aide à la décision.....	269
2.4.	Optimisation du modèle décisionnel et perspectives de développement.....	270
3.	<i>Génie pédologique et phyto-P-mining</i>	272
3.1.	Approche de phyto-P-mining	272
3.2.	Problématique de raréfaction du P et intérêt du phyto-P-mining	274
3.3.	Les apports des travaux menés sur le concept de phyto-P-mining.....	275
3.4.	Perspectives	276
Conclusion et perspectives		279
Annexes		284
Annexe I		285
Annexe II		287
Annexe III		290
Annexe IV		296
Annexe V		299
Annexe VI		304
Annexe VII		305
Bibliographie		306
Résumé		318
Abstract		319

Table des figures

Figure I-1 : évolution des espaces de verdure entre le XIX ^{ème} et le XXI ^{ème} siècle.....	30
Figure I-2 : anthropisation des sols et urbanisation (d'après Morel <i>et al.</i> , 1999).....	31
Figure I-3 : schéma des différentes couronnes urbaines en fonction du degré de végétalisation (d'après Clergeau, Marzluff, 2010).....	32
Figure I-4 : cycle du Phosphore à travers le système global de production et de consommation indiquant les usages, les pertes et les recirculations de P à chaque étape du processus. 1 : pertes issues de mines ; 2 : pertes issues des distributions ; 3 : pertes dues à l'érosion, 4 : pertes dues aux cultures ; 5 : pertes d'après récolte ; 6 : pertes dues à la chaîne alimentaire ; 7 : boues traitées ou non traitées. (d'après Cordell <i>et al.</i> , 2009).....	33
Figure I-5 : choix de terminologie pour désigner le sol urbain pris comme modèle d'étude..	35
Figure I-6 : Schéma d'organisation hiérarchique de la structure des sols de Tisdal et Oades (1982) adapté par Calvet (2003). A chaque taille d'agrégat est associé un type spécifique de matière organique du sol qui stabilise la structure.	46
Figure I-7 : facteurs affectant la stabilité des agrégats (d'après Amézketa, 1999).....	47
Figure I-8 : principaux processus physico-chimiques et biologiques qui contrôlent la libération du P dans les sols.....	50
Figure I-9 : spéciation des ions orthophosphates (exprimés en fraction molaire du P total) en solution en fonction du pH (d'après Hinsinger, 2001).....	51
Figure I-10 : Schéma expliquant la démarche suivie pour répondre aux questions scientifiques	55
Figure II-1 : démarche du chapitre 2 dans la partie 2 de la Thèse	58
Figure II-2 : représentation en diagrammes en radars, pour les 27 matériaux sélectionnés, des paramètres de fertilité (carbone organique (Corg), azote total (Ntot), capacité d'échange cationique (CEC), phosphore disponible (POIsen), pH (pHeau) et des paramètres de propriétés physiques et mécaniques (portance (CBR), masse volumique apparente (MVA), perméabilité à saturation en eau (Ks), granulométrie), évalués à l'issue de la synthèse bibliographique qualitative	71
Figure II-3 : dendrogramme représentant le classement des 27 déchets sélectionnés en familles selon les notes obtenues pour les paramètres de fertilité et de propriétés physiques et mécaniques.....	74
Figure II-4 : schéma de synthèse de la démarche globale de sélection des 10 matériaux modèles pour la construction de sols.....	76

Figure III-1 : démarche des travaux menés, Chapitre 3	82
Figure III-2 : schématisation de la technique d'échantillonnage réalisée sur le terrain	84
Figure III-3 : illustration de la technique de quartage permettant d'aboutir à la taille de lot souhaitée.....	85
Figure III-4 : illustration du dispositif de mesure de masse volumique apparente correspondant à la norme NF EN 13041	87
Figure III-5 : protocole de la mesure de la masse volumique réelle des particules à l'aide d'un pycnomètre.....	88
Figure III-6 : illustration de la mesure de la densité réelle des sous-produits papetier dans de l'eau dans des pycnomètres	89
Figure III-7 : illustration de la mesure de la conductivité hydraulique à saturation du compost à l'aide d'un infiltromètre à minidisque	90
Figure III-8 : schématisation de la conceptualisation des modèles recherchés	97
Figure III-9 : photographies des matériaux bruts lors de la phase d'échantillonnage. (a) compost, (b) boues de station d'épuration, (c) déchets verts (d) déchets de balayage de rues, (e) sous-produits papetiers, (f) béton, (g) déchets du bâtiment, (h) déchets de briques, (i) ballasts, (j) terre d'excavation basique, (k) terre d'excavation acide. Echelle 20 cm	101
Figure III-10 : illustration du dispositif de mesure de masse volumique apparent selon le protocole adapté.....	107
Figure III-11 : répartition granulométrique au sein des matériaux avec BA correspondant au ballast, BE, au béton, BR aux briques, CO au compost, DB au déchets du bâtiment, DR aux déchets de rue, DV aux déchets verts, TA à la terre d'excavation acide et TB à la terre d'excavation basique.....	109
Figure III-12 : analyse en composantes principales pour 7 paramètres pH, MVA, N_{tot} , C_{tot} , CEC, P_{Olsen} (ces deux points étant confondus), teneur en eau à pF 2 et pour 9 matériaux : le ballast (BA), le béton (BE), les briques (BR), le compost (CO), les déchets du bâtiment (DB), les déchets de rue (DR), les déchets verts (DV), les sous produits papetiers (SP) et la terre basique (TB), les points extrêmes correspondant aux boues de STEP (BS) et à la terre acide (TA) étant exclus.	110
Figure III-13 : caractéristiques physico-chimiques des 75 mélanges de matériaux représentées sous forme de boxplots.....	113
Figure III-14 : régressions linéaires doses-réponses pour C_{tot} (a, b et c) et pour P_{Olsen} (d, e, f), respectivement pour des mélanges binaires et ternaires de type « déchets minéral/déchets organique » (M/O) (a et d) ; des mélanges binaires de type « déchets terreux/déchets organiques » (T / O) (b et e) et des mélanges binaires de type « déchet terreux/déchets minéraux » (T/ M) (c et f)	116

Figure III-15 : régressions linéaires doses-réponses pour la CEC (a, b et c) et pour le pH (d, e, f), respectivement pour des mélanges binaires et ternaires de type « déchets minéral/déchets organique » (M/O) (a et d) ; des mélanges binaires de type « déchets terreux/déchets organiques » (T / O) (b et e) et des mélanges binaires de type « déchet terreux/déchets minéraux » (T/ M) (c et f).....	117
Figure III-16 : régressions linéaires doses-réponses pour la capacité de rétention en eau à -10 kPa (TE) (a, b et c) et pour la masse volumique apparente (MVA) (d, e, f), respectivement pour des mélanges binaires et ternaires de type « déchets minéral/déchets organique » (M/O) (a et d) ; des mélanges binaires de type « déchets terreux/déchets organiques » (T / O) (b et e) et des mélanges binaires de type « déchet terreux/déchets minéraux » (T/ M) (c et f).....	118
Figure III-17 : régressions linéaires correspondant à l'étape de validation : comparaison entre les valeurs modélisées (mod.) et les valeurs obtenues au laboratoire (exp.) pour les paramètres C_{tot} (a), POlsen (b) , CEC (c), pH (d), la teneur en eau à -10 kPa (e) et la masse volumique apparente (f), les coefficients de corrélation obtenus pour chaque paramètre C_{tot} , POlsen, CEC, pH, TE et MVA sont de respectivement 0,6 ; 0,72 ; 0,88 ; 0,1 ; 0,93 et 0,95	122
Figure IV-1 : démarche de l'étude, chapitre 4	129
Figure IV-2 : étapes de réalisation des mélanges, cas du mélange brique/déchets verts....	131
Figure IV-3 : photographie du dispositif d'expérience d'incubation en conditions contrôlées	134
Figure IV-4 : schéma d'un vase de végétation	138
Figure IV-5 : détail de la randomisation en blocs des vases de végétation dans la chambre de culture - culture de raygrass (RG), colza (CZ) et les sols nus (SN).....	139
Figure IV-6 : influence de la nature de la matière organique (DV vs CO) sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats entre 3,15 et 5 mm après les 3 tests de stabilité structurale : réhumectation rapide (Test 1), désagrégation mécanique (Test 2), réhumectation lente (Test 3) et la moyenne des trois tests, après 16 (a), 32 (b), 64 (c), 78 (d) et 92 jours (e) d'incubation à 28 °C, les lettres A et B montrent les différences statistiques entre les deux types de mélanges TA/DV et TA/CO	145
Figure IV-7 : influence de la nature de la matière organique (DV vs CO) sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats entre 3,15 et 5 mm ayant subit trois tests: réhumectation rapide (test 1), désagrégation mécanique (test 2), réhumectation lente (test 3) et la moyenne des trois tests après une expérience de 1(a) , 2(b), 4(c) et 8(d) cycles de dessiccation/humectation et le témoin humide pendant 64 jours (e), les lettres A et B montrent les différences statistiques entre les deux types de mélanges TA/DV et TA/CO..	146

Figure IV-8 : influence de la nature de la matière organique (DV vs CO) sur le diamètre moyen pondéré (mm) d'échantillons ayant subis le test de réhumectation lente (Le Bissonnais, 1996), après application des modalités de sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et culture de Colza (CZ) durant 55 jours, les lettres A et B montrent les différences statistiques entre les deux types de mélanges TA/DV et TA/CO	147
Figure IV-9 : influence de la nature et la quantité de matériau minéral apporté en mélange avec DV sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats, comparaison des mélanges TA/DV et BR/DV, lors de l'expérience de culture, pour les modalités sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et de colza (CZ) durant 55 jours	150
Figure IV-10 : influence de la taille des particules de TA (0,5 et 2mm) mises en mélange avec DV sur le diamètre moyen pondéré des mélanges TA/DV (a) et TA/CO (b) (moyenne des trois tests) après incubation à 28 °C	151
Figure IV-11 : influence de l'incubation à 28°C sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats 3.15-5 mm au cours de l'expérience d'incubation des mélanges TA/DV 2mm (a), TA/CO 2 mm (b), durant 92 jours à 28 °C, test de réhumectation lente, composant le test de stabilité structurale (selon Le Bissonnais, 1996)	152
Figure IV-12 : influence de cycles d'humectation/dessiccation sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats 3,15-5 mm après une alternance de 1, 2, 4 et 8 cycles d'humectation/dessiccation et le témoin humide (H) des mélanges TA/DV (a), TA/CO (b, résultats du test de réhumectation lente (selon Le Bissonnais, 1996).....	153
Figure IV-13 : influence du facteur biologique sur le diamètre moyen (MWD) (mm) des agrégats du sol témoin (Témoin) et des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV après les modalités de sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et celle de colza (CZ) durant 55 jours, les lettres A, B et C montrent des différences statistiques entre les différents types de substrats témoin, TA/DV, TA/CO et BR/DV	155
Figure IV-14 : influence des différentes modalités de culture sur le diamètre pondéré moyen	156
Figure IV-15 : comparaison de l'effet des différentes expériences sur la stabilité des agrégats des mélanges TA/DV et TA/CO après 64 jours d'incubation (64 jours), 8 cycles d'humectation/dessiccation (HD) et 55 jours de culture en sol nu (SN), les lettres indiquent des différences statistiquement significatives	158
Figure IV-16 : champignons (flèche rouge) présents à la surface d'un pot de mélange TA/DV de la modalité "culture de raygrass", l'échelle marquée correspond à 5 cm.....	165
Figure IV-17 : influence de la nature de la matière organique (CO ou DV) sur le phosphore disponible (P_{Olsen}) au cours de l'expérience d'incubation de 92 jours des mélanges TA/DV,	

Table des figures

TA/CO, BR/DV et BR/CO, les lettres indiquent des différences significatives entre les 4 mélanges à chaque t.....	167
Figure IV-18 : évolution du pH des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO lors de l'expérience d'incubation de 92 jours, la ligne en pointillée indique une ligne de séparation de comportement entre les matériaux impliquant DV (partie supérieure) et les matériaux impliquant CO (partie inférieure).....	168
Figure IV-19 : influence de la nature de la matière organique sur le phosphore disponible (P_{Olsen}) des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO au cours de l'expérience d'alternance de cycles HD à l'issue de 0 C0, 1 (C1), 2 (C2) 4 (C4) et 8 (C8) cycles et de l'échantillons maintenu humide.....	169
Figure IV-20 : influence de la nature de la matière organique sur le P disponible (P_{Olsen}) après l'expérience de culture selon les modalités sol nu (SN), culture de raygrass (RG) ou de colza (CZ) pour les mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO, les lettres A, B, C et D indiquent des différences significatives démontrées par les contrastes de Tukey (p -value < 0,05) pour des valeurs croissantes de concentrations, les lettres A, B, C et D indiquent des différences significatives.....	169
Figure IV-21 : influence de la taille des particules des matériaux minéraux incorporés en mélanges sur le P disponible (P_{Olsen}) lors de l'expérience d'incubation pour les mélanges TA/DV (a), TA/Co (b), BR/DV (c) et BR/CO (d), les lettres majuscules/minuscules indiquent des différences significatives liées à la taille des particules minérales et les lettres différentes des différences significatives entre différents temps de mesure.....	171
Figure IV-22 : influence du temps sur le P disponible (P_{Olsen}) lors d'une incubation à température constante (28 °C) et humidité constante pour les mélanges TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c) et BR/CO (d).....	174
Figure IV-23 : influence de variations d'humidité sur le P disponible des mélanges TA/DV (a), TA/CO (b) BR/DV (c) et BR/CO (d). Les mesures ont été réalisées à l'état initial et à l'issue de 1 (C1), 2 (C2), 4 (C4) et 8 (C8) cycles HD et pour un témoin maintenu humide (H) tout au long de l'expérience.....	176
Figure IV-24 : influence du facteur biologique sur le P_{Olsen} après les modalités sol nu (SN), cultures de raygrass (RG) et de colza (CZ) pour les mélanges BR/CO (a), BR/DV (b), TA/CO (c), TA/DV (d) et le sol témoin (e) durant 55 jours, les indicateurs A, B indiquant des différences significatives.....	179
Figure IV-25 : influence de l'incubation (64 jours) ; de 8 cycles d'humectation/dessiccation (C8 HD).....	181

Figure IV-26 : schéma de synthèse des résultats de l'impact des facteurs pédogénétiques sur la qualité chimique de l'horizon de surface d'un Technosol construit et en particulier sur le P disponible.....	187
Figure V-1 : démarche d'étude du Chapitre 5.....	190
Figure V-2 : cellule d'incubation des échantillons de mélanges et de produits minéralisés	192
Figure V-3 : bilan des dispositifs expérimentaux et des analyses associées.....	198
Figure V-4 : analyse en composantes principales des différents paramètres caractérisant la fertilité physico-chimique des mélanges TA/DV (losanges), BR/DV (triangles), BR/CO (cercles), TA/CO (carrés) et sol agricole témoin (croix) ; 5 variables et 15 observations....	201
Figure V-5 : courbe de minéralisation du compost seul et des mélanges TA/CO, BR/CO et TA/DV durant 187 jours, exprimé en carbone minéralisé C-CO ₂ par rapport au carbone organique total initial	203
Figure V-6 : évolution du rapport de carbone microbien (C _{mic}) sur le carbone total (C _{tot}) (g.kg ⁻¹)	206
Figure V-7 : régression linéaire de MWD= f(biomasse microbienne) pour chaque mélange TA/DV et TA/CO avec les données obtenues à l'issue de l'expérience d'alternance de cycles HD.....	207
Figure V-8 : analyse en composantes principales sur 7 paramètres (pH, C _{tot} , N _{tot} , P _{Olsen} , teneur en matières organiques (MO), biomasse microbienne et MWD) pour les mélanges TA/DV (triangles verts) et TA/CO (carrés rouges) ayant subis les alternances de cycles HD	208
Figure V-9 : régressions linéaires de biomasse microbienne=f(pH) pour les mélanges TA/DV (triangles verts) et TA/CO (carrés rouges) avec les données obtenues à l'issue de l'expérience d'alternance de cycles HD.....	209
Figure V-10 : régressions linéaires de biomasse microbienne=f(P _{Olsen}) pour les mélanges TA/DV (triangles verts) et TA/CO (carrés rouges) avec les données obtenues à l'issue de l'expérience d'alternance de cycles HD	209
Figure V-11 : spores de bactéries dans l'enrobage des résidus ligneux (flèches jaunes), l'échelle graphique indiquée dans le coin en bas à gauche correspond à 2 µm.....	210
Figure V-12 : bactéries (flèches jaunes) et champignons (flèches rouges) identifiés dans le DV au MET, les échelles marquées en rouge dans le coin en bas à gauche de chaque image correspond à 2 µm.....	211
Figure V-13 : analyse en composantes principales (ACP) des paramètres mesurés du statut de fertilités chimique (pH, C _{tot} , N _{tot} , P _{Olsen}) et physique (MWD) et des biomasses sèches produites après 55 jours de cultures de ray gras (RG) et de colza (CZ) et pour la modalité sol nu (SN).....	214

Table des figures

Figure V-14 : biomasse aérienne de ray-grass (RG) et de colza (CZ) produite en g de matière fraîche (MF) après 55 jours de culture en conditions contrôlées	217
Figure V-15 : évolution du pH des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO entre t_0 et 55 jours en absence de plante (SN) en conditions contrôlées	219
Figure V-16 : représentation de la proportion de P_{Olsen} par rapport au P_{tot} des mélanges TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c) et BR/CO (d) indiquées en $g.kg^{-1}$ à l'état initial t_0	220
Figure V-17 : concentration du P ($g.kg^{-1}$) dans les parties aériennes de ray gras (RG) et de colza (CZ) cultivés durant 55 jours sur les mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV, BR/CO et le sol agricole témoin (Témoin), les lettres indiquent les individus qui présentent des différences significatives pour chaque modalité RG et CZ	221
Figure V-18 : concentrations en P dans les parties aériennes (P_{ac}) de ray gras (RG) et de colza (CZ) après 55 jours de culture par rapport au P total (P_{tot}) présent au départ dans les mélanges.....	222
Figure V-19 : distribution des volumes des pores par classes de rayon équivalent pour les 4 mélanges testés TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c), et BR/CO (d) à 0 C0), 1 (C1), 2 (C2), 4 (C4) et 8 cycles (C8) et pour le témoin maintenu humide (H) à l'issue de l'expérience HD.	228
Figure V-20 : évolution de la distribution des agrégats inférieurs à 0,05 mm, 0,05-0,2 ; 0,2-0,5 ; 0,5-1 ; 1-2, 2-3,15 et supérieurs à 3,15 mm formés dans les mélanges TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c) et BR/CO (d) entre l'état initial et l'échantillon témoin humide (H) durant 56 jours (H-C0), entre l'état initial et le cycle 2, entre les cycles HD 4 et 8, 2 et 4...	231
Figure VI-1 : schéma de synthèse sur l'impact des différents facteurs pédogénétiques sur le processus d'agrégation dans les Technosols construits à partir de déchets dans les premiers stades de formation et d'évolution. Les numéros en noir indiquent l'ordre hiérarchique de l'effet des facteurs sur la qualité physique du Technosol.....	239
Figure VI-2 : schéma conceptuel présentant l'évolution possible de la stabilité des agrégats dans les Technosols construits dans des conditions optimales non limitantes en eau et en oxygène	246
Figure VI-3 : schéma de synthèse présentant les résultats acquis sur l'impact des différents facteurs pédogénétiques sur la qualité chimique des Technosols construits à partir de déchets dans les premiers stades de formation et d'évolution. Les numéros en noir indiquent la hiérarchisation des facteurs sur la qualité chimique du Technosol.....	247
Figure VI-4 : bilan de l'impact des facteurs climatique, anthropique et biologique sur le statut du P_{Olsen} dans les Technosols construits intégrant une MO au potentiel fort de dégradation (trait plein) et une MO stable (trait pointillés).....	251
Figure VII-1 : démarche méthodologique suivie afin d'aboutir à un raisonnement générique de construction de sol.....	265

Figure VII-2 : structure conceptuelle du modèle décisionnel de construction de Technosols fertiles à partir de déchets et sous-produits. En bleu les modules amendés par le biais du programme SITERRE, en orange les modules construits grâce aux résultats acquis durant les travaux de Thèse, les flèches vertes indiquent les éléments qui permettront d'optimiser des modules, modifié d'après Pey (2010).....	268
Figure VII-3 : schéma présentant la stratégie de phyto-P-mining associé au génie pédologique.....	273
Figure VII-4 : problématique des ressources en P et voies de récupération du P en zones urbaines	275
<i>Figure 5</i> : Dispositif expérimental de mesure de masse volumique apparente avec « tassement reproductible »	289
Figure 6 : Principe de la méthode de mesure du P échangeable à l'aide de résine échangeuses anioniques.....	291
Figure 7 : régressions linéaires des concentrations en P disponible mesurées à l'aide de deux techniques différentes : celle des membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et celle d'extraction chimique (P_{Olsen}) mesurées en $g.kg^{-1}$ pour les matériaux de la classe A, peu riches en P	294
Figure 8 : régressions linéaires des concentrations en P disponible mesurées à l'aide de deux techniques différentes : celle des membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et celle d'extraction chimique (P_{Olsen}) mesurées en $g.kg^{-1}$ pour les matériaux de la classe B, riches en P.....	295

Table des tableaux

Tableau I-1 : propriétés biologiques, chimiques et physiques influencées par la structure du sol (adapté de (Díaz-Zorita et al. 2002)	44
Tableau II-1 : liste des 27 déchets de matériaux potentiels à l'issue de l'étape 2 de sélection	62
Tableau II-2 : liste des paramètres utilisés pour l'étude bibliographique	63
Tableau II-3 : propriétés agronomiques des matériaux - grille de correspondance entre les gammes de valeurs des paramètres choisis et les notes attribuées aux matériaux à l'issue de la synthèse bibliographique qualitative	68
Tableau II-4 : propriétés physiques et mécaniques - grille de correspondance entre les gammes de valeurs des paramètres choisis et les notes attribuées aux matériaux à l'issue de la synthèse bibliographique qualitative	68
Tableau II-5 : matrice des notations des 27 matériaux sélectionnés selon les grilles de notes (valeurs croissantes allant de 0 à 3, le chiffre 3 correspondant à la note la plus favorable) ..	69
Tableau III-1 : mélanges testés pour chaque type de déchet, avec le ballast (BA), le béton (BE), les briques (BR), les boues de STEP (BS), le compost (CO), les déchets du bâtiment (DB), les déchets de balayage de rue (DR), les déchets verts (DV), les sous produits papetiers (SP), les terres d'excavation acide (TA) et basique (TB), le mélange BA/DR/CO ayant été réalisé aux trois ratios volumiques suivants 70/10/20, 50/30/20 et 30/50/20.	96
Tableau III-2 : Ratio volumique (%) des matériaux introduits dans les mélanges ternaires cité ci-dessus	96
Tableau III-3 : caractéristiques agronomiques des matériaux organiques ré-apprivoisonnés pour la 2 ^{ème} phase de modélisation, le compost (CO _b), les boues de STEP (BS _b), les déchets verts (DV _b) et les déchets de balayage de rue (DR _b), concentrations en azote total (N _{tot}), carbone total (C _{tot}), P disponible (P _{Olsen}), capacité d'échange cationique (CEC), le pH, la teneur en eau à pF2 et la masse volumique apparente (MVA)	99
Tableau III-4 : présentation des caractéristiques visibles des matériaux après observations	103
Tableau III-5 : propriétés agronomiques des matériaux seuls, les matériaux de nature essentiellement organiques sont grisés dans le tableau	106
Tableau III-6 : propriétés physiques et hydriques des matériaux	108

Tableau III-7 : coefficients utilisés pour la modélisation de la masse volumique apparent (MVA) des mélanges, pour chaque matériau CO, BE, BS, DV, SP, DR, TA, TB, DB, BR et BA	119
Tableau IV-1 : récapitulatif des mélanges utilisés dans les expériences et de leur composition massique (sechés à 105°C).....	130
Tableau IV-2 : principales caractéristiques agronomiques des matériaux à l'état initial, avant mélange	132
Tableau IV-3 : calcul des quantités d'azotes nécessaires pour que ce facteur ne soit pas limitant dans les expériences d'incubation.....	134
Tableau IV-4 : succession des cycles dessiccation (D) /humectation (H) lors de l'expérience, les pointillés indiquent après quels cycles les analyses ont été réalisées, soit après 0, 1, 2, 4 et 8 cycles	137
Tableau IV-5 : caractéristiques agronomiques du sol agricole témoin utilisé dans l'expérience de culture.....	137
Tableau IV-6 : masse préparée par mélange testé en culture	138
Tableau IV-7 : principe des tests de stabilité structurale et mécanismes testés (d'après Le Bissonnais, 1989 et 1996)	140
Tableau IV-8 : bilan des agrégats 3,15-5 mm formés au cours des expériences pour chaque mélange, X indique qu'il y a eu au moins 15 g d'agrégats formés pour la réalisation des mesures de stabilité, X* correspond à des quantités plus faibles permettant la réalisation d'une partie des tests mais sans répétitions suffisantes, les mélanges terre acide/compost (TA/CO) ; terre acide/déchets verts (TA/DV), brique/compost (BR/CO), brique/déchets verts (BR/DV) avec C1, C2, C4, C8 correspondant aux cycles humectation/dessiccation (HD) et les modalités sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et de colza (CZ).....	143
Tableau IV-9 : classes de diamètres moyens pondérés (mm) obtenus pour chacune des expériences pour les mélanges TA/DV et TA/CO	147
Tableau IV-10 : classes de stabilité en fonction des valeurs du diamètre moyen pondéré (MWD) calculés d'après les résultats du test de mesure de la stabilité structurale proposé par Le Bissonnais (1996).....	148
Tableau IV-11 : récapitulatif des différents effets des facteurs internes et externes sur le processus d'agrégation testés sur les mélanges de matériaux, les + correspondent à la présence d'un effet, 0 à l'absence d'effet, s.n. indique quand l'effet n'est pas statistiquement significatif, n.t. correspond aux mélanges qui n'ont pas pu être testés en raison de la faible quantité d'agrégats récupérés	160
Tableau IV-12 : stades d'évolution pour lesquels un effet significatif de la MO est observé dans chacune des modalités expérimentales	172

Tableau IV-13 : stades d'évolution au cours de l'incubation des mélanges à 28 °C pour lesquels un effet significatif de la taille des particules du matériau minéral est observé.....	172
Tableau IV-14 : évolution du pH des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV, BR/CO et du sol témoin entre l'état initial et après 55 jours de culture selon les modalités sol nu (SN), ray-grass (RG) et colza (CZ)	180
Tableau IV-15 : récapitulatif des différent effets des facteurs internes et externes sur la libération du P à partir des mélanges de matériaux, les + correspondent à la présence d'un effet, 0 à l'absence d'effet, s.n. indique quand l'effet n'est pas statistiquement significatif, n.t. correspond aux mélanges qui n'ont pas été testés	183
Tableau IV-16 : concentrations initiales en calcium (Ca), magnésium (Mg), fer (Mg) et aluminium (Al) des mélanges (g.kg ⁻¹)	186
Tableau V-1 : stabilité des agrégats (mm) et disponibilité du P après 55 jours en absence de culture (sol nu SN) des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV, BR/CO, les écarts types sont présentés entre parenthèses.....	199
Tableau V-2 : matrice de corrélation de Pearson (n), les valeurs en gras sont différentes de 0 à un niveau de signification alpha=0,05.....	201
Tableau V-3 : biomasse microbienne et carbone microbien (C _{mic}) comparé au carbone total (C _{tot}) en g.kg ⁻¹ dans les mélanges à l'état initial à température constante (28°C) (C ₀) et après une période d'incubation de 56 jours, à 28°C, à humidité constante	204
Tableau V-4 : matrice des corrélations de Pearson pour les paramètres MWD, biomasse microbienne, pH, C _{tot} , N _{tot} , P _{Olsen}	208
Tableau-V-5 : matrice de corrélation de Pearson correspondant à l'ACP présentée ci-dessus, les valeurs en gras correspondent aux coefficients de corrélations significatives	214
Tableau V-6 : statut des nutriments (carbone total (C _{tot}), azote total (N _{tot}), P disponible (P _{Olsen}) en g.kg ⁻¹ et rapport C/N) des mélanges et du sol témoin agricole (TEM) à l'état initial, avant culture. Les écarts types obtenus sont inférieurs à 15 %	215
Tableau V-7 : concentration en P _{Olsen} (g.kg ⁻¹) à l'état initial et après 55 jours d'évolution en absence de plante (SN).....	218
Tableau V-8 : ordre de grandeur de la conductivité hydraulique à saturation dans les sols de différentes textures (Musy & Soutter, 1991).....	224
Tableau V-9 : conductivité hydraulique à saturation (K _s) des mélanges à l'issue de 0, 1(C ₁), 2 (C ₂), 4 (C ₄), 8 (C ₈) cycles d'HD et pour l'échantillon humide (H), exprimée en m.s ⁻¹	225
Tableau V-10 : évaluation du potentiel équivalent des échantillons de mélange après un cycle de dessiccation.....	226
Tableau 11 : dimensions des membranes échangeuses anioniques utilisées en fonction des concentrations en P _{Olsen} des matériaux purs.....	291

Tableau 12 : concentrations en P échangeable mesurées à l'aide de membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et concentrations en P disponible mesurées à l'aide d'une méthode classique d'extraction chimique (P_{Olsen}) pour les matériaux de « classe A », déchets de balayage de rue (DR), sous produits papetiers (SP), béton (BE), ballasts (BA), briques (BR), terre d'excavation acide (TA) et basique (TB), déchets de bâtiment (DB), sol témoin avant (Témoin) et après culture de colza (Témoin CZ)293

Tableau 13 : concentrations en P échangeable mesurées à l'aide de membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et concentrations en P disponible mesurées à l'aide d'une méthode classique d'extraction chimique (P_{Olsen}) pour les matériaux de « classe B », boues de STEP (BS), déchets verts (DV), compost (CO), mélanges brique/compost avant (BR/CO) et après culture de colza (BR/CO CZ), mélange Terre acide/compost avant (TA/CO) et après culture de colza (TA/CO CZ)293

Introduction

Les paysages urbains sont changeants, évolutifs et sans arrêt remodelés par l'Homme. L'étalement des villes est fortement lié à l'augmentation de la population urbaine et se traduit par des zones de constructions continues consommatrices d'espaces naturels et notamment de terres agricoles. Le décapage, l'imperméabilisation, la compaction ou la contamination des sols sont des corollaires du développement urbain. Pour pallier cette artificialisation de l'habitat, dès le XIX^{ème} siècle, le végétal a été introduit dans l'espace urbain et a permis d'améliorer les conditions de vie et de répondre à une demande sanitaire et environnementale.

L'aménagement d'espaces végétalisés urbains constitue un enjeu politico-économique fort pour les villes en contribuant à l'amélioration du bien-être de la population, en diminuant les îlots de chaleur et en introduisant de la biodiversité. Néanmoins, les pratiques actuelles d'aménagement urbain correspondent à un usage non raisonné de larges quantités de terre fertile non renouvelable, ce qui est incompatible avec un management efficace de la qualité de l'écosystème urbain. Un enjeu actuel de l'aménagement des villes passe donc par une meilleure connaissance et une meilleure gestion de ces sols et par le développement d'une alternative à l'utilisation des terres agricoles. Partant de cette demande économique et sociétale de recherche d'alternatives à ces matériaux, le projet SITERRE développe une démarche de génie pédologique pour construire des sols possédant les fonctions de fertilité agronomique et de portance recherchées.

L'introduction de nouveaux matériaux technogéniques en substitut à la ressource naturelle sol est envisagée grâce au développement de procédés de construction de sol par le biais du génie pédologique. Des matériaux technogéniques parents naturels (e.g. matériaux d'excavation) ou anthropiques (e.g. déchets, gravats, terres traitées, composts) sont actuellement incorporés de manière souvent empirique dans les sols en place qui peuvent être qualifiés de Technosols. Ces Technosols présentent des propriétés fonctionnelles (e.g. alimentaire, filtre, stockage) notablement différentes de celles observées pour les sols formés sur roche mère naturelle.

Les Technosols construits sont issus uniquement de la combinaison de matériaux d'origine technologique. L'utilisation de déchets et sous-produits dans le procédé de construction de sol constitue une innovation et une alternative permettant le recyclage de sous-produits, ces matériaux étant présents en grandes quantités dans les zones urbaines et suburbaines. Ils ne sont pas systématiquement valorisés comme des nouvelles ressources et sont finalement souvent transportés en décharge. Les connaissances sur les Technosols construits restent empiriques et des lacunes subsistent concernant la mesure de leur fertilité physico-chimique et la définition de leur aptitude à être support de végétation.

Très peu de travaux ont été menés dans une optique de généralité du procédé de construction de Technosols à vocation de support de végétation dans les villes. Au plan fondamental de la description des processus pédogénétiques, les Technosols construits pourraient permettre de connaître les premiers stades de l'évolution de tels sols et de les modéliser. La Thèse est alors destinée à appréhender l'évolution des Technosols construits à partir de déchets vers de véritables sols, avec de nouvelles fonctions, de caractériser ces phénomènes et d'en dégager un procédé opérationnel.

Dans ce contexte, l'étude porte sur le comportement à court terme des mélanges de Technosols construits et sur l'identification des mécanismes de leur pédogénèse. Le fonctionnement de ces sols sera étudié au travers du processus d'agrégation et des interactions qui peuvent exister avec la libération d'éléments nutritifs et notamment celle du phosphore. Le processus d'agrégation et la libération d'éléments nutritifs influencent l'aptitude des sols à assurer la fonction essentielle de support de végétation. Cette fonction détermine étroitement les services environnementaux ou écosystémiques (e.g. reconquête de friches urbaines, production de biomasse à valeur énergétique, végétalisation paysagère) remplis par les Technosols au sein des territoires très anthropisés. La quantification de ces processus pédogénétiques choisis et de leur évolution au cours du temps permettra de contribuer à la modélisation de la pédogénèse et d'en dégager un procédé opérationnel pour un transfert technologique.

Ce manuscrit est organisé en 4 parties principales :

- La première partie (chapitre 1) est consacrée aux acquis scientifiques sur les différents sujets abordés lors des travaux de Thèse, que sont : (i) les Technosols construits à vocation de végétation urbaine (ii) les déchets et sous-produits comme produits alternatifs à la terre végétale (iii) l'agrégation, processus qui permet d'aboutir à un sol structuré et (iv) le transfert de nutriments dans le système sol-eau-plante, avec notamment un focus sur le phosphore.

- La deuxième partie (Chapitres 2 et 3) correspond à l'étude du Technosol construit à partir de déchets et sous-produits dans son état initial. Le deuxième chapitre expose la démarche méthodologique qui a permis d'aboutir aux choix de matériaux modèles constitutifs du Technosol construit étudié. Le troisième chapitre présente les résultats de la caractérisation des matériaux modèles et des essais de mélanges réalisés. Les propriétés physico-chimiques d'un nombre représentatif de mélanges binaires et ternaires sont présentées en lien avec leur fertilité et en vue de leurs usages en tant que support de végétation. Ce chapitre a fait l'objet d'une publication acceptée sous réserve de corrections mineures dans la revue *Waste Management*.

- La troisième partie (Chapitres 4 et 5) permet d'aborder l'étude dynamique des mélanges constitutifs de l'horizon de surface du Technosol construit, par l'analyse des résultats de 3 expériences menées sur 4 mélanges modèles : (i) en étudiant d'abord les facteurs pédogénétiques (anthropique, climatique et biologique) qui influencent la création et la stabilisation des agrégats et également les transferts d'éléments nutritifs C, N et P, (ii) puis en étudiant les interactions qui existent entre les différents processus et en proposant des hypothèses d'interprétations.

- Enfin, la dernière partie de la Thèse (Chapitres 6 et 7) présente (i) les différents résultats synthétisés et discutés voire généralisés et (ii) les applications pédologiques par le biais de la validation au terrain des résultats acquis en laboratoire. Dans cette partie, les démarches méthodologiques développées pourront être généralisées.

A l'issue de la conclusion générale du manuscrit de Thèse, des pistes de réflexions et des perspectives des travaux à réaliser seront proposées.

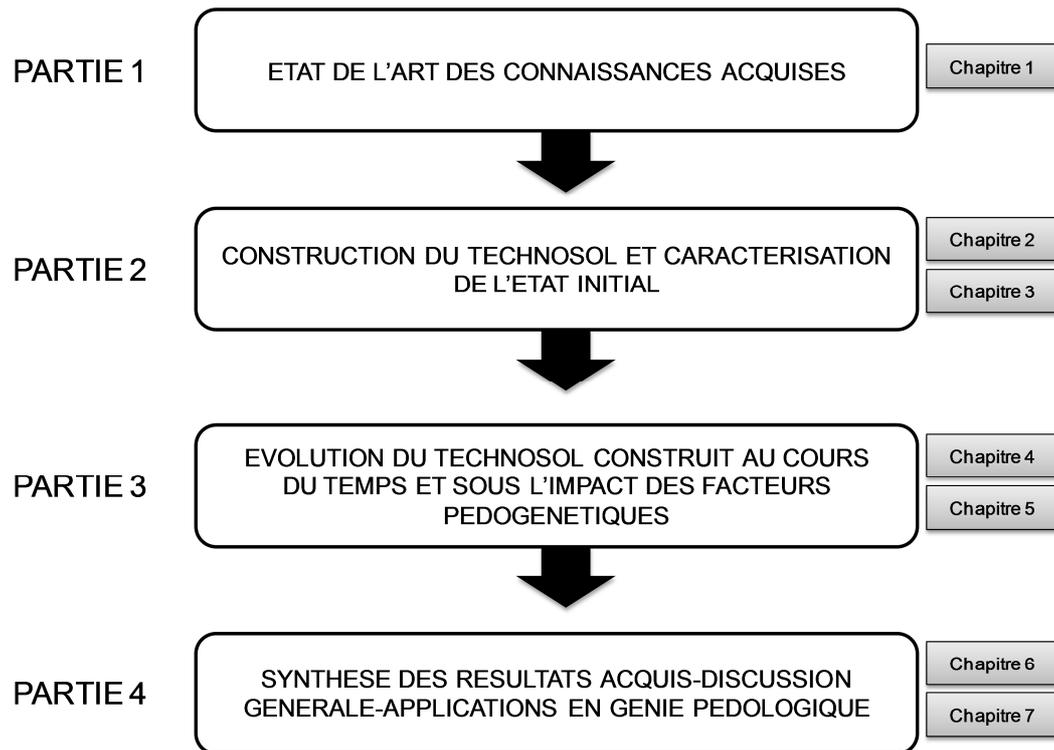


Figure 0 : découpage des différentes parties développées dans le manuscrit de Thèse

I. Chapitre 1 : Etat de l'art

Introduction

Les jardins suspendus de Babylone du VI^{ème} siècle avant Jésus-Christ constituent la première occurrence historique de végétal au sein de la Cité (Nabuchodonosor II). Cette volonté d'importer des plantes en ville n'est donc pas nouvelle. En Europe occidentale, des parcs ont été aménagés dès le XVI^{ème} siècle et le premier parc urbain, le « Paseo del Prado » est créé à Madrid, en 1570. Les parcs urbains français commencent à se développer quasiment un siècle plus tard. Historiquement, un des parcs les plus marquants de Paris est le parc Monceau, aménagé par Carmontelle (1769). Sous le Second Empire, Napoléon III a participé à la création de divers espaces verts à Paris avec notamment la collaboration de son préfet Hausmann (fin du XIX^{ème} siècle). Le développement et la multiplication des espaces de verdure en ville répondaient à une demande sociale croissante (Donadiou 2000). En lien avec les théories « hygiénistes » (fin du XIX^{ème}) héritées des Lumières, le besoin de végétal en ville répondait à une demande plus sanitaire qu'environnementale. Le concept de ville durable ou « ville verte » apparaît dès cette époque, notamment suite aux découvertes de Pasteur (1865) (Calenge 1995). Aujourd'hui, l'intégration d'espaces de verdure dans les zones urbaines participe à l'amélioration du cadre de vie, grâce à ces zones récréatives (Costanza et al. 1997) voire de la santé (Nielsen & Hansen 2007). Par ailleurs, ces espaces présentent un intérêt environnemental avéré : ils contribuent à (i) l'absorption du carbone atmosphérique par les plantes, (ii) la diminution de températures, (iii) la diminution de l'érosion des sols et (iv) la conservation des sols et de la biodiversité en ville (Costanza et al. 1997; Niemelä 1999; Wong & Yu 2005). Dans la littérature, le végétal en ville est abordé, et ce de façon historique, par des notions d'espaces verts et de plantes en ville. Les éléments qui contribuent au développement et au maintien de cette nature en ville sont rarement considérés. Ainsi le rôle des **sols**, en tant que supports sur lesquels cette nature se développe, est sous-estimé. Il ne faut pas oublier que l'un des principaux services écosystémiques que rendent les sols est le service de support de culture, que ce soit pour la production alimentaire ou celle de biomasse. L'aménagement d'espaces végétalisés en zones urbanisées entraîne des utilisations, des modifications, des déplacements, voire des reconstitutions de « sols fertiles » qui peuvent être gigantesques (e.g. parc Henri Matisse sur 7ha à Lille,

jardin-dalle Montparnasse à Paris, murs végétaux, voies gazonnées du Tramway à Angers sur 5 ha) (Figure I-1).



Parc Monceau, Paris, 1861



Place de la bourse, Nantes, 1880



Boulevard Foch, Angers, 2012



Parc Henri Matisse, Lille, 2013

Figure I-1 : évolution des espaces de verdure entre le XIX^{ème} et le XXI^{ème} siècle.

1. Les sols urbains

Le sol est défini comme la couche supérieure de la croûte terrestre (Duchaufour 1995). Il est composé de matière minérale, de matière organique, d'eau, d'air et d'organismes. Les sols proviennent de l'altération et de la transformation des roches sous l'action des facteurs pédogénétiques : la nature de la roche mère, le climat, la topographie, l'activité biologique. Le sol est une ressource qui se forme en quelques centaines de milliers d'années et qui peut être dégradée en très peu de temps (Oldeman 1994). Les dégradations sont essentiellement liées à l'action de l'Homme, qui transforme et déplace ces sols, ou encore y ajoute des éléments : on parle de « l'impact anthropique » ou de « facteur anthropique ». Ce facteur est, de manière croissante, à ajouter à la liste des facteurs de la pédogenèse. L'anthropisation des sols (Morel & Heinrich, 2008) peut se manifester par : (i) le travail du sol en agriculture, (ii) la construction et déconstruction de bâtiments destinés à l'habitat, aux

activités de commerces et de services, (iii) à la présence actuelle ou passée d'activités industrielles sur les sols.

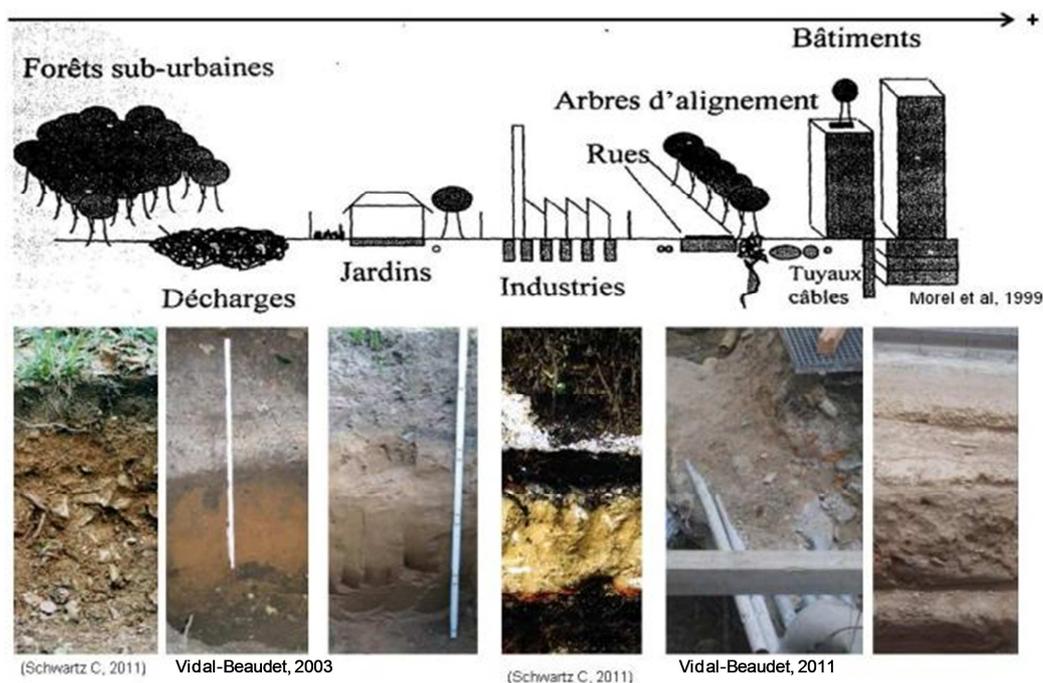


Figure I-2 : anthropisation des sols et urbanisation (d'après Morel *et al.*, 1999)

L'anthropisation des sols s'accroît d'année en année, aux dépens des sols naturels. En France, cette anthropisation se matérialise par la perte de 50 000 ha de sols naturels par an (Luginbühl, 2002) au profit de zones urbaines, périurbaines et industrielles. En 2004, en France, l'ensemble des surfaces anthropisées représentaient 27 198 km². Le phénomène d'anthropisation des sols est étroitement lié avec l'expansion urbaine qui participe aux pressions exercées sur les sols. L'urbanisation induit, différents niveaux d'anthropisation des sols en fonction des usages attribués à ces derniers (Figure I-2). La végétalisation des sols urbains est alors une nécessité pour les citoyens qui restent perpétuellement dépendants de la Nature pour leur survie (Bolund & Hunhammar 1999). En ce sens, en zone urbaine, les sols non bâtis doivent être modifiés à nouveau afin d'être végétalisés (Figure I-3).



Figure I-3 : schéma des différentes couronnes urbaines en fonction du degré de végétalisation (d'après Clergeau, Marzluff, 2010)

1.1. Fonctions et services assurés par les sols

Les premières études sur les sols urbains étaient restreintes aux aspects de contaminations. Ainsi, jusqu'à la fin du XX^{ème} siècle, ils étaient considérés en regard des risques qu'ils présentaient pour la santé humaine (Lehmann & Stahr 2007). Ce n'est que plus tard que des études se sont portées sur les fonctionnalités qu'ils pouvaient avoir dans la ville (Lehmann & Stahr 2007). Actuellement, les sols de la ville assurent des fonctions multiples : support pour les infrastructures, support d'activités industrielles, commerciales ou sociales, substrat pour les plantes (horticulture urbaine, jardins particuliers, zones récréatives (Morel *et al.*, 2005) ou encore épuration des eaux pluviales. Pendant des siècles, les sols entourant les zones résidentielles ont été utilisés pour l'approvisionnement en matériaux de construction et comme décharge de déchets ménagers (Morel *et al.*, 2005). D'un point de vue environnemental, les sols rendent des services écosystémiques : (i) production alimentaire et de biomasse, (ii) régulation et filtrage des eaux, (iii)

atténuation et adaptation au changement climatique, (iv) conservation de la biodiversité (Bernoux et al. 2011). En ville, les sols sont le principal support de la production de biomasse (voire de production alimentaire), service écosystémique indispensable selon le Millenium Ecosystem Assesment (MEA) (Bernoux et al. 2011). Le service écosystémique de support des cycles de nutriments (e.g. carbone (C), azote, (N) ou phosphore (P) (Figure I-4) indispensables à la croissance et au développement des végétaux devient majeur. Les services et fonctions accomplis par les sols sont fortement liés au végétal. Ce dernier service est en lien avec celui de la production végétale, tout comme celui de conservation de la biodiversité. La qualité d'un sol est définie comme sa capacité à assurer plusieurs fonctions dans un contexte donné (Wilson & Maliszewska-Kordybach 2000). Dans ces travaux, on se focalise sur les sols urbains à vocation de support de végétation.

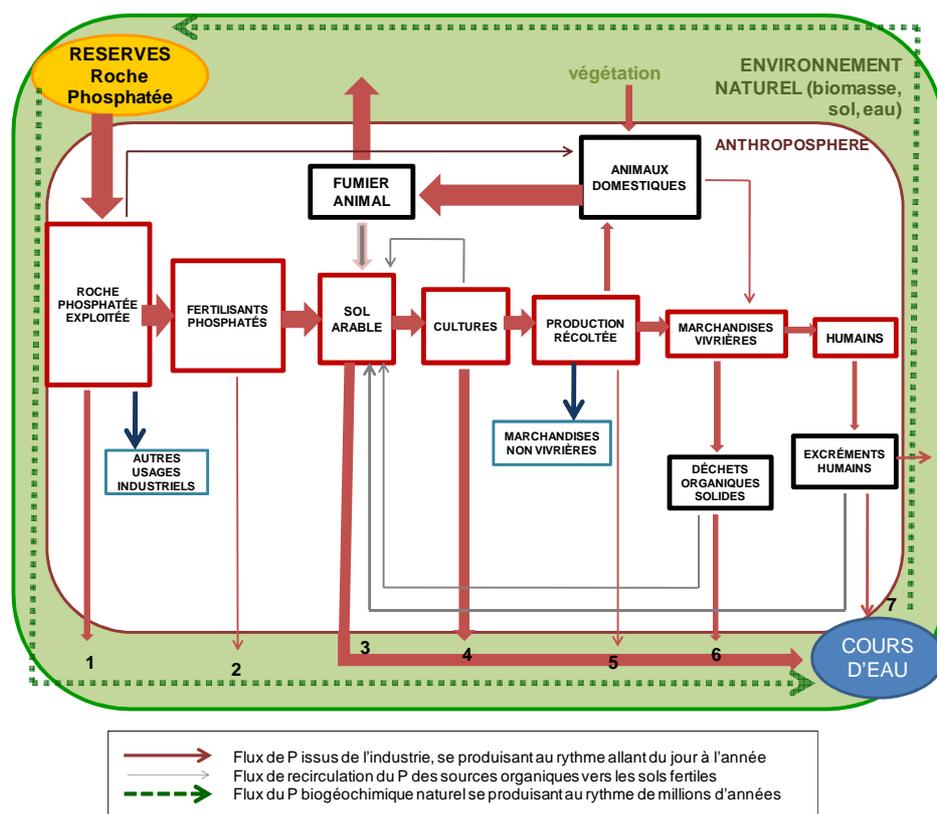


Figure I-4 : cycle du Phosphore à travers le système global de production et de consommation indiquant les usages, les pertes et les recirculations de P à chaque étape du processus.

1 : pertes issues de mines ; 2 : pertes issues des distributions ; 3 : pertes dues à l'érosion, 4 : pertes dues aux cultures ; 5 : pertes d'après récolte ; 6 : pertes dues à la chaîne alimentaire ; 7 : boues traitées ou non traitées. (d'après Cordell *et al.*, 2009)

1.2. Définitions et classifications des sols urbains

Les systèmes de classification permettent de regrouper les sols urbains en groupes homogènes selon des objectifs définis, soulignant les différences essentielles en termes de propriétés et fonctions des sols (Rossiter 2007). Le terme de « sol urbain » désigne tout sol retrouvé en zone urbaine ou industrielle. Plus qu'un terme de classification, il s'agit d'un terme générique désignant le sol de par sa localisation (Rossiter 2007), voire de par son usage (e.g. récréatif, paysager). A l'échelle internationale, la WRB (World Reference Base for soil resources, 2006) a proposé récemment dans ce sens une classe de référence : les Technosols. Elle regroupe les sols marqués par l'origine technogénique des matériaux parents (Lehmann & Stahr 2007; Rossiter 2007). Les matériaux technogéniques comprennent non seulement des matériaux manufacturés, mais aussi de matériaux naturels excavés puis transportés hors de leur contexte de formation ou d'évolution. Les Technosols regroupent une large variété de sols et sont définis comme les sols :

- contenant au moins 20 % de matériaux technogéniques (appelés aussi artéfacts) dans les 100 premiers cm du profil,
- scellés par la présence d'une couche indurée (IUSS Working Group WRB, 2006),
- se développant sur des déchets urbains ou industriels (e.g. décharges, boues, scories, déblais miniers et cendres).

Le Référentiel Pédologique Français (RPF) (Baize & Girard 1995) désigne ces sols «fortement modifiés par l'activité humaine» par le terme Anthroposol (Baize & Rossignol, 1995). Le RPF décline plusieurs catégories d'Anthroposols :

- (i) les Anthroposols transformés qui résultent de la transformation de sols en milieux ruraux (e.g. rizière, terrasses, polders),
- (ii) les Anthroposols artificiels qui résultent entièrement d'apport de matériaux technogéniques (e.g. mines, industries, voiries),
- (iii) les Anthroposols construits qui résultent du « génie pédologique » et donc d'une démarche volontaire de construction d'un sol dans un contexte précis et avec des objectifs particuliers, comme celui d'acquérir un couvert végétal pérenne.

Ces deux types de classifications, aux niveaux international et national, sont complémentaires dans la mesure où la WRB décrit le Technosol essentiellement par sa composition, alors que le RPF caractérise les Anthrosols selon les processus qui contribuent à leur genèse, leurs usages et leurs localisations (Figure I-5).

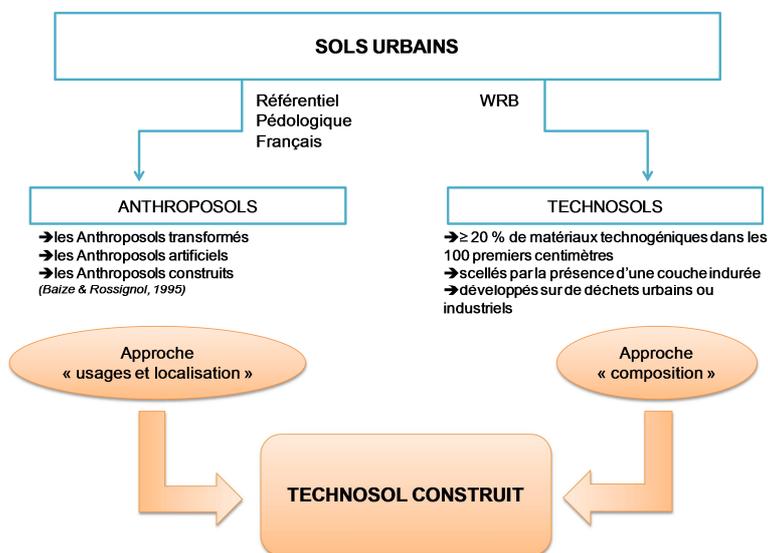


Figure I-5 : choix de terminologie pour désigner le sol urbain pris comme modèle d'étude

Les travaux présentés dans ce manuscrit se focalisent sur un Technosol de composition particulière qui est destiné à un ou plusieurs usages déterminés. Afin d'être plus précis, nous avons associé les deux nomenclatures. Ainsi, le type de sol urbain étudié sera désigné par le terme de « Technosol construit ».

1.3. Propriétés physico-chimiques des Technosols construits

Les propriétés des Technosols dépendent fortement de leur composition. Les matériaux les plus communément retrouvés dans les Technosols (e.g. briques, mortiers, résidus de béton issus des anciens trottoirs ou autres constructions urbaines) sont de nature essentiellement alcaline et fortement carbonatée (Nehls et al. 2012). Ces artefacts technogéniques (WRB, 2006) se retrouvent mélangés avec des matériaux parents naturels, créant une hétérogénéité spatiale dans les Technosols (Morel et al., 2005). Ainsi, le facteur anthropique affecte la formation des Technosols en générant des matériaux parents spécifiques et en modifiant les

conditions d'évolution de ces sols (De Kimpe & Morel, 2000). En ville, l'Homme travaille ces sols, les amende, les déplace à nouveau ou les piétine. Les Technosols construits présentent ainsi des propriétés spécifiques liées à l'environnement urbain. En regard de la variété de paramètres influençant les propriétés de ces sols, il est difficile de leur attribuer un indice de qualité. De plus, cet aspect est très dépendant des fonctions et des usages que l'on va leur attribuer (e.g. valeur foncière, valeur agronomique, valeur écologique, valeur paysagère, valeur récréative) (Laroche et al. 2006). Dans nos travaux, on s'intéresse alors en particulier à la qualité agronomique de ces sols, à savoir, la capacité d'un Technosol à être support de végétation et donc à produire de la biomasse. La qualité agronomique se réfère à la fois aux propriétés physiques et aux propriétés chimiques et biologiques, pour définir la fertilité du sol. La texture des Technosols construits est souvent excessivement sableuse, avec (i) une grande proportion de matériaux grossiers issus de la déconstruction, (ii) une structure faiblement développée et (iii) une tendance à la compaction (Jim, 1998a; Morel *et al.*, 2005). Les couches de surface sont denses et fortement compactées, notamment en raison du piétinement et du passage de véhicules (Jim, 1998a). Il en résulte des transferts d'eau et d'air limités avec les autres compartiments (Jim, 1998b). Ainsi, ces sols présentent des propriétés physiques souvent médiocres pour la production végétale. De plus, les Technosols sont marqués par (i) des carences en éléments nutritifs et/ou un manque de capacité de rétention des nutriments présents, (ii) des réactions alcalines prédominantes, et (iii) des potentielles pollutions (Jim, 1998a). Les carences pour les trois éléments nutritifs majeurs pour le développement de la plante (N, P, et K) sont particulièrement marquées dans les Technosols. L'apport éventuel d'éléments fertilisants sera réalisé une seule fois au moment de la plantation sans apport annuel comme dans le cas des sols agricoles. La réalisation raisonnée de Technosols construits peut permettre de proposer des mélanges ressources en éléments nutritifs favorables au développement rapide de la végétation et à un maintien pérenne de la plantation. Des mélanges riches en P ont un intérêt marqué pour l'aménageur. En effet, P est un élément mineur de la croûte terrestre, alors qu'il est un élément majeur de la biomasse. Les sols naturels contiennent 0,1 à 3 g de P par kilogramme de sol. Or, seule une faible proportion du P total est disponible pour la plante (Gobat *et al.*, 2010). Il est donc difficile de prédire la quantité de P qui sera disponible et adsorbée par la plante en fonction des

propriétés initiales du sol et de savoir si une fertilisation est nécessaire et dans quelle mesure. En agriculture, la tradition était d'utiliser des fertilisants phosphatés inorganiques afin de répondre aux besoins de la plante. Ces applications massives depuis plus d'un demi siècle ont conduit, d'une part, à l'épuisement des réserves mondiales de P naturel (Cordell *et al.*, 2009) et d'autre part, à des problèmes majeurs d'eutrophisation (Correll 1998; Daniel *et al.* 1998). Les propriétés spécifiques d'un Technosol construit sont liées à la nature de l'action anthropique mise en œuvre (*e.g.* superposition, mélange, remaniement) et à la manière dont l'environnement urbain interagit avec l'environnement local et les conditions climatiques (Pavao-Zuckerman, 2008). Par définition, les Technosols semblent présenter une faible qualité agronomique vis-à-vis de la production végétale.

1.4. Conclusion partielle

Les Technosols trouvés en ville sont des substrats hétérogènes en composition et donc en propriétés. Les sols urbains présentent en général des caractéristiques peu favorables à la croissance des végétaux : fertilité physique (*e.g.* compaction) et chimique faibles, forte hétérogénéité en composition, et pollutions potentielles (Craul, 1992; Jim, 1998a; De Kimpe & Morel, 2000; Schwartz *et al.*, 2001; Rossignol, 2001). Pour améliorer les propriétés des Technosols urbains, différentes stratégies et pratiques ont été mises en œuvre afin de permettre la croissance de végétaux.

2. Construction de Technosols fertiles et utilisation de déchets et sous-produits urbains

2.1. Les techniques historiques de construction de sols

Plusieurs types d'espaces verts ont été créés afin de multiplier les occurrences de verdure en ville. On distingue les parcs urbains, les jardins publics, les squares, les pelouses en diverses localisations ou encore les arbres d'alignements. En fonction du type de végétation qui va être mis en place, les exigences de fertilité du sol qui accueillera les plantes seront plus ou moins fortes. Pour assurer la fonction de production végétale en zone urbaine, le recours à la reconstitution de sols fertiles (Baize & Rossignol, 1995) s'est généralisé. La pratique consiste à mettre en place une terre de décapage agricole prélevée en périphérie des villes. La terre décapée provient souvent d'horizons labourés (L) (Baize & Rossignol, 1995). De manière générique, le terme « terre végétale » est employé pour désigner ce matériau pédologique naturel décapé sur quelques dizaines de centimètres puis transporté. Ces opérations de reconstitution de sol peuvent prendre des dimensions variables, allant de la fosse individuelle de plantation d'arbre d'alignement de quelques mètres cubes, à la mise en place d'une couche de 30 cm ou plus, sur toute la surface d'un espace à aménager. On dénombre deux types principaux de sols reconstitués fertiles en aménagement d'espaces verts : (i) les sols constitués exclusivement de terre végétale, (ii) les mélanges terre pierres, constitués de terre végétale et de pierres. Cette deuxième pratique consiste en un mélange compacté de terre végétale avec un matériau minéral grossier 40-80 mm (e.g. granulats de carrière, pouzzolane) (Bassuk et al. 2005; Bassuk et al. 1998; Grabosky et al. 2002) utilisé pour assurer une fonction de portance en plus d'une fonction agronomique. Les professionnels des espaces verts formulent des supports de végétation fertiles répondant à des cahiers des charges relatifs aux types d'espaces verts à mettre en place en ville. Les produits formulés sont en effet obtenus par association et mélange de diverses matières premières, qui sont d'origine naturelle et/ou anthropique. Les deux

pratiques évoquées ci-dessus sont le résultat d'un procédé de **construction de sol** aboutissant à des Technosols construits. Dans le cas des mélanges terre-pierres, le procédé de construction de sol nécessite l'acheminement de deux matériaux (terre végétale et matériaux pierreux) en grande quantité vers la ville afin de répondre aux besoins croissants de végétalisation urbaine. Les quantités de terre végétale employées chaque année en France pour les aménagements d'espaces verts publics (jardins privés exclus) ne sont pas précisément connues. Des travaux menés par Plante&Cité en 2008 ont conduit à la détermination d'un ordre de grandeur des quantités annuelles utilisées. Ainsi, le volume annuel moyen de terre végétale nécessaire à la réalisation des nouveaux aménagements paysagers publics sur tout le territoire français est évalué à plus de 3 millions de mètres cubes (soit environ 4,5 millions de tonnes). Plus concrètement, la croissance des villes absorbe chaque année 60 000 ha de la Surface Agricole Utile (SAU), soit l'équivalent d'un département français moyen tous les sept ans (sources FNSAFER et IFEN). En parallèle du problème de coût croissant de la terre végétale lié au transport, les opérateurs de la nature en ville (paysagistes, urbanistes) craignent une raréfaction de la ressource elle-même. Compte tenu (i) des nouvelles politiques de planification urbaines privilégiant la densification et la limitation de l'expansion des villes, mais également (ii) d'une valorisation de plus en plus optimisée des matériaux sur site, les volumes de décapage de terre agricole devraient réduire d'année en année. Ainsi, en plus de la raréfaction du matériau terreux, les enjeux économiques liés à l'installation du végétal en ville incitent à rechercher d'autres matériaux à intégrer dans le procédé de construction de sol.

2.2. Les matériaux nouveaux à développer dans les Technosols construits

Les Technosols construits doivent répondre d'une part aux besoins des plantes en apportant les éléments nutritifs en quantités suffisantes et sous forme assimilable. D'autre part, ils doivent répondre aux contraintes imposées par le milieu urbain. Dans le but de répondre à ces deux objectifs primordiaux, de nombreux déchets et sous-produits se sont avérés utiles : les matériaux organiques d'origines urbaine ou industrielle et les matériaux grossiers issus, entre autres de la déconstruction

(Rosenbaum et al. 2003). Sur 770 millions de tonnes de déchets produits en France par an, ceux issus des activités de construction (bâtiments et travaux publics) constituent 33 % de la production totale, tandis que les déchets d'origine organique constituent environ 50 % de cette même production (chiffres ADEME pour l'année 2012). L'agence de l'environnement établit un cadre réglementaire relatif à la gestion des déchets ménager et assimilés : le code de l'environnement (partie législative) correspondant au Livre V titre IV Chapitre I, « Elimination des déchets et récupération des matériaux dans les articles 541-1 à 541-50 et Livre I Titre II Chapitre IV.

Des matériaux comme les briques, peuvent s'avérer de bons substituts aux matériaux terreux de par leur porosité interne et leur contribution au stock d'éléments nutritifs (e.g. K, Mg, Ca et S) (Nehls et al. 2012). Les sous-produits papetiers, qui sont d'origine organo-minérale ont déjà été mis en œuvre en construction de sols et présentent un potentiel vis-à-vis des propriétés de rétention en eau (Séré et al. 2008; Séré et al. 2010). Le compost et la tourbe ont montré leur capacité à améliorer les propriétés physiques telles que la porosité, la masse volumique apparente ou encore la capacité de rétention en eau de Technosols construits (Grosbellet et al. 2011). Des valeurs sur la composition nutritionnelle et sur les ratios de carbone sur azote (C/N) de certains déchets organiques, dont les boues de station d'épuration (STEP), les déchets municipaux solides et les composts, montrent leur potentiel effectif en tant que ressources pour la production végétale (Van Voorhoeve 1974; Parr & Colacicco 1987). Parmi ces déchets, les résidus de végétaux renouvelables (e.g. déchets verts), ont pu être testés (Nziguheba 1998), en regard de leur potentielle ressource en P. Néanmoins, la disponibilité du P dans des systèmes contenant des sous-produits reste peu maîtrisée et une étude au cas par cas de l'effet du déchet en question sur le sol sur lequel il est appliqué est nécessaire (Fuentes et al. 2006; Johnson et al. 2004; Jimenez 1993).

A travers ces différents exemples, il est démontré que l'utilisation de déchets et sous-produits en apport aux sols n'est pas nouvelle. Ainsi, les boues de STEP présentant une ressource en P non négligeable (Petersen *et al.*, 2003) et les sous-produits papetiers présentant des propriétés de rétention en eau (Séré *et al.*, 2008), leur intérêt en construction de sol semble grandissant. Tout déchet présentant un

potentiel agronomique vis-à-vis de la construction de sol (e.g. réserve en nutriment, réserve en eau) sera désigné dans la suite du document par le terme de « matériau technogénique ».

2.3. Théorie des mélanges et conséquences sur les propriétés des Technosols construits

Si d'après la littérature, il semblerait qu'il existe des matériaux technogéniques favorables à la construction de Technosols fertiles présentant les fonctionnalités attendues, il n'existe cependant pas de protocole générique de formulation de ces mélanges. L'étude d'un Technosol construit est d'autant plus complexe que les matériaux technogéniques qui le constituent sont généralement très hétérogènes. Guyon & Troadec (1994) ont fait le constat suivant : « Les spécialistes des matériaux cherchaient à améliorer les caractéristiques physiques des céramiques et des frittés. Les ingénieurs du corps des poudres considéraient les mille et une façons de bourrer une cartouche. La séparation, le transport, le broyage des grains, sujets d'étude des agronomes ont été des activités essentielles de l'humanité depuis le jour où l'Homme chasseur a laissé la place à l'agriculteur. Mais il n'y avait pas d'approche concertée. [...] ». Cela permet d'introduire la transposition des connaissances par analogie, « source de dialogue et d'inspiration entre des scientifiques d'origine diverses qui mettent leurs expériences en commun ». Ainsi, en raisonnant par analogie, les connaissances acquises dans d'autres domaines (e.g. agro-alimentaire, géotechnique) pourraient être transposées à l'étude des Technosols construits. Dans leur ouvrage « Du sac de billes au tas de sable », Guyon & Troadec (1994) proposent de mieux comprendre ces organisations complexes que sont les mélanges granulaires au travers de l'étude du comportement de billes homogènes. Une des conclusions principales de leurs travaux est que les effets du désordre sur des empilements de grains sont beaucoup plus conséquents qu'il n'y paraît à première vue. Des descriptions prenant en compte des échelles multiples sont à effectuer afin de pouvoir proposer des recettes de formulation et comprendre comment se comportent les mélanges granulaires (Guyon & Troadec 1994). En comparant, par analogie les mélanges de matériaux alternatifs à ces billes on réalise d'une part que la nature variable des matériaux alternatifs ajoute à la complexité

des interactions possibles et d'autre part que dans l'étude des mélanges de billes les effets physiques et chimiques des interfaces entre les grains ne sont pas pris en compte. En effet, pour pouvoir appréhender ces effets, il s'avère nécessaire d'intégrer les caractéristiques locales (*e.g.* caractéristiques physiques et chimiques des matériaux technogéniques en mélange) dans une problématique globale (*e.g.* la formulation de mélanges de matériaux technogéniques) (Guyon & Troadec 1994). Duran (1997) distingue les mélanges « hétérogènes », des mélanges « homogènes » et a montré que pour ces derniers, une ségrégation des matériaux granulaires s'effectuait selon la taille : il y a une tendance à l'expulsion des objets plus grands vers la périphérie. Néanmoins, on ignore les lois fondamentales qui régissent la ségrégation d'objets de densités ou de masses différentes lors d'un mélange (Duran 1997). Dans ces travaux, parmi les matériaux identifiés comme utilisables en mélanges, on retrouve non seulement des matériaux granulaires, mais également des matériaux organiques « frais ». Ces matériaux présentent des densités et formes différentes. Les matériaux organiques sont des matériaux présentant des potentiels de dégradation biologique qui ajoutent donc un niveau de complexité à la compréhension des interactions des matériaux en mélanges.

3. Les processus précoces de formation des Technosols à l'origine de leur fertilité physico-chimique

La pédologie étudie les sols et leur formation au cours du temps. Les sols se forment à partir des roches par altération de leurs constituants minéraux sous l'action combinée du climat et de la végétation. Cette formation, ou **pédogenèse**, est classiquement définie comme un ensemble dynamique de processus progressifs aboutissant, après plusieurs milliers d'années, à un sol en équilibre avec son environnement climatique, biologique et géologique (Duchaufour, 1995). Par analogie aux roches-mères naturelles, les matériaux parents technogéniques peuvent subir des processus physiques, chimiques et biologiques sous l'influence des facteurs pédogénétiques (climat, activité biologique, topographie et temps). La nature des matériaux parents (*e.g.* constituants, granulométrie, porosité) détermine

fortement les cinétiques d'altération et contrôle la pédogenèse par l'accélération ou le ralentissement des réactions chimiques (Duchaufour, 1995 ; Scholtus, 2003 ; Huot, 2013). Les différences entre Technosols et sols naturels se situeraient donc essentiellement dans ce que Jenny (1941) a appelé les facteurs passifs de formation des sols (*e.g.* constituants du système, conditions affectant le système, nature des matériaux parents, topographie, âge du système). En d'autres termes, alors que les moteurs de l'évolution (facteurs écologiques) sont en première approximation les mêmes, les conditions lithologiques, physicochimiques et thermohydriques peuvent présenter des caractères originaux ou extrêmes jamais rencontrés dans les substrats et les sols naturels (Séré et al. 2008).

3.1. Les propriétés des Technosols liées à leur fertilité physico-chimique

Les travaux présentés ici se focalisent sur les Technosols construits à vocation de support de végétation. Il faut alors avant tout définir les notions de **fertilité physique** et de **fertilité chimique**. Les propriétés relatives à la fertilité physique du Technosol sont celles qui sont liées à la structure du Technosol. Quand on parle de fertilité chimique, on s'intéresse aux flux d'éléments nutritifs de la fraction solide vers la solution du sol, permettant l'approvisionnement de la plante. Ces propriétés fertiles sont indissociables des processus impliqués dans le fonctionnement et l'évolution des sols qui les contrôlent : **l'agrégation** ainsi que le transfert d'éléments dépendant de la **réactivité chimique** des constituants.

3.2. L'agrégation dans les Technosols construits

3.2.1. La structure du sol : composante majeure de sa fertilité physique

La structure d'un sol correspond à l'arrangement des solides et des vides au sein de la matrice. Elle constitue un élément clé du fonctionnement du sol et notamment de sa capacité à être le support de vie végétale et animale (Bronick & Lal 2005). La structure est une propriété fondamentale puisqu'elle conditionne plusieurs propriétés (**Tableau I-1**). Par leur arrangement dans l'espace, les éléments structuraux

ménagent des pores dont l'ensemble du volume et l'architecture définissent la porosité d'un sol. Deux types de porosités sont définis selon l'origine des pores : la porosité texturale formée par l'arrangement des particules élémentaires du sol, et la porosité structurale correspondant à la fraction de porosité en rapport avec l'histoire du matériau (travail du sol, facteurs climatiques, activités biologiques) (Stengel 1979). La porosité totale peut aussi être subdivisée, selon la taille des pores, en deux parties. La microporosité correspond aux pores d'un diamètre de l'ordre de 2 à 8 µm dans laquelle l'eau est retenue par des forces capillaires. Les pores de diamètres plus grands correspondent à la macroporosité, où se déroule l'essentiel des processus de transferts d'eau et d'air (Musy & Soutter 1991). La porosité influence la vitesse d'infiltration de l'eau dans le sol, la capacité du sol à stocker de l'eau et la circulation de l'air dans le sol. L'espace poral, en conditionnant les volumes d'air et d'eau dans le sol, contrôle aussi la vie du sol, en ménageant des espaces qui facilitent le développement des racines des plantes et la circulation d'organismes vivants.

Les éléments structuraux constituent aussi des unités de base du sol (Henao Valencia 2008) : on les qualifie d'agrégats. Ces unités structurales ne sont pas permanentes, par conséquent la structure est caractérisée par leur agencement et leur stabilité face aux facteurs externes. Ainsi, les agrégats sont souvent considérés comme des indicateurs de la stabilité structurale (Niewczas & Witkowska-Walczak 2005).

Tableau I-1 : propriétés biologiques, chimiques et physiques influencées par la structure du sol
(adapté de (Díaz-Zorita et al. 2002))

Propriétés	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Action de la structure du sol
Biologiques	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Protection de la faune et de la microflore du sol ▪ Cycles biogéochimiques ▪ Croissance des plantes
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Sorption-désorption des composés organiques et inorganiques
Chimiques	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Erosion par l'eau et le vent
	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Infiltration et mouvement de l'eau et des solutés ▪ Circulation des gaz, aération

3.2.2. Les mécanismes d'agrégation et la stabilité structurale

L'agrégation est le processus pédogénétique par lequel les particules minérales et organiques s'assemblent (*e.g.* réarrangement, floculation, cimentation) pour former des agrégats (Amezketta 1999). Les agrégats peuvent alors se présenter sous différentes formes et tailles. Ils sont souvent regroupés par taille : les macro-agrégats (> 250 μm) et les micro-agrégats (<250 μm), ces grands groupes étant encore subdivisés en sous groupes (Tisdall & Oades 1982). Il existe différents mécanismes favorisant l'agrégation et le maintien de la stabilité structurale. La stabilité des agrégats (ou stabilité structurale) correspond à la capacité d'un agrégat à conserver sa structure lorsqu'il est soumis à un stress exogène comme par exemple une humectation. La stabilité structurale influence les flux d'eau et de gaz au sein du sol, l'activité biologique, et le développement des plantes (Amézketa, 1999). L'agrégation est donc un processus essentiel qui détermine la fertilité physique des Technosols construits. La formation des agrégats de sol se produit par des liaisons physiques. La stabilisation des agrégats de sol dépend de la qualité et la quantité des agents stabilisants. Ces derniers peuvent être à la fois de nature organique (*e.g.* acides organiques, exsudats racinaires) ou inorganique (*e.g.* argiles, cations divalents ou trivalents, oxydes, carbonates et gypses) (**Figure I-6**).

Agents de stabilisation

Matières organiques transitoires et temporaires
(racines et hyphes fongiques).

Matières organiques persistantes
(débris racinaires et fongiques couverts par les particules inorganiques).

Matières organiques persistantes
(débris microbiens et fongiques couverts par les particules inorganiques).

Agents inorganiques permanents
(aluminosilicates amorphes, oxydes et polymères organiques adsorbés sur la surfaces des argiles, liaison électrostatique, floculation).

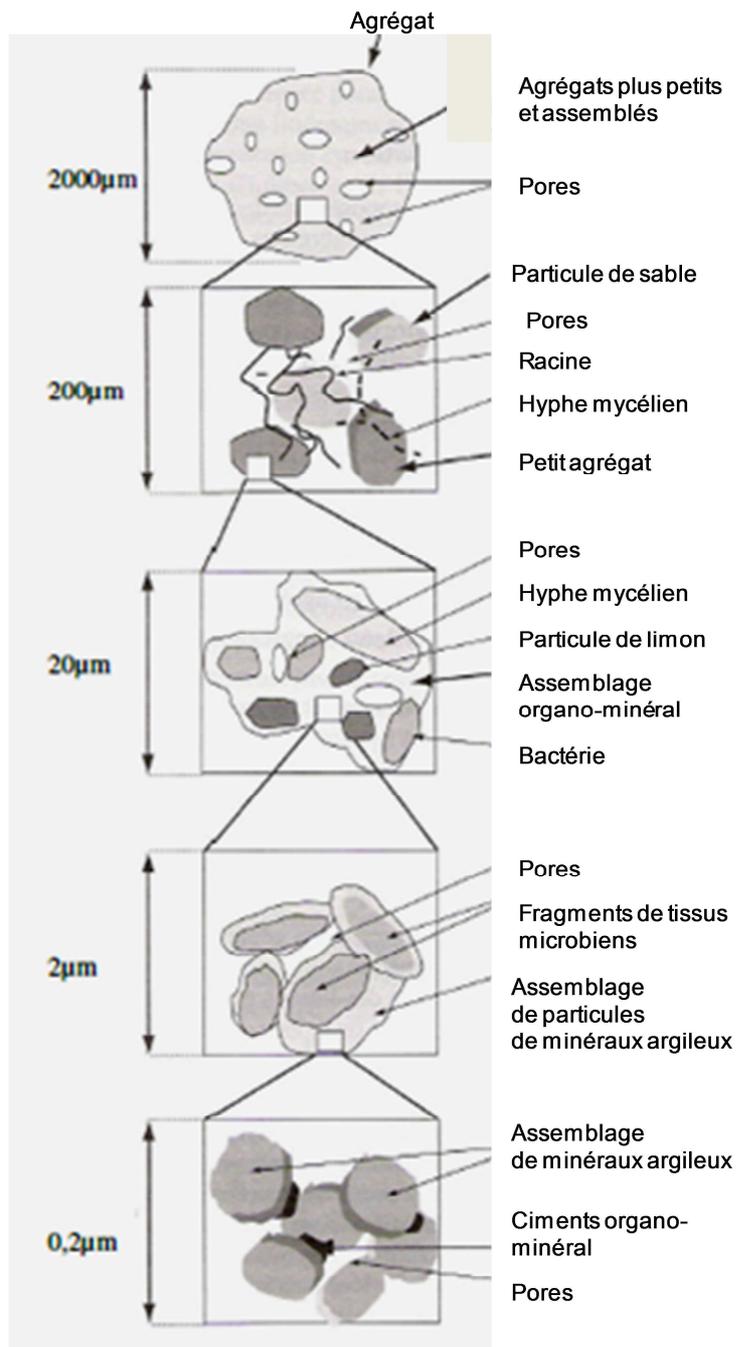


Figure I-6 : Schéma d'organisation hiérarchique de la structure des sols de Tisdal et Oades (1982) adapté par Calvet (2003). A chaque taille d'agrégat est associé un type spécifique de matière organique du sol qui stabilise la structure.

La dynamique complexe de l'agrégation est le résultat de nombreuses interactions entre différents facteurs. Les principaux facteurs qui contrôlent ce processus sont (i) internes, incluant la minéralogie des argiles, les concentrations en carbonates, la nature des matières organiques, les oxydes de fer et d'aluminium ; ils sont également (ii) externes, incluant la microbiologie du sol, la faune du sol, les facteurs de management du sol (e.g. labour, irrigation), le climat, l'environnement, et l'influence de la plante (Kay et al. 1997; Amezketa 1999) (Figure I-7).

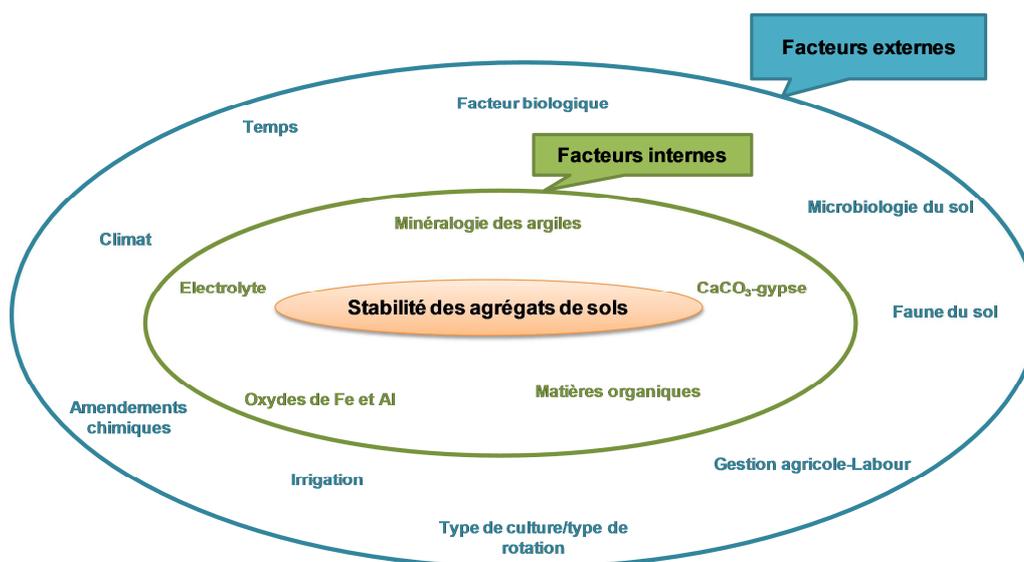


Figure I-7 : facteurs affectant la stabilité des agrégats (d'après Amézketa, 1999)

3.2.3. L'évaluation de la stabilité des agrégats

La stabilité des agrégats du sol est souvent utilisée comme indicateur de la structure du sol (Six et al. 2000) et elle est considérée comme une propriété physique du sol qui sert d'indicateur de qualité du sol (Arshad & Coen 1992; Hortensius & Welling 1996). La stabilité des agrégats n'est pas une grandeur physique et n'est donc pas mesurable de façon absolue (Musy & Soutter 1991). Diverses méthodes sont employées pour la caractériser. Cette multitude de méthodes montre à la fois l'intérêt porté à cette notion, mais également l'absence d'une standardisation internationale pour son évaluation. Dans un test de stabilité structurale, la structure du sol est évaluée en termes de stabilité de comportement face à divers traitements énergétiques correspondant à différents stress. A la surface du sol, l'eau est l'agent

de désagrégation le plus fort et la capacité des agrégats à résister aux stress causés par l'eau est communément considérée comme la stabilité des agrégats à l'eau. La méthode de mesure développée par (Le Bissonnais 1996) (et avant lui, Henin & Monnier, 1958) combine des prétraitements et/ou l'application d'une force mécanique avant l'immersion dans l'eau, contrairement à des méthodes comparables à celle proposées par (Kemper & Rosenau 1986) qui testent simplement le comportement des agrégats suite à leur immersion rapide dans l'eau. La méthode proposée par (Le Bissonnais 1996) présente donc l'avantage d'apporter plus d'information sur la stabilité des agrégats dans différentes conditions et les résultats sont compilés sous forme d'un indice globale. Les résultats peuvent être comparés, d'une façon absolue à des valeurs standard proposées par ailleurs.

3.2.4. L'agrégation dans les Technosols

Jusqu'à présent, le processus d'agrégation a été étudié pour des cas particuliers de Technosols (par exemple les bassins de rétention et d'infiltration) dans l'objectif d'appréhender l'évolution de ces sols « jeunes » pour lesquels les processus d'évolution sont encore très peu connus. Il semblerait que ces agrégats formés à partir de matériaux technogéniques présentent très peu d'argiles (Badin *et al.*, 2009 (a); Badin *et al.*, 2009 (b)). Dans les Technosols, les hydrocarbures semblent jouer un rôle clé et il est difficile de déterminer si cette matière organique anthropique s'intègre dans la formation des agrégats ou si elle constitue seulement un « manteau » autour des particules minérales (Monsérié *et al.*, 2009). La stabilité des agrégats dans les Technosols construits a été étudiée à travers différents travaux sur un même Technosol construit constitué de sous-produits papetiers en mélange avec une terre industrielle traitée par désorption thermique (Jangorzo, 2013, Pey, 2010, Séré 2007). Ces travaux ont donné lieu à une caractérisation de la stabilité des agrégats et à la quantification du processus d'agrégation dans ces Technosols par une méthode non destructive (Jangorzo 2013; Jangorzo, Watteau, et al. 2013; Jangorzo, Schwartz, et al. 2013). Ils révèlent que l'agrégation peut augmenter significativement, même dans les stades précoces d'évolution des Technosols, si ceux-ci sont soumis à des facteurs favorisant l'agrégation (activité de la faune du sol, développement racinaire des végétaux) (Jangorzo *et al.*, 2013c).

3.3. La réactivité chimique et le transfert de phosphore (P) dans les Technosols construits

3.3.1. De l'altération chimique au transfert d'éléments

Au-delà de la structure physique du sol, un paramètre essentiel à la croissance des végétaux est la libération de nutriments en quantité suffisante de la phase solide vers la solution du sol. La fertilité chimique d'un sol, et donc d'un Technosol construit, est contrôlée par le processus d'altération chimique qui est défini par 3 paramètres : (i) la nature du substrat de départ (e.g. conditions lithologiques) ; (ii) la nature des réactifs d'attaque, à savoir leur composition, leur état de dissociation ionique, leur pH, leur concentration (e.g. conditions physico-chimiques) ; (iii) la valeur des paramètres réglant l'équilibre thermodynamique tels que la température, la pression et la vitesse de circulation des solutions (e.g. conditions thermohydrauliques) (Robert, 1970 ; Pédro, 1964). Un des résultats majeurs du processus d'altération chimique est le transfert d'éléments nutritifs, comme en particulier P que nous avons retenu comme élément modèle.

3.3.2. Processus de libération du P vers la solution du sol

La production primaire des milieux terrestres est limitée par la faible disponibilité du P dans les sols. Elles ne peuvent en effet prélever le P que sous forme d'ions orthophosphates (P_i), soit directement par voie racinaire, soit pas l'intermédiaire de champignons mycorhiziens (Rausch & Bucher 2002). Cependant, étant donnée la forte affinité de cet ion pour les composants du sol et la faible vitesse de libération de P par l'altération des roches, il n'est présent qu'à de très faibles concentrations dans la solution des sols non fertilisés (Frossard et al. 2004). La disponibilité du P dans les sols résulte de processus complexes. Les sols contiennent 0,1 à 3 g de P par kg^{-1} pratiquement uniquement sous forme de phosphates qui peuvent être intégrés dans une large gamme de constituants organiques et minéraux. La disponibilité de P_i pour la racine dépend des mécanismes qui contrôlent sa concentration en solution et qui sont de nature physico-chimique, biochimique et biologique (Frossard et al. 2004). Deux grands types de réactions physico-chimiques ont été mis en évidence : les

réactions de précipitation/dissolution et les réactions d'adsorption/désorption (Figure I-8).

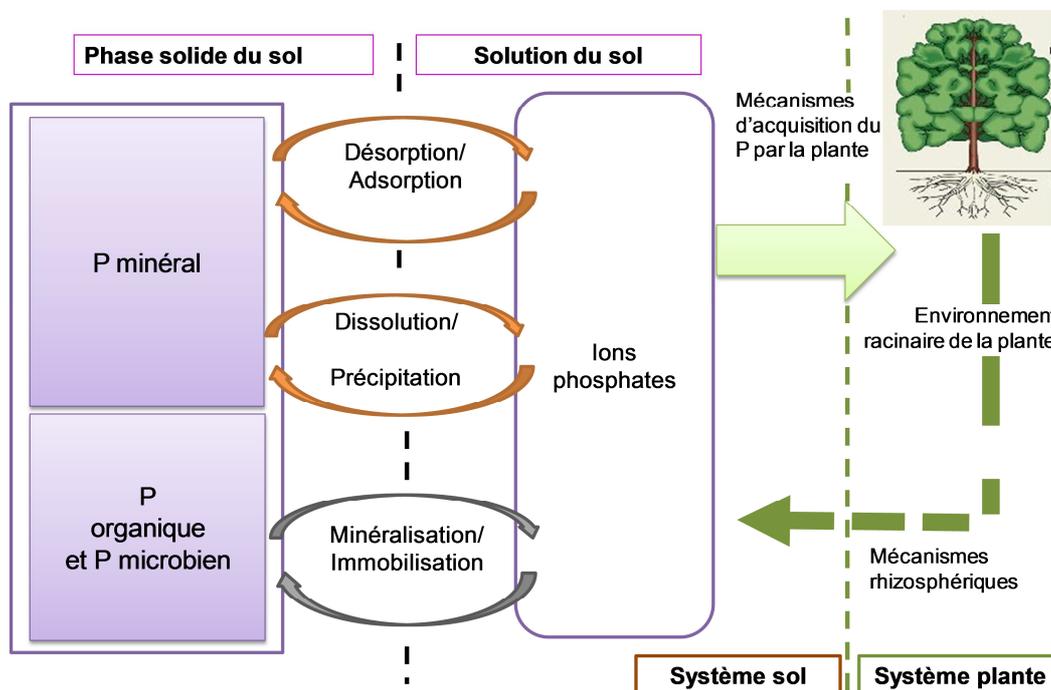


Figure I-8 : principaux processus physico-chimiques et biologiques qui contrôlent la libération du P dans les sols

Ainsi, en fonction de la teneur en éléments chimiques dans la solution du sol, le P sous une forme minérale peut précipiter sous différentes formes de phosphates de calcium (e.g. phosphates monocalciques, phosphates dicalciques dihydratés) (Tunesi et al. 1999). Parmi les facteurs chimiques qui jouent une grande influence sur la disponibilité du P figure le pH (Hinsinger 2001; Devau et al. 2009; Devau et al. 2010) (Figure I-9).

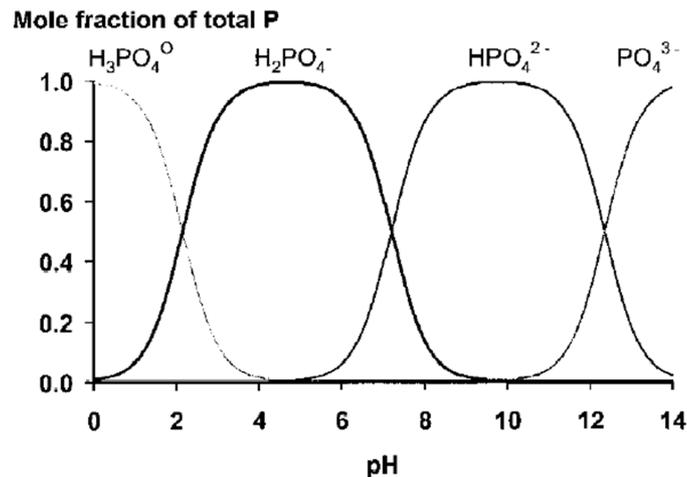


Figure I-9 : spéciation des ions orthophosphates (exprimés en fraction molaire du P total) en solution en fonction du pH (d'après Hinsinger, 2001)

La proportion de P total associé à des composés organiques varie selon les sols et leur type d'utilisation de 30 à 65 % du P total (Harrison 1987). Sont définies comme formes organiques (P_o), les formes de P liées directement à un squelette carboné et les formes minérales de P présentes à l'intérieur de structures biologiques vivantes ou mortes (P_i , polyphosphate, pyrophosphate). Les formes de P_i adsorbées à la surface de substances organiques par l'intermédiaire de métaux ne sont pas considérées comme des formes organiques de P. Les formes organiques de P ne sont pas disponibles pour les racines. Ces formes doivent d'abord être hydrolysées par des enzymes de la famille des phosphatases, produites par les racines, les bactéries et les champignons, pour libérer du P_i qui peut être prélevé (Richardson 2001). Les processus majeurs permettant la transformation de P_o en P_i et de P_i en P_o sont des processus de minéralisation/immobilisation. Les facteurs qui contrôlent l'immobilisation de P_i en P_o et la minéralisation du P_o en P_i dans le sol, sont, au niveau de l'horizon : la végétation, la biomasse microbienne, la faune du sol et les propriétés du sol et à un niveau plus général : le type de sol, le climat, et le type d'utilisation du sol (Frossard et al. 2004). Ces processus sont donc fortement dépendants de la stabilité des matières organiques. La quantification du P selon la méthode Olsen (Olsen 1956) (P_{Olsen}) donne une bonne indication du P « disponible » pour la plante. Les résultats obtenus rendent compte de la complexité des processus qui régissent la libération du P contenus dans les sols vers la solution du sol.

3.3.3. P dans les Technosols

Les Technosols sont considérés comme des sols « jeunes » en terme de réactivité chimique en raison de leurs fréquentes relocalisations et de leurs changements d'usages répétés (Lehmann & Stahr 2007). La formation, le fonctionnement et l'évolution de ces sols sont fortement influencés par la nature technogénique des matériaux (Lefort, 2009). Certains artefacts tels que les briques sont plutôt stables dans les sols et ne semblent pas participer fortement à la réactivité chimique des Technosols résultants (Nehls et al. 2012). Néanmoins, leur altération chimique reste dépendante de la taille des fragments et de leur porosité (Howard & Olszewska 2011). Si des artefacts organiques sont retrouvés simultanément dans des Technosols, les mécanismes qui vont prédominer en termes de réactivité chimique ne sont pas élucidés, ni leurs conséquences sur la libération du P en solution. La littérature est peu pourvue en études concernant les transferts d'éléments nutritifs dans les Technosols.

3.4. Conclusion partielle

Les Technosols n'ont été intégrés dans la classification internationale des sols et dans la cartographie que depuis quelques années (WRB, 2006). Les premiers travaux réalisés sur des Technosols concernaient essentiellement la dynamique des polluants et ceci en raison de fortes préoccupations de réhabilitation d'anciens sites industriels dégradés. L'étude bibliographique proposée sur les processus de formation des Technosols en lien avec leur fertilité physico-chimique montre alors de forts besoins d'acquisition de connaissances.

4. Conclusion

L'augmentation des surfaces végétalisées en zones urbaines a conduit à la modification, non seulement des paysages, mais également des sols : le concept de Technosol construit s'est développé. Ces sols ont intégré le système de classification internationale depuis quelques années seulement et leurs compositions dépendent encore fortement des fonctions attendues et de leur localisation. Dans certains pays, (Asencio *et al.*, 2012) la construction de sols intègre des déchets et sous-produits

urbains désignés dans nos travaux comme des matériaux technogéniques, dès lors qu'ils sont considérés comme étant aptes à être mis en œuvre dans les procédés de construction de sols. Ces matériaux technogéniques peuvent constituer des sources d'éléments nutritifs ou peuvent présenter un potentiel améliorant. Néanmoins, les propriétés liées à la fertilité physico-chimique de ces Technosols construits restent très peu connues. Si l'agrégation et les transferts d'éléments ont pu être étudiés séparément dans des Technosols construits, les interactions entre ces processus n'ont pas encore été sondées. Il en résulte les questions scientifiques auxquelles les travaux de cette Thèse se proposent de répondre.

5. Questions et objectifs scientifiques

L'état de l'art réalisé montre que les Technosols présents en zones urbaines ont des propriétés hétérogènes vis-à-vis de leur fonction de support de végétation. Des pratiques de construction de sols ont été mises en œuvre afin d'améliorer ces propriétés. Des déchets et sous-produits urbains ont pu être identifiés comme ressources dans un souci de développement durable des Technosols et ils ont été mis en œuvre dans des procédés de construction de sols.

Cela permet de poser des questions générales directement en lien avec les aspects opérationnels :

- Est-il possible de recycler des déchets urbains pour la construction de Technosols fertiles dans les villes en substitut à la « terre végétale » ?
- Quels sont les gisements de matériaux potentiellement utilisables dans les techniques de reconstruction de sol ? Et quelle est la faisabilité de la réalisation industrielle de mélanges fertiles de déchets ?
- Quels sont les mélanges de matériaux les plus appropriés pour répondre à des besoins agronomiques permettant la végétalisation en espace urbain ?
- Quels sont les paramètres les plus pertinents pour caractériser la fertilité d'un Technosol construits à partir de déchets ?

Cela suscite un certain nombre de questions scientifiques sur le plan fondamental en relation avec la pédogenèse des Technosols :

- Un mélange de déchets peut-il être assimilé à un substrat fertile qui « mime » les sols naturels ?
- Quels sont les indicateurs agronomiques qui permettent de caractériser la fertilité d'un mélange de déchets ?
- Comment la formulation d'un mélange de matériaux influence-t-elle les propriétés physico-chimiques des Technosols construits ?

L'état de l'art permet de proposer les deux hypothèses suivantes : (i) les premiers processus pédogénétiques à l'origine de la fertilité physico-chimique dans le compartiment de surface des Technosols (horizon de croissance) se mettent en place rapidement ; (ii) la fertilité physique et chimique d'un Technosol peut être abordée, d'une part, par le biais de l'étude du processus d'agrégation et d'autre part, par le biais de l'étude des transferts d'éléments nutritifs et notamment des flux de phosphore (P). On propose donc de se focaliser sur les mélanges qui peuvent constituer l'horizon de surface du Technosol construit.

Les questions suivantes émergent alors :

- Les mélanges de matériaux constitutifs d'un horizon de croissance sont-ils le siège de la formation d'agrégats et les agrégats formés sont-ils stables au cours du temps ?
- Les mélanges de matériaux constitutifs d'un horizon de croissance constituent-ils une réserve d'éléments nutritifs et quelle sera la disponibilité de ces éléments nutritifs au cours du temps ?
- Quelles seront les interactions entre le processus d'agrégation et le transfert d'éléments nutritifs ?
- Comment ces mélanges de matériaux constitutifs d'un horizon de croissance d'un Technosol vont-ils évoluer au cours du temps et sous l'impact de facteurs pédogénétiques ? Les processus pédogénétiques vont-ils se stabiliser à court ou à moyen terme ? Et Quelles seront les conséquences en termes de fonctionnement des Technosols construits ?

Ainsi, la démarche suivie pour répondre à ces différentes questions est présentée Figure I-10.

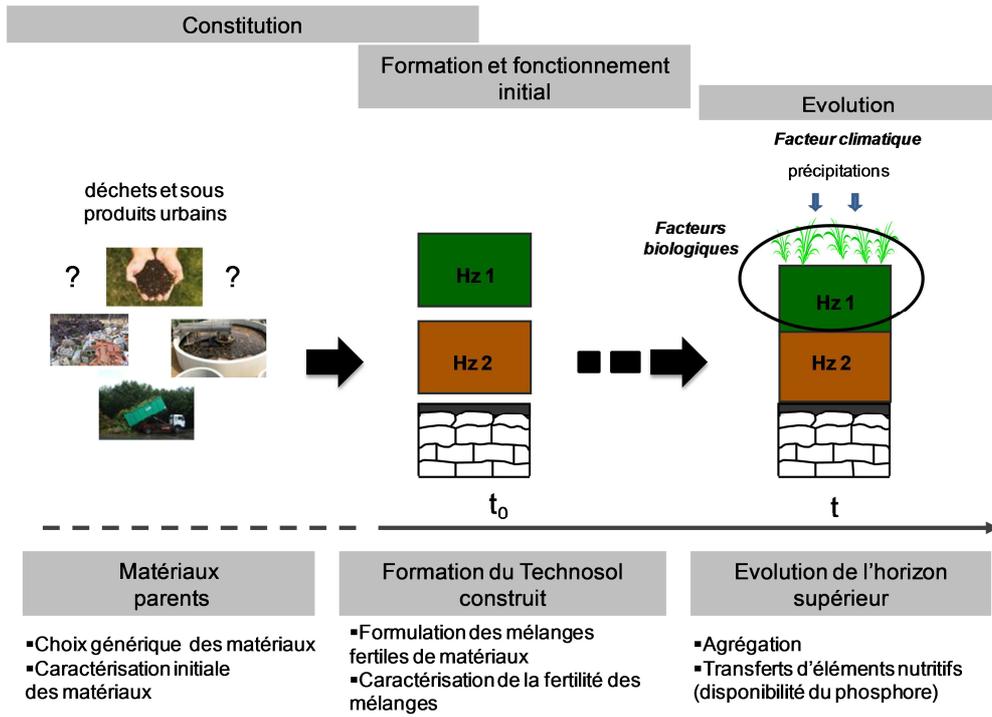


Figure I-10 : Schéma expliquant la démarche suivie pour répondre aux questions scientifiques

II. Chapitre 2 : Proposition d'une méthode de sélection des déchets constitutifs d'un Technosol construit

Introduction

Ce chapitre expose la démarche qui a été développée afin de sélectionner les matériaux constitutifs des Technosols construits, pris comme modèles dans les travaux de Thèse. Cette partie présente alors essentiellement un objectif méthodologique. Un accent fort est mis sur la généralité des étapes proposées pour aboutir au choix des matériaux constitutifs de Technosols construits fertiles pour la végétalisation urbaine. La démarche débute par le recensement de déchets éligibles. Il faut ainsi sélectionner des critères de choix génériques, répondant à la fois à des exigences environnementales et à des objectifs en termes de propriétés agronomiques compatibles avec l'implantation de végétaux en ville. On replace ce chapitre dans le déroulement de la deuxième partie de la Thèse dans la Figure II-1.

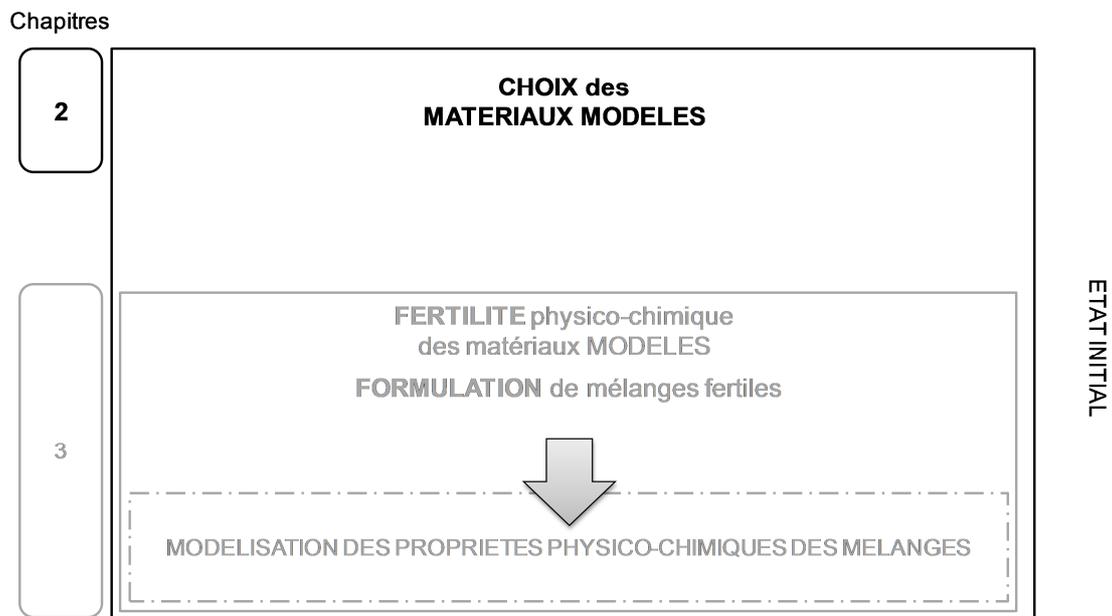


Figure II-1 : démarche du chapitre 2 dans la partie 2 de la Thèse

1. Définitions et terminologie utilisées

L'explicitation du vocabulaire qui sera utilisé de manière homogène dans l'ensemble du manuscrit et les définitions de certains termes clés sont proposées dans cette partie.

1.1. Déchet

Selon le Code de l'Environnement (art. L541-1), un déchet correspond à « tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement tout bien, meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon ». Autrement dit, tout élément qui est abandonné est un déchet. Ce n'est pas pour autant que cet élément est inutilisable, en l'état ou après modification. Seuls les déchets qualifiés d'ultimes sont réellement inutilisables et doivent être stockés pour éviter des pollutions de l'environnement.

1.2. Matériau technogénique

On propose ici une terminologie propre à nos travaux de recherche. Le terme de matériau technogénique désignera tout déchet dès lors qu'il s'agit d'un déchet (i) solide, (ii) non dangereux et (iii) qui est considéré comme réutilisable dans le cadre de la construction de sol. Pour assurer la dernière condition, le déchet doit répondre à une liste de critères définie par la méthode décrite en 2.1 (« les premiers filtres de sélection »). Dans la suite du texte nous précisons que, par souci de simplification, nous emploierons souvent uniquement le mot « matériau ».

1.3. Substrat

Par définition, un substrat est une base matérielle, un support, qui reçoit un quelconque élément pour assurer le développement de végétaux. En horticulture, ce terme est synonyme de support de culture et correspond à une association de matériaux permettant la croissance végétale et notamment la pénétration et l'ancrage des racines d'une plante. Nous parlerons de « substrat » lorsqu'un mélange de matériaux sera évalué comme fertile et permettant le développement de végétaux.

L'approche méthodologique mise en œuvre pour déterminer les déchets utilisés correspond à la première étape du programme de recherche SITERRE-ADEME. Nous en exposerons les grandes lignes, en détaillant plus particulièrement la dernière étape de sélection qui correspond à l'élaboration d'une typologie de déchets permettant d'aboutir aux 10 matériaux modèles, phase à laquelle les travaux de Thèse ont contribué.

2. La première liste de déchets éligibles

Le document pris comme référentiel des déchets potentiellement utilisables en construction de sols est le Catalogue Européen des Déchets (CED). Il s'agit d'une nomenclature intégrant tous les déchets existants, publiée en annexe de la décision de la Commission Européenne n° 94/3/CEE du 20 décembre 1993 (Annexe I). L'objectif de l'approche méthodologique est de sélectionner de façon raisonnée 10 déchets modèles parmi les 836 déchets référencés par le CED. Le principe de base qui a permis d'aboutir au choix final est un système de notation/élimination selon des critères spécifiques.

2.1. Les premiers filtres de sélection

La première étape de la méthode de sélection consiste à éliminer tous les déchets avérés toxiques ou contenant des éléments toxiques et dangereux. Les déchets déclarés officiellement comme étant dangereux ou présentant d'emblée des risques avérés (i) vis-à-vis de la santé humaine (e.g. déchets pouvant contenir de l'amiante, des métaux, des composants électriques et électroniques, des détergents) ; ou (ii) vis-à-vis de l'environnement (e.g. déchets de l'activité de tannerie), ont été écartés. Tous les déchets qu'il semble aberrant d'intégrer dans une formulation de construction de sol en raison de leur origine « à risque » (e.g. déchets médicaux, pharmaceutiques, piles et accumulateurs), de leur état (e.g. déchets liquides, gazeux), ou de leur nature (e.g. graisses, cires, silicones, peinture) sont exclus. Enfin, au-delà du caractère dangereux, tous les déchets qui ne sont pas clairement identifiables (déchets orphelins non spécifiés, codés « 99 »), ou dont le gisement est très anecdotique, sont écartés. Cette première étape a permis de diminuer le nombre

de déchets potentiels en passant de 836 à 142. A ce stade, la liste théorique de matériaux technogéniques éligibles pour la construction de sols est constituée de 102 déchets de nature minérale, de plastiques et/ou d'inertes et 40 déchets de nature organique).

2.2. La notation 0/1

La deuxième étape de la méthode de sélection des déchets a pour objectif un tri suivant les 7 critères suivants : la toxicité, la fertilité chimique, la fertilité physique, la portance pour le trafic de véhicules, le potentiel améliorant, l'acceptabilité sociale, l'aspect/odeur. La notion de potentiel améliorant désigne le potentiel du déchet à améliorer les propriétés d'un Technosol urbain destiné à la culture de végétaux. Il permet de prendre en compte le caractère évolutif du déchet et sa contribution aux propriétés du Technosol construit sur le long terme et aux conséquences sur l'écosystème urbain. Pour chacun de ces 7 critères, une note de 1 ou 0 est attribuée par déchet, selon que celui-ci semble favorable (1) ou non (0). En fonction des notes attribuées par différents experts (partenaires du programme SITERRE), une note finale sur 7 est calculée par déchet et un classement final est établi. A ce stade, les 27 premiers déchets de la liste ont été retenus (2^{ème} liste) comme étant les plus pertinents pour la construction de Technosols fertiles. A ce stade, on peut parler de matériaux technogéniques à potentialités élevées pour la construction de sol (**Tableau II-1**).

Tableau II-1 : liste des 27 déchets de matériaux potentiels à l'issue de l'étape 2 de sélection

N°	Description du déchet	Codification nomenclature (CED)
1	Briques (sans plâtre, sans enduit,...)	170102
2	Tuiles et céramiques	170103
3	Déchets issus de la fabrication de la chaux/plâtre/ciment (déchet avant cuisson)	101301
4	Déchets issus de la fabrication de la chaux/plâtre/ciment (déchet de calcination et d'hydratation de la chaux)	101304
5	Terres excavées	170504
6	Minéraux issus du traitement des déchets (déchets de dessablage des stations d'épuration, STEP)	191209
7	Boues de dragage	170506
8	Déchets de la sylviculture	020107
9	Déchets municipaux de jardins (biodégradables)	200201
10	Sciure de bois	030105
11	Déchet de bois de construction	170201
12	Composts declasses	190503
13	Déchets de tissus végétaux	020103
14	Boues provenant des eaux résiduaires urbaines	190805
15	Déchets de boulangerie - pâtisserie (matières impropres à la consommation ou à la transformation)	206010
16	Déchets provenant du nettoyage des égouts	200306
17	Boues provenant du traitement <i>in situ</i> des effluents autres que celles visées à la rubrique 03 03 10	303110
18	Déchets de balayage des rues	200303
19	Boues provenant du traitement <i>in situ</i> des effluents de l'industrie laitière	205020
20	Boues de désencrage provenant du recyclage du papier	303050
21	Boues provenant du traitement biologique des eaux usées industrielles autres que celles visées à la rubrique 19 08 11	190812
22	Béton du bâtiment	170101
23	Mélange de déchets du bâtiment	170107
24	Pneus usages	160103
25	Ballast	170508
26	Gypse	170802
27	Déchets de terre cuite	101208

3. L'évaluation des déchets éligibles par une étude bibliographique qualitative

L'objectif de la dernière étape de la démarche est de restreindre le nombre de matériaux technogéniques qui constitueraient les **matériaux modèles**. Ainsi, en raison de contraintes de mise en œuvre expérimentale, le nombre de matériaux modèles à choisir est fixé à 10. Des informations ont été collectées dans la littérature scientifique et technique pour chacun des 27 matériaux afin d'évaluer plus avant leurs aptitudes à être intégrés dans un procédé de construction de Technosols. Le potentiel apport de chaque matériau au sein des mélanges a ainsi été pris en compte de manière plus approfondie. La qualité d'un sol peut se définir par sa capacité à remplir ses fonctions essentielles (support de biodiversité, support de végétation, filtre et échanges). Dans le cadre de nos travaux, nous nous focaliserons sur la fonction de support de végétation que doivent assurer les Technosols construits. Ainsi, la sélection des déchets est orientée, d'une part sur les aspects de fertilité et, d'autre part, de façon à répondre aux contraintes mécaniques et environnementales pour s'intégrer au mieux dans le milieu urbain.

Les paramètres à renseigner ont ainsi été classés en 3 catégories : fertilité ; propriétés physiques et mécaniques ; toxicité et salinité (Tableau II-2).

Tableau II-2 : liste des paramètres utilisés pour l'étude bibliographique

Fertilité	Propriétés physiques et mécaniques	Toxicité et salinité
pH_{eau}	portance	conductivité
indice de pouvoir chlorosant	masse volumique apparente	pH sur éluat
azote total	perméabilité à l'eau	concentration totale des polluants
carbone organique	granulométrie	disponibilité des polluants
capacité d'échange cationique		
phosphore disponible		

Les parties suivantes vont présenter l'intérêt de chaque paramètre retenu ainsi que la typologie qui peut être établie à partir des propriétés de fertilité et des propriétés physiques et mécaniques compatibles avec les contraintes urbaines.

3.1. Fertilité

Les paramètres suivants sont ceux que l'on retrouve le plus souvent dans les cahiers de clauses techniques particulières prévus pour les projets de plantation ou d'aménagement d'espaces verts pour évaluer la fertilité des substrats utilisés.

pH_{eau}

Ce paramètre influence fortement la phytodisponibilité des principaux éléments nutritifs (azote (N), phosphore (P) et potassium (K)) et des oligo-éléments. Il est universellement reconnu comme un facteur d'importance primordiale pour la mobilité des éléments en traces et leur disponibilité pour les organismes vivants.

Indice de pouvoir chlorosant (IPC)

Cet indicateur correspond au rapport entre le **calcaire actif** et le fer (Fe) assimilable. Le calcaire actif est défini comme la fraction du calcaire total susceptible de se dissoudre facilement et rapidement dans la solution du sol. Cette fraction permet de maintenir une saturation calcique élevée de la CEC et, indirectement, un pH basique stable. La présence de calcaire peut induire, dans certains sols pauvres en fer libre, un risque de chlorose ferrique, auquel certaines productions sont sensibles. Dans ces cas, il est utile de doser, dans le même extrait, la teneur en fer. Ainsi, la détermination de l'indice de pouvoir chlorosant, permet la détection d'un défaut d'adsorption ou d'utilisation du Fe par la plante en milieu calcaire (Juste & Pouget, 1972). Cet indice est particulièrement utilisé en horticulture. L'IPC se calcule grâce à l'équation suivante :

$$IPC = \frac{C.A.}{Fe^{r^2}} \times 10000 \quad [2.1]$$

Avec C.A. correspondant au pourcentage de **calcaire actif** par rapport à la concentration en calcaire totale mesurée ; *Fe^r* correspondant à la concentration en Fe extractible (mg.kg⁻¹) (Juste & Pouget, 1972).

Le protocole suivi est le suivant :

L'échantillon de sol est agité en présence d'une solution d'oxalate d'ammonium ((NH₄)₂C₂O₄) à 0,1 mol.L⁻¹ dans un rapport 1/125 (m/v). On détermine alors la quantité d'oxalate précipitée par dosage en retour de l'extrait à l'aide d'une solution de permanganate de potassium (KMnO₄) de titre connu (0,02 mol.L⁻¹). Cette quantité est convertie en CaCO₃ (actif), rapportée à la masse de la prise d'essai et exprimée en g.100g⁻¹. Sur le même extrait, on dose le fer solubilisé par émission en plasma induit d'argon (ICP-AES) et on exprime sa concentration en mg.kg⁻¹. La prise d'essai de l'échantillon est de 1g d'échantillon broyé à 250 µm.

Le sol est considéré comme faiblement chlorosant si l'IPC est inférieur à 10.

L'azote total (N_{tot}) et carbone organique total (C_{org})

Leur détermination permet de caractériser la matière organique, notamment en calculant le rapport C/N. Ce rapport permet de juger du degré de dégradation de la matière organique. Si ce rapport est trop élevé (>20) alors cela signifie que la quantité d'N présente n'est pas suffisante pour permettre la décomposition de la matière carbonée, la minéralisation est donc lente. Si au contraire le rapport C/N est faible (<15), la quantité d'N présente est suffisante et la vitesse de décomposition de la matière organique est élevée.

Capacité d'échange cationique (CEC)

Elle correspond à la quantité de charges positives portées par les cations susceptibles d'être échangés, de façon réversible, sur les sites chargés négativement des constituants du sol. La CEC traduit donc de manière directe la réactivité d'un sol car elle exprime la capacité de rétention des éléments nutritifs (Akbarzadeh *et al.*, 2009).

Phosphore assimilable (P_{Olsen})

Sa mesure est une priorité dans la mesure où cet élément est le second facteur limitant la production végétale après N (Aerts & Chapin, 1999). L'indicateur privilégié pour évaluer le P disponible sera le P déterminé selon la méthode Olsen (Olsen *et al.*, 1956).

Les paramètres de fertilité qui sont renseignés sont considérés comme les plus significatifs. Ils permettent d'évaluer le potentiel nutritif et la disponibilité des nutriments, dans une approche agronomique.

3.2. Propriétés physiques et mécaniques

Portance (CBR)

Pour évaluer la portance, l'**indice CBR** (Californian Bearing Ratio) est choisi comme indicateur. Il correspond à la portance pour un sol compacté sous une charge. L'évaluation de cette propriété permet de rendre compte de la capacité du matériau à rester stable suite à des piétinements successifs ou au passage de véhicules, par exemple à proximité d'arbres d'alignement.

Masse volumique apparente (MVA)

La masse volumique apparente correspond au rapport entre la masse et le volume apparent occupé par un même échantillon. Elle est déterminée pour un état standard qui est l'état sec (séchage à 105°C). Mesurée à différentes humidités, cette grandeur peut renseigner sur les propriétés de gonflement ou de retrait de l'échantillon. La masse volumique apparente est une mesure qui indique les volumes occupés par les solides et les pores dans un échantillon de sol. Une faible valeur de masse volumique apparente désigne un objet présentant une grande proportion de pores et une faible proportion de solides (Patterson *et al.*, 1980). Cette donnée est classiquement retrouvée dans les cahiers de clauses techniques particulières prévus pour les projets de plantation ou d'aménagement d'espaces verts.

Perméabilité à saturation (K_s)

Sa mesure a été réalisée à l'aide d'un infiltromètre à minidisque après mise à saturation des échantillons. Le principe d'un infiltromètre consiste à mesurer le flux d'infiltration de l'eau dans l'échantillon à travers la membrane située à la base de l'appareil. Afin de s'assurer que la surface de l'échantillon qui se met en contact de la membrane soit plane, on ajoute couramment une fine couche de sable sur une partie de l'échantillon avant de déposer l'infiltromètre (Coquet *et al.* 2001). La vitesse de succion a ici été appliquée à 2 cm. Dès la mise en contact de l'appareil sur l'échantillon, on mesure le volume d'eau dans l'infiltromètre pour des intervalles de

temps régulier. Le volume est alors converti en hauteur d'eau infiltrée. Pour les calculs permettant d'aboutir à la valeur de conductivité hydraulique à saturation K_s en $m.s^{-1}$, la méthode Zhang (1997) a été utilisée.

Granulométrie

Dans ce chapitre, la granulométrie désigne le pourcentage de matériaux grossiers dans le matériau. Cette fraction grossière est définie par une taille de particules supérieure à 50 mm, taille maximale des particules dans les sols qualifiés de « grossiers ». Cela permet de savoir si le déchet pourra jouer un rôle structurant et remplacer les granulats de carrière utilisés dans les mélanges de type terre-pierre. Ce paramètre permet également d'avoir des informations sur la capacité du déchet à drainer l'eau.

Les 10 paramètres décrits ci-dessus ont été identifiés comme représentatifs et complémentaires pour l'identification de traits caractéristiques des déchets afin de créer des catégories de matériaux en fonction du rôle qu'ils pourraient jouer dans le procédé de la construction de Technosol fertiles. Cependant, du fait du manque de données quantitatives dans la littérature, une analyse qualitative a été proposée. Cette analyse consiste à donner une note à chaque matériau par rapport à un paramètre donné, selon un système de notation quaternaire (notes 0, 1, 2 ou 3). Lorsque le matériau semble présenter la valeur la plus favorable, une note de 3 est attribuée. Toujours dans une optique de généralité de la méthode, des gammes ont été établies pour chaque paramètre, à partir de la bibliographie et des dires d'experts (partenaires SITERRE). Ces gammes sont établies pour les paramètres agronomiques (**Tableau II-3**) et les paramètres physiques et mécaniques (Tableau II-4).

Il en résulte globalement une matrice où sont rassemblés les résultats de la notation des 27 matériaux (Tableau II-5). Les paramètres définis pour évaluer le potentiel et toxique et de salinité sont : (i) la conductivité, (ii) le pH sur éluat, (iii) la concentration totale des polluants (e.g. Ni, Pb, Zn, hydrocarbures) et (iv) la disponibilité des polluants. Les résultats pour ces paramètres ne sont pas présentés dans le cadre de ces travaux de Thèse. Ils sont cependant pris en considération dans la démarche globale SITERRE.

Tableau II-3 : propriétés agronomiques des matériaux - grille de correspondance entre les gammes de valeurs des paramètres choisis et les notes attribuées aux matériaux à l'issue de la synthèse bibliographique qualitative

Note	C _{org} (g.kg ⁻¹)	N _{tot} (g.kg ⁻¹)	CEC (cmol+.kg ⁻¹)	P _{Olsen} (g.kg ⁻¹)	pH	IPC
0	<10	<2	<12	<0,04	<5,5	>60
1	[10-40]	[2-10]	[12-25]	[0,04-0,08]	>8,5	[20-30]
2	>100	>20	[25-40]	[0,08-0,12]	[7,5-8,5]	[10-20]
3	[40-100]	[10-20]	>40	>0,12	[6,5-7,5]	<10

Tableau II-4 : propriétés physiques et mécaniques - grille de correspondance entre les gammes de valeurs des paramètres choisis et les notes attribuées aux matériaux à l'issue de la synthèse bibliographique qualitative

Note	Portance (CBR)	Masse volumique apparente (g.cm ⁻¹)	Perméabilité du matériau (à saturation) (m.s ⁻¹)	Granulométrie (g.100 g ⁻¹ de grossiers)
0	<6	valeurs extrêmes (<0,6 et >1,7)	<10 ⁻¹⁰ (impermeable)	< 10
1	[6-10]	[1,5-1,7]	[10 ⁻¹⁰ -10 ⁻⁷]	[10-20]
2	[10-20]	[1,2-1,5]	[10 ⁻⁷ -10 ⁻⁴]	[20-40]
3	>20	[0,6-1,2]	[10 ⁻⁴ -10 ⁻²]	>40

Tableau II-5 : matrice des notations des 27 matériaux sélectionnés selon les grilles de notes
(valeurs croissantes allant de 0 à 3, le chiffre 3 correspondant à la note la plus favorable)

Matériaux	C _{org}	N _{tot}	CEC	P _{Olsen}	pH _{eau}	IPC	Portance CBR	MVA	K _s	Granulométrie
M1	0	0	0	0	1	0	3	2	0	3
M2	0	0	0	0	1	0	3	2	0	3
M3	0	0	1	0	1	3	2	2	0	2
M4	0	0	3	0	1	3	2	2	0	3
M5	1	0	0	1	3	2	1	1	1	1
M6	0	0	0	1	2	2	1	0	0	2
M7	2	0	0	3	2	3	1	2	1	1
M8	3	1	0	0	2	0	1	3	0	3
M9	3	0	0	3	2	0	1	3	0	3
M10	3	1	0	0	1	0	1	3	0	2
M11	3	1	0	0	2	0	1	3	0	3
M12	3	1	3	3	2	0	1	0	0	2
M13	3	1	1	1	2	0	1	0	0	3
M14	1	1	2	3	1	3	1	2	0	1
M15	3	1	3	0	2	0	0	0	1	0
M16	1	0	0	1	2	2	1	3	1	2
M17	1	0	0	3	2	3	1	0	2	1
M18	1	0	0	1	2	2	1	0	0	2
M19	1	1	3	1	2	1	1	3	0	1
M20	1	0	3	1	2	3	1	3	2	1
M21	1	0	2	3	2	3	1	3	2	1
M22	0	0	0	0	1	0	3	2	0	3
M23	0	0	0	0	1	0	2	0	1	3
M24	3	0	2	0	1	0	2	3	0	3
M25	0	0	0	0	2	0	3	0	0	3
M26	0	0	0	0	1	1	1	3	1	3
M27	0	0	0	0	1	0	2	2	1	3

4. Typologie des matériaux pour le choix de matériaux modèles

Des diagrammes en radars sont réalisés pour représenter les données de caractérisation de chaque paramètre et pour chaque matériau. La comparaison de ces figures deux à deux a permis de regrouper les matériaux qui présentent des traits caractéristiques communs ou proches (Figure II-2), faisant apparaître des familles de matériaux.

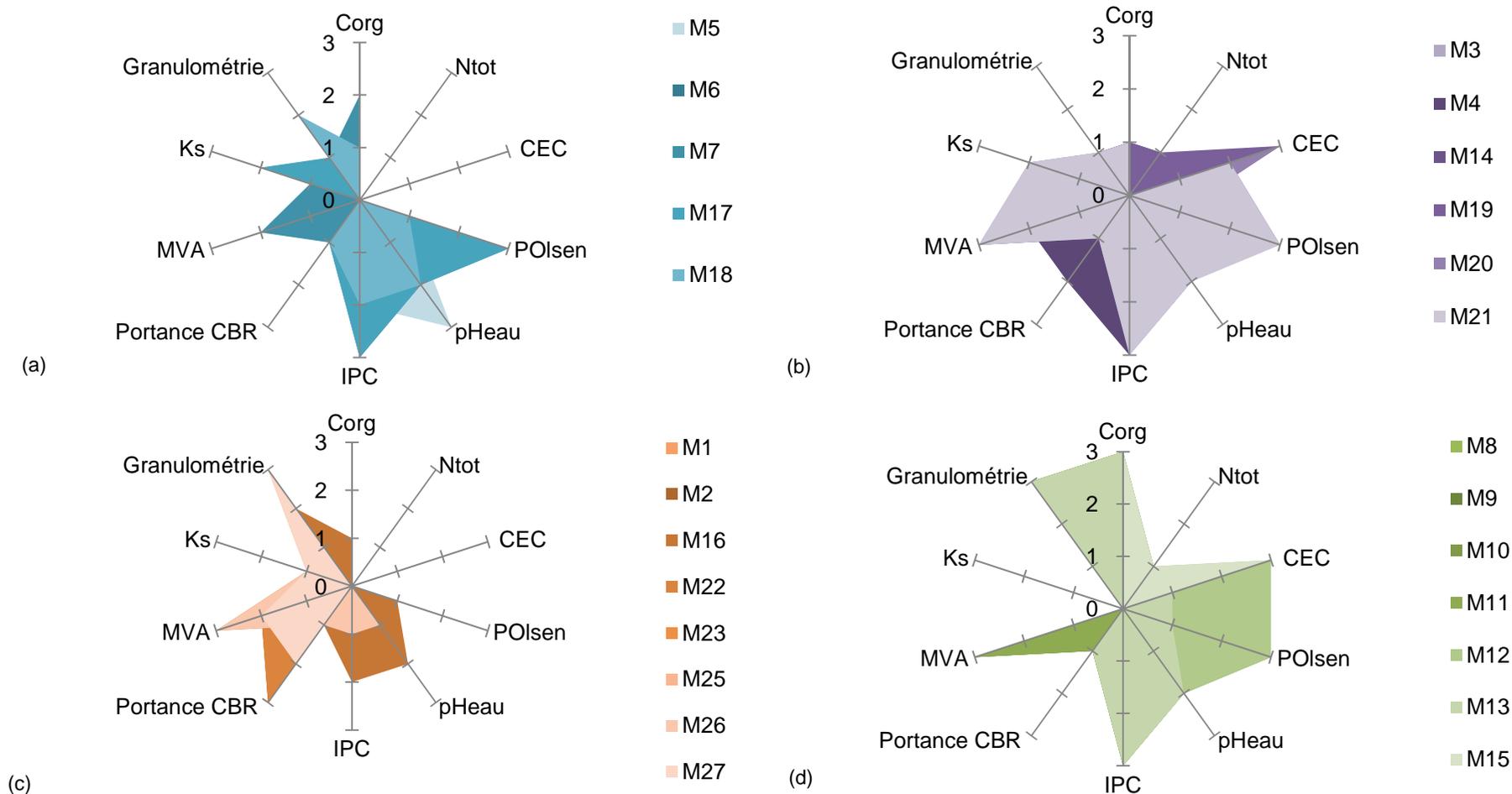


Figure II-2 : représentation en diagrammes en radars, pour les 27 matériaux sélectionnés, des paramètres de fertilité (carbone organique (Corg), azote total (Ntot), capacité d'échange cationique (CEC), phosphore disponible (POlsen), pH (pHeau) et des paramètres de propriétés physiques et mécaniques (portance (CBR), masse volumique apparente (MVA), perméabilité à saturation en eau (Ks), granulométrie), évalués à l'issue de la synthèse bibliographique qualitative

Quatre grandes familles de matériaux peuvent ainsi être distinguées. La première famille regroupe les matériaux M5, M6, M7, M17 et M18 (Figure II-2 (a)). Elle est caractérisée par des matériaux présentant un potentiel fertile relativement faible, malgré des teneurs élevées en P disponible et correctes en C_{org} . Ces matériaux semblent présenter un pH favorable à la croissance des plantes et ne semblent pas présenter de risque de chlorose. Ils ne semblent pas présenter les caractéristiques requises de portance (CBR), leur masse volumique apparente (MVA) étant comprise entre 1,2 et 1,5 $g \cdot cm^{-3}$. La perméabilité à saturation est moyenne et la proportion de matériaux grossiers est inférieure ou égale à 20% .

La deuxième famille est formée par les matériaux M3, M4, M14, M19, M20 et M21 (Figure II-2 (b)). Ils présentent un potentiel fertile élevé avec des concentrations en C_{org} et N_{tot} respectivement entre 10 et 40 $g \cdot kg^{-1}$ et entre 2 et 10 $g \cdot kg^{-1}$. La CEC et les concentrations en P disponible de ces matériaux sont élevées et respectivement supérieures à 40 $cmol \cdot kg^{-1}$ et supérieures à 0,12 $g \cdot kg^{-1}$. Le pH de ces matériaux qui sont essentiellement des boues (e.g. M14, M19, M20, M21) est globalement entre 7,5 et 8,5. Ces matériaux ne semblent pas induire de risques de chlorose des végétaux. En termes physiques et mécaniques, ces matériaux semblent être peu déformables à déformables. La MVA est plutôt faible (comprise entre 0,16 et 1,2 $g \cdot cm^{-3}$). La perméabilité à saturation est assez élevée et les matériaux globalement assez fins sont constitués de moins de 20 $g \cdot 100g^{-1}$ de matériaux grossiers.

La troisième famille présente une toile moins large et plutôt étendue du côté des paramètres physiques et mécaniques. Elle est composée des matériaux M1, M2, M16, M22, M23, M25, M26 et M27 (Figure II-2 (c)). D'un point de vue agronomique, ces matériaux semblent pauvres en nutriments avec des concentrations en C_{org} et N_{tot} respectivement inférieures à 10 et 2 $g \cdot kg^{-1}$. La CEC est très faible puisque inférieure à 12 $cmol \cdot kg^{-1}$ et les concentrations en P disponible sont inférieures à 0,04 $g \cdot kg^{-1}$. Le pH est de neutre à basique et ces matériaux semblent pouvoir provoquer des risques de chlorose. Il s'agit de matériaux carbonatés. Néanmoins, en ce qui concerne leurs propriétés physiques et mécaniques, la portance CBR semble élevée. La MVA varie globalement entre 0,6 et 1,5 et en majorité entre 1,2 et 1,5 $g \cdot cm^{-3}$. Enfin, ces matériaux semblent contenir une grande fraction de particules grossières (supérieure à 20 $g \cdot 100g^{-1}$) et il en résulte une perméabilité à saturation

élevée. Ils présentent alors dans l'ensemble des caractéristiques analogues à celles de matériaux pierreux.

Pour la dernière famille de matériaux, les toiles semblent étendues du côté des paramètres agronomiques. Elle est constituée des matériaux M8, M9, M10, M11, M12, M13 et M15 (Figure II-2 (d)). Sur les quatre paramètres correspondant au potentiel nutritif, les matériaux de cette famille semblent présenter les meilleures notes avec des concentrations en C_{org} et P_{Olsen} respectivement entre 40 et 100g.kg⁻¹ et supérieures à 0,12 g.kg⁻¹. Les concentrations en N_{tot} sont entre 2 et 10 g.kg⁻¹ et la CEC est supérieure à 40 cmol⁺.kg⁻¹. Le pH des matériaux est neutre à tendance alcaline (7,5-8,5). Peu de risques de chlorose sont à envisager. Concernant les propriétés physiques et mécaniques, la portance est faible pour ces matériaux, ainsi que la MVA qui présente des valeurs comprises entre 0,6 et 1,2 voire inférieures à 0,6 g.cm⁻³. La perméabilité à saturation est cependant très faible. Les matériaux semblent présenter un pourcentage de particules grossières assez variable. Cette famille regroupe des matériaux essentiellement organiques et d'origine végétale.

4.1. Typologie des matériaux

Afin de compléter l'analyse qualitative développée plus haut, une classification ascendante hiérarchique a été élaborée à partir de la matrice de notation des 27 matériaux (Tableau II-5). Les quatre familles définies par la classification hiérarchique correspondent aux regroupements entourés en bleu (famille n°1), violet (famille n°2), orange (famille n°3) et vert (famille n°4). Ainsi le dendrogramme suggère que les deux premières familles soient regroupées en un plus grand groupe (Figure II-3).

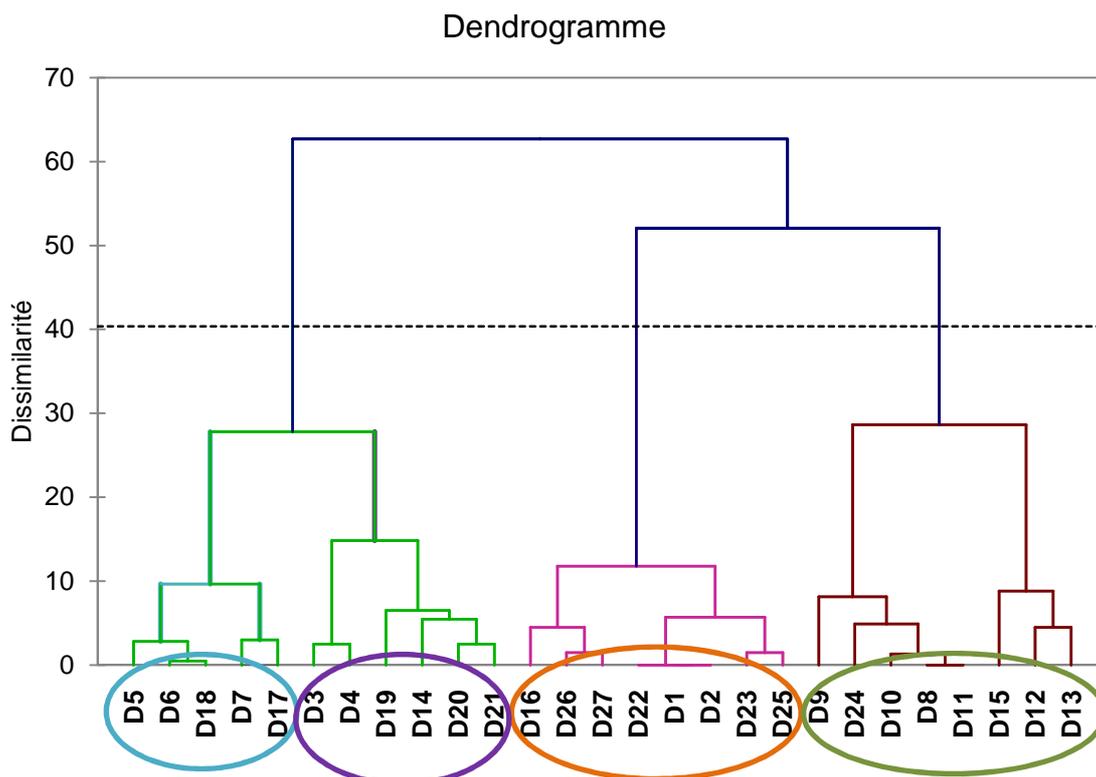


Figure II-3 : dendrogramme représentant le classement des 27 déchets sélectionnés en familles selon les notes obtenues pour les paramètres de fertilité et de propriétés physiques et mécaniques

On peut alors distinguer 4 familles définies par les caractères discriminants suivants :

1) des matériaux essentiellement inertes ne présentant pas de potentiel marqué d'un point de vue agronomique ou physico-mécanique (terres excavées, minéraux de traitement des déchets de dessablage des stations d'épuration, boues de dragage, boues provenant du traitement in situ des effluents autres que celles visées à la rubrique 030310, déchets de balayage des rues).

2) des matériaux fins ou sous forme de boues présentant un très fort potentiel agronomique (notamment de fertilité phosphatée), une faible portance et une perméabilité à saturation assez élevée (déchets issus de la fabrication de chaux, plâtre, ciment, avant cuisson, déchets issus de la fabrication de chaux, plâtre, ciment incluant les déchets de calcination et d'hydratation de la chaux, boues provenant des eaux résiduaires urbaines, boues provenant du traitement in situ des effluents de l'industrie laitières, boues de désencrage provenant du recyclage du papier, boues provenant du traitement biologique des eaux usées industrielles autres que celles visées à la rubrique 19 08 11).

3) des matériaux minéraux, essentiellement issus des activités de déconstruction de bâtiments présentant des traits caractéristiques de matériaux pierreux avec notamment une bonne à très bonne portance (briques, tuiles et céramiques, déchets provenant du nettoyage des égouts, béton du bâtiment, mélange de déchets du bâtiment, ballasts, gypse, déchets de terre cuite).

4) des matériaux essentiellement organiques et d'origine végétale présentant un potentiel agronomique équilibré et des propriétés physico-mécaniques médiocres (déchets de sylviculture, déchets municipaux de culture biodégradables, sciures de bois, déchets de bois de construction, compost déclassé, déchets de tissus de végétaux, déchets de boulangerie, pâtisserie).

Cette classification confirme les regroupements proposés en synthèse de l'analyse des diagrammes en radars et les quatre regroupements concordent.

Un choix raisonné de 2 à 3 matériaux au sein de chaque famille devra alors permettre de dégager 10 matériaux représentatifs des 27 sélectionnés à l'étape précédente et ayant des potentiels complémentaires pour la construction de sols.

4.2. Prise en compte des gisements de matériaux et de leur disponibilité

Cette étape consiste à prendre en compte les gisements de matériaux sur un territoire donné et leur disponibilité pour la mise en œuvre de procédés du génie pédologique. Il s'agit plus particulièrement de retenir, au cas par cas, des matériaux qui seront facilement accessibles et si possible à proximité des chantiers de construction de sols. Les résultats détaillés de cette partie de la méthode proposée ne sont pas présentés ici et ont été acquis par le partenaire BRGM du programme SITERRE. Ces paramètres de la méthode seront rediscutés en chapitre 7 (Applications en génie pédologique pour l'optimisation de procédés de construction de sols et de filières de production de biomasse).

5. Synthèse de la méthode de sélection

Les différentes étapes ayant permis de passer de la liste initiale de 836 déchets du CED au nombre de 10 matériaux « modèles » définis selon une méthode générique sont récapitulées ci-dessous :

(i) une première liste de matériaux éligibles pour la construction de sols a été dressée grâce à un tri des déchets selon des filtres prédéfinis. Cette première étape a permis de réduire le nombre de déchets à 142.

(ii) un système de notation selon 7 critères (toxicité, fertilité chimique, fertilité physique, portance, potentiel améliorant, acceptabilité sociale, aspects/odeurs) a permis de classer les 142 déchets et de faire ressortir les 27 déchets ayant obtenus la meilleure note globale.

(iii) une étude bibliographique sur les 27 déchets a permis d'établir une typologie de matériaux aboutissant au choix de 10 matériaux modèles. L'approche méthodologique mise en œuvre est synthétisée dans un schéma (Figure II-4).

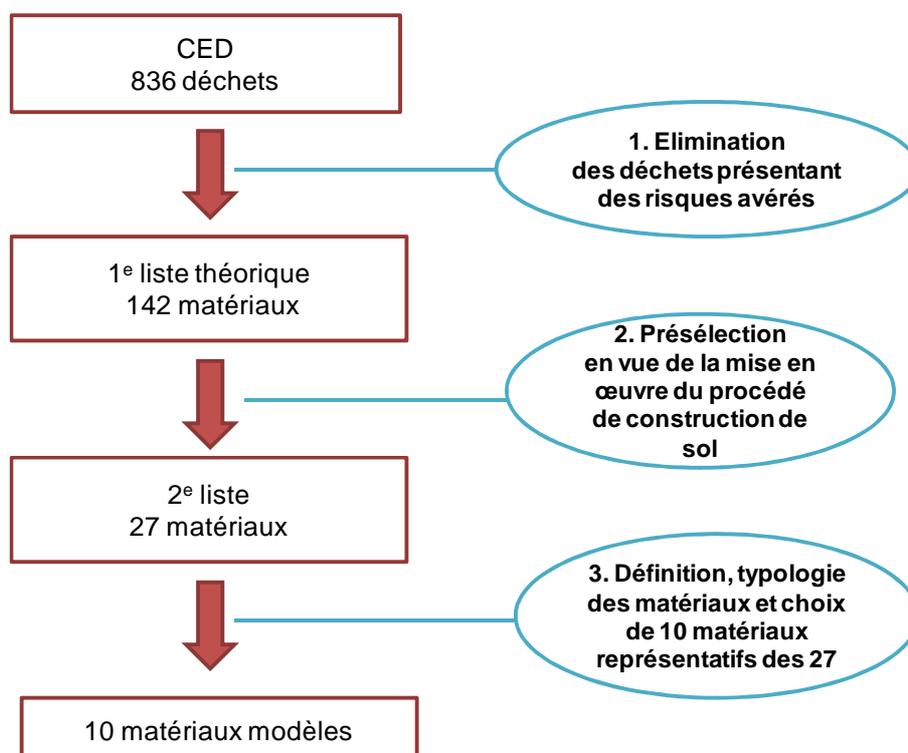


Figure II-4 : schéma de synthèse de la démarche globale de sélection des 10 matériaux modèles pour la construction de sols

Les matériaux modèles sélectionnés

Dans la dernière étape, à partir de la typologie établie des 27 déchets, une étude bibliographique sur la disponibilité des gisements de ces matériaux a pu être menée afin de déterminer quels déchets semblaient les plus représentatifs du CED. De plus, les déchets qui présentent déjà des voies de valorisation ou de recyclage (e.g. déchets de sylviculture, bois de construction) n'ont pas été retenus. Les déchets de boulangerie et d'industries laitières sont éliminés car il s'agit finalement de déchets liquides. Les déchets issus de la fabrication de la chaux, plâtre et ciment ne sont pas retenus, car il s'avère que les sous-produits disponibles se situent au niveau de l'extraction en carrières où tout y est systématiquement réutilisé dans les voies d'amendement agricole. Pour les matériaux restants, les plus représentatifs de chaque famille sont choisis. Ainsi, les 10 matériaux retenus à partir des 27 présélectionnés sont les suivants :

- Famille 1 : terres excavées (M5) et déchets de balayage de rue (M18)
- Famille 2 : boues provenant du recyclage du papier (M20)
et boues provenant du traitement biologique des eaux usées et industrielles (M21)
- Famille 3 : briques et déchets de terre cuite (M1 et M27), bétons (M22),
mélanges de déchets de bâtiment (M23) et ballast (M25)
- Famille 4 : compost (M12) et déchets de tissus végétaux (M13)

Au sein de la famille 3, les briques et les déchets de terre cuite sont regroupés car ils semblent très proches. Au sein de la liste finale des 10 matériaux, deux constats majeurs ont pu être réalisés à partir des données qualitatives obtenues à l'issue de l'étude bibliographique qualitative : (i) la plupart des matériaux semblent présenter une forte proportion de matériaux grossiers (> 50 mm) et (ii) une grande majorité des matériaux présentent des pH à tendance basique (pH >7,5). Ces deux caractéristiques relèvent de la fertilité agronomique. La présence de particules fines favorise un enracinement des végétaux. Un pH optimal compris entre 6,5 et 7,5 est essentiel pour l'assimilation des nutriments pour la plante. Par conséquent, pour la suite des travaux, deux types de terres excavées seront étudiées : une terre

développée sur roche mère acide et une terre développée sur roche mère basique. Cela amène à un nombre total de matériaux modèles de 11.

6. Conclusion

L'objectif de ce chapitre consistait à proposer une méthode générique de choix de matériaux constitutifs de Technosols fertiles. L'approche méthodologique développée se découpe entre 3 grandes étapes. La première phase, consiste à éliminer les déchets ne pouvant s'intégrer dans un procédé de construction de sol pour des raisons sanitaires et environnementales ou en raison de leur état, leur nature et leur origine. A l'issue de ce premier tri, le nombre de déchets considérés est réduit de 836 à 142. La seconde phase consiste à noter les déchets de façon systématique de 0 à 1 selon 7 critères relatifs à la toxicité, la fertilité physique, la fertilité chimique, la portance, le potentiel améliorant, l'acceptabilité sociale et l'aspect/odeur. Cette phase permet un classement des déchets et ceux qui obtiennent les meilleures notes sont retenus. Cette étape permet de réduire considérablement le nombre de déchets à classer, passant de 142 à 27. La dernière étape a, quant à elle, consisté à identifier les caractéristiques clés des 27 déchets présélectionnés en rapport avec (i) leur fertilité agro-chimique, (ii) leurs propriétés physico-mécaniques et (iii) leur potentiel polluant. Dans le présent manuscrit, seuls les résultats pour la fertilité agro-chimique et physico-mécaniques ont été présentés. Pour ce faire, une étude bibliographique qualitative a été menée sur les 27 déchets. Cette étude a permis de constituer une matrice recensant les notes obtenues pour chaque déchet et pour chaque paramètre choisi. Les paramètres sélectionnés se sont révélés représentatifs des caractéristiques requises pour un substrat fertile, permettant le support de végétation en zone urbaine. L'analyse de cette matrice a permis d'établir une typologie de 4 familles de matériaux. La disponibilité des gisements de déchets et l'existence de voies de valorisation de ces déchets ont été prises en compte, aboutissant à la sélection de 2 à 3 déchets par famille. Les 11 matériaux sélectionnés via cette méthode sont :

- le compost,
- les déchets verts,
- la boue de station d'épuration,

- le sous-produits papetiers,
- les déchets de balayage de rue,
- les terres excavées que l'on distinguera dans la suite comme « terre acide » ou « terre basique »
- le béton,
- les briques,
- les déchets de bâtiments et
- les ballasts.

Ils sont représentatifs des familles qui ont pu être définies et ils présentent des potentiels complémentaires qui justifient leur intégration dans des procédés de construction de sol à vocation de support de végétation. Dans l'approche méthodologique développée, un accent est mis sur la généralité des choix appliqués. La méthode qui en découle constitue ainsi un résultat majeur des travaux de Thèse. Toujours dans une optique de généralité, le chapitre suivant est consacré à la caractérisation systématique des matériaux modèles et au développement d'une méthode de formulation et de test de différentes combinaisons de mélange.

III. Chapitre 3 : Comment construire des sols fertiles à partir de déchets ? Formulation de mélanges fertiles

Introduction

L'objectif de ce chapitre est de fournir des réponses aux questions suivantes :

- (i) Peut-on créer un substrat fertile exclusivement à partir de déchets, et qui se comporterait comme un sol naturel ?
- (ii) Est-il possible de décrire la variation des propriétés physico-chimiques des mélanges constitués de différentes proportions de déchets par des modèles appropriés ?
- (iii) Peut-on prédire la fertilité des mélanges à partir de la connaissance des caractéristiques de leurs matériaux constitutifs ?

Dans ce chapitre, on tentera alors notamment (i) d'identifier quels sont les paramètres qui permettent d'évaluer la fertilité des sols construits et (ii) de comprendre comment la formulation des mélanges de déchets influence leurs propriétés physico-chimiques (Figure III-1).

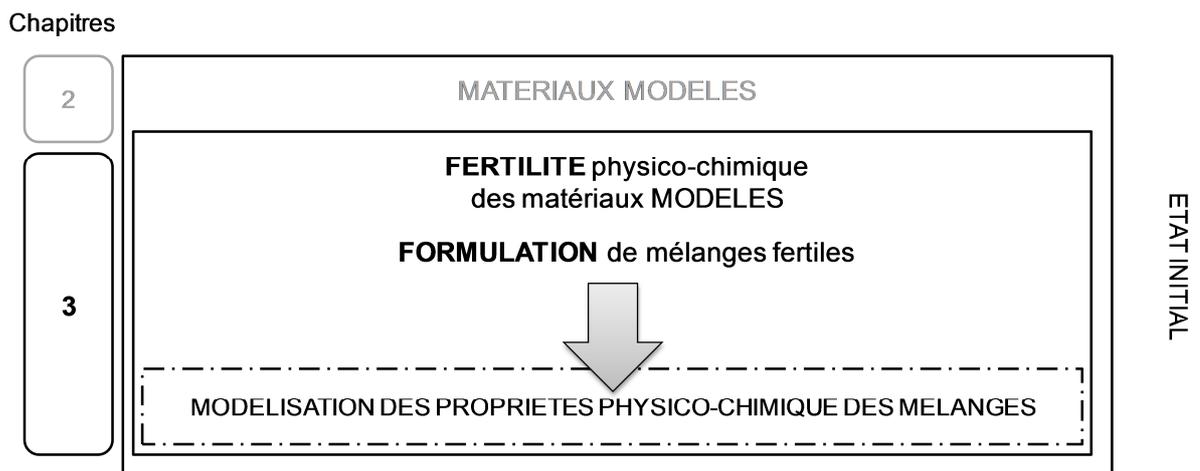


Figure III-1 : démarche des travaux menés, Chapitre 3

1. Matériels et méthodes

Les matériaux étudiés ont pour vocation d'être assimilés à des sols, une fois mélangés entre eux. Du fait de leur particularité et de leur nature, la description de leur échantillonnage et de leur préparation est essentielle. Si les méthodes d'échantillonnage, d'observation et de caractérisation sont calquées sur celle classiquement utilisées en science du sol, néanmoins, certaines de ces méthodes ont été adaptées pour répondre aux besoins de l'étude.

1.1. Echantillonnage et description des matériaux

Les onze matériaux sélectionnés - béton (BE), boues de station d'épuration (BS), compost de boues et de déchets verts (CO), déchets verts (DV), sous-produits papetiers (SP), briques (BR), déchets du bâtiment (DB), ballast (BA), déchets de balayage de rue (DR), terres excavées développées sur roche mère acide (TA) et basique (TB) - sont présents sous leur forme « brute » en plateforme de stockage, déchetterie ou sur chantier.

1.1.1. Echantillonnage

▲ Plateforme d'échantillonnage

Une plateforme commune aux partenaires du projet SITERRE a été investie et aménagée par l'entreprise Luc Durand à Thorigné d'Anjou (Maine et Loire, 47°47'N, 00°56' W). Les matériaux sont disposés à raison de 10 m³ les uns à côté des autres, sur une plateforme hydrocarbonée afin d'éviter tout mélange avec le sol support. D'autre part, les matériaux sont protégés des intempéries par un géotextile afin de limiter toute transformation liée au climat.

▲ Techniques d'échantillonnage sur le terrain

Les lots d'échantillons étant grands et hétérogènes, une technique d'échantillonnage de terrain a dû être mise en œuvre, afin d'obtenir un échantillon représentatif de chaque tas de 1m³ de chaque matériau (**Figure III-2**) :

- Etape 1 : on constitue un tas d'environ 1 m³.

- Etape 2 : le tas est alors séparé en 4 sous tas (1a, 1b, 1c, 1d) alimentés par une pelletée à chaque tour.
- Etape 3 : les tas opposés sont regroupés jusqu'à constituer 2 lots (TAS 2 et TAS 3) de 50 kg par matériau.

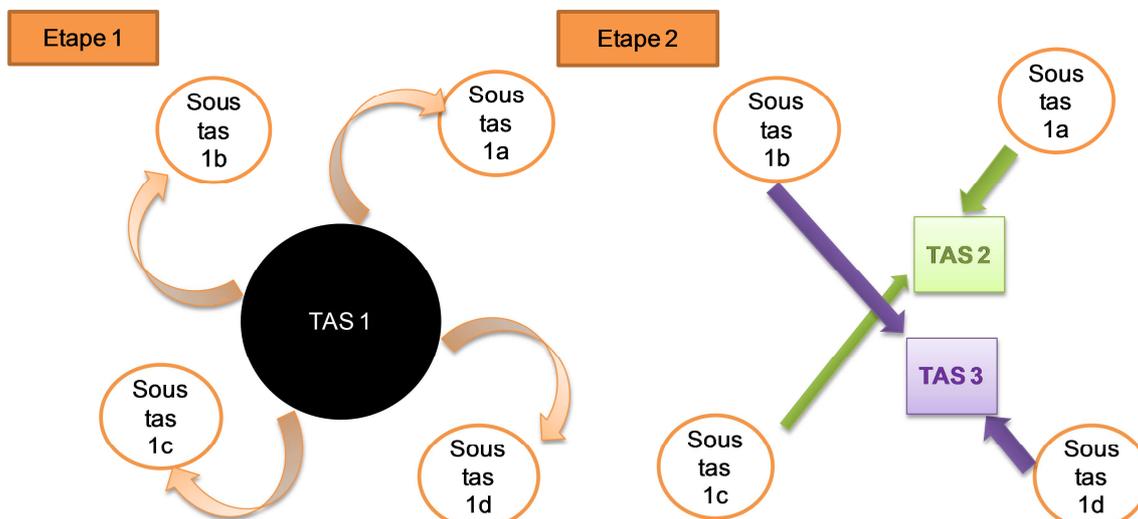


Figure III-2 : schématisation de la technique d'échantillonnage réalisée sur le terrain

Après cette phase d'échantillonnage, les matériaux sont placés dans des fûts puis amenés au laboratoire. Ils sont alors stockés, soit dans une atmosphère sèche et à l'obscurité, soit au frais dans des chambres froides (e.g. pour les matériaux de nature organique).

▲ Techniques d'échantillonnage en laboratoire

Les lots d'échantillons bruts de matériaux ramenés au laboratoire représentent des tailles conséquentes (50 kg) et sont très hétérogènes en composition. De plus, le transport des matériaux a provoqué une ségrégation des matériaux par taille, les matériaux fins étant entraînés vers le fond du fût alors que les grossiers se retrouvent en surface. Ainsi, un nouvel échantillonnage est réalisé en laboratoire afin d'avoir un échantillon représentatif de chaque lot de matériau.

Compte tenu de l'hétérogénéité de taille des particules de chaque matériau, la technique classique de quartage mécanique utilisée en étude des sols n'est pas applicable ici. On effectue un échantillonnage manuel selon la méthode « du lot »

(inspirée de la méthode du cône). Pour ce faire, on prend un lot entier de chaque matériau (50 kg) que l'on verse dans un bac de dimension 0,6 X 1,5 X 1 m. On homogénéise le tas à l'aide d'une pelle ou à la main puis on l'étale sur une épaisseur régulière dans le bac. Puis on réduit le lot d'échantillonnage au fur et à mesure en éliminant les « sous-tas » diagonalement opposés (ici les tas a et c sont éliminés à chaque fois) jusqu'à obtenir un échantillon de la taille recherchée d'environ 2L (Figure III-3).

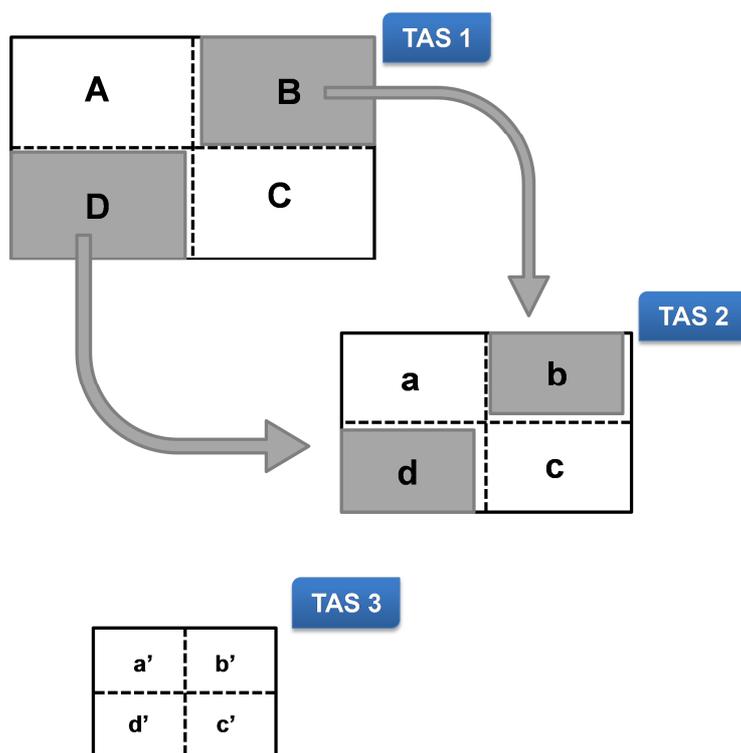


Figure III-3 : illustration de la technique de quartage permettant d'aboutir à la taille de lot souhaitée

1.1.2. Description des échantillons

Une fois échantillonné, le matériau peut être observé et décrit. Toutes les observations à l'échelle macroscopique sont notées et les matériaux sont photographiés. La description de la couleur des matériaux individuels pourra permettre d'identifier d'éventuels changements de couleurs lors de la mise en mélange des matériaux. Une référence est ainsi donnée à chaque matériau frais (dans les conditions de l'échantillonnage) et sec à l'aide de la charte de couleur utilisée pour les sols (code Munsell®). Chaque référence décrit la teinte dominante de base et la clarté. Pour certains matériaux, des observations sous loupe

binoculaire ont été réalisées à l'aide d'un stéréo microscope (Leica MFLZIII) muni d'une camera (Leica DCF300).

1.1.3. Préparation d'échantillons

Chaque échantillon de matériau est préparé de la même façon. Il est d'abord séché à l'air (température < 35°C) durant 48h minimum, en fonction de l'humidité du matériau. Aucune température supérieure à 35 °C n'est appliquée à ce stade afin de ne pas altérer les matières organiques. Puis les matériaux sont tamisés et/ou broyés selon des protocoles normalisés en fonction du type de mesures ou d'essais qu'ils subiront. Les traitements spécifiques à chaque mesure ou analyse sont précisés dans les paragraphes concernés.

1.2. Les méthodes de caractérisation des matériaux

1.2.1. Caractérisation physique

L'**humidité résiduelle** des échantillons a été déterminée à 105°C. Elle a été réalisée à la fois sur les échantillons non tamisés et ceux tamisés à 2mm, afin d'avoir les humidités respectives de chaque fraction analysée. Suivant la norme NF ISO 11 465, les échantillons ont été séchés à 105 ± 5 °C jusqu'à masse constante. La différence de masse avant et après le processus de séchage permet de déterminer la teneur en matière sèche et en eau. Cette teneur est exprimée en g.kg^{-1} .

La **masse volumique apparente** (ρ_d) des échantillons de nature technogénique est déterminée selon la norme NF EN 13041 utilisée pour la détermination des propriétés physiques des amendements du sol et de supports de culture au laboratoire. La masse volumique apparente est calculée selon la formule suivante :

$$\rho_d = \frac{m_p - m_c}{V_{total}} = \frac{m_s}{V_{total}} \quad [\text{III-1}]$$

Avec ρ_d la masse volumique apparente sèche (g.cm^{-3}) ; m_p la masse du cylindre de prélèvement et de l'échantillon séché à l'air (g) ; m_c la masse du cylindre vide (g) ;

m_s correspondant à la masse de l'échantillon sec et V_{total} le volume intérieur du cylindre (cm^3).

Cette mesure a été réalisée sur les matériaux séchés à l'air, non tamisés, à l'aide du dispositif présenté à la Figure III-4. Ce dispositif permet un écoulement relativement homogène dans le cylindre. Le cylindre de volume connu (1L) étant rempli à ras bord du matériau, on aplani la surface du cylindre sans appliquer de pression pour retirer les particules qui débordaient. Puis l'échantillon est pesé afin de mesurer la masse contenue dans un volume de 1L.



Figure III-4 : illustration du dispositif de mesure de masse volumique apparente correspondant à la norme NF EN 13041

Au vu de l'hétérogénéité de forme et de taille des différents matériaux technogéniques, ce protocole ne semblait pas être adapté à la spécificité des matériaux. Pour des matériaux tels que le ballast (BA) (Figure III-4), la mesure est biaisée car certaines particules de dimensions supérieures à 50 mm doivent être écartées car elles sont moins de 2 fois plus petite que le diamètre du cylindre utilisé pour réaliser la mesure. Selon (Paute *et al.*, 1994), pour assurer une certaine validité au résultat d'un essai, l'échantillon mesuré doit être de dimensions au moins 10 fois inférieures par rapport au diamètre de la cellule de mesure. Par conséquent, un protocole adapté de la norme NF EN 13 041 a été développé. Il est présenté en Annexe II .

La **masse volumique réelle** des matériaux (ρ_s) a été mesurée selon la norme NF ISO 11 508 (AFNOR, 1998a), à l'aide d'un pycnomètre d'une capacité d'environ 50 cm³. Trois répétitions ont été réalisées pour chaque point. Elle est calculée à partir de deux mesures : la masse, déterminée par pesée, et le volume, déterminé à partir de la masse et de la densité de liquide déplacée par l'échantillon. La préparation des échantillons a consisté à les tamiser sur une maille de 2 mm puis les sécher à 105 °C pendant 48 h, ensuite les broyer afin de les tamiser à nouveau avec un tamis de maille 0,5 mm. Nous avons choisi d'adapter le protocole en remplaçant l'eau distillée par de l'alcool, en raison du caractère hydrophobe de certains matériaux (e.g. compost, boues de STEP, déchets verts et déchets de rue) (Figure III-5). Pour ces matériaux, les mesures ont été effectuées avec de l'éthanol à 96 % et de masse volumique 0,807 g.cm⁻³ (à 20°C).

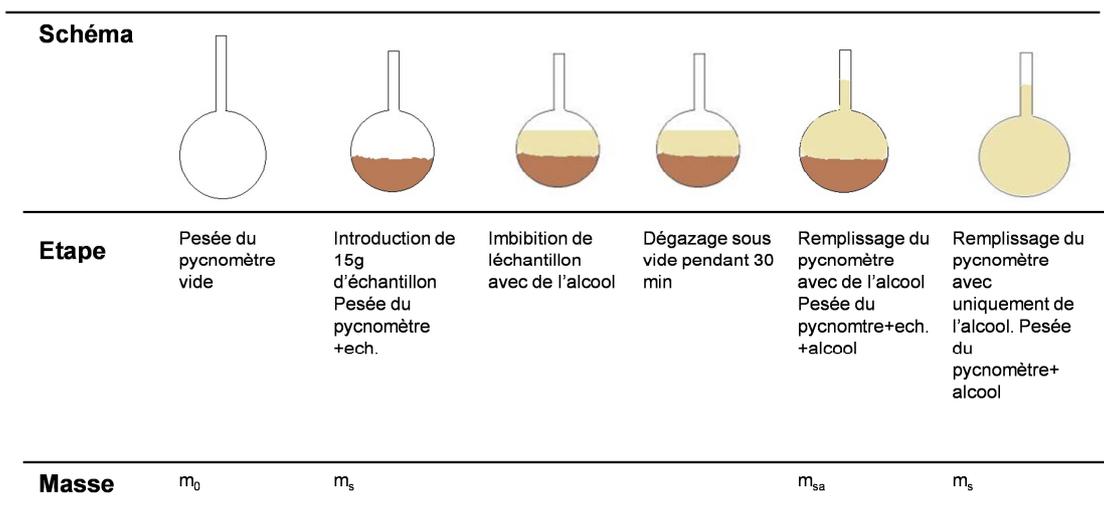


Figure III-5 : protocole de la mesure de la masse volumique réelle des particules à l'aide d'un pycnomètre

La masse volumique des particules est obtenue par le calcul suivant :

$$\rho_s = \frac{(m_s - m_0) \times \rho_a}{(m_s - m_0) - (m_{sa} - m_a)} \quad [III-2]$$

Avec ρ_s la masse volumique des particules (g.cm⁻³) ; m_0 la masse du pycnomètre vide (g) ; m_s la masse du pycnomètre et de l'échantillon (g) ; m_a la masse du pycnomètre rempli d'alcool (g) ; m_{sa} la masse du pycnomètre (Figure III-6) avec l'échantillon et l'éthanol (g) ; ρ_a la masse volumique de l'alcool (=0,807 g.cm⁻³).



Figure III-6 : illustration de la mesure de la densité réelle des sous-produits papetier dans de l'eau dans des pycnomètres

Les humidités caractéristiques ont été déterminées en suivant la norme NF ISO 11 464. Il s'agit de caractériser l'état du système terre/eau en mesurant la force avec laquelle la phase solide retient la phase liquide. La technique consiste à appliquer une pression de gaz inerte à un échantillon de terre humide afin d'extraire toute la phase liquide retenue dans un système d'extracteur à plaque de pression dans des presses à membrane (Bruand *et al.*, 1996). Les mesures correspondent à la capacité au champ, potentiel au-dessous duquel il subsiste de l'eau gravitaire dans le sol (pF 3 soit -100kPa) et au point de flétrissement, potentiel au-delà duquel les racines des plantes ne peuvent plus prélever l'eau (pF4,2 soit -1600 kPa). La différence entre l'humidité à la capacité au champ et l'humidité au point de flétrissement correspond à la réserve en eau (RE). La RE représente la quantité d'eau maximale, retenue par le sol et disponible pour l'alimentation hydrique des plantes, disponible pour les plantes. Les valeurs sont exprimées en humidité massique (g.kg^{-1}).

Mesure de la conductivité hydraulique à saturation à l'aide d'un infiltromètre à mini-disque

Des mesures d'infiltration ont été réalisées sur chaque échantillon de l'expérience HD à l'aide d'un infiltromètre à minidisque (Decagon Devices, INC. ; Pullman, WA) (Figure III-7). Le principe consiste à mesurer le volume infiltré dans un intervalle de temps donné. Dès la mise en contact de l'appareil sur l'échantillon, on mesure le volume d'eau dans l'infiltromètre pour des intervalles de temps régulier. Afin de

convertir le volume en hauteur d'eau infiltrée, on soustraie le volume initial et on divise par la surface du disque de l'infiltromètre (15,47 cm²).



Figure III-7 : illustration de la mesure de la conductivité hydraulique à saturation du compost à l'aide d'un infiltromètre à minidisque

A partir de ces données, il est possible d'établir une courbe « racine du temps en fonction de la hauteur d'eau », et d'ajuster sur celle-ci une courbe de tendance polynomiale de degré 2.

La conductivité hydraulique à saturation (K_{S-1cm}) a été calculée à partir de l'équation établie par Zhang (1997) :

$$K_{S-1cm} = \frac{C_1}{A} \quad \text{[III-3]}$$

Avec K_{S-1cm} en $m \cdot s^{-1}$, A paramètre dépendant de la texture du sol, C_1 calculé à partir de la relation suivante :

$$I = (C_1 t + C_2 \sqrt{t}) \quad \text{[III-4]}$$

Avec I la hauteur d'eau infiltrée cumulée (m), t le temps (s) et C_2 paramètre de calage.

La valeur de A est calculée selon les formules suivantes :

$$A = \frac{11.65 (n^{0.1}-1) \exp[2.92 \times (n-1.9) \alpha h_0]}{(\alpha r_0)^{0.91}} \quad \text{Si } n \geq 1.9 \quad [\text{III-5}]$$

$$A = \frac{11.65 (n^{0.1}-1) \exp[7.5 \times (n-1.9) \alpha h_0]}{(\alpha r_0)^{0.91}} \quad \text{Si } n \leq 1.9 \quad [\text{III-6}]$$

Où, r_0 est le rayon du disque (cm), h_0 la succion à la surface du disque (cm), n et α sont les paramètres de van Genuchten (1980) du sol défini par l'équation continue et dérivable sur l'ensemble du domaine de potentiel hydrique :

$$Se = \frac{\theta - \theta_r}{\theta_s - \theta_r} = \left[\frac{1}{1 + (\alpha \varphi)^n} \right]^m \quad [\text{III-7}]$$

Avec Se , la saturation effective ; θ la teneur en eau volumique du sol (m^3m^{-3}) ; θ_r et θ_s les teneurs en eau résiduelle et à saturation (m^3m^{-3}) ; α l'inverse du point d'entrée d'air (kPa^{-1}) ; φ la succion (kPa) ; n et m des paramètres de forme du modèle. Ces deux derniers paramètres sont reliés par la relation :

$$m = 1 - \frac{k_m}{n} \quad \text{avec } n > m \quad [\text{III-8}]$$

Où k_m est un entier dépendant du modèle capillaire choisi ($k_m=1$ pour le modèle de Mualem (Mualem, 1976). Les paramètres n et m (sans dimension) peuvent être fixés à des valeurs constantes (n généralement supérieur à 1 et m compris entre 0 et 1) ou soit laissés libres. La valeur de C2 utilisée est celle calculée pour le limon argileux (9,1) (Zhang 1997).

La **granulométrie** a été déterminée en suivant la norme NF X 31-107 pour connaître la distribution granulométrique des particules de diamètre inférieur à 2 mm. Cette détermination est réalisée avec ou sans décarbonatation et permet de classer les particules en cinq fractions : les argiles (0 à 2 μm), les limons fins (de 2 à 20 μm), les limons grossiers (de 20 à 50 μm), les sables fins (de 50 à 200 μm) et les sables grossiers (de 200 à 2000 μm). Cette mesure a été réalisée sur les matériaux seuls sauf sur les deux matériaux qui sont sous forme de boues (e.g. BS et SP) et pour

lesquels le protocole n'est pas très adapté étant donné que la taille des particules est très dépendante des traitements subis préalablement.

1.2.2. Caractérisation chimique

En dehors de la détermination de la matière organique totale qui est réalisée sur des matériaux non tamisés, toutes les mesures chimiques sont réalisées sur les fractions tamisées à 2mm.

La **matière organique totale (MO)** est déterminée en suivant la norme NF U 44-170. La fraction de masse perdue par un échantillon est déterminée lors d'une calcination à 550°C. La fraction organique est exprimée g.kg^{-1} et la fraction minérale est déduite par calcul.

Le **carbone total** (organique+minéral) a été déterminé par combustion sèche. La méthode repose sur la transformation en dioxyde de carbone (CO_2) de la totalité du carbone présent dans l'échantillon. La réaction s'effectue en portant, une prise d'essai d'environ 50 mg broyé à 250 μm , à environ 1000°C en présence d'oxygène. Après séparation chromatographique, la quantité de CO_2 formée est quantifiée au moyen d'un catharomètre (conductibilité thermique). Le résultat est exprimé en g.kg^{-1} . Le protocole suit la norme NF ISO 10694.

L'**azote total** (organique et minéral) est déterminé en chauffant à environ 1000°C en présence d'oxygène, une prise d'essai d'environ 50 mg d'échantillon broyé à 250 μm . Les produits de combustion ou décomposition sont réduits à l'état d'azote moléculaire (N_2). Les quantités de N_2 formées sont quantifiées, après séparation chromatographique, au moyen d'un catharomètre. Le protocole suit la norme NF ISO 13878.

Le calcaire total (**CaCO_3 total**), est déterminé après acidification de l'échantillon, par une solution d'acide chlorhydrique. En présence de carbonates, il y a dégagement de dioxyde de carbone (CO_2). Le volume de CO_2 est ensuite mesuré à l'aide d'un dispositif appelé calcimètre de Bernard. En tenant compte de la masse de la prise d'essai, le volume de CO_2 mesuré est converti en teneur de CaCO_3 exprimée en g.kg^{-1}

¹. La méthode utilisée est décrite dans la norme NF ISO 10693. La prise d'essai est comprise entre 0,5 et 10 g d'échantillon broyé à 250 μm , selon la teneur en carbonates.

La mesure de calcaire actif, **CaCO₃ actif**, est réalisée selon la méthode Drouineau et Drouineau-Galet. Elle a été réalisée pour les teneurs en CaCO₃ total supérieures à 50 g kg⁻¹. Il s'agit de déterminer la fraction de calcium insolubilisée après agitation du sol avec une solution d'oxalate d'ammonium. Les résultats sont exprimés en g.kg⁻¹ de CaCO₃. Selon les teneurs, des rapports d'extraction différents sont utilisés, 1/25 (m/v) pour la méthode Drouineau (quand la teneur est inférieure ou égale à 130 g.kg⁻¹), 1/100 (m/v) pour la méthode Galet (quand la teneur est supérieure à 130 g kg⁻¹). Dans les deux cas la quantité d'oxalate résiduelle est dosée par titrimétrie en présence d'une solution de permanganate de potassium de titre connu (0,02 mol.L⁻¹). La méthode utilisée est décrite dans la norme AFNOR NF X 31-106. (Callot et al, 1980)

Le **pH eau** est mesuré après mise en suspension de l'échantillon de sol séché à l'air dans l'eau, avec un rapport 1/5 (v/v). La méthode utilisée est celle de la norme NF ISO 10390. La prise d'essai est d'environ 10 g d'un échantillon broyé à 2 mm.

La capacité d'échange cationique (**CEC**) correspond à la quantité de charges positives portées par les cations susceptibles d'être fixés, de façon réversible, sur les sites chargés négativement des constituants du sol. La détermination de la CEC a été réalisée par deux méthodes. (i) La méthode de Metson (Metson, 1956) comprend trois étapes :

- saturation de l'échantillon en ions ammonium (NH⁴⁺) par percolations successives d'une solution d'acétate d'ammonium (CH₃CO₂NH₄) à 1 mol.L⁻¹.
- élimination de l'excès de NH⁴⁺ par percolations d'alcool éthylique
- échange des ions ammonium restant par une solution de chlorure de sodium à 1 mol.L⁻¹.

Les NH⁴⁺ déplacés sont dosés par colorimétrie sur la solution précédente après filtration. Les concentrations trouvées sont converties en cmol⁺.kg⁻¹ (centimoles de charges positives par kilogramme de sol).

(ii) La méthode après extraction à la cobaltihexamine. La solution de chlorure de cobaltihexamine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3$), à $50 \text{ mmol}^+/L$ (millimoles de charges positives par litre) affecte peu le pH de l'échantillon mis en suspension. Cette caractéristique permet d'envisager la détermination de la quasi totalité des cations échangeables quel que soit leur niveau d'acidité. La faculté qu'a l'ion cobaltihexamine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6^{3+}$) à s'échanger facilement permet d'envisager son utilisation avec des quantités résiduelles excédentaires réduites. On estime qu'une consommation de 35% du réactif conduit encore à un échange complet des cations fixés sur l'échantillon. Au-delà, il faut réduire la prise d'essai ou augmenter la concentration en solution. La prise d'essai de la mesure varie en fonction des CEC attendues.

Les méthodes utilisées sont décrites dans la norme AFNOR NF X 31-130.

Le **phosphore (P) assimilable** est déterminé selon la méthode Olsen (Olsen 1956) décrite dans la norme NF ISO 11263. Un échantillon de 2,5 g de sol broyé à 2 mm est mis en suspension dans un réactif constitué de NaHCO_3 à $0,5 \text{ mol.L}^{-1}$ tamponné à pH 8,5 par NaOH dans un rapport d'extraction de 1/20 (m/v). Le dosage du phosphore extrait s'effectue par spectrophotométrie à 825 nm après développement de la coloration d'un complexe phosphomolybdique selon le protocole décrit par Duval (Duval, 1963).

Les **teneurs en Si, Al et Fe extractible** ont été déterminées par la méthode Mehra Jackson (Mehra & Jackson, 1960) décrite dans la norme NF ISO 22036. Un échantillon de 0,500 g broyé à $250 \mu\text{m}$ est ajouté à 25 mL d'une solution d'extraction (citrate de sodium à $0,267 \text{ mol.L}^{-1}$) + hydrogencarbonate de sodium à $0,111 \text{ mol.L}^{-1}$) et 1,5 mL d'une solution réductrice de dithionite de sodium à 200 g.L^{-1} . Les dosages s'effectuent sur le filtrat par ICP-AES. Le fer est considéré comme traceur de l'évolution des sols. L'objectif visé est l'extraction d'une fraction plus ou moins importante du fer sous forme amorphe ou cristallisée non inclus dans un réseau silicaté (minéraux primaires ou argiles). Cette fraction est souvent appelée "fer libre". L'aluminium et le silicium sont susceptibles de renseigner sur la nature des produits extraits.

1.3. Méthodes de sélection et de formulation des mélanges

1.3.1. Méthode de sélection des mélanges

Afin de réduire la complexité des systèmes, le nombre de matériaux mélangés entre eux a été limité à un nombre maximum de 3. En utilisant 11 matériaux, on obtient $11 \text{ !} / (2 \text{ !} \times 9 \text{ !}) = 55$ combinaisons binaires et $11 \text{ !} / (3 \text{ !} \times 8 \text{ !}) = 165$ combinaisons ternaires possibles. Nous avons appliqué un premier filtre de sélection afin d'éliminer les associations aberrantes en regard de la construction de sols fertiles. Afin d'observer les similarités de caractéristiques des 11 matériaux, une analyse en composantes principales a été réalisée sur les 7 paramètres (N_{tot} , C_{tot} , P_{Olsen} , CEC, pH, la capacité de rétention en eau à pF 2 et la masse volumique apparente) identifiés comme représentatifs de la fertilité (XLSTAT, version 2.06.2011). L'objectif de cette analyse est de permettre des regroupements de matériaux en différentes familles afin de repérer quelles associations binaires ou ternaires paraissent aberrantes.

Ainsi, les combinaisons binaires entre 2 matériaux de même nature (organique/organique ou minéral/minéral) ont été exclues. Pour des raisons techniques en lien avec le dimensionnement de l'essai, le nombre de combinaisons à tester a finalement été limité à 25 : 15 combinaisons binaires et 10 ternaires. Les mélanges binaires ont été préparés à différents ratios répartis de la façon suivante : 0/100, 20/80, 50/50, 80/20 et 100/0 (volume matériau 1/volume matériau 2). Pour les mélanges ternaires, le modèle des mélanges terre-pierre a été suivi en intégrant systématiquement 60 % (v/v) de matériaux minéraux grossiers (BA, BE et DD) (Grabosky *et al.*, 2002) qui sont distincts des terres et des BR considérés comme fragiles mécaniquement. Ces 60% de matériaux sont additionnés de 40 % (v/v) de mélanges binaires constitués de 10, 20 ou 30 % (volume du matériau 1/volume matériau 2) de 2 autres matériaux : organiques (CO, BS, DV, DR SP) ou terreux (TA, TB) (Tableau III-1). Cette procédure a permis de préparer au total 75 mélanges contrastés en composition (25 combinaisons) et à différents ratios.

Tableau III-1 : mélanges testés pour chaque type de déchet, avec le ballast (BA), le béton (BE), les briques (BR), les boues de STEP (BS), le compost (CO), les déchets du bâtiment (DB), les déchets de balayage de rue (DR), les déchets verts (DV), les sous produits papetiers (SP), les terres d'excavation acide (TA) et basique (TB), le mélange BA/DR/CO ayant été réalisé aux trois ratios volumiques suivants 70/10/20, 50/30/20 et 30/50/20.

	Mélanges binaires	Mélanges ternaires
Déchets organiques et déchets minéraux	TA/CO, TA/DV, TA/SP, TA/DR, TA/BS, TB/CO, TB/DR, BR/CO, BR/SP, BA/CO, BA/SP	TA/BE/DV, TA/BE/DR, TA/BE/BS, TA/DB/CO, TA/BA/DR, TA/BA/BS, TB/BA/SP, TB/BA/DR, TB/BA/BS, BA/DR/CO
Déchets minéraux	TA/BR, TA/BE, TA/DB, TA/BA	

Tableau III-2 : Ratio volumique (%) des matériaux introduits dans les mélanges ternaires cité ci-dessus

	matériaux minéraux grossiers (BE, DB, BA)	terres (TA et TB)	Matériaux organiques (BS, CO, DR, DV, SP)
Ratio 1	60	30	10
Ratio 2	60	20	20
Ratio 3	60	10	30

1.3.2. Procédure de mélange des matériaux

Dans un premier temps, les matériaux ont été séchés à l'air libre. Les matériaux grossiers (BA, BE, BR et DD) ont été broyés à 5 mm puis les 11 matériaux ont été tamisés à sec, à 5 mm. Pour effectuer les mélanges, des flacons cylindriques de 2L (Nalgene, diamètre : 100 mm, hauteur : 250mm) ont été utilisés. La taille des flacons a été sélectionnée afin que le diamètre maximum de grains des matériaux mélangés soit au moins 10 fois plus petite que le diamètre de l'éprouvette d'essai (Paute *et al.*, 1994). Les matériaux à mélanger ont été humidifiés à l'eau distillée à 0.8 g.g^{-1} de leur teneur en eau à pF 2 (potentiel -10 kPa), puis mélangés et homogénéisés manuellement durant 5 minutes avant de les introduire dans les flacons de 2L. Les flacons sont alors placés successivement verticalement (16 rpm durant 10 minutes) et horizontalement (16 rpm, durant 10 minutes) dans un agitateur rotatif (Guyon & Troadec 1994; Khakhar 2011; Severson *et al.*, 2007).

1.3.3. Méthodes de caractérisation des mélanges et modélisation de leurs propriétés

▲ Pour caractériser la fertilité des mélanges, huit paramètres ont été identifiés comme les plus représentatifs de la fertilité physico-chimique des mélanges : C_{tot} , N_{tot} , CEC, P_{Olsen} , pH, masse volumique apparente, capacités de rétention en eau à la capacité au champ (-10 kPa) et au point de flétrissement (-1600 kPa). Ces paramètres sont mesurés pour les 75 mélanges sélectionnés et les matériaux seuls qui sont caractérisés à nouveau, dans les mêmes conditions que les mélanges. Seule la mesure de masse volumique apparente a dû être modifiée et adaptée (Annexe II).

▲ Modélisation des propriétés des mélanges

L'objectif de cette étape de modélisation est d'exploiter les données expérimentales issues des caractérisations des matériaux purs, des mélanges binaires et des mélanges ternaires pour la prédiction des indicateurs de fertilité des mélanges et les indicateurs de composition des mélanges. Ainsi, on cherche les équations mathématiques qui permettraient de prédire les propriétés des mélanges de matériaux uniquement à partir de la connaissance des propriétés initiales des matériaux. Cette étape a été réalisée en collaboration avec F. Fournier du Laboratoire Réaction et Génie des Procédés (LRGP) (Matlab, R2010a.).

L'hypothèse que l'on souhaitait tester est représentée à la **Figure III-8**.

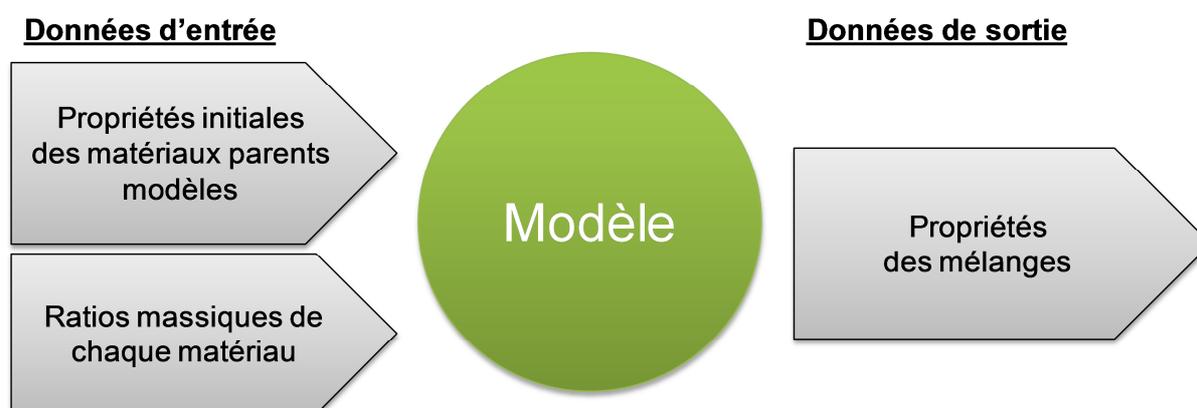


Figure III-8 : schématisation de la conceptualisation des modèles recherchés

Ainsi, différents types de modèles mathématiques (bilan de matière, modèles polynomiaux) sont testés. Puis les données obtenues par chaque modèle pour chaque paramètre (C_{tot} , P_{Olsen} , CEC, pH, teneur en eau, masse volumique apparente) sont comparées avec les données expérimentales. Chaque expérience a été répétée 3 fois. Les régressions linéaires ont été effectuées sur 86 individus incluant les matériaux seuls (11), les mélanges binaires (45) et les mélanges ternaires (30).

L'approche la plus simple abordée en premier lieu est celle du bilan de matière, il s'agit d'un modèle sous forme de combinaison linéaire des propriétés des matériaux purs :

$$MVA = \sum_i (X_i \times MVA_i) \quad [III-9]$$

Avec MVA la masse volumique apparente du mélange ; MVA_i les masses volumiques apparentes des matériaux purs ; X_i les ratios volumiques de chaque matériau en mélange.

Le second type de modèle testé est de type polynomial (régression multilinéaire) sans interactions et représenté par l'équation ci-dessous :

$$Y = a_0 + \sum_{i=1}^{11} a_i X_i + \sum_{i=1}^{11} a_i X_i^2 \quad [III-10]$$

Ainsi, ces deux approches ont été successivement testées pour chaque paramètre et la fiabilité des modèles a été déterminée en utilisant les coefficients de corrélations R^2 . Pour chaque caractéristique, les régressions comparant les données modélisées et les données expérimentales ont été tracées et les coefficients de détermination ont été calculés.

▲ **Validation** des prédictions en utilisant les coefficients des modèles initiaux avec les propriétés des matériaux purs actualisés ("b")

Comme étape de validation, les modèles ont été testés sur un nouveau jeu de données, avec 4 matériaux présentant des caractéristiques initiales très différentes

(CO, BS, DV, et DR) (Tableau III-3). Douze mélanges (4 binaires et 8 ternaires) ont été réalisés avec ces nouveaux matériaux et les données expérimentales ont alors été comparées aux données obtenues par les modèles. Ces matériaux ont été échantillonnés et préparés selon les mêmes protocoles que les autres matériaux.

Tableau III-3 : caractéristiques agronomiques des matériaux organiques ré-approvisionnés pour la 2^{ème} phase de modélisation, le compost (CO_b), les boues de STEP (BS_b), les déchets verts (DV_b) et les déchets de balayage de rue (DR_b), concentrations en azote total (N_{tot}), carbone total (C_{tot}), P disponible (P_{Olsen}), capacité d'échange cationique (CEC), le pH, la teneur en eau à pF2 et la masse volumique apparente (MVA)

	N_{tot} (g.kg ⁻¹)	C_{tot} (g.kg ⁻¹)	P_{Olsen} (g.kg ⁻¹)	CEC (cmol+.kg ⁻¹)	pH	pF 2 (g.kg ⁻¹)	MVA (g.cm ⁻³)
CO(b)	27,8	234,0	0,6	60,5	7,6	734	0,8
BS(b)	57,2	338,9	1,2	50,1	6,4	1764	0,9
DV(b)	18,0	269,6	1,2	53,3	8,2	1284	0,5
DR(b)	3,8	96,4	0,1	13,1	7,5	245	1,2

2. Résultats

2.1. Description des matériaux

La description des matériaux a pu être réalisée à différents niveaux et différentes échelles. Les premières observations sur le terrain en juin 2011 ont été réalisées lors de l'échantillonnage. Le premier constat concernait l'hétérogénéité des matériaux dans leur aspect global (composition, couleur, taille des particules, état d'humidité). Les boues (e.g. BS et SP) sont des matériaux assez homogènes en composition et en taille de particules. Les matériaux grossiers (e.g. BR et BA) sont homogènes essentiellement en couleur, mais leurs constituants sont de formes et de tailles variables. Le béton (BE) est assez homogène en aspect mais cela est dû à un mélange avec des poussières issues des chantiers ou plateformes dont il est issu. Les déchets de bâtiment (DB) sont assez hétérogènes en forme et en composition mais sont également recouverts de poussières. Une observation plus fine a été réalisée à l'œil nu après lavage des constituants. On y distingue des particules de plâtres, des fragments de carrelage, de briques, d'ardoise, de verre, etc. De nombreux matériaux minéraux rocheux non identifiables sans analyse sont observés. Le compost de boues et de déchets verts (CO) ainsi que les déchets verts (DV) sont très humides et ont l'aspect « classique » de tels produits : ils présentent des éléments figurés végétaux, et des particules plus fines, d'origine a priori minérales. Les déchets de balayage de rue (DR) sont originaux de par la variété de leurs constituants. On retrouve notamment dans ce tas des éléments grossiers non recyclables issus des activités humaines (canettes, bouts de verre et autres détritiques). Ce déchet, lors de l'échantillonnage sur le terrain était caractérisé en particulier par une forte température, annonçant une forte activité biologique en cours. Les terres d'excavations sont de couleur jaunâtre à ocre et semblent présenter de nombreuses particules fines qui produisent beaucoup de poussières (Figure III-9).

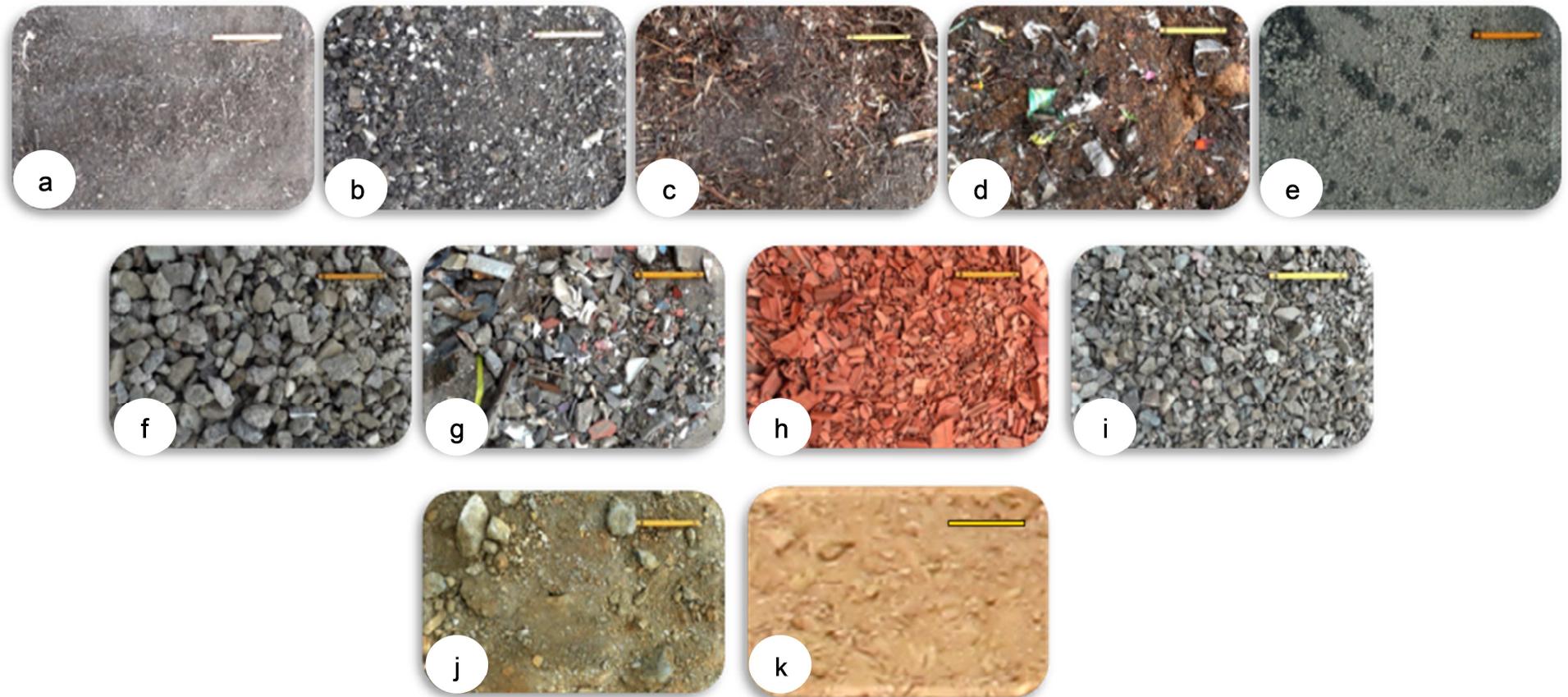


Figure III-9 : photographies des matériaux bruts lors de la phase d'échantillonnage. (a) compost, (b) boues de station d'épuration, (c) déchets verts (d) déchets de balayage de rues, (e) sous-produits papetiers, (f) béton, (g) déchets du bâtiment, (h) déchets de briques, (i) ballasts, (j) terre d'excavation basique, (k) terre d'excavation acide. Echelle 20 cm

Une deuxième description des matériaux au laboratoire a été réalisée à l'œil nu. Les principaux traits qui ressortent de ces observations sont rassemblés dans le Tableau III-4.

Tableau III-4 : présentation des caractéristiques visibles des matériaux après observations

Nom du matériau	Photographie	Couleurs selon le code Munsell	Caractéristiques principales observées à l'œil nu
compost NFU 44-095		black 5 YR_ 2,5/1 light brownish gray 2,5Y_6/2	Terreux et éléments végétaux figurés, essentiellement ligneux Non carbonaté
béton		gray 2,5Y_6/2	Couleur peu homogène Essentiellement de nature minérale Très carbonaté
boues de station d'épuration		White 5Y_8/1 Yellow 10YR_7/8 Black 10YR_2/1 black 2,5YR_2/10	Agrégats de boues assez grossiers de couleur variable. Non carbonatés
déchets verts		grayish brown 10YR_5/2 dark brown to brown 10YR4/3 olive yellow 2,5Y_6/6	Résidus de feuilles, résineux Couleurs et natures des constituants hétérogènes Non carbonatés
sous produit papetiers		light bluish gray (for gley) 5B_7/1 light gray 2,5Y_7/0	Agrégats de boues plus ou moins grossiers Homogènes en constituants et couleur Très carbonatés

Nom du matériau	Photographie	Couleurs selon le code Munsell	Caractéristiques principales observées à l'œil nu
déchets de balayage de rues		dark grayish brown 10 YR_4/2	Fragments inertes et indésirables variés (verre, mégots), sables, et résidus végétaux (ligneux et foliaires) Très hétérogène en constitution Quelques éléments carbonatés
terre excavée développée sur roche mère acide		yellow orange 10YR_8/6	Essentiellement minéral constitué de nombreuses particules fines Homogène Non carbonaté
terre excavée développée sur roche mère basique		yellow 10YR_7/8 gray 10 YR_6/1	Essentiellement minéral et constitué de particules fines Homogène Non carbonaté
mélange de déchets du bâtiment		brown 10YR_7/8 (weak red 10YR10R_5/3)	Résidus de carrelage, brique, plâtre, verre, marbre, béton. Hétérogène en composition Forte proportion d'éléments très carbonatés
briques		light red 2,5YR_6/6	Fragments de tailles variées Homogène en nature Carbonatés
ballasts		very dark grayish brown 2,5Y-3/2	Particules fines correspondant à des résidus de terre, et roches dures cristallisées Non carbonatés

2.2. Caractérisation de la fertilité

2.2.1. Propriétés physico-chimiques des matériaux

2.2.1.1. Propriétés agronomiques

On distingue tout d'abord deux grands groupes de matériaux de par leur teneur en matières organiques. Les matériaux présentant plus de 200 g.kg^{-1} de MO sont classés dans la catégorie « organique » (e.g. CO, BS, DV, SP, DR) tandis que les autres qui présentent des teneurs inférieures à 30 g.kg^{-1} sont considérés « minéraux » (e.g. BE, TA, TB, DB, BR, BA). Parmi ces derniers, on peut distinguer BR et BA qui présentent des teneurs en MO inférieures à 5 g.kg^{-1} . Les concentrations en carbone total (C_{tot}) sont distribuées entre 0,8 et 335 g.kg^{-1} (Tableau III-5). Concernant les matériaux organiques, trois d'entre eux (BS, CO, DV) sont quasiment dépourvus de carbonates et la quasi-totalité du carbone est donc assimilée à du carbone organique (C_{org}) dont les concentrations varient de 190 à 334 g.kg^{-1} . A l'inverse, le carbone (C) de DR et SP est partiellement minéral, avec des teneurs en carbonates élevées de 54,2 et 601 g.kg^{-1} respectivement. Pour ces cinq matériaux organiques, le pH est globalement alcalin et s'échelonne de 7,8 à 8,7. Les concentrations en C des matériaux minéraux varient entre 0,8 à $26,2 \text{ g.kg}^{-1}$ et sont liées aux concentrations en carbonates (Tableau III-5). Plus de 50% du C_{tot} de BE, BR et DB est d'origine minérale et associé à de hautes teneurs en carbonates (112, 207 et 114 g.kg^{-1} respectivement). Par conséquent, leur pH est élevé (10,1; 9,1 et 10,3). Les concentrations en C_{tot} de BA, TA et TB sont négligeables (1,1 ; 0,8 et 0,9 g.kg^{-1} respectivement). BA et TB sont alcalins (9,4 et 8,2) et TA est acide (5,6). Concernant la disponibilité des nutriments (Tableau III-5), BS, DV et CO sont particulièrement caractérisés par de fortes concentrations en P_{Olsen} s'échelonnant de 0,96 à $4,93 \text{ g.kg}^{-1}$, associées à des valeurs de CEC élevées ($> 40 \text{ cmol+.kg}^{-1}$). Les sous-produits papetiers (SP) et DR présentent des valeurs intermédiaires de P_{Olsen} (0,1 et $0,21 \text{ g.kg}^{-1}$) et de CEC (7,8 et $21,5 \text{ cmol+.kg}^{-1}$). Les matériaux minéraux sont quant à eux essentiellement caractérisés par de faibles concentrations en P_{Olsen} ($< 0,12 \text{ g.kg}^{-1}$) et de faibles CEC ($< 7 \text{ cmol+.kg}^{-1}$) (Tableau III-5).

Tableau III-5 : propriétés agronomiques des matériaux seuls, les matériaux de nature essentiellement organiques sont grisés dans le tableau

	MO <i>g.kg⁻¹</i>	N_{tot} <i>g.kg⁻¹</i>	C_{tot} <i>g.kg⁻¹</i>	C_{org} <i>g.kg⁻¹</i>	CaCO₃ total <i>g.kg⁻¹</i>	CaCO₃ actif <i>g.kg⁻¹</i>	PO_{lsen} <i>g.kg⁻¹</i>	CEC <i>cmol+.kg⁻¹</i>	pH -
BA	3,60	0,14	1,14	0,87	2,20	n.d.	0,03	6,81	9,37
BE	26,2	0,42	26,2	12,8	112	52,6	0,04	4,69	10,1
BR	2,60	0,14	11,7	0	207	24,8	0,03	1,37	9,12
BS	695	53	335	334	7,54	-	5,05	69,6	7,88
CO	414	20,9	191	190	11,1	-	0,93	56,4	8,39
DB	18,5	0,55	20,2	6,51	114	63,8	0,12	3,46	10,3
DR	283	5,14	135	134	54,2	-	0,21	21,5	8,12
DV	553	14,2	238	236	13,5	-	1,09	48,4	7,78
SP	281	3,06	185	148	601	-	0,10	7,78	8,70
TA	25,9	0,51	0,80	0,74	0,50	-	0,01	1,57	5,58
TB	21,8	0,56	0,95	0,78	1,40	n.d.	0,01	2,23	8,23

2.2.1.2. Propriétés physiques des matériaux

A l'issue de la réalisation de chaque mélange, une mesure de la masse volumique apparente est effectuée selon le protocole adapté de la norme NF EN 13041 (décrit précédemment en 1.2.1.). Cette mesure est donc réalisée à une pression fixe pour chaque matériau et mélange (-10 kPa). La méthode de mesure développée ajoute une action de compaction de façon équivalente des matériaux dans un cylindre de volume connu. Cette compaction s'effectue par l'application d'une force verticale (lâché d'un poids à hauteur constante) sur le matériau. L'échantillon est pesé et la densité apparente peut être calculée grâce au volume connu de l'éprouvette (Figure III-10).

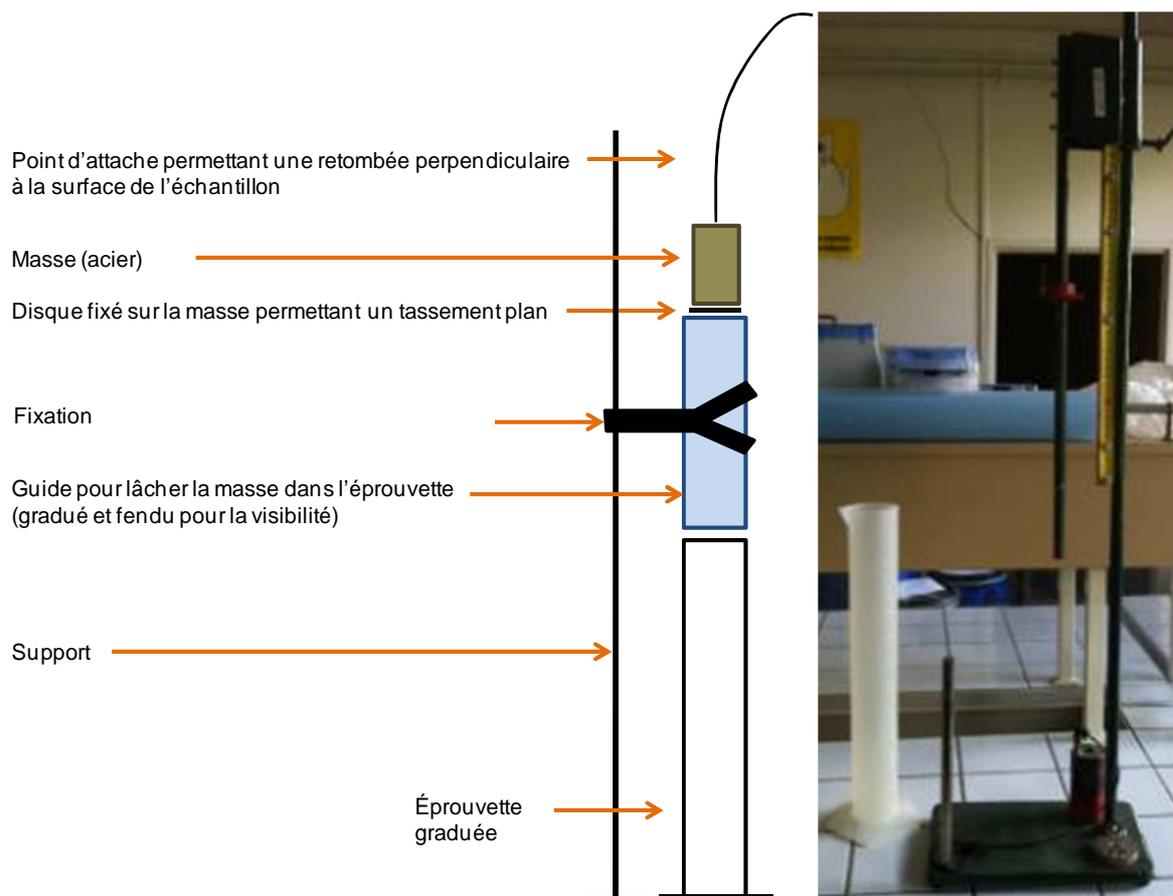


Figure III-10 : illustration du dispositif de mesure de masse volumique apparent selon le protocole adapté

Concernant les propriétés physiques, les matériaux organiques présentent des valeurs élevées de capacité de rétention en eau à -10 kPa qui se répartissent de 368 à 1720 g.kg⁻¹ et de faibles valeurs de masse volumique apparente allant de 0,6 à 0,9 g.cm⁻³ (Tableau III-6). Au contraire, le second grand groupe constitué de matériaux minéraux est caractérisé par de faibles valeurs de capacité de rétention en eau allant de 85 à 311 g.kg⁻¹ et des valeurs élevées de masse volumique apparente allant de 1,1 à 1,7 g.cm⁻³.

Tableau III-6 : propriétés physiques et hydriques des matériaux

	MVA	Dr	K_s	pF 2	pF 4,2	réserve utile (RU)
	<i>g.cm⁻³</i>	<i>g.cm⁻³</i>	<i>m/s</i>	<i>g.kg⁻¹</i>	<i>g.kg⁻¹</i>	<i>g.kg⁻¹</i>
BA	1,7	2,90	-	8,5	3,98	4,52
BE	1,4	2,50	1,4.10 ⁻⁵	14,5	7,79	6,71
BR	1,1	2,65	2,53.10 ⁻⁶	25,4	3,27	22,1
BS	0,8	1,40	7,02.10 ⁻⁷	1726	148	24
CO	0,6	2,03	8,95.10 ⁻⁵	453,0	32,7	20,3
DB	1,4	2,51	-	23,8	6,45	17,3
DR	0,81	2,19	1,14.10 ⁻⁴	71,6	47,9	23,7
DV	0,6	1,95	4,04.10 ⁻⁵	87,6	55,6	32
SP	0,9	2,16	9,65.10 ⁻⁵	43,7	28,3	15,4
TA	1,5	-	2,69.10 ⁻⁶	22,6		
TB	1,4	2,59	2,69.10 ⁻⁶	31,1	4,77	26,3

En ce qui concerne la texture des matériaux, la contribution massique de chaque fraction a été évaluée pour un échantillon de granulométrie inférieure à 2 mm. Les résultats sont présentés à la Figure III-11. La première observation est qu'une grande majorité des matériaux présente une proportion égale ou supérieure à 50% en masse de sables grossiers, c'est le cas de BE, DV, DR, DB, BR et BA. Cela concerne les matériaux de nature essentiellement minérale. Pour DV et DR, la fraction fine tamisée correspond sans doute aux résidus fins récupérés lors de la collecte de ces déchets en zone urbaine et périurbaine. On constate que les seuls matériaux « fins » sont CO, et les deux terres excavées. Pour CO, les fractions prédominantes sont les fractions de la taille des argiles et les limons fins, représentant respectivement 25 et 35 % en masse de la fraction totale. Les deux terres excavées présentent des granulométries similaires avec une prédominance de limons fins, qui correspondent à plus de 40 % de la fraction totale. TA présente légèrement plus de sables grossiers que TB et TB présente légèrement plus d'argiles.

L'analyse granulométrique n'a pas été réalisée pour les boues (BS et SP) qui sont des matériaux déjà bien agrégés et dont les particules dissociées sont très fines et homogènes.

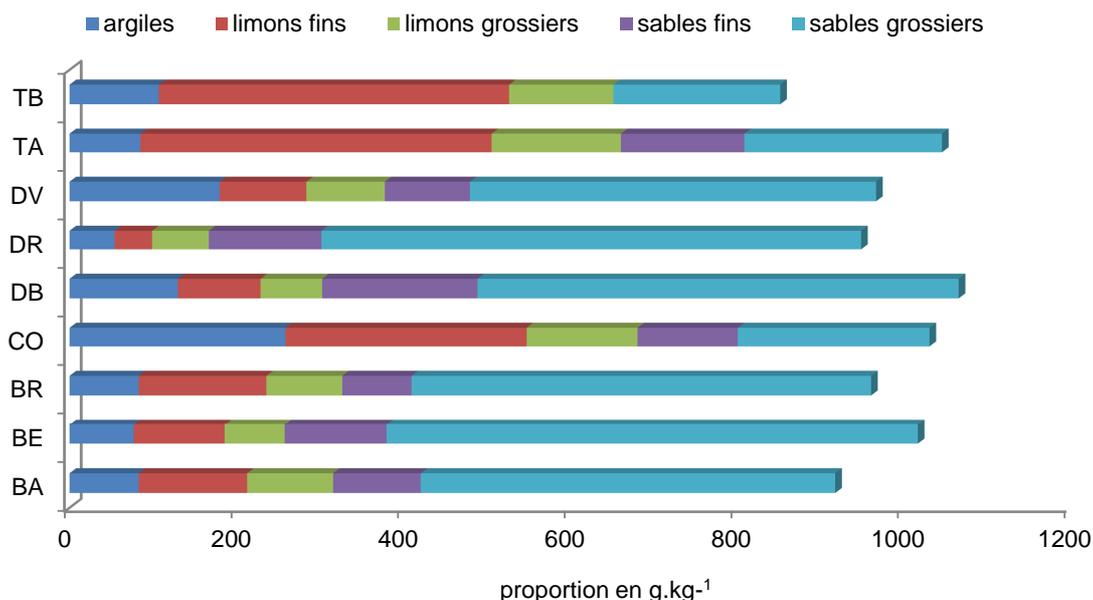


Figure III-11 : répartition granulométrique au sein des matériaux avec BA correspondant au ballast, BE, au béton, BR aux briques, CO au compost, DB au déchets du bâtiment, DR aux déchets de rue, DV aux déchets verts, TA à la terre d'excavation acide et TB à la terre d'excavation basique.

Une analyse statistique descriptive a été conduite sur les propriétés présentées plus haut, à l'exception de 2 matériaux « extrêmes » (Figure III-12). En effet, BS est le plus organique et présente des valeurs extrêmes, notamment pour P_{Olsen} et N_{tot} et TA est le matériau le plus acide ($pH < 5,6$), ce qui contraste fortement avec les pH des autres matériaux. Cette approche d'analyse en composantes principales montre que les matériaux se répartissent en 3 groupes contrastés (Figure III-12). Le premier groupe est constitué de matériaux minéraux qui présentent des valeurs élevées de pH et/ou de masse volumique apparente (e.g. BA, BE, BR, DB et TB), ces matériaux montrent un potentiel essentiellement physique. Dans le deuxième groupe, on a des matériaux présentant une forte capacité de rétention en eau et une forte disponibilité en nutriments (e.g. CO et DV). Ces deux matériaux sont caractérisés par leur potentiel en éléments C, N et P disponibles et également par une forte CEC. Enfin, le dernier groupe correspond à des matériaux qui apparaissent un peu intermédiaires (e.g. DR et SP) car ils ne présentent pas de traits marqués en relation avec les 7 paramètres représentés. Ces matériaux peuvent être définis comme organo-minéraux

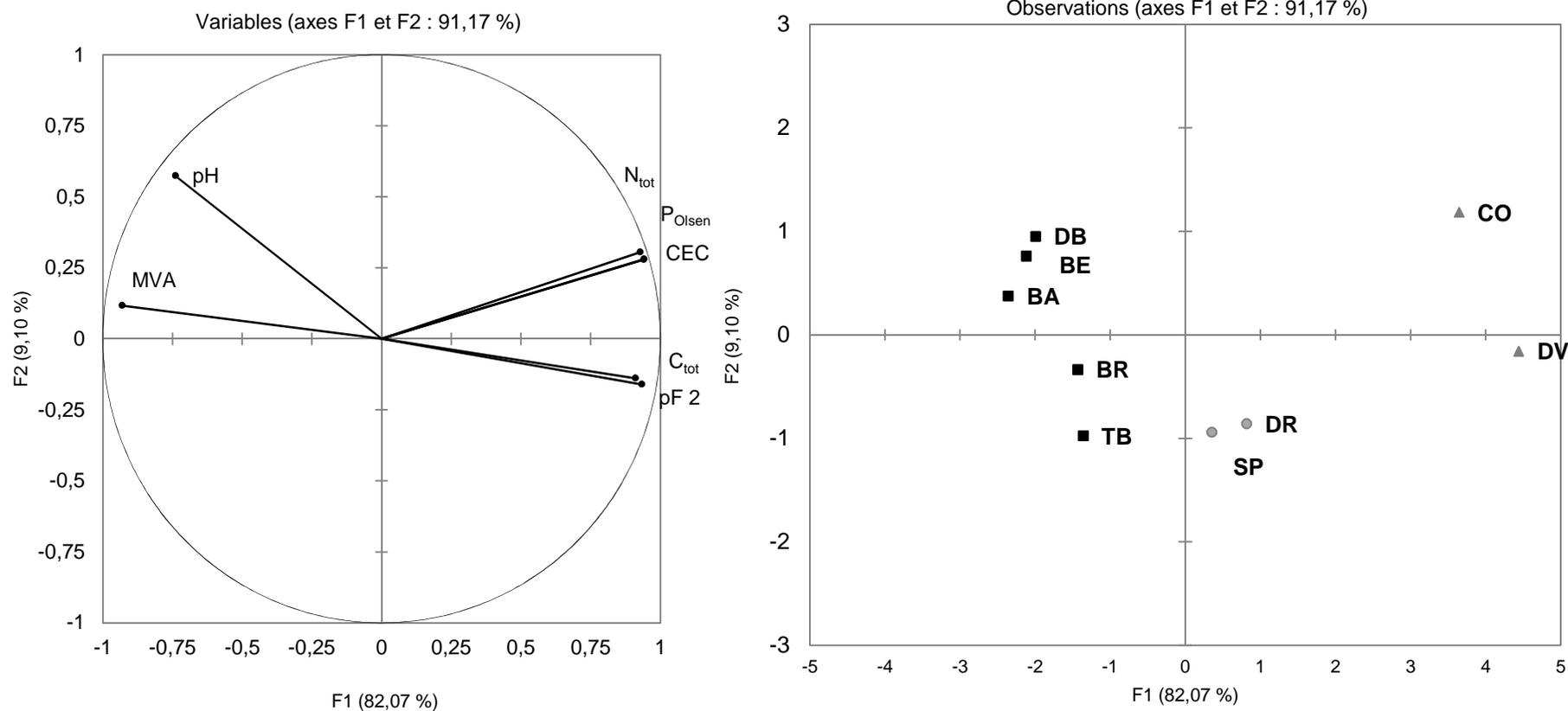


Figure III-12 : analyse en composantes principales pour 7 paramètres pH, MVA, N_{tot}, C_{tot}, CEC, P_{Olsen} (ces deux points étant confondus), teneur en eau à pF 2 et pour 9 matériaux : le ballast (BA), le béton (BE), les briques (BR), le compost (CO), les déchets du bâtiment (DB), les déchets de rue (DR), les déchets verts (DV), les sous produits papetiers (SP) et la terre basique (TB), les points extrêmes correspondant aux boues de STEP (BS) et à la terre acide (TA) étant exclus.

Bilan de la caractérisation des matériaux seuls

Les onze matériaux ont été sélectionnés pour leurs propriétés physico-chimiques contrastées et complémentaires a priori, en se basant sur les données classiquement retrouvées dans la littérature scientifique internationale. Les résultats acquis (i) confirment les propriétés attendues pour les matériaux choisis et (ii) donnent des caractérisations supplémentaires et originales de la fertilité potentielle des matériaux (e.g. disponibilité des nutriments). L'analyse en composantes principales (ACP) montre que les matériaux se répartissent en 3 groupes contrastés : (i) les matériaux minéraux qui sont définis par leur potentiel « technique » (e.g. ballast, béton, briques, déchets du bâtiment et terre basique), (ii) des matériaux organiques caractérisés par une forte capacité de rétention en eau et une forte disponibilité en nutriments (e.g. compost et déchets verts) et (iii) des matériaux organo-minéraux intermédiaires (e.g. déchets de rue et sous produits papetiers). Ainsi les 11 matériaux sélectionnés constituent un jeu de matériaux contrastés montrant des caractéristiques nécessaires en regard des contraintes agronomiques et géo-mécaniques imposées par la végétalisation en milieu urbain. Néanmoins, à ce stade, les matériaux pris individuellement ne semblent pas pouvoir constituer un milieu de culture favorable. Ces résultats révèlent donc l'intérêt de mélanger de tels matériaux dans l'objectif de construire un sol fonctionnel fertile pour les espaces verts.

2.2.2. Propriétés physico-chimiques des mélanges

Dans cette partie, les résultats exclusivement obtenus pour les mélanges sont présentés statistiquement par le biais de boxplots (Figure III-13). Les valeurs de C_{tot} dans les 75 mélanges varient fortement entre 0,4 et 131 g.kg^{-1} avec trois quarts des valeurs retrouvées entre 0,4 et 47,8 g.kg^{-1} (Figure III-13 (a)Figure III-12).

Concernant le P_{Olsen} , les concentrations pour les mélanges fluctuent entre 0,02 et 3,83 g.kg^{-1} avec trois quarts des valeurs qui sont comprises entre 0,02 et 0,48 g.kg^{-1} (Figure III-13 (b)).

Le ratio de CEC s'échelonne de 0,97 à 43,3 $\text{cmol}^+.\text{kg}^{-1}$ avec la moitié des valeurs pour les mélanges se trouvant entre 3,14 et 9,68 $\text{cmol}^+.\text{kg}^{-1}$ (Figure III-13 (c)). Le pH des mélanges varie entre 5,7 et 9,9 avec trois quarts des valeurs entre 5,7 et 8,9 (Figure III-13 (d)).

Concernant les propriétés physiques, la capacité de rétention en eau des mélanges se situe entre 89 et 814 g.kg^{-1} avec trois quarts des valeurs situées entre 89 et 327 g.kg^{-1} (Figure III-13 (e)).

La masse volumique apparente présente une distribution homogène avec des valeurs réparties entre 0,8 et 1,6 g.cm^{-3} .

La moitié des masses volumiques apparentes des mélanges testés sont comprises entre 1,1 et 1,4 g.cm^{-3} (Figure III-13 (f)).

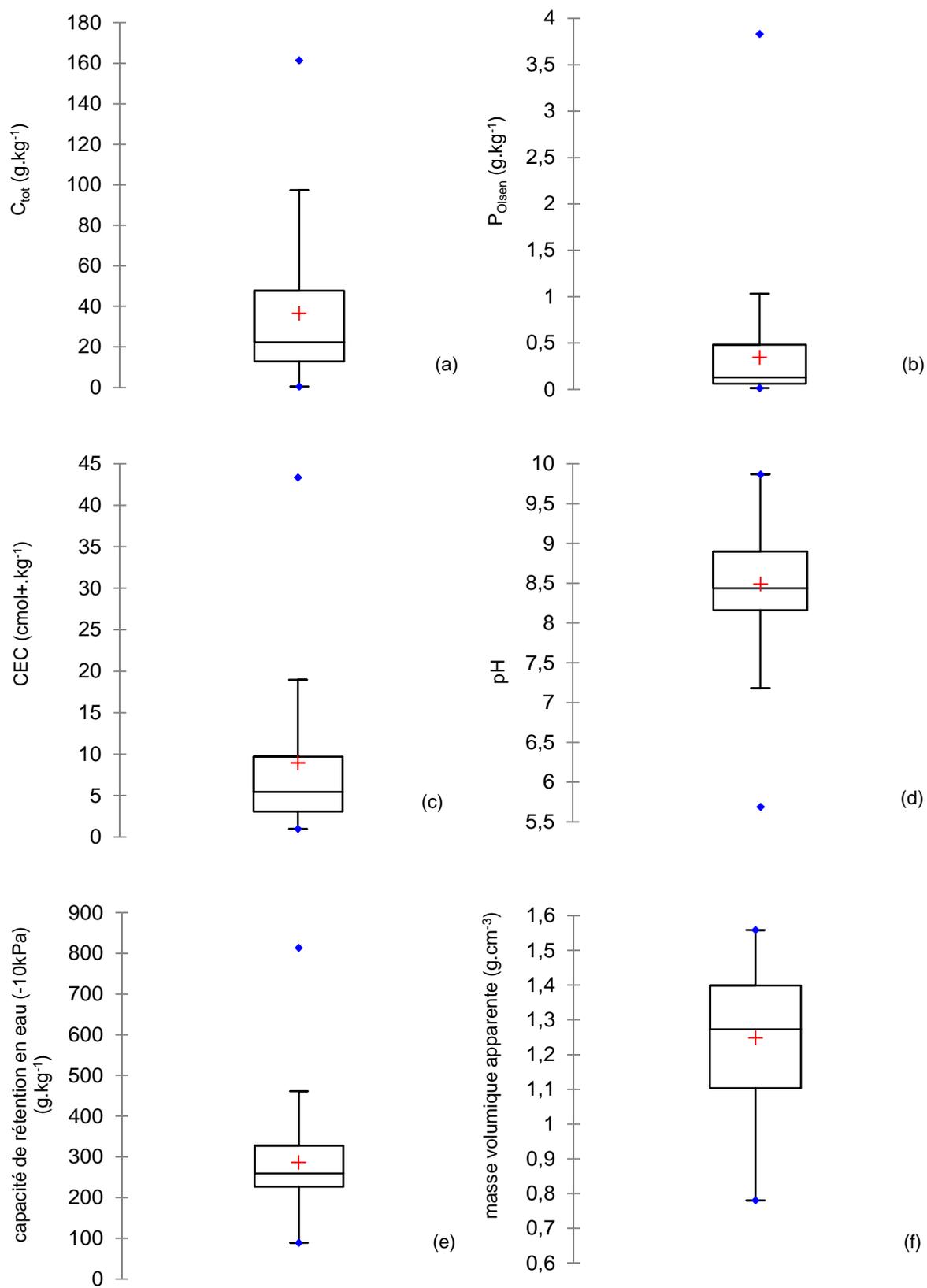


Figure III-13 : caractéristiques physico-chimiques des 75 mélanges de matériaux représentées sous forme de boxplots

2.2.3. Effet de l'action du mélange sur les propriétés physico-chimique : représentation de « courbes doses-réponses »

Dans ce paragraphe l'objectif est de décrire la variation des propriétés physico-chimiques en fonction des différentes proportions de chaque matériau en mélange. L'hypothèse testée est la suivante : l'évolution des paramètres de fertilité en fonction des proportions de matériaux en mélange peut être décrite à l'aide de courbes de régression linéaire. Ainsi, une représentation sous forme de courbes doses-réponses a été choisie et les données sont successivement présentées pour les paramètres de fertilité chimique (Figure III-14 et Figure III-15) et physique (Figure III-16).

Pour tous les mélanges impliquant des matériaux organiques, les paramètres C_{tot} , P_{Olsen} et CEC peuvent être modélisés par des courbes de régressions linéaires représentant les données expérimentales avec un coefficient de corrélation $R^2 > 0,7$ et la qualité de la représentation est renforcée pour les mélanges ternaires ($R^2 > 0,8$) (Figure III-14 (a) et (d) et Figure III-15 (a)). Concernant les mélanges ternaires impliquant TA et les autres matériaux minéraux, C_{tot} peut être modélisé de façon significative pour les mélanges TA/BE et TA/DB ($R^2 > 0,8$) mais pas pour les mélanges TA/BA et TA/BR ($R^2 > 0,6$). Le P_{Olsen} et la CEC peuvent être modélisés avec une bonne représentation (par rapport aux données expérimentales) pour les mélanges impliquant BE, DB et BA ($R^2 > 0,8$). Pour les mélanges impliquant BR, la qualité de modélisation des variations de P_{Olsen} et la CEC est très hétérogène avec des coefficients de corrélation de 0,7 et 0,05 respectivement. Pour tous les mélanges réalisés avec des matériaux organiques, les courbes de régression tracées pour le pH ne représentent pas les données expérimentales avec un bon coefficient ($R^2 < 0,6$), essentiellement en raison du fait que la quasi intégralité des valeurs des pH des mélanges est proche de 8,5 (Figure III-15 (d)). Néanmoins, le pH des mélanges binaires réalisés entre TA et les 4 autres matériaux minéraux (BA, BE, BR et DB) peut être modélisé avec un coefficient de corrélation correct ($R^2 > 0,7$) (Figure III-15 (f)).

Pour tout type d'associations, les régressions tracées pour les paramètres de teneur en eau à -10 kPa et de la masse volumique apparente (MVA) concordent bien avec les données expérimentales, avec des coefficients de corrélation $R^2 > 0,7$ (Figure

III-16). Seuls deux mélanges (TA/BS, TA/DB) font exception à la règle, puisque que les régressions correspondent peu aux données expérimentales obtenues ($R^2 < 0,5$).

Bilan

L'objectif de ce paragraphe était de tester l'hypothèse « l'évolution des paramètres de fertilité en fonction des proportions de matériaux en mélange peut être décrite à l'aide de courbes de régression linéaire ». Parmi l'ensemble des régressions linéaires tracées, celles qui représentent le plus les données expérimentales sont celles tracées pour les paramètres P_{Olsen} et la teneur en eau (TE) à -10 kPa ($R^2 > 0,7$). Cependant, la qualité de prédiction par des courbes de régressions n'est pas systématiquement satisfaisante pour les autres paramètres. Ainsi, cela signifie que l'additivité des caractéristiques n'est pas évidente à définir. En d'autres termes, il n'est pas évident de déterminer par simple calcul la concentration en carbone total d'un mélange binaire en additionnant la concentration du matériau 1 et celle du matériau 2. Cela justifie donc l'exploration d'autres modèles qui permettraient de mieux décrire l'évolution de la fertilité des mélanges en fonction des ratios de matériaux en mélanges.

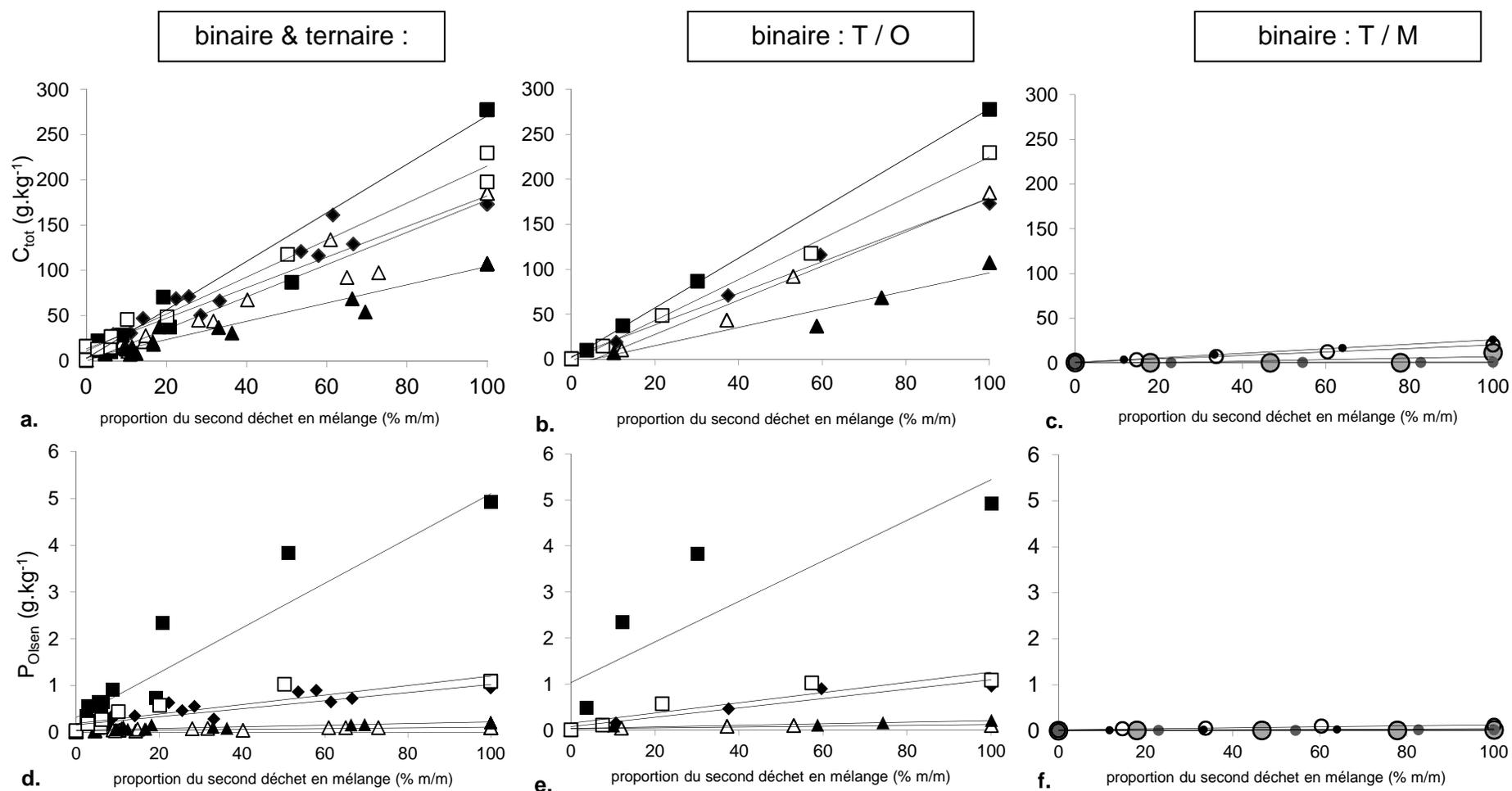


Figure III-14 : régressions linéaires doses-réponses pour C_{tot} (a, b et c) et pour P_{Olsen} (d, e, f), respectivement pour des mélanges binaires et ternaires de type « déchets minéral/déchets organique » (M/O) (a et d) ; des mélanges binaires de type « déchets terreux/déchets organiques » (T / O) (b et e) et des mélanges binaires de type « déchet terreux/déchets minéraux » (T/ M) (c et f)

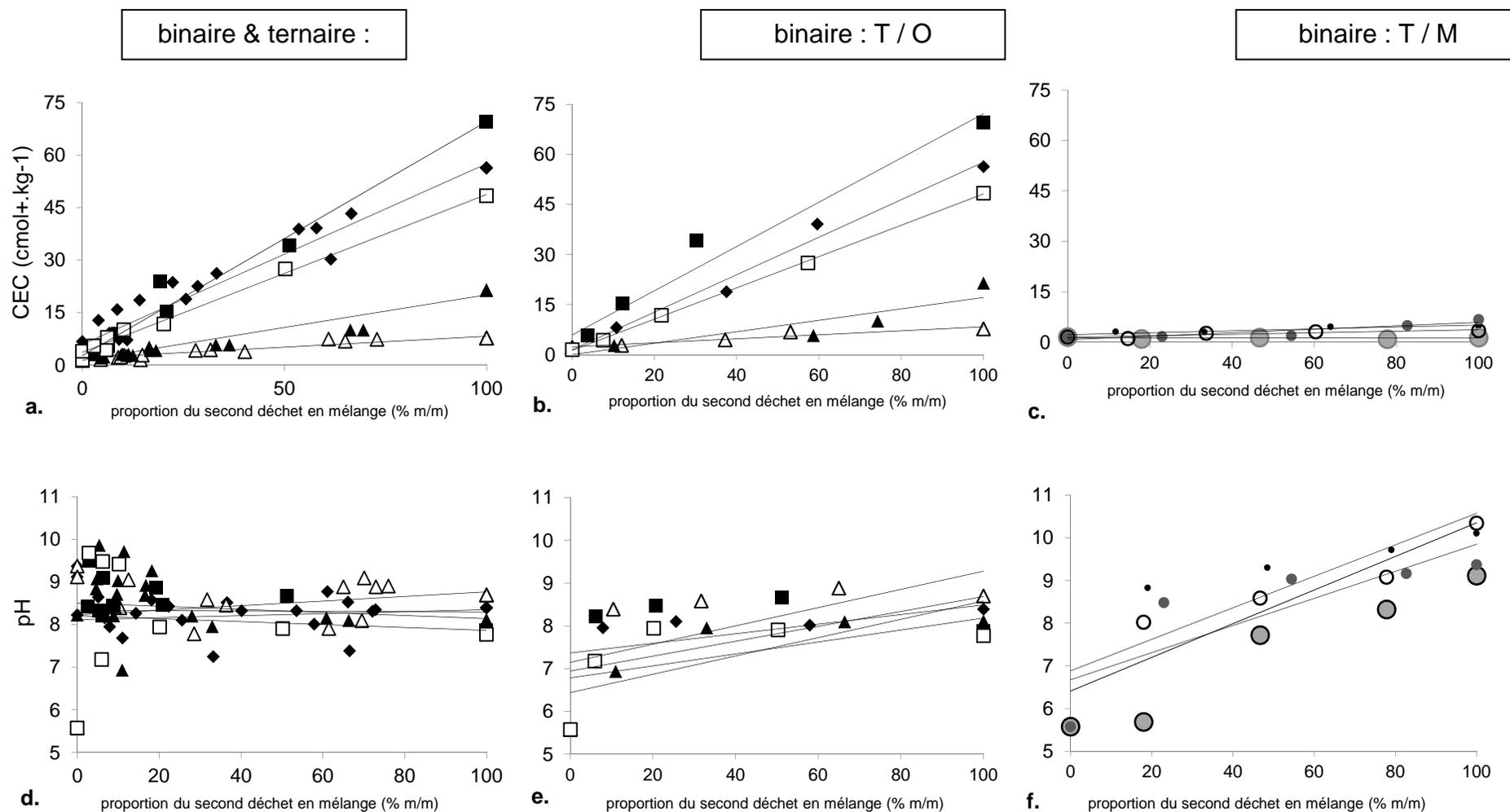


Figure III-15 : régressions linéaires doses-réponses pour la CEC (a, b et c) et pour le pH (d, e, f), respectivement pour des mélanges binaires et ternaires de type « déchets minéral/déchets organique » (M/O) (a et d) ; des mélanges binaires de type « déchets terreux/déchets organiques » (T / O) (b et e) et des mélanges binaires de type « déchet terreux/déchets minéraux » (T/ M) (c et f)

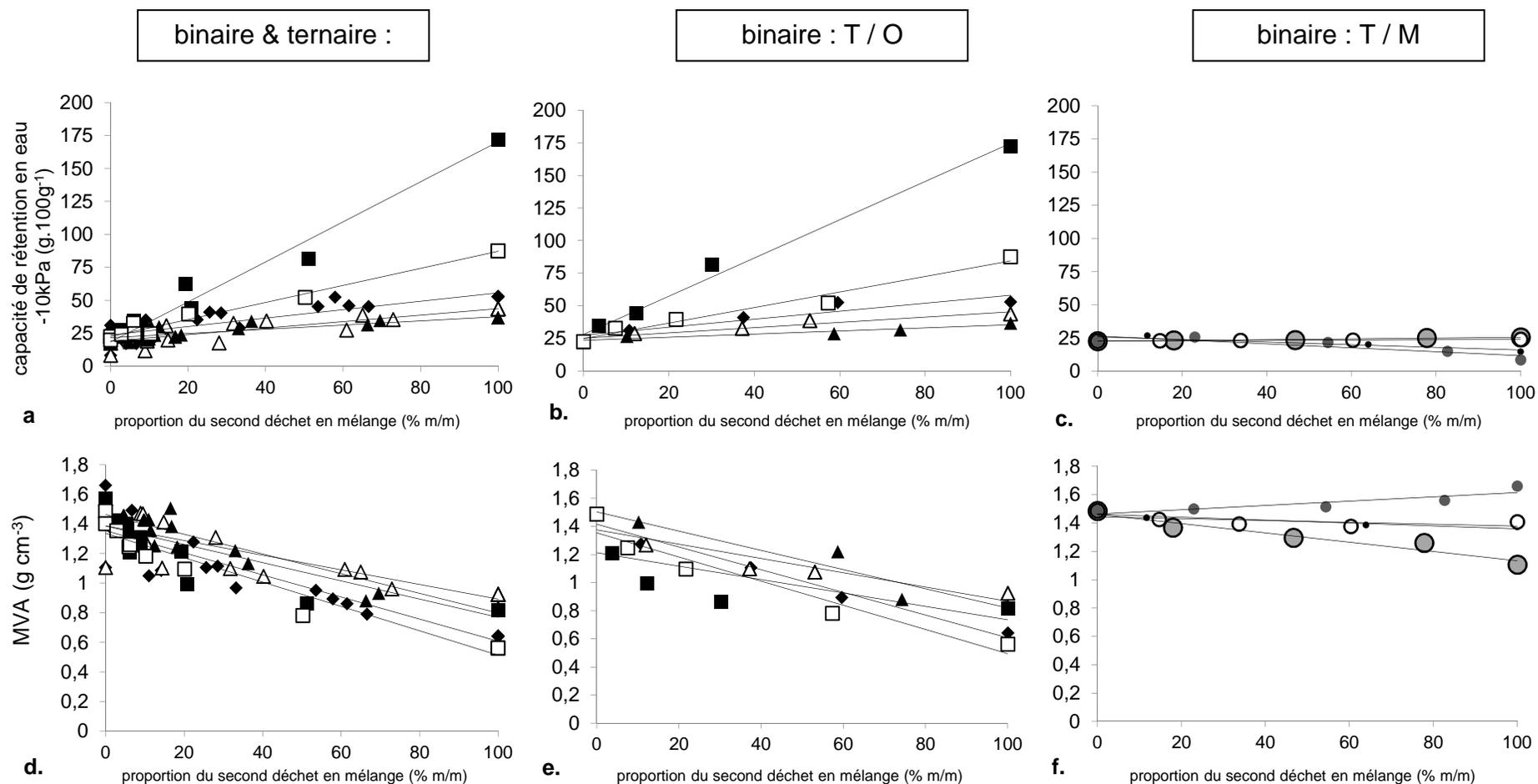


Figure III-16 : régressions linéaires doses-réponses pour la capacité de rétention en eau à -10 kPa (TE) (a, b et c) et pour la masse volumique apparente (MVA) (d, e, f), respectivement pour des mélanges binaires et ternaires de type « déchets minéral/déchets organique » (M/O) (a et d) ; des mélanges binaires de type « déchets terreux/déchets organiques » (T / O) (b et e) et des mélanges binaires de type « déchet terreux/déchets minéraux » (T / M) (c et f)

2.3. Modélisation des propriétés des mélanges

2.3.1. Les modèles

Ainsi, les caractéristiques initiales des matériaux parents ont été utilisées pour estimer les propriétés des mélanges de matériaux à différents ratios.

Le modèle de type « bilan » testé permet de prédire de façon assez précise ($R^2=0,97$) la masse volumique apparente. L'équation du modèle utilisée est la suivante :

$$MVA = \frac{1}{\sum_i \left[\frac{x_{M,i}}{\rho_{i,pur}} \right]} \quad \text{[III-11]}$$

Avec MVA correspondant à la masse volumique apparente du mélange, $x_{M,i}$ correspondant aux ratios massiques de chaque matériau en mélange et $\rho_{i,pur}$ correspondant à la masse volumique apparente des matériaux utilisés dans le mélange. Les coefficients pour chacun des matériaux utilisés dans cette équation sont présentés sur le Tableau III-7.

Tableau III-7 : coefficients utilisés pour la modélisation de la masse volumique apparent (MVA) des mélanges, pour chaque matériau CO, BE, BS, DV, SP, DR, TA, TB, DB, BR et BA

Titres associés	Coefficients	MVA
X _{CO}	a ₁	0,57
X _{BE}	a ₂	1,37
X _{BS}	a ₃	0,69
X _{DV}	a ₄	0,47
X _{SP}	a ₅	0,90
X _{DR}	a ₆	0,78
X _{TA}	a ₇	1,35
X _{TB}	a ₈	1,35
X _{DB}	a ₉	1,33
X _{BR}	a ₁₀	1,14
X _{BA}	a ₁₁	1,51

Les modèles polynomiaux permettent une bonne prédiction des autres paramètres avec des R^2 variant de 0,86 à 0,99 (C_{tot} 0,90 ; P_{Olsen} 0,97 ; CEC 0,99 ; pH 0,86 et

capacité de rétention en eau 0,99). Les modèles reproduisent une grande diversité de données expérimentales obtenues sur un large panel de mélanges de matériaux (données d'entrée : 516) et ce, avec une bonne qualité de représentation.

2.3.2. La validation du modèle

L'hypothèse testée dans ce paragraphe est la suivante : « les modèles polynomiaux sans interactions tels que décrits précédemment permettent de décrire l'évolution des propriétés physico-chimique (C_{tot} , P_{Olsen} , CEC, pH, capacité de rétention en eau) des mélanges de matériaux à partir des propriétés initiales des matériaux purs ». En d'autres termes, dans ce paragraphe, on souhaite démontrer que si les propriétés initiales des matériaux purs sont actualisées, les valeurs trouvées par le modèle seront proches de celles retrouvées en laboratoire : il s'agit d'une phase de validation du modèle.

Les matériaux de nature organique sont les plus sensibles aux variations de leurs propriétés en raison de leurs composants végétaux qui présentent un caractère saisonnier. Ainsi, la capacité de transposition du modèle a été testée sur 4 matériaux (CO_b , BS_b , DV_b et DR_b) issus d'un nouvel approvisionnement. Les propriétés des matériaux purs (réapprovisionnés) et de 12 nouveaux mélanges ont été mesurées en laboratoire selon les mêmes protocoles que décrits précédemment. Une nouvelle série de données a été générée par les modèles choisis précédemment en utilisant cette fois les caractéristiques initiales des matériaux réapprovisionnés (CO_b , BS_b , DV_b et DR_b). Cette série de données a été alors comparée avec les résultats expérimentaux obtenus pour 12 mélanges. Les régressions obtenues montrent 2 « outliers » (valeurs anormales) : les mélanges TB/BA/BS et BE/DR/BR (Figure III-17). Après suppression de ces derniers, les coefficients de corrélations sont davantage satisfaisants pour la plupart des paramètres testés. On peut distinguer 3 niveaux de capacité de prédiction : (i) les modèles développés pour la masse volumique apparente et la capacité de rétention en eau sont validés (R^2 de 0,95 et 0,93 respectivement) ; (ii) les modèles pour P_{Olsen} et la CEC présentent une capacité de prédiction intermédiaire (R^2 de 0,72 et 0,88) ; (iii) les modèles pour C_{tot} et pH ne sont pas validés ($R^2 \leq 0,6$). Les déviations observées peuvent être expliquées par la faible taille de la nouvelle série d'échantillons testés pour cette étape de validation

(données d'entrées = 10) comparés à la grande taille de la série d'échantillons utilisée pour le développement des modèles.

Bilan

A l'issue de cette partie, les résultats montrent que les propriétés physico-chimiques des mélanges (75) testés en laboratoire peuvent être prédites à l'aide de modèles mathématiques (bilan de matière ou modèle polynomial sans interactions). Ainsi, il est possible de prédire les propriétés de mélanges à partir de la détermination des propriétés initiales des matériaux purs mis en mélange. Les coefficients de corrélation obtenus montrent une correspondance entre les valeurs modélisées et celles mesurées en laboratoire avec une précision décroissante pour les paramètres choisis :

capacité de rétention en eau = CEC > P_{Olsen} = MVA > C_{tot} > pH. La phase de validation qui a été réalisée révèle que la généralisation des modèles choisis est à modérer car ne semblent pas transposables à d'autres matériaux purs échantillonnés. Une généralisation semble néanmoins possible pour au moins 4 paramètres (la masse volumique apparente, la capacité de rétention en eau, P_{Olsen} , CEC). Une augmentation du nombre de mélanges testés permettrait d'affiner ces modèles.

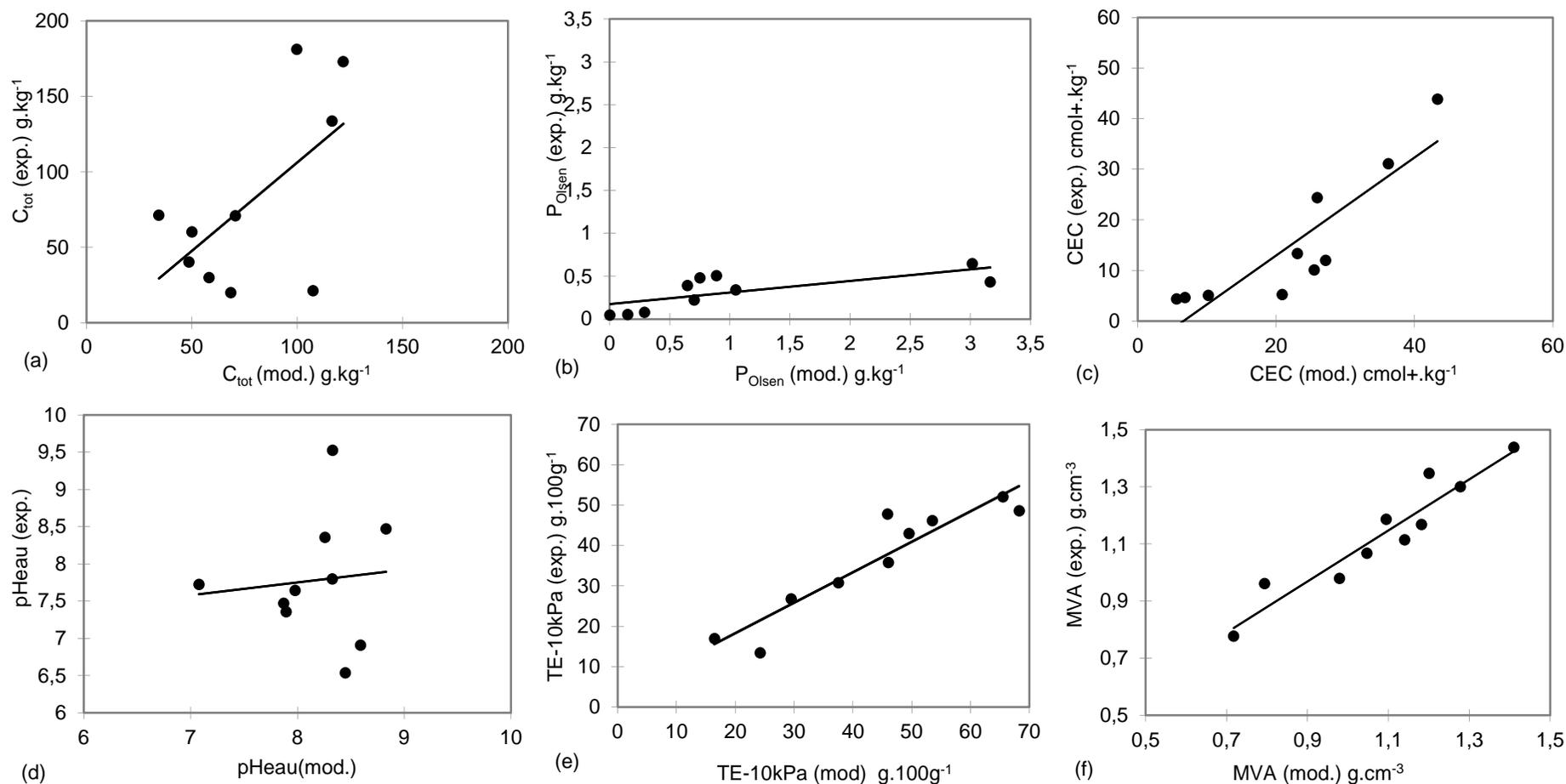


Figure III-17 : régressions linéaires correspondant à l'étape de validation : comparaison entre les valeurs modélisées (mod.) et les valeurs obtenues au laboratoire (exp.) pour les paramètres C_{tot} (a), P_{Olsen} (b) , CEC (c), pH (d), la teneur en eau à -10 kPa (e) et la masse volumique apparente (f), les coefficients de corrélation obtenus pour chaque paramètre C_{tot} , P_{Olsen} , CEC, pH, TE et MVA sont de respectivement 0,6 ; 0,72 ; 0,88 ; 0,1 ; 0,93 et 0,95

3. Discussion

3.1. Caractéristiques et proposition d'une typologie des matériaux individuels

Concernant les propriétés agronomiques, aucun matériau pris seul ne peut être assimilé à un sol naturel ou un substrat horticole. Néanmoins, chaque matériau présente un potentiel fertile au regard de propriétés physiques ou chimiques. Chaque matériau peut jouer un rôle spécifique lorsqu'il est mis en mélange avec un ou deux matériaux. Certains déchets (e.g. CO, DV et BS) sont communément appliqués comme fertilisants en agriculture et aussi pour la réhabilitation de sites pollués en raison de leur potentiel à améliorer la fertilité chimique des sols (Singh & Agrawal, 2008; Wright *et al.*, 2008). L'ACP présentée plus haut (Figure III-12) montre bien la singularité de ces 3 matériaux. Les courbes doses-réponses, soulignent que CO, DV et BS jouent un rôle majeur en imposant aux mélanges leurs propriétés, notamment chimiques, et ce même à faibles ratios. Les mélanges impliquant au minimum 15 % (m/m) de CO, DV ou BS peuvent ainsi être assimilés à des matériaux humiques.

Par ailleurs, les déchets de balayage de rue (DR) ainsi que les sous-produits papetiers (SP) présentent des propriétés chimiques intermédiaires comparables aux amendements organiques. Ils contribuent aux propriétés hydrauliques (conductivité hydraulique, capacité de rétention en eau) et au potentiel à long terme de décomposition de la MO par leurs activités bactériennes et fongiques. Néanmoins, avec un pH et des teneurs de CaCO_3 actifs élevés, SP présente un haut risque de chlorose pour les plantes et doit être utilisé avec précaution.

Avec ses densités apparentes supérieures à 1.4 g.cm^{-3} et des propriétés géo-mécaniques adéquates, une troisième catégorie de déchets peut mimer la matrice pierreuse (béton, déchets de démolition, ballasts) des mélanges terre-pierres (Bassuk *et al.*, 2005; Grabosky *et al.*, 2002). Ces matériaux sont comparables à des matériaux pierreux car ils présentent de plus une bonne portance (résultats non présentés ici) pour supporter les charges et contraintes appliquées à la surface des sols urbains. Leur contribution aux caractéristiques chimiques des mélanges reste négligeable. Néanmoins, une attention doit être portée au risque potentiel de

lixiviation d'éléments indésirables tels que les sulfates pouvant provenir par exemple du gypse contenu dans ces matériaux (Nehls *et al.*, 2013). Les briques constituent un type spécifique de matériau. Si leur influence sur les propriétés des mélanges est connue comme négligeable (Nehls *et al.*, 2013), excepté pour le pH, ce matériau apporte des minéraux argileux qui augmentent les surfaces d'échanges pour les nutriments. Un dernier type de matériau identifié (*e.g.* TA et TB) est caractérisé par une faible réserve en éléments nutritifs et une capacité de rétention en eau élevée.

3.2. Hétérogénéité des matériaux et procédé de mélange

Une des difficultés rencontrées dans cette phase est de faire face à une grande hétérogénéité de forme, nature, composition des matériaux seuls. Certains matériaux sont organiques « frais » et leurs caractéristiques visuelles et leurs propriétés évoluent plus ou moins rapidement en fonction des conditions auxquelles ils sont soumis (*e.g.* CO, BS, DV, DR, SP). Certains de ces matériaux, peuvent être étudiés comme des sols. C'est l'hypothèse que nous avons posée dans nos travaux, partant du principe que l'ensemble de l'échantillon peut être associés à un type de sol ou un type d'horizon de sol. Certains de ces matériaux organiques ont pu être analysés grâce à des protocoles développés pour des substrats horticoles. Les matériaux à prédominance « minérale » ont été identifiés et caractérisés. Ces matériaux, sont pour la plupart grossiers et sont considérés comme inertes (*e.g.* BA, BE, BR, DB). Ces matériaux grossiers ne peuvent être assimilés à une terre et leur étude de façon analogique à un sol est peu aisée. En effet, les quelques travaux qui ont pu être menés sur les mélanges terre-pierres se focalisaient essentiellement sur le rôle mécanique des matériaux grossiers sur (i) la compaction des sols construits, (ii) la porosité résultant et les propriétés hydriques et physiques qui en résultent. Peu de travaux ont été menés sur la caractérisation de l'ensemble du Technosol construit, prenant en compte la contribution des matériaux grossiers à la chimie de l'ensemble du mélange terre-pierres.

Dans la phase de test de combinaisons de mélanges menée dans ce chapitre, un effort de prise en compte de la contribution de toutes les fractions a été réalisé. Ainsi, une phase « d'homogénéisation » de la granulométrie des matériaux a été

appliquée, de façon à simuler un changement d'échelle. Cela revient à travailler par analogie sur un prototype à l'échelle réduite d'un compartiment de Technosol construit.

3.3. Assimilation des mélanges de matériaux à un sol fertile

La procédure de mélange des matériaux est incontournable afin d'obtenir un substrat fertile favorable à la croissance végétale. Les mélanges testés présentent un large panel de propriétés physico-chimiques qui sont comparables aux valeurs moyennes obtenues par le réseau de mesure de qualité des sols (RMQS) pour les sols français (Jolivet *et al.*, 2006). Les valeurs médianes obtenues pour C_{tot} et P_{Olsen} (22,2 et 0,13 $g.kg^{-1}$ respectivement) pour les mélanges de matériaux sont supérieures aux valeurs obtenues pour les sols de France (19,6 et 0,03 $g.kg^{-1}$). Les mélanges impliquant CO, DV et BS qui présentent de fortes teneurs en P disponibles peuvent expliquer ces différences. La valeur médiane de CEC mesurée pour les sols de France (10,2 $cmol+.kg^{-1}$) est assez proche de celle mesurée pour les mélanges (5,45 $cmol+.kg^{-1}$). Les valeurs de pH des mélanges sont cependant plus élevées (médiane=8,4) en comparaison de celles obtenues par le RMQS (médiane=6,2). Ce phénomène peut s'expliquer par l'alcalinité de plus de 80% des matériaux purs utilisés en mélanges, et qui plus est, présentent un fort pouvoir tampon. Parmi la large majorité de matériaux testés, TA est le seul matériau en mesure d'ajuster le pH de certains mélanges pour une croissance optimale des végétaux. Concernant la masse volumique apparente, les valeurs obtenues pour les mélanges (médiane=1,27 $g.cm^{-3}$) sont très similaires à celles des sols français (médiane=1,31 $g.cm^{-3}$). Les mélanges de matériaux présentent globalement des propriétés similaires à celles de la moyenne des sols français. Toutefois, l'addition de matériaux organiques ou organo-minéraux induit des valeurs extrêmes en termes de concentrations en P_{Olsen} (e.g. valeurs supérieures à 0,12 $g.kg^{-1}$) et de pH. Dans cette étude, les matériaux mis en œuvre en suivant un procédé de génie pédologique présentent des traits caractéristiques des sols urbains (De Kimpe & Morel, 2000).

4. Conclusion du chapitre 3

L'originalité de ce chapitre est d'analyser différents produits en regard de la construction de Technosols fertiles. Trois idées essentielles peuvent être retenues : (i) la caractérisation des matériaux purs permet de définir des potentiels contrastés en terme de fertilité physico-chimique des matériaux pour raisonner la formulation de mélanges fertiles ; (ii) la phase de test et de formulation de différents mélanges permet de modéliser les propriétés physico-chimiques des mélanges à l'aide d'outils de modélisation simples ; (iii) les matériaux pris seuls ne peuvent constituer un substrat fertile mais un mélange de matériaux technogéniques peut être assimilé à un substrat au potentiel fertile. Il s'agit à ce stade de s'intéresser à l'évolution des propriétés physiques, chimiques et agronomiques de tels mélanges de matériaux et de les comparer avec l'évolution connue des sols naturels.

En agronomie, l'analyse de la fertilité d'un sol, s'effectue en premier lieu par le biais d'une analyse des terres en général issues de la couche superficielle (0-50 mm). C'est dans l'horizon de surface que les processus sont les plus rapides. De plus, c'est dans ce compartiment que l'on observera la majorité des évolutions, en raison de son exposition forte aux facteurs pédogénétiques (e.g. facteurs anthropique, climatique et biologique). Ainsi, on se focalisera sur le compartiment de surface des Technosols construits dans les chapitres qui suivent.

IV. Chapitre 4 : Etude dynamique de l'agrégation et de la disponibilité du phosphore dans les mélanges

Introduction

Dans le chapitre précédent, on s'attachait au raisonnement de la formulation de mélanges de déchets et sous-produits pour la construction de Technosols fertiles. La question qui se pose est alors : comment évolue un Technosol fertile au cours du temps en prenant en compte l'organisation et la dégradation des matériaux parents constitutifs ? A cet effet, l'accent sera mis sur l'étude de l'évolution du processus d'agrégation et de la disponibilité du P dans les mélanges réalisés pour constituer un horizon de croissance de végétaux. Les questions auxquelles nous tenterons de répondre sont les suivantes :

- ✗ Comment les mélanges s'agrègent-ils et se structurent-ils au cours du temps dans les premiers stades d'évolution pédogénétique ?
- ✗ Les mélanges sont-ils capables d'assurer une réserve en éléments nutritifs (P) assimilables pour le développement de végétaux au cours du temps ?

Dans ce chapitre, nous allons étudier le rôle de facteurs externes sur la stabilité des agrégats. Nous avons choisi de tester (i) le climat, par le biais des agents température et humidité appliquées aux mélanges et (ii) le facteur biologique, en suivant la culture de deux espèces végétales contrastées par l'architecture et l'activité de leurs systèmes racinaires : le raygrass (*Lolium perenne*) et le colza (*Brassica napus*).

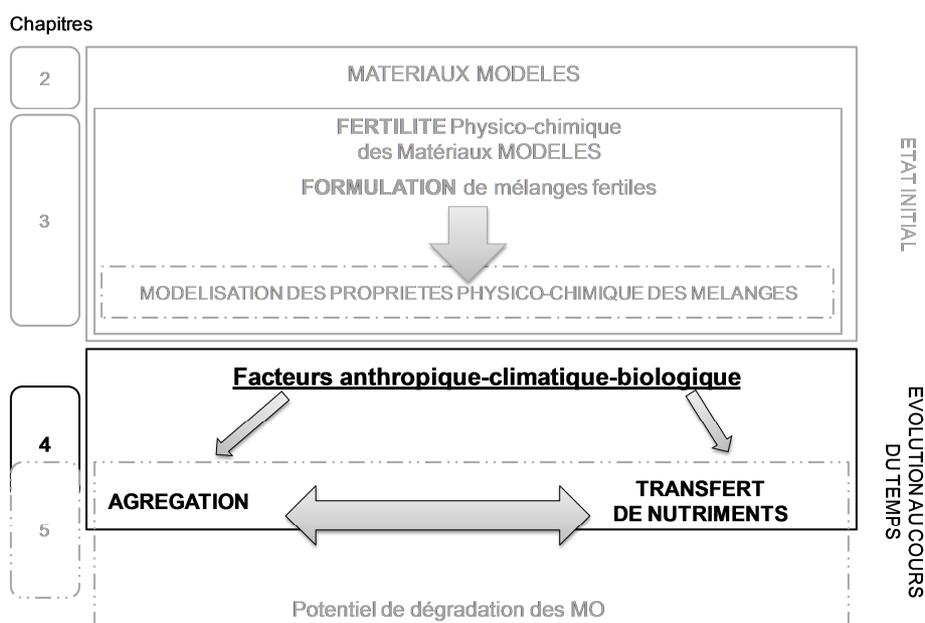


Figure IV-1 : démarche de l'étude, chapitre 4

1. Matériels et Méthodes

1.1. Matériels

1.1.1. Choix des mélanges

Un sol est constitué à la fois de (i) matière minérale et de matière organique ; (ii) de solide, de liquide et de gaz ; et également (iii) de vivant et d'inerte. Le compartiment supérieur des profils de sols doit être constitué d'un ensemble organo-minéral favorable à l'enracinement des plantes. Les résultats du chapitre précédent ont permis de sélectionner des mélanges binaires organo-minéraux à partir des paramètres de fertilité identifiés comme représentatifs, à savoir, pH, C_{tot} , N_{tot} , CEC, P_{Olsen} , masse volumique apparente, capacité de rétention en eau à pF 2 et à pF 4,2. Les mélanges retenus présentent alors en théorie des propriétés de fertilité physico-chimique favorables au développement des végétaux. Les mélanges retenus pour effectuer des tests sont : la terre acide avec du compost (TA/CO) ratio 75/25 (m/m) et les briques avec le compost BR/CO ratio 50/50 (m/m). Oades (1984) a montré que la nature de la matière organique influence fortement l'agrégation. Ainsi, nous avons choisi de tester deux autres mélanges faisant intervenir une matière organique supplémentaire : les déchets verts (DV) (Tableau IV-1).

Tableau IV-1 : récapitulatif des mélanges utilisés dans les expériences
et de leur composition massique (sechés à 105°C)

Désignation des mélanges	Proportion massique	
	du matériau de nature minérale	du matériau de nature organique
BR/CO	BR : 50 %	CO : 50 %
TA/CO	TA : 75 %	CO : 25 %
BR/DV	BR : 50 %	DV : 50 %
TA/DV	TA : 75 %	DV : 25 %

1.1.2. Protocole de réalisation des mélanges

Les matériaux sont séchés à l'air (température < 35°C) puis broyés et tamisés à 2 mm afin de favoriser les surfaces de contact entre les particules. Deux types de broyeurs ont dû être utilisés : un broyeur de coupe (SM 200 RETSCH) pour les matériaux organiques séchés à l'air (e.g. CO et DV) et un broyeur à percussions (SR 200 RETSCH) pour les matériaux de nature minérale (e.g. BR et TA).

Les matériaux à mélanger sont placés dans un récipient en PVC et brassés manuellement à sec pour homogénéiser l'ensemble. Puis, de l'eau est ajoutée afin d'humidifier les mélanges à une humidité pondérale de 150 g kg⁻¹ (m/m), afin de se rapprocher des conditions naturelles habituellement observées et notamment pour éviter les poussières (Figure IV-2).



Figure IV-2: étapes de réalisation des mélanges, cas du mélange brique/déchets verts

1.1.3. Matériaux initiaux utilisés et leurs caractéristiques

Dans nos travaux, les matières organiques utilisées ont dû être réapprovisionnées dans le temps et ont été caractérisées à nouveau (Tableau IV-2). En effet, la première campagne d'échantillonnage des matériaux a été réalisée en juin 2011. Au bout d'un an, malgré la conservation des échantillons organiques en chambre froide, leur évolution a été inévitable. Ainsi, le compost NFU 44-095 (compost mixte de boue de STEP et de déchets verts) et les déchets verts ont été réapprovisionnés sur la plateforme expérimentale en août 2012 (SITERRE, Thorigné d'Anjou). Ils ont été échantillonnés suivant les mêmes protocoles que décrits précédemment (Chapitre 3-1.1.1.) et seront désignés par les codes CO pour le compost et DV pour les déchets verts.

Tableau IV-2 : principales caractéristiques agronomiques des matériaux à l'état initial, avant mélange

	briques (BR)	compost (CO)	déchets verts (DV)	terre d'excavation acide (TA)
pH	9,3	7,8	7,9	4,9
carbone organique (C_{org}) ($g.kg^{-1}$)	0	219	379	0,52
azote total (N_{tot}) ($g.kg^{-1}$)	0,07	23,00	12,90	0,32
phosphore total (P_{tot}) ($g.kg^{-1}$)	0,7	35,3	4,9	0,6
capacité d'échange cationique (CEC Metson) ($cmol+.kg^{-1}$)	1,6	54,6	31,2	1,7
phosphore disponible (P_{Olsen}) ($g.kg^{-1}$)	0,026	0,799	1,320	0,002
carbonates ($CaCO_3$) ($g.kg^{-1}$)	89,0	9,8	11,1	0,5
Fraction < 2 μm ($g.kg^{-1}$)	83	263	339	85
Fraction 2-20 μm ($g.kg^{-1}$)	153	280	165	421
Fraction 20-50 μm ($g.kg^{-1}$)	91	103	182	155
Fraction 50-200 μm ($g.kg^{-1}$)	122	257	56	102
fraction 200-2000 μm ($g.kg^{-1}$)	551	97	288	237
teneur en eau à pF 2 ($g.kg^{-1}$ MS)	312,2	1179,2	761,9	345,9

1.1.4. Les espèces végétales utilisées

Deux espèces végétales ont été cultivées. D'une part, notre choix s'est porté sur une espèce classiquement utilisée en essais agronomiques : le raygrass. Cette espèce correspond au gazon, utilisé de façon commune pour végétaliser de grandes surfaces urbaines. D'autre part, en lien avec notre focalisation sur la libération d'un nutriment particulier qu'est le phosphore (P), notre choix s'est porté sur le colza. En effet, Barber & Silberbush (1984) ont démontré que le prélèvement du P est contrôlé par la morphologie et l'activité du système racinaire. Ces deux espèces sont complémentaires pour deux raisons : (i) par l'architecture de leur système racinaire qui est différent, le raygrass présente un système racinaire fasciculé tandis que le colza présente un système racinaire pivotant ; (ii) par la stratégie particulière du colza vis-à-vis de la mobilisation du P par le biais des racines (Grinsted *et al.*, 1982; Hedley *et al.*, 1983; Hoffland *et al.*, 1989; Hoffland, 1992). Les hypothèses posées concernent ainsi l'effet des deux morphologies racinaires sur le processus d'agrégation et le fonctionnement de ces deux systèmes racinaires sur la libération et le prélèvement des nutriments.

Les graines de raygrass anglais (*Lolium perenne*) sont de la variété Prana (lot n°0185 XDK 03 HHF 688). Les graines de colza (*Brassica napus*) sont de la variété colza de printemps Serasem, (semencier) PMG= 3,93 grammes, 90 % de faculté germinative. Ces graines ne sont pas traitées et les lots datent de 2008.

1.2. Méthodes d'étude des mélanges au cours du temps

1.2.1. Dispositifs expérimentaux en conditions contrôlées

1.2.1.1. Expérience d'incubation

Cette expérience a été conçue pour simuler le vieillissement des mélanges. L'hypothèse testée est la suivante : la taille des particules minérales joue un rôle prépondérant dans la formation précoce d'agrégats stables. Ainsi, les quatre mélanges testés ont été réalisés selon deux modalités : (i) tous les matériaux sont préparés, broyés et tamisés à 2 mm ; (ii) les matériaux organiques sont préparés et broyés à 2 mm et les matériaux minéraux (BR et TA) sont préparés, broyés et tamisés à 500 µm. Chaque modalité de mélange est réalisée en 3 répétitions.

Pour cette expérience, on suppose d'une part qu'en augmentant la surface de contact entre les particules, on favorisera les échanges et la création de liaisons plus ou moins stables. Par ailleurs, en supposant qu'il y ait des interactions entre le processus d'agrégation et les transferts d'éléments nutritifs, d'un point de vue chimique, plus on augmente les surfaces de contact, plus on augmente les possibilités d'adsorption/désorption à la surface des particules.

Deux cents cinquante grammes de chaque mélange sont préparés pour chaque modalité et disposés dans un bocal de type alimentaire (« Le Parfait »). Les mélanges comprenant du compost sont placés dans des bocaux de 0,5 L et les mélanges incluant des déchets verts dans des bocaux de 1,5 L. Cette différence de volume de contenants résulte d'hypothèses sur le potentiel de dégradation plus fort du déchet vert qui n'est pas composté. En effet, des tests de minéralisation réalisés préalablement ont montré que le compost était stable.

Les mélanges sont humectés jusqu'à atteindre 80% de la capacité de rétention en eau à -10kPa. Cette humectation est réalisée progressivement afin d'éviter les écoulements préférentiels et en raison de l'hydrophobicité des mélanges. Le début de l'humectation des mélanges constitue le t_0 . Trois bocaux de chaque modalité sont prélevés au bout de 0, 16, 32, 64, 78 et 92 jours et notés respectivement t_0 , t_1 , t_2 , t_3 , t_4 , et t_5 . Ainsi, 120 bocaux sont placés dans une chambre de culture à 28 °C à l'obscurité. L'humidité des mélanges est maintenue constante durant toute l'expérience et contrôlée par pesées régulières des 120 bocaux. Avant de lancer cette expérience, nous nous sommes assurés que les conditions pour chaque mélange n'étaient pas limitantes en N. Pour 0,4 % de C, on a besoin de 50 mg de N par kg de matière sèche. Les teneurs en C et N dans les mélanges sont calculées et comparées aux concentrations nécessaires sur le Tableau IV-3.

Tableau IV-3 : calcul des quantités d'azotes nécessaires pour ce facteur ne soit pas limitant dans les expériences d'incubation

	$C_{\text{organique}} \text{ (g.kg}^{-1}\text{)}$	$N_{\text{tot}} \text{ (g.kg}^{-1}\text{)}$	N nécessaire $\text{(g.kg}^{-1}\text{)}$
TA/DV	95,5	3,24	1,19
BR/DV	189,5	6,48	2,37
TA/CO	55,5	5,77	0,69
BR/CO	109,5	11,53	1,37



Figure IV-3 : photographie du dispositif d'expérience d'incubation en conditions contrôlées

1.2.1.2. Expérience d'alternance de cycles humectation/dessiccation

La teneur en eau influence la stabilité des agrégats par la présence d'un ménisque d'eau dans la porosité des agrégats qui empêche l'air de s'échapper durant l'humectation rapide et provoque la destruction des agrégats (« slaking ») (Algayer, 2012). Des forces capillaires sont impliquées dans le réarrangement particulaire et l'emboîtement frictionnel. Ainsi, la solution du sol influence aussi la stabilité des agrégats par le biais d'interactions physico-chimiques entre l'eau et les particules du sol. C'est donc l'influence de l'agent « eau » qui a été testée dans cette deuxième expérience. Le dispositif mis en place afin de suivre les mélanges au cours du temps est un ensemble de cylindres de volume 745 cm^3 (10 cm de hauteur et 9,8 cm de diamètre) soumis à des cycles d'humectation/dessiccation.

Les mélanges sont humectés à 80% de leur capacité de rétention en eau (potentiel hydrique -10 kPa). A cette étape là, les cylindres sont déposés dans des sacs plastiques et l'eau est versée par le dessus. L'eau qui a débordé coule au fond du sac et l'excès d'eau remonte par capillarité, de cette façon la réhumectation est bien répartie. Puis l'ensemble sac plastique/cylindre est placé dans une étuve ventilée à 28°C. Les cycles auxquels ils sont soumis consistent en une dessiccation de 3,5 jours puis une réhumectation de 3,5 jours (

Tableau **IV-4**). Pendant la phase de dessiccation, les échantillons sont placés sur une grille directement à l'étuve à 28 °C. Au bout de 3,5 jours, le sol est réhumecté de façon à atteindre la masse humide initiale (80% de l'humidité équivalente à la capacité au champ (CC)). Il est ensuite enfermé dans un sac plastique placé à nouveau à 28°C dans l'étuve pendant 3,5 jours. L'opération est répétée 8 fois de suite pour chaque échantillon. Un échantillon toujours « humide » (noté H) est mis en place parallèlement. Dans ce cas, le sol est maintenu humide (80% de CC) dans un sac plastique fermé avec une aération et un contrôle par pesée de la masse humide hebdomadaire. Des cylindres sont retirés pour réaliser les mesures après 1, 2, 4 et 8 cycles. Pour chaque modalité, on dispose de 3 cylindres.

Tableau IV-4 : succession des cycles dessiccation (D) /humectation (H) lors de l'expérience, les pointillés indiquent après quels cycles les analyses ont été réalisées, soit après 0, 1, 2, 4 et 8 cycles

	cycle 1		cycle 2		cycle 3		cycle 4		cycle 5		cycle 6		cycle 7		cycle 8	
cycles	D	H	D	H	D	H	D	H	D	H	D	H	D	H	D	H
en jours	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
analyses																

1.2.1.3. Culture de végétaux

Cette expérience a pour objectif de mieux comprendre les interactions physico-chimiques dans les mélanges lors d'une culture de végétaux. La plante joue ici le rôle d'agent biologique qui influence les processus de fonctionnement du sol.

Les mélanges sont réalisés de la même façon que pour les expériences précédentes. Chaque pot est préparé séparément afin de s'assurer de la présence en quantités précises de chaque matériau. Quarante huit mélanges de 1,8 L sont réalisés. En plus des mélanges, un sol agricole de propriétés agronomiques connues est sélectionné comme témoin (Tableau IV-5).

Tableau IV-5 : caractéristiques agronomiques du sol agricole témoin utilisé dans l'expérience de culture

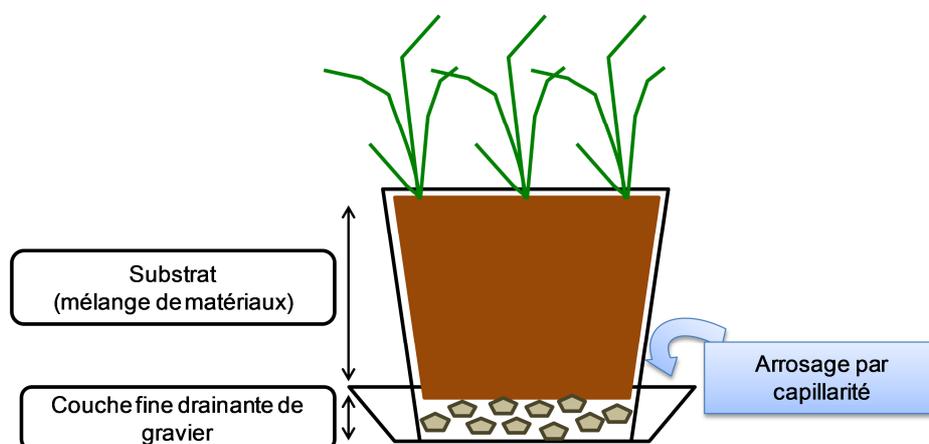
	Sol agricole Témoin
pH	7,4
carbone organique (C _{org}) (g.kg ⁻¹)	12,1
azote total (N _{tot}) (g.kg ⁻¹)	1,03
phosphore total (P _{tot}) (g.kg ⁻¹)	-
capacité d'échange cationique (CEC cobalthexamine) (cmol+.kg ⁻¹)	7,75
phosphore disponible (P _{Olse}) (g.kg ⁻¹)	0,13
carbonates (CaCO ₃) (g.kg ⁻¹)	0,5
argiles (g.kg ⁻¹)	100
limons fin (g.kg ⁻¹)	180
limons grossiers (g.kg ⁻¹)	134
sables fins (g.kg ⁻¹)	146
sables grossiers (g.kg ⁻¹)	440
teneur en eau à pF 2 (g.kg ⁻¹ MS)	190

Les mélanges présentent des masses volumiques apparentes très différentes du fait de la nature des matières organiques et les masses de mélanges mises en place sont variables d'un mélange à l'autre (Tableau IV-6).

Tableau IV-6 : masse préparée par mélange testé en culture

Mélange	Masse préparée par pot (g)	Masse volumique apparente appliquée au remplissage (g.cm^{-3})
BR/CO	1000	1,0
BR/DV	600	0,600
TA/CO	1000	1,0
TA/DV	100	0,9
Témoin (TEM)	1400	1,4

Des pots de 2L (pots carrés de dimensions 13x13x12,5 cm) sont remplis à la base avec une couche drainante de graviers recouverte par un géotextile, afin d'éviter des pertes de matériaux. Les mélanges sont ensuite placés dans les pots sans exercer de tassement excessif (Figure IV-4). Aucune fertilisation supplémentaire n'a été ajoutée aux mélanges testés afin de ne pas modifier la force ionique et la composition de la solution du sol, autrement que par les échanges dans les mélanges de matériaux et la plante. En effet, l'amendement des sols peut avoir des conséquences sur la spéciation du P dans le mélange de matériaux.

**Figure IV-4** : schéma d'un vase de végétation

Les pots sont placés en phytotron selon une disposition de randomisation totale en blocs durant 55 jours (Figure IV-5). Chaque modalité mélange/culture est réalisée 4 fois et chaque répétition se trouve dans un bloc de la randomisation. Les conditions de croissance correspondent à 16h de jour à 21°C et à 8h de nuit à 18°C. L'intensité lumineuse est de $400 \mu\text{E.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$. L'hygrométrie de l'air est maintenue à 70%. Les

pots de culture sont maintenus à une humidité constante, correspondant à 80 % de la teneur en eau mesurée à -10 kPa. L'arrosage est effectué par capillarité (Figure IV-4). Douze graines de colza et 1 g de graines de raygrass sont semées réparties sur toute la surface du pot afin d'avoir un couvert végétal homogène. Durant la phase de pré-culture, les pots sont recouverts d'un film opaque afin de permettre la germination à l'obscurité. Dès qu'une graine germe, le film est retiré. Suite à la germination des graines, seul un plant de colza est conservé.

BLOC 4	BR/DV	TA/DV	BR/CO	TA/DV	BR/DV	BR/DV	TEM	TA/CO	BR/CO	BR/CO	TA/DV	TEM	TEM	TA/CO	TA/CO
	RG	RG	CZ	CZ	CZ	SN	CZ	CZ	SN	RG	SN	RG	SN	RG	SN
BLOC 3	TEM	TA/DV	BR/CO	TA/CO	BR/CO	BR/DV	BR/CO	TA/DV	TEM	BR/DV	BR/DV	TA/CO	TEM	TA/DV	TA/CO
	RG	CZ	RG	RG	CZ	RG	SN	RG	SN	CZ	SN	CZ	CZ	SN	SN
BLOC 2	TA/CO	BR/DV	TEM	BR/CO	BR/CO	TA/DV	TEM	TA/CO	TA/DV	BR/DV	TA/DV	BR/CO	TEM	BR/DV	TA/CO
	SN	CZ	CZ	SN	CZ	SN	SN	RG	CZ	RG	RG	RG	RG	SN	CZ
BLOC 1	BR/DV	TEM	TEM	TA/CO	TA/CO	TA/DV	BR/CO	BR/CO	TA/DV	TA/DV	BR/DV	BR/DV	BR/CO	TEM	TA/CO
	CZ	CZ	RG	SN	RG	SN	SN	CZ	RG	CZ	SN	RG	RG	SN	CZ

Figure IV-5 : détail de la randomisation en blocs des vases de végétation dans la chambre de culture - culture de raygrass (RG), colza (CZ) et les sols nus (SN)

1.2.2. Les analyses

1.2.2.1. Etude de l'agrégation

1.2.2.1.1. Observation des associations organo-minérales

En sciences du sol, l'observation des échantillons est une étape incontournable afin de pouvoir décrire les échantillons et notamment le type d'associations obtenues. Ainsi, des échantillons de mélanges ont pu être observés et photographiés sous loupe binoculaire à l'issue des expériences d'incubation et des cycles d'humectation/dessiccation.

1.2.2.1.2. Analyse de stabilité structurale

La résistance des agrégats à différentes contraintes est évaluée selon la méthode Le Bissonais (1996) (NF X31-515 – AFNOR, 2005). Avant la mise en œuvre des tests

de stabilité des agrégats, la première étape a consisté à sélectionner, dans les échantillons, des agrégats compris entre 3 et 5mm par tamisage. Ils ont ensuite été mis à l'étuve à 40°C pendant 24h afin d'uniformiser les conditions initiales. L'analyse de stabilité comprend trois tests, dans le but de distinguer les mécanismes qui assurent la cohésion des agrégats (Tableau IV-7).

Tableau IV-7 : principe des tests de stabilité structurale et mécanismes testés
(d'après Le Bissonnais, 1989 et 1996)

Test	Propriétés testées
Humectation rapide par immersion dans l'eau	Résistance à l'éclatement
Désagrégation mécanique par agitation après humectation dans l'éthanol	Désagrégation mécanique
Humectation lente par capillarité	Eclatement partiel et/ou gonflement différentiel

- × **Le test d'humectation rapide** par immersion dans l'eau : les agrégats ont été versés dans un bécher d'eau déminéralisé. Après 10 minutes, l'excès d'eau a été évacué par pipetage et les agrégats ont été transférés sur un tamis de 0.05mm à l'aide d'une pissette d'éthanol ;
- × **Le test de désagrégation mécanique** par agitation après immersion dans l'éthanol : les agrégats ont été déversés dans un bécher rempli d'éthanol. Après 30 minutes, l'excès d'éthanol a été évacué et l'échantillon transféré dans un erlenmeyer rempli d'eau déminéralisée. Celui-ci a été agité manuellement en réalisant 10 retournements vifs. Après 60 minutes, l'excès d'eau a été enlevé par pipetage et les agrégats transférés sur un tamis de 0.05mm comme précédemment ;
- × **Le test d'humectation lente** par capillarité : les agrégats ont été disposés sur un papier filtre posé sur une éponge imbibée d'eau. Après 60 minutes, les agrégats ont été transférés sur un tamis de 0.05mm de la même façon que pour les autres tests.

Les fractions récupérées sur les tamis de 0.05mm suite aux trois tests, ont ensuite été plongées dans un bain d'éthanol à l'aide de l'appareil de Hénin, qui permet d'effectuer un mouvement hélicoïdal. Cette étape a permis une première séparation

entre les fractions inférieures et supérieures à 0.05mm. Ces dernières ont été récupérées et séchées à 40°C pendant 24h ; puis elles ont été passées sur une colonne de 6 tamis. La masse de sol restant sur chacun des tamis a été mesurée et exprimée en fonction de la masse initiale. La fraction < à 0.05mm a été déduite de la masse initiale.

Les échantillons, plus ou moins désagrégés, sont tamisés à sec, ce qui permet de calculer le MWD (Mean Weight Diameter, ou diamètre moyen pondéral) :

$$MWD = \sum_i (d_i \cdot w_i) \quad [4.1]$$

Avec : d_i : ouverture moyenne entre deux tamis successifs (i et i+1)

W_i : fraction massique sur le tamis i

Pour chaque test, 3 répétitions (voire 4) sont réalisées. Les résultats sont les moyennes des répétitions assorties de leurs écarts-types.

1.2.2.1.3. Analyse de biomasse microbienne

La biomasse microbienne du sol a été déterminée par la méthode de fumigation-extraction (Vance *et al.*, 1987), selon la norme standard NF ISO 14240-2 (AFNOR 1997). Cette analyse a été réalisée sur les échantillons ayant subi les cycles d'humectation/dessiccation.

Deux séries d'échantillons tamisés à 2 mm ont été préparées (24 g de masse fraîche avec trois répétitions pour chaque point). La fumigation a pour but de détruire les micro-organismes et de permettre la libération de leurs composés organiques sous forme soluble. Une série d'échantillons a été fumigée dans des vapeurs de chloroforme pendant 16h dans un dessiccateur sous vide. La deuxième série n'a pas été fumigée. Le C organique soluble a ensuite été extrait des échantillons de mélanges fumigés et non fumigés avec une solution de K_2SO_4 ($0,025 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$), puis filtrés.

Les composés organiques extraits ont été dosés par combustion et analyse du CO_2 par détection infrarouge (OI Analytical 1010 Bioritech). La différence de C organique soluble entre les échantillons fumigés et non fumigés correspond à la quantité de C extractible d'origine microbienne. La biomasse microbienne du sol a été obtenue en multipliant cet extractible par un coefficient k_c . La valeur de k_c utilisée était de 0,45

(Joergensen, 1996 ; AFNOR, 1997). Les résultats sont donnés en mg C kg^{-1} de masse sèche.

$$C_{\text{bm}} = (C_f - C_{\text{nf}})$$

où : C_f et C_{nf} sont les quantités de carbone extraites respectivement dans les échantillons fumigés et non fumigés.

1.2.2.2. Etude de la chimie des mélanges

Mesures de carbone et d'azote totaux (C_{tot} et N_{tot})

Les teneurs en carbone (C_{tot}) et azote totaux (N_{tot}) ont été déterminées par combustion sèche (à 1800 °C) avec un analyseur élémentaire (CHN, Elementar Vario micro cube), selon la norme NF ISO 10694 (ISO, 1995). Le principe de cette méthode est de provoquer la combustion complète d'un échantillon enfermé dans une capsule en étain et de mesurer les produits de la combustion par chromatographie en phase gazeuse.

Mesures du P_{Olsen} et de pH

Le phosphore disponible (P_{Olsen}) et le pH des mélanges sont déterminés selon les protocoles présentés précédemment (III-1.2.2.)

1.2.2.3. Analyses statistiques

Afin de tester l'effet des différents facteurs (humidité, plante) sur les propriétés physico-chimiques des mélanges, des tests de comparaison ont été réalisées par analyse statistique à l'aide du logiciel libre R. Les mesures ont été effectuées sur 3 répétitions pour les échantillons des expériences d'incubation et de cycles humectation-dessiccation et sur 4 répétitions pour les échantillons issus des cultures. La normalité des distributions de résultats a été vérifiée dans un premier temps par les tests de Kolmogorov-Smirnov et/ou Shapiro Wilk. Si la normalité est vérifiée, les contrastes de Tukey sont évalués. S'il n'y a pas de normalité de la distribution, on utilisera les tests non paramétriques (Kruskal Wallis).

2. Résultats

2.1. Evolution du processus d'agrégation dans l'horizon de croissance d'un Technosol construit sous l'influence de différents facteurs

Dans les trois expériences menées, les différents mélanges produits ont évolué au cours du temps. Pour réaliser les mesures de stabilité des agrégats, la collecte par échantillon, d'au moins 5 g d'agrégats de diamètre compris entre 3,15 et 5 mm est nécessaire. Pour certains mélanges, il n'a pas été possible de récupérer une quantité suffisante d'agrégats. Pour le mélange brique/compost (BR/CO), aucun agrégat 3,15-5 mm n'a pu être récupéré, quelle que soit l'expérience menée. Le bilan sur les mélanges ayant permis la production d'agrégats est présenté dans le Tableau IV-8.

Tableau IV-8 : bilan des agrégats 3,15-5 mm formés au cours des expériences pour chaque mélange, X indique qu'il y a eu au moins 15 g d'agrégats formés pour la réalisation des mesures de stabilité, X* correspond à des quantités plus faibles permettant la réalisation d'une partie des tests mais sans répétitions suffisantes, les mélanges terre acide/compost (TA/CO) ; terre acide/déchets verts (TA/DV), brique/compost (BR/CO), brique/déchets verts (BR/DV) avec C1, C2, C4, C8 correspondant aux cycles humectation/dessiccation (HD) et les modalités sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et de colza (CZ).

mélanges testés	Incubation						alternance de cycles Humectation/Dessiccation					cultures		
	t ₀	t ₁	t ₂	t ₃	t ₄	t ₅	C1	C2	C4	C8	H	SN	RG	CZ
TA/CO	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
TA/DV	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
BR/CO														
BR/DV				X*	X*	X*						X	X	X

2.1.2. Effet des constituants sur le processus d'agrégation

Dans ce paragraphe, l'effet anthropique correspond au choix d'un matériau organique par rapport à un autre. Les travaux ont été menés sur un compost mixte (CO) et des déchets verts non compostés (DV), qui sont de natures différentes, l'une ayant subi un traitement, l'autre non.

2.1.2.1. Effet de la nature de la matière organique

Les mélanges terre acide/déchets verts (TA/DV) et terre acide/compost (TA/CO) ont formé des agrégats qui ont pu être analysés pour les trois tests constituant le test de stabilité structurale (Le Bissonnais, 1996).

Suite aux expériences d'incubation, d'humectation/dessiccation (HD) et de cultures, on constate qu'il y a des différences significatives de stabilité des agrégats formés dues à la nature des matières organiques (p -value < 0,05). Le diamètre moyen pondéré (MWD) des agrégats produits dans les mélanges contenant des déchets verts (DV) est plus élevé que celui des agrégats des mélanges TA/CO, quel que soit le temps d'incubation (Figure IV-6), le nombre de cycles HD subis (Figure IV-7) ou la modalité de culture appliquée durant 55 jours (Figure IV-8).

Ainsi, au cours de l'expérience d'incubation, les résultats obtenus pour les 3 tests composant le test de stabilité structurale sont variables pour le mélange TA/DV, alors qu'ils sont les mêmes pour le mélange TA/CO. En particulier pour le 3^{ème} test de réhumectation lente qui est le moins destructeur, le diamètre moyen pondéré des agrégats de TA/DV est de 0,36 mm à t_1 (16 jours) et cette valeur se maintient à t_3 (64 jours), puis elle diminue et se stabilise à 0,3 mm jusqu'à la fin de l'essai. Le diamètre moyen pondéré du mélange TA/CO est de 0,18 à t_1 et ne dépasse pas 0,2 mm au bout de 64 jours d'incubation (Figure IV-6).

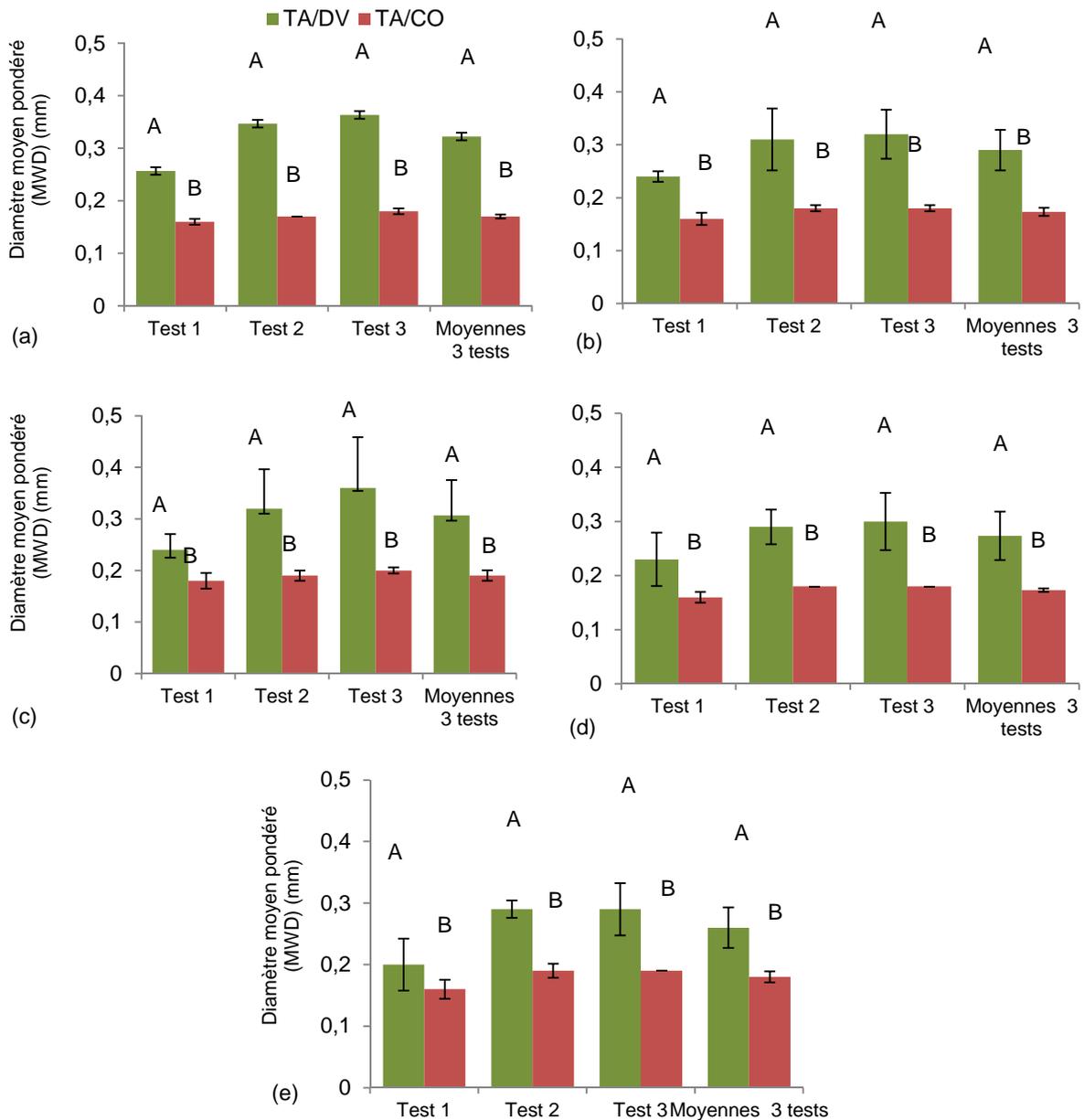


Figure IV-6 : influence de la nature de la matière organique (DV vs CO) sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats entre 3,15 et 5 mm après les 3 tests de stabilité structurale : réhumectation rapide (Test 1), désagrégation mécanique (Test 2), réhumectation lente (Test 3) et la moyenne des trois tests, après 16 (a), 32 (b), 64 (c), 78 (d) et 92 jours (e) d'incubation à 28 °C, les lettres A et B montrent les différences statistiques entre les deux types de mélanges TA/DV et TA/CO

Dans l'expérience d'alternance de cycles HD, le diamètre moyen pondéré des agrégats de TA/CO est le plus élevé pour l'échantillon maintenu humide tout le long de l'expérience et atteint 0,43 mm, pour le test 3 (Figure IV-7 (e)). Le diamètre moyen des agrégats du mélange TA/DV atteint 1,2 mm et ce maximum est obtenu

après 8 cycles HD (Figure IV-7 (d)). Il y a une influence significative de la nature de la matière organique introduite en mélange sur la stabilité des agrégats formés lors de cette expérience (contrastes de Tukey, p-value <0,05) et ce pour tous les cycles.

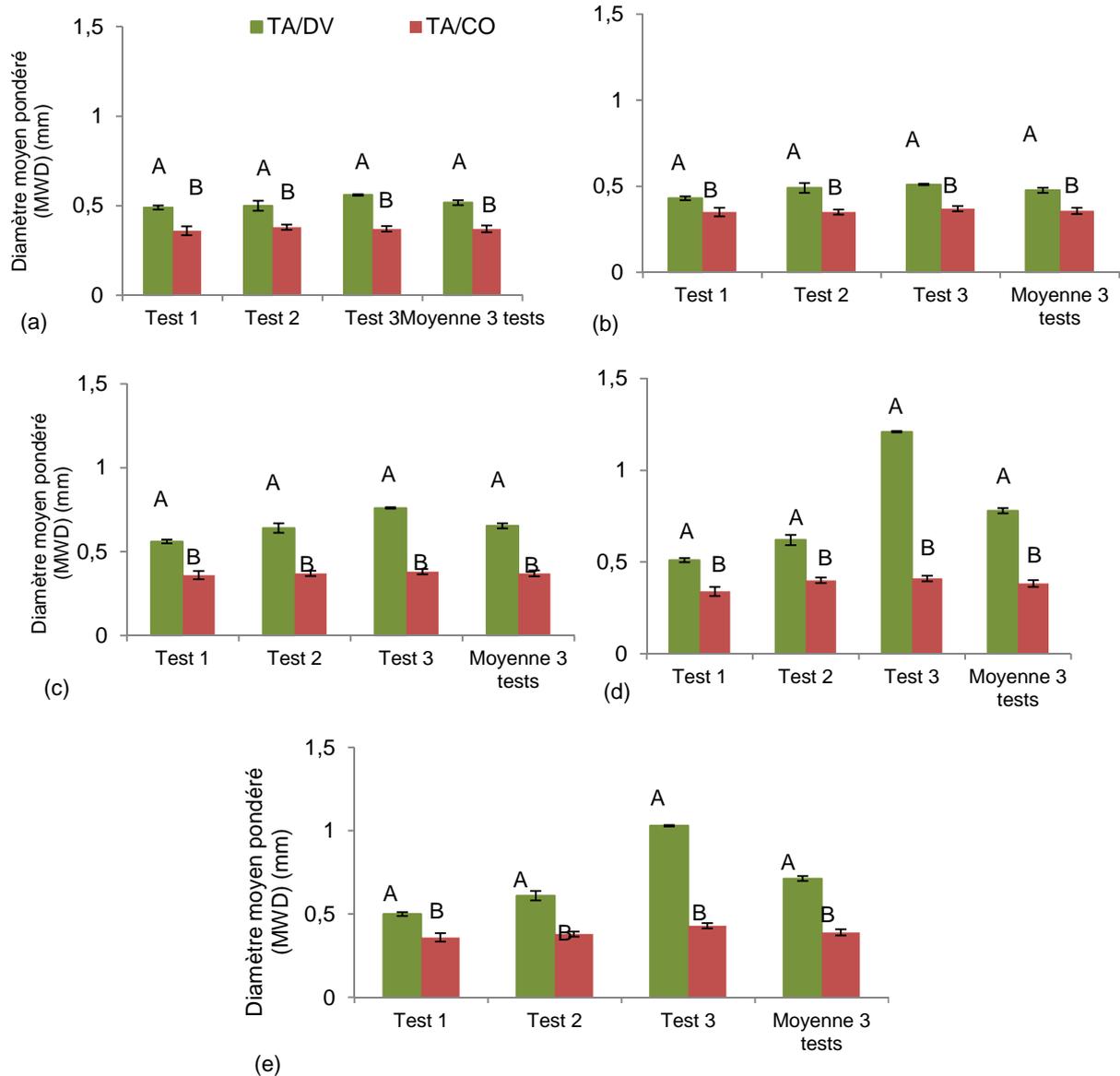


Figure IV-7 : influence de la nature de la matière organique (DV vs CO) sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats entre 3,15 et 5 mm ayant subi trois tests: réhumectation rapide (test 1), désagrégation mécanique (test 2), réhumectation lente (test 3) et la moyenne des trois tests après une expérience de 1(a) , 2(b), 4(c) et 8(d) cycles de dessiccation/humectation et le témoin humide pendant 64 jours (e), les lettres A et B montrent les différences statistiques entre les deux types de mélanges TA/DV et TA/CO

Enfin, dans l'expérience de culture en vases de végétation, la différence est encore plus marquée entre les deux mélanges impliquant des matières organiques de natures différentes. Les diamètres moyens pondérés des agrégats de TA/DV sont respectivement de 2,72 ; 2,74 et 2,9 mm pour les modalités SN, RG et CZ, tandis que ceux des agrégats de TA/CO sont respectivement de 0,50 ; 0,61 et 0,63 mm respectivement pour les mêmes modalités (Figure IV-8) après 55 jours de culture.

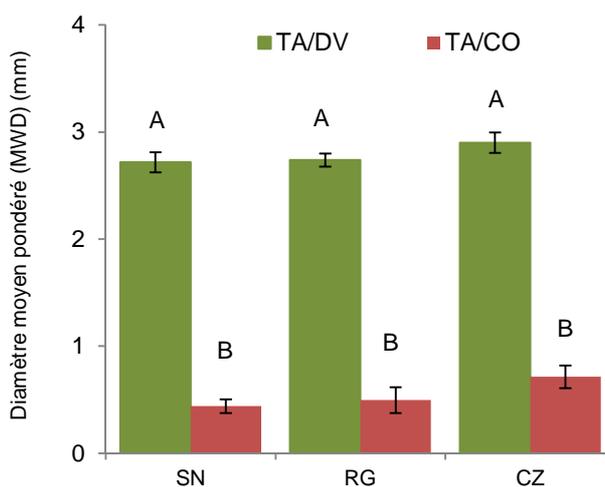


Figure IV-8 : influence de la nature de la matière organique (DV vs CO) sur le diamètre moyen pondéré (mm) d'échantillons ayant subi le test de réhumectation lente (Le Bissonnais, 1996), après application des modalités de sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et culture de Colza (CZ) durant 55 jours, les lettres A et B montrent les différences statistiques entre les deux types de mélanges TA/DV et TA/CO

Bilan

Les résultats obtenus pour les tests de réhumectation lente pour les deux mélanges TA/DV et TA/CO testés sont récapitulés sous forme d'un tableau synthétique (Tableau IV-9).

Tableau IV-9 : classes de diamètres moyens pondérés (mm) obtenus pour chacune des expériences pour les mélanges TA/DV et TA/CO

Expérience menées	TA/DV	TA/CO
incubation	[0,26-0,36]	[0,18-0,2]
Humectation/Dessication	[0,51-1,21]	[0,37-0,43]
culture	[2,72-2,9]	[0,51-0,62]

Les agrégats des mélanges TA/DV présentent un diamètre globalement plus élevé que ceux des mélanges TA/CO, à l'issue de chaque expérience menée. Le diamètre moyen pondéré de ces agrégats est compris entre 0,26 et 0,36 mm dans l'expérience d'incubation, allant jusqu'à des agrégats très instables (Tableau IV-10). A l'issue des cycles HD, le diamètre moyen pondéré varie entre 0,51 et 1,21 mm ce qui correspond à des agrégats qui se situent entre les classes « instable » et « moyennement stable » pour les échantillons ayant subi 8 cycles HD (Tableau IV-10). Enfin, le diamètre moyen pondéré des agrégats des mélanges TA/DV, obtenu à l'issue de l'expérience de cultures est le plus élevé et il varie entre 2,72 et 2,9 mm, ce qui correspond à des agrégats très stables (Tableau IV-10). Les agrégats du mélange TA/CO présentent un diamètre moyen pondéré (i) inférieur à 0,20 mm après l'incubation, correspondant à la classe des agrégats très instables (Tableau IV-10) (ii) les diamètres moyens pondérés obtenus à l'issue des cycles HD, sont compris entre 0,37 et 0,43 mm ce qui correspond à des agrégats de très instables à instables, enfin (iii) les agrégats de TA/CO récupérés à l'issue de 55 jours de culture sont ceux qui présentent les diamètres pondérés les plus élevés pour ce mélange et ils sont compris entre 0,51 à 0,62 mm, soit inférieurs à 0,8 mm : il s'agit donc d'agrégats instables (Tableau IV-10).

Tableau IV-10 : classes de stabilité en fonction des valeurs du diamètre moyen pondéré (MWD) calculés d'après les résultats du test de mesure de la stabilité structurale proposé par Le Bissonnais (1996)

Stabilité	MWD (mm)	Principales conséquences
Très stable	0,2	- Battance et érosion très rares
Stable	1,3-2,0	- Battance occasionnelle - Risque d'érosion limité - Battance fréquente
Moyennement stable	0,8-1,3	- Risque d'érosion variable selon paramètres climatiques et topographiques
Instable	0,4-0,8	- Battance très fréquente - Risque d'érosion fréquent en toute situation
Très instable	>0,4	- Battance systématique Risque d'érosion important

Le résultat majeur est la forte influence de la nature du matériau organique en mélange sur la stabilité des agrégats, compte tenu des différences significatives

observées (test de Tukey, p-value <0,05) lors de la comparaison des résultats pour chaque expérience.

Les agrégats des mélanges TA/DV et TA/CO présentent une stabilité croissante en fonction des expériences menées dans l'ordre suivant. Cependant, la stabilité des agrégats issus des mélanges TA/DV est de très instable à très stable en fonction de ces expériences, alors que les agrégats des mélanges TA/CO sont très instables ou instables. Ces différences de stabilité entre les deux types de mélanges renforcent l'argument du fort impact de la nature de la matière organique sur le processus d'agrégation.

2.1.2.2. Effet de la nature du matériau minéral et de la taille des particules

2.1.2.2.1. Effet de la nature et de la quantité de matériau minéral mélangé

Dans les mélanges TA/DV et BR/DV, les quantités de matériau minéral ne sont pas identiques. Le mélange TA/DV compte 75 % m/m de terre acide, tandis que le mélange BR/DV compte 50 % m/m de briques.

Dans les expériences de vieillissement, quelques agrégats issus du mélange BR/DV sont obtenus après 64 jours d'incubation et aucun agrégat n'est observé dans l'expérience HD. Dans l'expérience de culture de végétaux, des agrégats 3,15-5 mm ont pu être collectés et leur stabilité a donc pu être analysée. Les agrégats des mélanges TA/DV présentent des diamètres moyens pondérés de 2,72, 2,74 et 2,90 mm respectivement pour les modalités SN, RG et CZ, tandis que ceux des mélanges BR/DV présentent des diamètres moyens pondérés de 2,52 ; 2,42 et 2,51 mm respectivement pour les mêmes modalités (Figure IV-9).

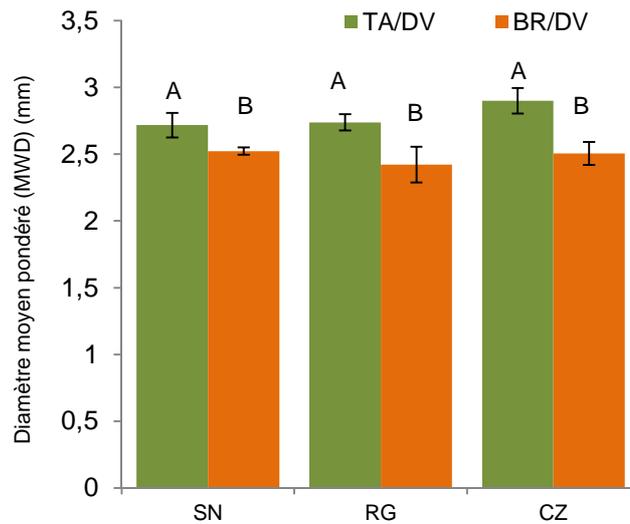


Figure IV-9 : influence de la nature et la quantité de matériau minéral apporté en mélange avec DV sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats, comparaison des mélanges TA/DV et BR/DV, lors de l'expérience de culture, pour les modalités sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et de colza (CZ) durant 55 jours

On peut tirer deux informations de ces résultats (i) les agrégats obtenus sont très stables (Le Bissonnais, 1996), (ii) les diamètres moyens pondérés obtenus avec BR et avec DV sont significativement différents (p -value $< 0,05$). Cela signifie que la nature des matériaux minéraux mis en mélange influence la stabilité des agrégats après culture, quelle que soit la modalité de culture appliquée (Figure IV-9).

2.1.2.2.2. Effet de la taille des particules minérales introduites initialement en mélange

Dans l'expérience d'incubation, l'hypothèse de l'influence de la taille des particules du matériau minéral mis en mélange, sur le processus d'agrégation a été testée. Pour les deux mélanges TA/DV 2 mm et TA/DV 0,5 mm, les agrégats présentent un diamètre moyen pondéré compris entre 0,25 et 0,37 mm (Figure IV-10 (a)). Les différences qui apparaissent sur le graphique ne sont pas significatives et sont liées à de forts écarts-types. De la même manière, pour les mélanges avec CO, le diamètre moyen des agrégats varie entre 0,15 et 0,19 mm et les différences observées ne sont pas statistiquement significatives (Figure IV-10 (b)).

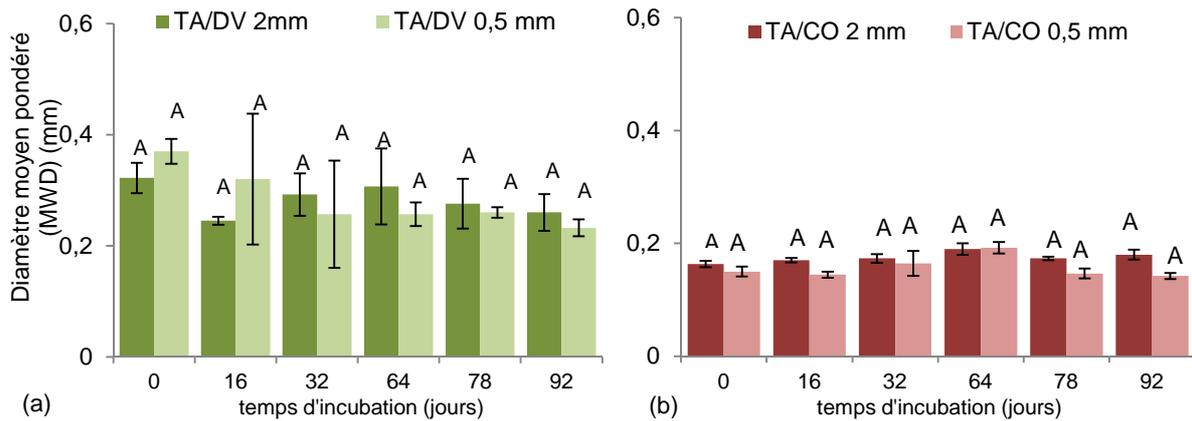


Figure IV-10 : influence de la taille des particules de TA (0,5 et 2mm) mises en mélange avec DV sur le diamètre moyen pondéré des mélanges TA/DV (a) et TA/CO (b) (moyenne des trois tests) après incubation à 28 °C

Ainsi, l'hypothèse de l'influence possible de la taille des particules minérales sur l'agrégation n'est pas validée au bout de 92 jours d'incubation à 28°C : on n'observe pas de différence entre les stabilités des agrégats, que ce soit pour le mélange TA/CO ou le mélange TA/DV. Ces résultats apportent une information supplémentaire sur le phénomène d'agrégation dans le mélange TA/CO. En effet, les valeurs de diamètre moyen pondéré obtenues sont très faibles (inférieures à 0,2 mm). Le matériau TA est un matériau très fin à l'origine, on peut donc se demander si les valeurs obtenues ne correspondraient pas à la granulométrie moyenne du limon ou de la matière organique seule à l'état initial.

Bilan sur l'effet du matériau minéral

Il semble y avoir un effet de la quantité de matériau minéral mis en mélange sur le processus d'agrégation. Néanmoins, étant donné qu'à la fois la quantité et la nature des matériaux sont différentes, il est délicat d'affirmer une influence claire. Concernant la taille des particules minérales de TA, elle ne semble pas avoir d'effet significatif. On peut se demander si cela n'est pas dû à la texture même du matériau seul dans son état initial. TA est en effet un matériau fin, dont 600 g.kg^{-1} des particules sont inférieures à $50 \mu\text{m}$ (argiles et limons) à l'analyse granulométrique par sédimentation et 400 g.kg^{-1} sont inférieures à 0,2 mm par tamisage à sec. Ainsi, les diamètres moyens pondérés obtenus ne correspondraient-ils pas à la granulométrie élémentaire de la terre ?

2.1.3. Effet du climat sur le processus d'agrégation

Au vu des résultats précédents, on présentera par la suite les résultats obtenus par le test le moins destructeur (test 3 de réhumectation lente).

2.1.3.1. Effet de l'incubation à température constante et humidité constante sur l'agrégation

L'influence de la température sur l'agrégation (3,15-5 mm) de certains mélanges est très faible (*e.g.* BR/DV) voire nulle (*e.g.* BR/CO). Dans l'expérience d'incubation, les mélanges ont évolué en conditions contrôlées à 28°C, à l'obscurité durant 92 jours, conditions connues comme favorables au développement des micro-organismes (Annabi *et al.*, 2007). Dans les mélanges TA/DV, le diamètre moyen pondéré des agrégats varie entre 0,2 et 0,4 mm (Figure IV-11 (a)), ce qui correspond à des agrégats très instables (Le Bissonnais, 1996). De plus, aucune différence significative entre des agrégats obtenus après les 5 durées d'incubation n'est observée. Pour les mélanges TA/CO, le diamètre moyen pondéré des agrégats varie très peu (entre 0,18 et 0,2 mm) (Figure IV-11 (b)). Les particules tamisées après le test semblent être (comme cela a été supposé précédemment) des particules élémentaires constitutives de la terre acide ou du compost. Une autre hypothèse qui peut être formulée est l'existence d'un facteur limitant qui n'a pas permis le développement des microorganismes présents dans chacune des MO. Peut-être que l'oxygène a pu être limitant dans les bocaux en raison de leur ouverture pas assez régulière. Enfin, peut être que l'humidité des mélanges n'était pas optimale pour un bon développement de l'activité biologique.

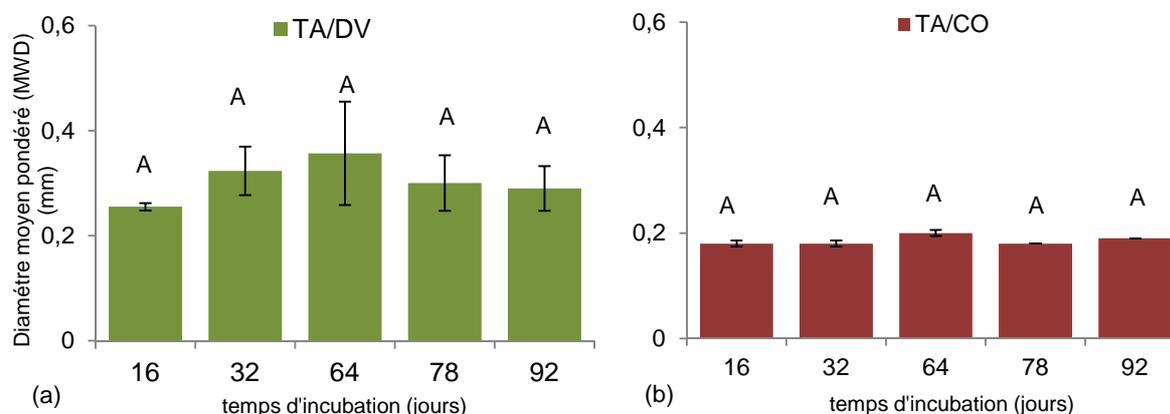


Figure IV-11 : influence de l'incubation à 28°C sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats 3.15-5 mm au cours de l'expérience d'incubation des mélanges TA/DV 2mm (a), TA/CO 2 mm (b),

durant 92 jours à 28 °C, test de réhumectation lente, composant le test de stabilité structurale (selon Le Bissonnais, 1996)

2.1.3.2. Effet d'alternances humectation/dessiccation sur le processus d'agrégation

L'évolution des diamètres moyens pondérés des agrégats des mélanges TA/DV et TA/CO ayant subi une alternance de cycles humectation/dessiccation (HD) est représentée (Figure IV-12). Pour le mélange TA/DV, on constate qu'au bout de 2 cycles HD, le diamètre moyen pondéré des agrégats reste à peu près stable avec des valeurs de 0,56 et 0,51 mm respectivement. Au bout du 4^{ème} cycle, on constate une augmentation du diamètre moyen pondéré qui atteint 0,76 mm. C'est au bout du 8^{ème} cycle que l'on obtient un diamètre moyen pondéré encore plus élevé qui atteint 1,21 mm et qui est significativement différent de ceux obtenus précédemment. Le témoin humide présente un diamètre moyen pondéré très proche de celui obtenu après 8 cycles (MWD = 1,03 mm) et significativement différent de celui des mélanges ayant subi 1 ou 2 cycles HD. Cependant, la différence avec les mélanges ayant subi 4 cycles n'est plus significative. Pour le mélange TA/CO, il n'y a pas d'effet de la variation de l'humidité sur la stabilité des agrégats. En effet, les diamètres moyens pondérés oscillent entre des valeurs comprises entre 0,37 et 0,43 mm. Ainsi les associations résistantes au test de réhumectation lente sont très instables (Le Bissonnais, 1996).

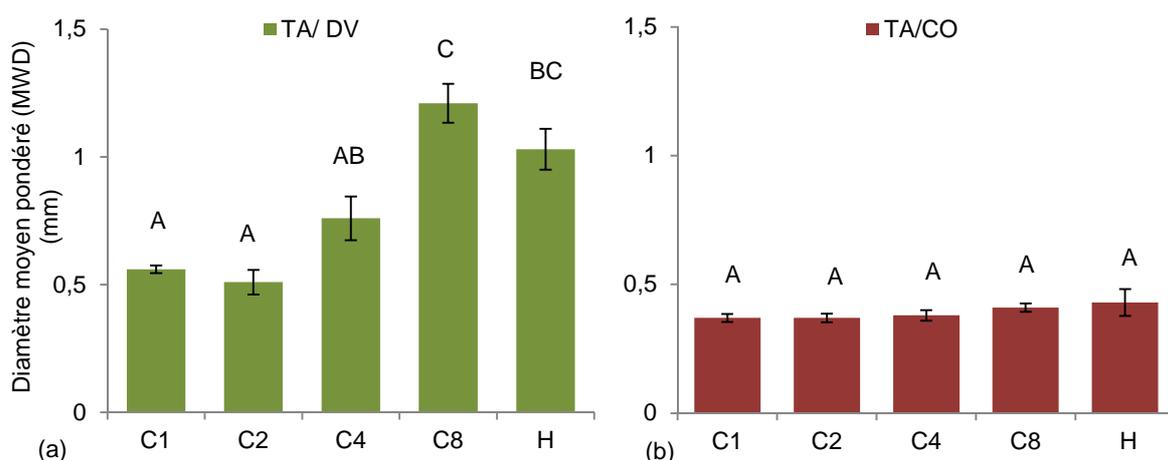


Figure IV-12 : influence de cycles d'humectation/dessiccation sur le diamètre moyen pondéré (mm) des agrégats 3,15-5 mm après une alternance de 1, 2, 4 et 8 cycles d'humectation/dessiccation

et le témoin humide (H) des mélanges TA/DV (a), TA/CO (b, résultats du test de réhumectation lente (selon Le Bissonnais, 1996)

Bilan sur l'impact du climat sur l'agrégation

Les résultats présentés montrent que le processus d'agrégation des mélanges n'est pas influencé par l'expérience d'incubation à 28 °C après 92 jours d'incubation. Des hypothèses sur des conditions limitantes (e.g. oxygène) n'ayant pas permis une activité biologique optimale ont été formulées et seront explorées dans le chapitre suivant.

Les cycles HD ont un effet significatif sur la structuration des mélanges contenant les déchets verts avec une augmentation de la stabilité à l'eau des agrégats. Ces agrégats ont été obtenus après plusieurs phases de réhumectation assez intense puisque la quantité d'eau apportée (30 g.kg⁻¹ de l'eau initiale), était versée rapidement et en une seule fois à la surface de la colonne. Même si les agrégats sont peu stables, l'apport d'eau n'a pas provoqué la désagrégation des macro-agrégats.

2.1.4. Effet du facteur biologique : influence de la croissance végétale sur l'agrégation

Le premier résultat apporté à l'issue de l'expérience de culture est que les agrégats présentent des diamètres moyens pondérés globalement plus élevés que dans les autres expériences. Le deuxième résultat flagrant (Figure IV-13) montre que les mélanges impliquant DV permettent la formation d'agrégats plus stables à l'eau que les agrégats des mélanges TA/CO et que ceux du sol agricole témoin. Les MWD des mélanges TA/DV sont les plus élevés, s'échelonnant de 2,72 à 2,90 mm, tandis que les diamètres moyens pondérés des agrégats de BR/DV se distribuent entre 2,42 et 2,52 mm. Il s'agit, pour ces deux mélanges, d'agrégats très stables (Le Bissonnais, 1996). Les agrégats des mélanges TA/CO montrent des diamètres moyens pondérés beaucoup plus faibles qui sont compris entre 0,51 et 0,62 mm. Ces derniers sont du

même ordre de grandeur que les diamètres moyens pondérés du sol agricole témoin qui vont de 0, 57 à 0,7 mm (Figure IV-13). Les agrégats formés à partir de TA/CO et du sol témoin sont donc instables (Le Bissonnais, 1996).

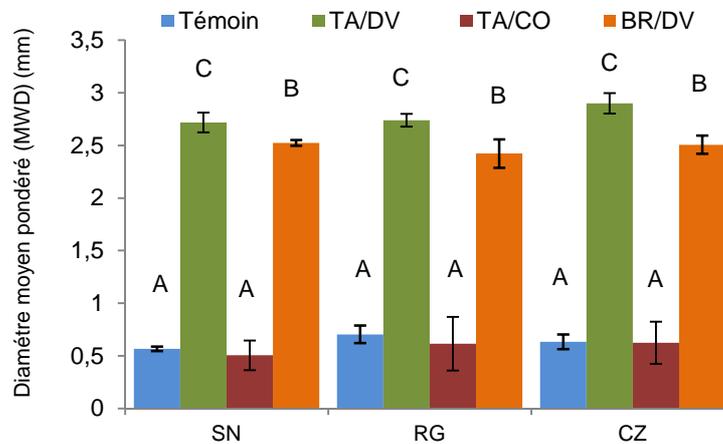


Figure IV-13 : influence du facteur biologique sur le diamètre moyen (MWD) (mm) des agrégats du sol témoin (Témoin) et des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV après les modalités de sol nu (SN), culture de raygrass (RG) et celle de colza (CZ) durant 55 jours, les lettres A, B et C montrent des différences statistiques entre les différents types de substrats témoin, TA/DV, TA/CO et BR/DV

L'effet des racines lors de la culture de RG est significatif alors qu'aucun effet significatif des racines n'est observé lors de la culture de CZ (contrastes de Tukey, p -value < 0,05) sur l'agrégation du sol témoin agricole (a) par rapport à la modalité sol nu (Figure IV-14). Pour le mélange TA/DV, c'est l'effet des racines de CZ qui est significatif alors que celui des racines de RG n'est pas significatif par rapport à la modalité sol nu (Figure IV-14 (b)). Pour les mélanges TA/CO et BR/DV, aucune différence significative n'est observée entre les 3 modalités de culture (Figure IV-14 (c) et (d)). L'absence d'influence du facteur biologique pour le mélange BR/DV est surprenante dans la mesure où dans les autres expériences (HD et culture), aucun agrégat n'a pu être récupéré. Cela signifierait que les racines de RG et CZ ne sont pas les facteurs qui ont favorisé la stabilisation des agrégats du mélange. On peut supposer que ce sont les conditions expérimentales de la culture qui ont favorisé l'agrégation (e.g. présence permanente d'oxygène atmosphérique).

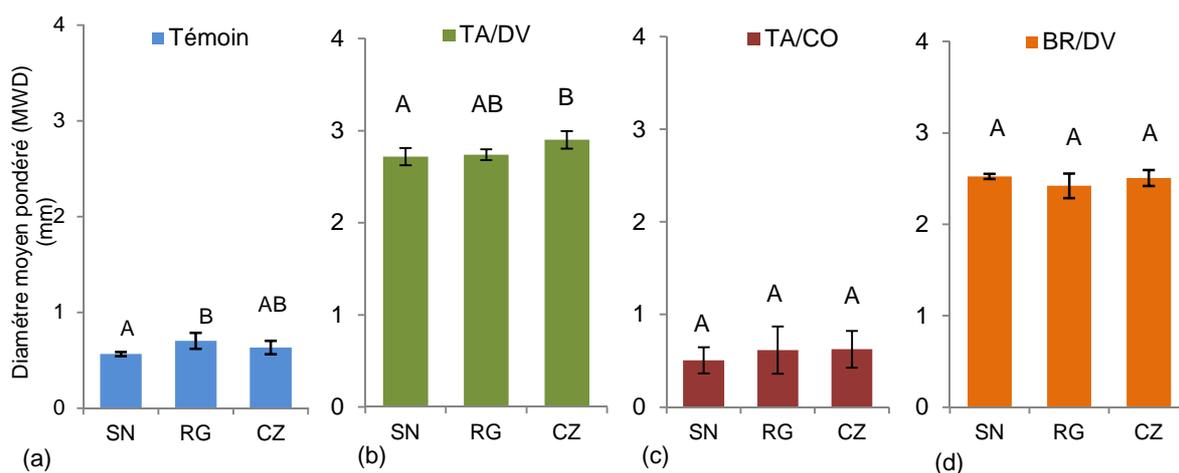


Figure IV-14 : influence des différentes modalités de culture sur le diamètre pondéré moyen des agrégats du sol témoin agricole (a), des mélanges TA/DV (b), TA/CO (c) et BR/DV (d), A et B désignant les différences significatives (p -value<0,05)

Bilan sur l'impact du facteur biologique

L'effet du facteur biologique consiste principalement en la formation d'agrégats très stables (e.g. mélanges terre acide/déchets verts et brique/déchets verts) : les agrégats formés présentent des diamètres moyens pondérés supérieurs à 2mm. L'effet des racines sur le processus d'agrégation est cependant démontré uniquement pour le sol témoin agricole et le mélange terre acide/déchets verts. Pour le sol agricole témoin, compte tenu du bon développement de biomasse aérienne, l'effet du facteur biologique peut être attribué aux racines. Aucun effet du facteur biologique sur la stabilité des agrégats n'est révélé pour le mélange terre acide/compost : les agrégats sont instables et aucun effet des racines n'est observé. Compte tenu du peu de biomasse végétale s'étant développé sur le mélange terre acide/déchets verts, l'effet sur la stabilisation des agrégats est difficilement attribuable aux racines seules. On peut supposer qu'il s'agisse d'une action couplée des racines et d'un autre facteur biologique (Haynes & Francis, 1993).

2.1.5. Hiérarchisation des facteurs influençant le processus d'agrégation des mélanges

Afin de hiérarchiser les facteurs qui influencent le processus d'agrégation des mélanges, on choisit (i) de comparer les effets des différentes expérimentations pour le test de réhumectation lente (le moins destructeur) et (ii) de présenter la stabilité des agrégats des mélanges TA/CO et TA/DV ayant permis la production d'agrégats, quelle que soit la modalité expérimentale. Des échantillons qui ont évolué et qui sont arrivés à un stade équivalent sont alors comparés : les échantillons correspondant à 64 jours d'évolution à température constante (28 °C), les échantillons ayant subi 8 cycles HD et l'échantillon de sol nu (55 jours).

La comparaison des échantillons incubés avec ceux qui ont subi des variations d'humidité (8 cycles HD) révèle un effet significatif de variations d'humidité sur la stabilité des agrégats formés pour chaque mélange (Figure IV-15). Le diamètre moyen pondéré des agrégats de TA/DV est multiplié par 3, passant de 0,36 à 1,21 mm et le diamètre moyen pondéré est multiplié par 2 pour TA/CO, passant de 0,2 à 0,41 mm. Ainsi, au cours du temps, l'agrégation est favorisée, par des variations d'humidité. Les cycles HD peuvent avoir une influence positive sur l'agrégation dans les premiers stades d'évolution (Singer *et al.*, 1992).

La comparaison des échantillons de l'expérience d'incubation (64 jours) avec ceux du sol nu permet de rendre compte de l'influence de l'oxygène. Nous avons supposé qu'il avait pu être un facteur limitant du processus d'agrégation dans les mélanges en incubation (Figure IV-15). Le diamètre moyen pondéré obtenu pour les mélanges est multiplié par 7 pour TA/DV et par 2 pour TA/CO. Des conditions non limitantes en oxygène, permettent de passer respectivement de 0,36 à 2,72 mm pour TA/DV et de 0,2 à 0,44 mm pour TA/CO. Les différences pour les mélanges TA/DV et TA/CO entre la stabilité des agrégats à 64 jours en incubation et 55 jours en culture (sans plantes) sont statistiquement significatives.

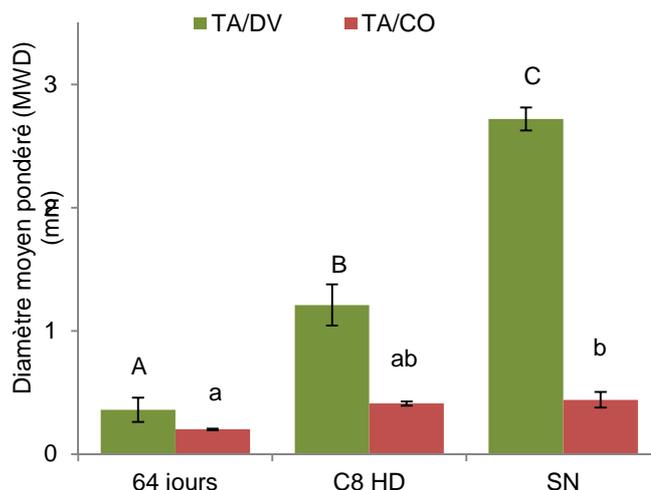


Figure IV-15 : comparaison de l'effet des différentes expériences sur la stabilité des agrégats des mélanges TA/DV et TA/CO après 64 jours d'incubation (64 jours), 8 cycles d'humectation/dessiccation (HD) et 55 jours de culture en sol nu (SN), les lettres indiquent des différences statistiquement significatives

Une autre hypothèse peut être posée à l'issue de l'analyse de la Figure IV-15, il s'agit de l'influence de la quantité de mélange qui a pu évoluer dans les différentes expériences. En effet, dans l'expérience d'incubation 250 à 300 g de mélange ont été préparés, dans l'expérience d'alternance de cycles HD le double a été préparé et enfin dans l'expérience de culture environ 600 à 900 g ont été préparés. Ainsi, plus la quantité de mélange préparé et mise à évoluer au cours du temps est grande, plus la formation d'agrégats stables est importante.

Bilan

La comparaison de résultats des différentes expériences permettent de classer par ordre croissant les facteurs externes influençant le processus d'agrégation : température < humidité < activité biologique. Cette hiérarchisation est à nuancer, compte tenu du fait que les quantités initiales de mélanges mises à évoluer ne sont pas équivalentes. Le cumul de plusieurs facteurs pourrait être à l'origine des différences de stabilité des agrégats pour un même mélange. Ces résultats sont en accord avec les travaux menés jusqu'alors sur les facteurs influençant la stabilité des agrégats (Denef *et al.*, 2001, Denef *et al.*, 2002).

2.1.6. Conclusion sur l'effet de différents facteurs sur le processus d'agrégation

Les résultats acquis dans cette partie sur l'étude des effets de différents facteurs pédogénétiques sur l'agrégation permettent de tirer les conclusions suivantes :

- ➔ Certains mélanges de matériaux favorisent la formation d'agrégats de taille 3,15-5 mm et d'autres non. Aucun agrégat issu du mélange BR/CO n'a pu être récupéré et donc analysé. Des agrégats de BR/DV ont pu être observés à partir de 64 jours dans l'expérience d'incubation et lors de l'expérience de culture. Aucun agrégat n'apparaît pendant l'expérience HD.
- ➔ Les agrégats 3,15-5 mm formés sont plus ou moins stables à l'eau selon le test de stabilité structurale développé par Le Bissonnais *et al.* (1996).
- ➔ Les mélanges contenant des DV produisent des agrégats plus stables que les mélanges comprenant CO : il y a un effet du facteur anthropique « choix des matériaux mis en mélange ». Les résultats de l'expérience d'incubation montrent qu'il n'y a pas d'effet de la taille des particules minérales mises en mélange sur le processus d'agrégation.
- ➔ L'effet du climat sur la stabilité structurale est démontré par le biais de l'influence de l'humidité. Cette influence n'est significative que pour le mélange TA/DV. Il n'y a pas d'effet de la température sur le processus d'agrégation des mélanges, probablement en raison d'un facteur limitant (e.g. oxygène)

L'effet du facteur biologique est majeur, étant donné que les agrégats formés lors de l'expérience de culture sont de diamètres très élevés, témoignant d'une agrégation intense. Néanmoins, l'effet des racines n'a pu être démontré de façon significative que pour le sol agricole témoin et le mélange TA/DV.

Les facteurs externes influençant le processus d'agrégation de mélanges de matériaux technogéniques constitutifs d'un Technosol fertile sont par ordre croissant : facteur climatique (température<humidité) < facteur biologique < facteur anthropique. Un récapitulatif de l'effet des facteurs qui influencent le processus d'agrégation des mélanges constitutifs d'un Technosol fertile est présenté au Tableau IV-11.

Tableau IV-11 : récapitulatif des différents effets des facteurs internes et externes sur le processus d'agrégation testés sur les mélanges de matériaux, les + correspondent à la présence d'un effet, 0 à l'absence d'effet, s.n. indique quand l'effet n'est pas statistiquement significatif, n.t. correspond aux mélanges qui n'ont pas pu être testés en raison de la faible quantité d'agrégats récupérés

	Mélanges testés	TA/DV	TA/CO	BR/DV	BR/CO	Sol agricole
Effet ANTHROPIQUE	nature des MO	++	++	n.t.	n.t.	n.t.
	nature et quantité des MM	++	++	n.t.	n.t.	n.t.
	taille des particules minérales introduites en mélange	0	0	n.t.	n.t.	n.t.
Effet climat	durée de température	0	0	n.t.	n.t.	n.t.
	variation d'humidité	à C ₈	0	n.t.	n.t.	n.t.
Effet plante	RG	s.n.	0	0	n.t.	+
	CZ	+	0	0	n.t.	n.s.

2.1.7. Discussions et formulation d'hypothèses

La discussion des résultats à la fin de cette partie correspond à (i) la comparaison des résultats acquis avec ceux retrouvés dans la littérature et à (ii) la formulation d'hypothèses permettant d'expliquer les résultats obtenus et qui pourront être testées dans les parties suivantes du manuscrit.

2.1.7.1. Les mélanges organo-minéraux de matériaux technogéniques permettent-ils la formation d'agrégats ?

Il est difficile de qualifier a priori d'agrégats les associations organo-minérales formées lors du mélange de deux matériaux technogéniques entre eux, et il est encore moins évident de préjuger de la stabilité de telles associations. En effet, ces associations spécifiques présentent deux originalités par rapport à des agrégats de sols naturels. Ils présentent des constituants technogéniques (i) dont on connaît très peu le rôle dans la formation d'agrégats et (ii) dont on ne sait pas prédire l'évolution lorsqu'ils sont en contact avec d'autres matériaux (naturels et ou technogéniques). Dans ses travaux, Monsérié (2009) a démontré la formation de micro-agrégats technogéniques néoformés stables à l'eau. Néanmoins, la formation de tels agrégats résulte du rôle agrégeant de la fraction fine (0-20 µm) et seules les associations organo-minérales inférieures à 200 µm ont été analysées. Dans ses travaux sur les propriétés d'un Technosol construit à partir de déchets, Séré (2007) a révélé la présence d'agrégats stables de sous-produits papetiers avant même qu'ils soient mélangés à d'autres matériaux. Nos résultats ont montré que la formation de macro-agrégats (3,15 – 5mm) stables était possible par l'action anthropique consistant à mélanger 2 matériaux technogéniques (e.g. TA/DV, TA/CO, BR/DV). Cette formation a été favorisée par l'action de facteurs pédogénétiques qui ont été simulés au laboratoire. L'impact des différents facteurs a été évalué et conduit à une stabilisation plus ou moins marquée des agrégats formés.

2.1.7.2. Effet de la nature des matières organiques sur le processus d'agrégation

Le facteur majeur qui a été testé dans les expériences présentées dans cette partie est la nature de la matière organique. En effet, 2 MO ont été choisies (e.g. CO et DV) et mélangées avec 2 autres matériaux minéraux (e.g. TA et BR) à différents ratios.

Dans nos travaux, on trouve des différences significatives entre la stabilité provoquée par la présence de CO et celle permise par la présence de DV. Ces différences sont observées quelle que soit l'expérience menée et donc quel que soit le facteur simulé. Annabi *et al.*, (2007) ont étudié l'impact de différentes matières organiques sur l'agrégation en comparant des composts urbains de différentes natures et de différentes maturités. Dans ses travaux, les matières organiques sont ajoutées à un sol limoneux. Ils ont démontré que les composts matures et immatures entraînent des cinétiques de stabilisation des agrégats différentes. Annabi (2006) a démontré que ces différences étaient liées à l'activité microbienne et par conséquent à la présence de C facilement utilisable par les microorganismes. Cela permet de formuler l'hypothèse suivante que l'on vérifiera par la suite : « Les différences de stabilité des agrégats observées entre les mélanges TA/DV et TA/CO sont dues à des potentiels biologiques des produits organiques mis en mélange ».

2.1.7.3. Effet du climat sur le processus d'agrégation

2.1.7.3.1. Effet de la température

L'expérience d'incubation à 28°C de mélanges de matériaux avait pour objectif principal de tester leur évolution au cours du temps dans des conditions optimales de température et d'humidité. En général, une incubation à 28 °C dans des conditions d'humidité favorables favorise l'activité biologique et les processus associés. En effet, en microbiologie, la température est reconnue comme étant un facteur prépondérant pour le développement et l'activité d'une population microbienne (Ratkowsky *et al.*, 1982) : l'activité des bactéries est optimale à une certaine température. Dans les sols, l'activité biologique liée à la dégradation de la MO ralentit considérablement en hiver, lorsque la température diminue en dessous des seuils favorables à l'activité biologique (Franzluebbbers *et al.* 2001; Papatheodorou *et al.* 2004; Kirschbaum 2006).

Comme la température, l'humidité du sol peut être limitante. Quand elle est trop abondante, les conditions du milieu deviennent anoxiques et l'activité microbienne aérobie est perturbée. (Rodrigo *et al.*, 1997 ; Sahrawat, 2004). Quand au contraire la sécheresse augmente, l'eau se retire des micropores et les forces de capillarité deviennent trop élevées. La continuité du film d'eau peut être rompue et donc la diffusion des MO sous forme soluble est moins efficace. Or c'est le plus souvent

sous cette forme que le C est utilisable par les micro-organismes (Rodrigo *et al.*, 1997 ; Parnaudeau *et al.*, 2006 ; Jones & Murphy 2007). L'activité microbienne est plus intense dans les sols avec de larges volumes de pores compris entre 15 et 60 μm ce qui correspond à des potentiels matriciels entre 20 et 5 kPa (loi de Jurin). En se plaçant à une humidité de 80 % de la capacité au champ (-10 kPa), l'eau présente dans les pores compris entre 15 et 60 μm est libérée, ce qui favorise normalement l'activité microbienne (Strong *et al.*, 2004). Dans nos travaux, compte tenu de l'hétérogénéité des matériaux, les mélanges qui en résultent présentent des propriétés physiques et hydriques très hétérogènes, malgré une préparation dans les mêmes conditions de laboratoire (*e.g.* matériaux séchés broyés puis mélangés). Enfin un dernier élément qui a pu être avancé pour expliquer l'absence d'évolution de l'agrégation au bout de 92 jours, est la limitation en oxygène. En effet, on constate que dans l'expérience de culture de végétaux, pour laquelle les conditions d'humidité étaient similaires, l'oxygène n'était plus un facteur limitant et la formation d'agrégats stables a pu se produire au bout de 55 jours.

2.1.7.3.2. Effet de l'humidité

L'expérience d'alternance de cycles HD, permet de simuler les variations saisonnières d'humidité qui sont liées au climat. Nos travaux ont montré deux types de comportement des mélanges vis-à-vis de l'alternance des cycles : (i) un effet positif sur la stabilité des agrégats au bout du 4^e cycle HD (*e.g.* TA/DV) et (ii) aucun effet sur la stabilité des agrégats même au bout de 8 cycles HD (*e.g.* TA/CO). Pour les mélanges de matériaux technogéniques de type TA/DV, certains travaux ont démontré que les alternances de dessiccation/humectation d'un sol peuvent créer des agrégats par microfissuration (Balesdent *et al.*, 2000). Le dessèchement du sol provoque une augmentation de sa résistance mécanique avec une « cimentation » plus forte des particules entre elles et une augmentation de l'hydrophobicité des agrégats (Le Bissonnais *et al.*, 1995). Les agrégats produits à partir du mélange TA/DV présentaient un caractère hydrophobe, ce qui pouvait permettre de diminuer la vitesse de pénétration de l'eau lors du cycle de réhumectation suivant et de mieux résister à l'éclatement (Chenu *et al.*, 2000). Concernant les agrégats du mélange TA/CO, ils sont déjà très instables au départ (MWD <0,4 mm). Une hypothèse que nous pouvons avancer comme ont pu le faire Cosentino *et al.*, (2006) dans leurs

travaux est que le peu de micro-organismes présents dans CO au départ périssent assez rapidement, ne favorisant pas la protection des MO. Cette hypothèse serait à appuyer à l'aide de mesures complémentaires sur l'activité biologique de CO. La littérature concernant les effets des cycles HD sur les communautés bactériennes et fongiques est pour sa part assez peu fournie (Cosentino *et al.*, 2006).

2.1.7.4. Effet du facteur biologique sur le processus d'agrégation

Le dernier dispositif testé consiste à cultiver deux espèces végétales (*Lolium perenne* et *Brassica napus*) présentant des systèmes racinaires aux activités et architectures contrastées. Nos résultats montrent (i) que la stabilisation des agrégats des mélanges est significativement augmentée à l'issue d'un cycle de culture de 55 jours en sol nu, en culture de raygrass ou de colza ; (ii) que l'influence des racines est significatif pour le sol agricole témoin et le mélange TA/DV et qu'il n'y a pas d'influence des racines pour les autres mélanges. Dans ses travaux, Jangorzo (2013) a démontré un effet des racines sur l'agrégation dans des Technosols construits. Ces résultats ne peuvent être directement comparés à ceux que nous avons obtenus du fait de la différence de méthode mise en œuvre pour étudier l'agrégation. Jangorzo (2013) a en effet montré une augmentation du nombre d'agrégats, sans pour autant vérifier leur stabilité à l'eau. De nombreux auteurs ont mis en évidence l'influence positive des racines sur la stabilisation des macro-agrégats (Morel *et al.*, 1991; Pojasok & Kay, 1990). On peut donc supposer que, de façon analogue à ce qui se passe dans les sols agricoles, les végétaux se développant sur des mélanges de matériaux technogéniques favorisent la stabilisation des agrégats par le biais de la libération d'exsudats racinaires. Néanmoins, compte tenu de la faible biomasse végétale développée sur le mélange TA/DV et de l'absence d'effet de ces mêmes exsudats dans les autres mélanges, on peut imaginer que des mécanismes plus complexes sont à l'origine de l'augmentation de la stabilité de ces agrégats. Le développement de champignons dans les pots de culture (Figure IV-16) témoigne de la présence d'une flore fongique. L'hypothèse d'une action couplée des exsudats racinaires avec la microfaune liée aux fortes quantités de MO dans les mélanges de matériaux technogéniques peut être proposée et mériterait d'être approfondie.

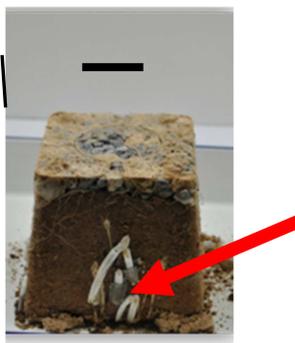


Figure IV-16 : champignons (flèche rouge) présents à la surface d'un pot de mélange TA/DV de la modalité "culture de raygrass", l'échelle marquée correspond à 5 cm.

Bilan

Afin de consolider les hypothèses formulées, des analyses complémentaires sur la nature des matières organiques sont nécessaires. Concernant l'impact du climat, une étude à plus long terme ou à l'échelle du terrain permettrait d'obtenir des résultats plus marqués.

2.2. Evolution des transferts d'éléments nutritifs du solide vers la solution du sol sous l'influence de différents facteurs

2.2.1. Effet anthropique lié à la construction de sol sur les transferts d'éléments chimiques et notamment du P

2.2.1.1. Effet de la nature de la matière organique

Dans l'expérience d'incubation des mélanges durant 92 jours, l'influence de la nature de la matière organique sur le statut du phosphore (P) est étudiée au cours du temps (Figure IV-17). Les mélanges impliquant la terre acide présentent des concentrations plus faibles que les mélanges avec la brique, avec des valeurs moyennes de 0,37 et 0,28 g.kg⁻¹, respectivement pour TA/CO et TA/DV. A l'état initial, il n'y a pas de différence significative due à la nature de la matière organique, pour une même matière minérale. Globalement en comparant les mélanges deux à deux (TA/DV avec TA/CO et BR/DV avec BR/CO), les mélanges avec CO présentent des concentrations plus élevées qu'avec DV. Tout au long de l'expérience d'incubation, l'effet de la nature des matières organiques est démontré pour les mélanges TA/CO et TA/DV (contrastes de Tukey) de t₁ (16 jours) à t₅ (92 jours) avec des différences significatives entre les concentrations en P_{Olsen} des deux mélanges. A l'état initial, le mélange BR/CO présente la concentration la plus élevée en P disponible (P_{Olsen}) avec une moyenne à 0,58 g.kg⁻¹, le mélange BR/DV présente une valeur de 0,52 g.kg⁻¹. Néanmoins, à l'état initial, les différences entre les deux mélanges BR/CO et BR/DV ne sont pas significatives (contrastes de Tukey). Pour les mélanges BR/CO et BR/DV, l'effet de la nature de MO (CO ou DV) est significatif à t₂ (32 jours), t₄ (78 jours) et t₅ (92 jours).

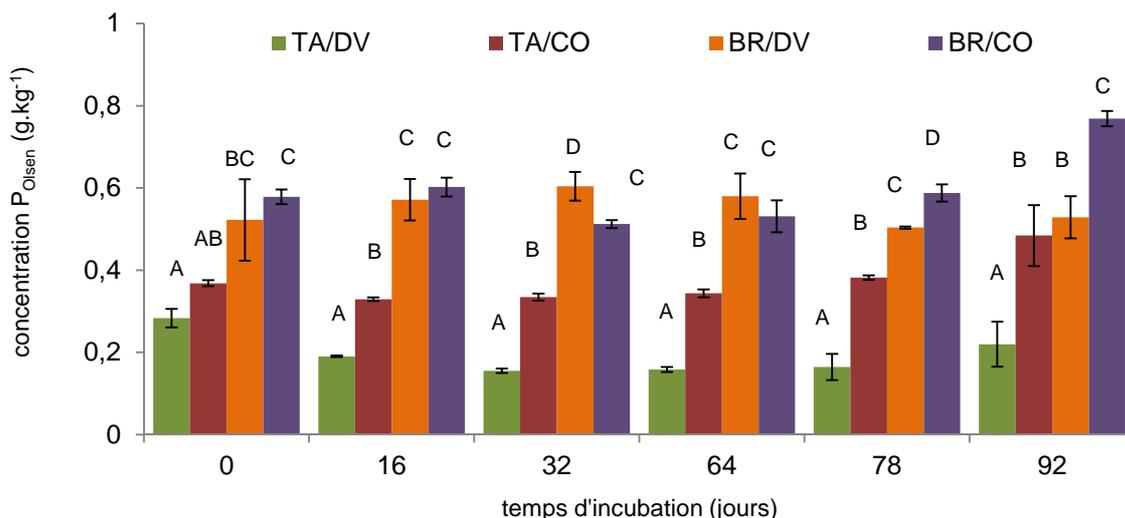


Figure IV-17 : influence de la nature de la matière organique (CO ou DV) sur le phosphore disponible (P_{Olsen}) au cours de l'expérience d'incubation de 92 jours des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO, les lettres indiquent des différences significatives entre les 4 mélanges à chaque t

La disponibilité du P dans les mélanges, augmente à partir de 32 jours et jusqu'à 92 jours, atteignant des concentrations moyennes de 0,77 et 0,48 g.kg⁻¹ respectivement pour les mélanges BR/CO et TA/CO. Ces concentrations diminuent légèrement dans la même période pour les mélanges impliquant DV, atteignant 0,53 et 0,22 g.kg⁻¹. Ces variations des concentrations en P_{Olsen} sont liées aux variations de pH dans les mélanges au cours du temps dans l'expérience d'incubation (Figure IV-18). Globalement le pH des mélanges contenant du CO est plus faible que le pH des mélanges contenant DV. Le pH des mélanges TA/CO et BR/CO tend globalement à diminuer entre t₀ et 92 jours d'incubation, passant de 7,32 à 6,81 pour TA/CO et de 7,43 à 7,37 pour BR/CO. Le pH des mélanges contenant DV diminue à t₁ (16 jours) pour atteindre 7,12 et 7,17 respectivement pour les mélanges BR/DV et TA/DV, puis le pH augmente jusqu'à t₅ (92 jours), atteignant respectivement des valeurs de 8,44 et 9,08. Au-delà d'un pH de 8, ce sont les ions orthophosphates HPO_4^{2-} qui sont dominants. Or, ces formes ioniques ont de fortes tendances à former des paires ioniques ou des espèces complexes avec d'autres cations (e.g. Ca et Mg ou Fe et Al) (Lindsay, 1979). Cela signifie que le P inorganique mesuré pour ces mélanges correspond à une fraction de P qui est peut être en réalité immobilisée.

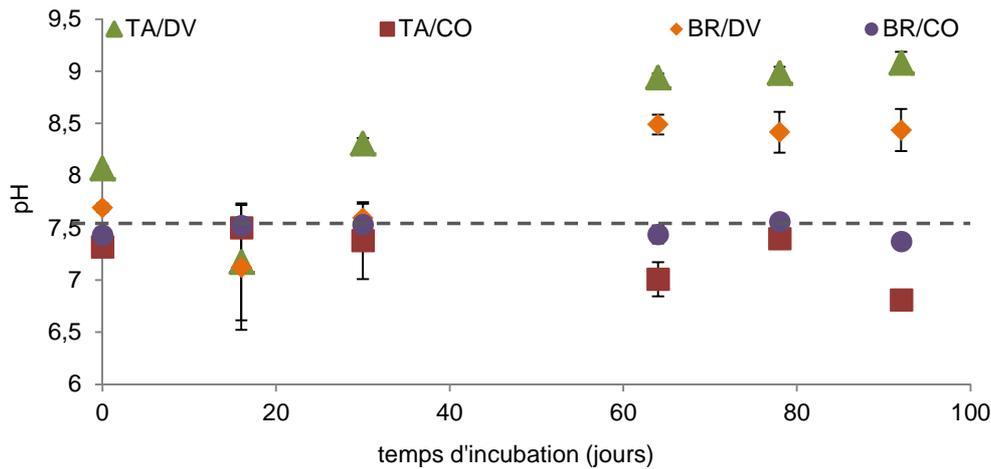


Figure IV-18 : évolution du pH des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO lors de l'expérience d'incubation de 92 jours, la ligne en pointillée indique une ligne de séparation de comportement entre les matériaux impliquant DV (partie supérieure) et les matériaux impliquant CO (partie inférieure)

Au cours de l'alternance des cycles HD, on constate qu'il y a un effet significatif de la nature de la MO (Kruskal Wallis, p -value < 0,05) sur le P_{Olsen} à C0, C1, C2 et pour le témoin humide (H) pour les mélanges impliquant TA. En effet, les concentrations de P_{Olsen} des mélanges TA/CO sont quasiment 1,5 fois plus élevées que TA/DV à ces stades. Pour les mélanges contenant BR, des différences significatives sont observées entre BR/DV et BR/CO à l'issue de 2 (C2) et 4 cycles (C4) (Figure IV-19). De C0 à C1, les concentrations de P_{Olsen} dans BR/CO sont légèrement plus élevées que celles de BR/DV avec des valeurs de 0,70 et 0,74 pour BR/CO et 0,67 et 7 pour BR/DV. A C2 et C4, les concentrations dans BR/DV sont significativement plus élevées que celles retrouvées dans BR/CO (Figure IV-19).

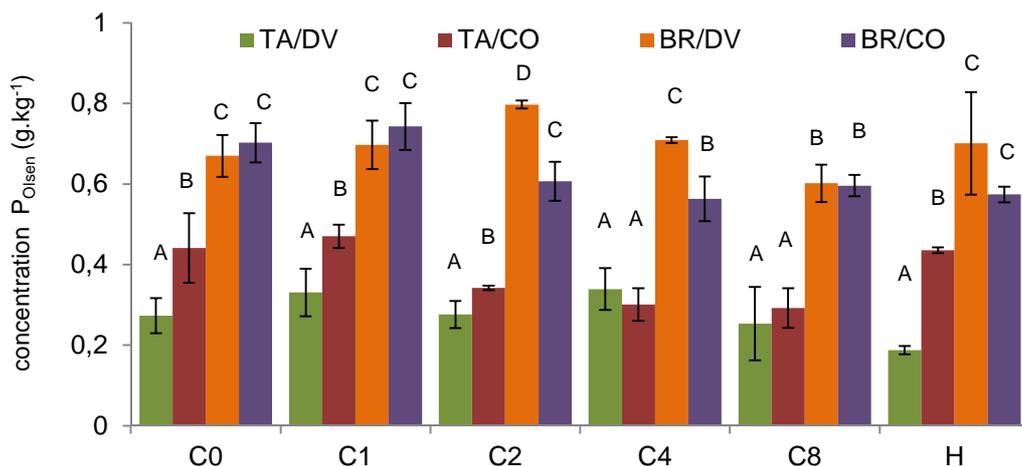


Figure IV-19 : influence de la nature de la matière organique sur le phosphore disponible (P_{Olsen}) des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO au cours de l'expérience d'alternance de cycles HD à l'issue de 0 C0, 1 (C1), 2 (C2) 4 (C4) et 8 (C8) cycles et de l'échantillons maintenu humide

En présence de végétaux, l'effet de la nature de la matière organique est significatif seulement avec la culture de RG pour les mélanges impliquant BR et quelle que soit la modalité de cultures pour les mélanges impliquant TA (Figure IV-20). Dans les mélanges BR/CO et BR/DV, les concentrations en P_{Olsen} sont plus élevées (respectivement 0,62 et 0,67 g.kg⁻¹ (Figure IV-20) que celles mesurées pour les mélanges TA/DV et TA/CO (respectivement de 0,22 et 0,38 g.kg⁻¹) (Figure IV-20).

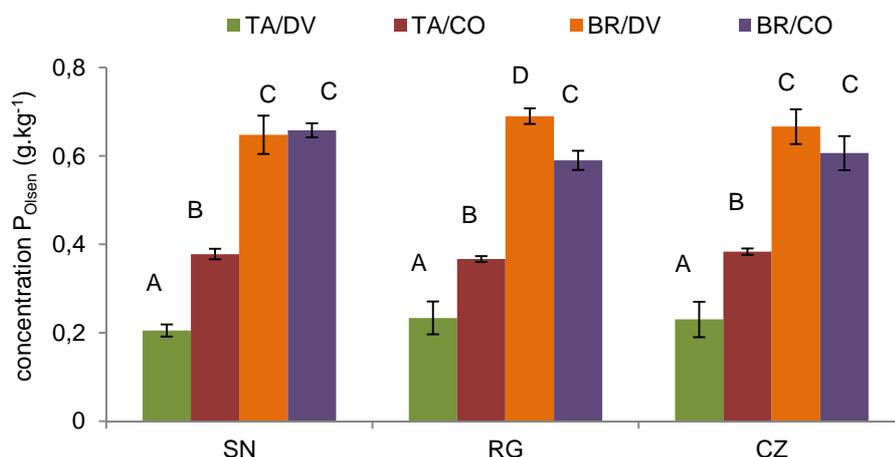


Figure IV-20 : influence de la nature de la matière organique sur le P disponible (P_{Olsen}) après l'expérience de culture selon les modalités sol nu (SN), culture de raygrass (RG) ou de colza (CZ) pour les mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO, les lettres A, B, C et D indiquent des différences significatives démontrées par les contrastes de Tukey (p -value < 0,05) pour des valeurs croissantes de concentrations, les lettres A, B, C et D indiquent des différences significatives

2.2.1.2. Effet de la taille des particules minérales

L'hypothèse de départ, posée sur l'effet de la taille des particules minérales mises en mélange a également été testée vis à vis des paramètres chimiques. On constate que globalement cet effet n'est pas confirmé. Pour les mélanges TA/DV, aucune différence significative n'est observée en lien avec la différence de granulométrie de TA mise initialement en mélange (Figure IV-21 (a)). Pour TA/CO, on observe une différence significative entre les mélanges pour lesquels TA est broyée plus finement. Ces différences sont observées quelle que soit la durée d'incubation. Globalement, les concentrations en P_{Olsen} sont légèrement plus élevées dans les mélanges où TA est broyé à 0,5 mm (Figure IV-21 (b)).

Pour les mélanges BR/CO, on a un effet de la taille des particules de BR. La concentration en P_{Olsen} est plus élevée pour les mélanges où BR est broyée à 2 mm, cette différence étant particulièrement notable à la fin de l'incubation (92 jours) et atteignant une concentration de 0,77 contre 0,52 g.kg^{-1} pour le mélange où BR est broyée plus finement (Figure IV-21 (d)). Pour le mélange BR/DV aucune différence significative n'est observée en lien avec la taille de BR broyées (Figure IV-21 (c)).

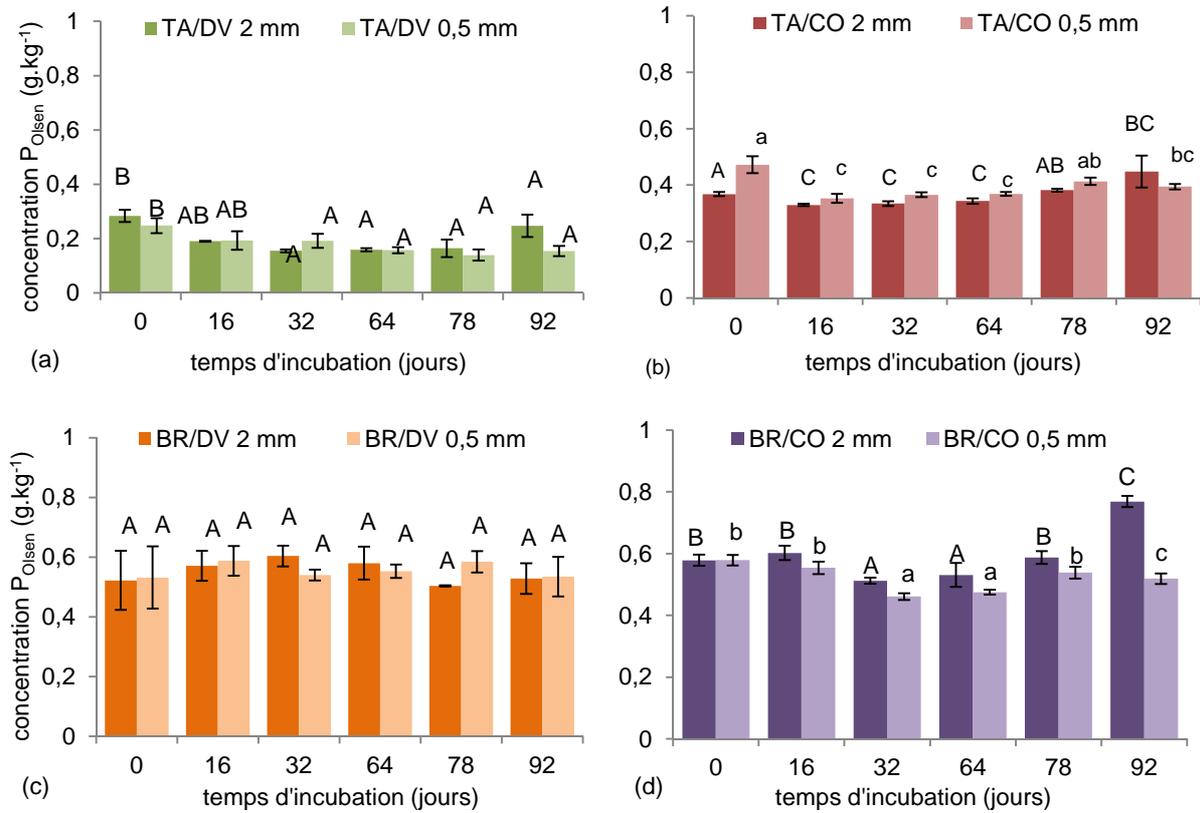


Figure IV-21 : influence de la taille des particules des matériaux minéraux incorporés en mélanges sur le P disponible (P_{Olsen}) lors de l'expérience d'incubation pour les mélanges TA/DV (a) , TA/Co (b), BR/DV (c) et BR/CO (d), les lettres majuscules/minuscules indiquent des différences significatives liées à la taille des particules minérales et les lettres différentes des différences significatives entre différents temps de mesure

Il y a un effet de la taille des particules minérales sur la disponibilité du P néanmoins cet effet est significatif uniquement pour les mélanges contenant du CO.

Bilan sur l'effet du facteur anthropique sur la disponibilité du P

Les concentrations en P_{Olsen} sont affectées par le facteur anthropique de 2 manières, d'une part par la nature de la MO mise en mélange, d'autre part par la taille des particules des matériaux minéraux mis en mélange. Un effet significatif de la nature de la MO est montré dans les mélanges avec la terre (e.g. comparaison des mélanges terre acide/déchets verts (TA/DV) et terre acide/compost (TA/CO)). Pour les mélanges contenant de la brique, (e.g. mélanges briques/déchets verts (BR/DV) et briques/compost (BR/CO)), l'effet de la nature de la MO est significatif à certains stades d'évolution selon les modalités expérimentales appliquées (Tableau IV-12).

Tableau IV-12 : stades d'évolution pour lesquels un effet significatif de la MO est observé dans chacune des modalités expérimentales

	TA/DV et TA/CO	BR/DV et BR/CO
incubation	t_1, t_2, t_3, t_4, t_5	t_2, t_4, t_5
alternances HD	C0, C1, C2 et H	C2 et C4
culture	SN, RG, CZ	RG

Un effet significatif de la taille des particules minérales sur les concentrations en P_{Olsen} , a été mis en évidence pour les mélanges terre acide/compost (TA/CO) et brique/compost (BR/CO) durant toute la durée de l'expérience d'incubation. Aucun effet significatif n'est montré pour les mélanges terre acide/déchets verts (TA/DV) et brique/déchets verts (BR/DV) (Tableau IV-13).

Tableau IV-13 : stades d'évolution au cours de l'incubation des mélanges à 28 °C pour lesquels un effet significatif de la taille des particules du matériau minéral est observé

	TA/DV	TA/CO	BR/DV	BR/CO
incubation	0	$t_0, t_1, t_2, t_3, t_4, t_5$	0	$t_0, t_1, t_2, t_3, t_4, t_5$

2.2.2. Effet du facteur climatique sur les transferts d'éléments

2.2.2.1. Effet de la température

La durée d'application de température a un effet variable sur l'évolution des concentrations en $P_{O_{isen}}$, évolution qui est elle-même liée à celle du pH au cours de l'incubation. Pour les mélanges contenant TA, les variations du $P_{O_{isen}}$ au cours du temps d'incubation sont peu marquées. Pour le mélange TA/DV, la concentration à l'état initial est la plus élevée ($0,28 \text{ g.kg}^{-1}$) et elle est significativement différente des concentrations mesurées à 32, 64, 78 et 92 jours (Figure IV-22 (a)). La concentration de $P_{O_{isen}}$ au début de l'incubation ($0,48 \text{ g.kg}^{-1}$) pour le mélange TA/CO est significativement différente des autres concentrations, sachant qu'elle est proche de la concentration après 92 jours sans pour autant être significative (Figure IV-22 (b)). Pour le mélange BR/DV, les fluctuations permettent de distinguer les concentrations obtenues à 32 jours et celle à 78 jours, respectivement $0,60$ et $0,50 \text{ g.kg}^{-1}$, mais les différences entre les différentes durées d'incubation ne sont pas significatives (Figure IV-22 (c)). Pour le mélange BR/CO, les concentrations en $P_{O_{isen}}$ sont identiques à t_0 , et au bout de 16 et 78 jours. Après 32 et 64 jours, les concentrations sont significativement plus basses. Enfin, la teneur la plus élevée est observée au bout de 92 jours, atteignant $0,77 \text{ g.kg}^{-1}$ et étant significativement différente des autres concentrations mesurées (Figure IV-22 (d)).

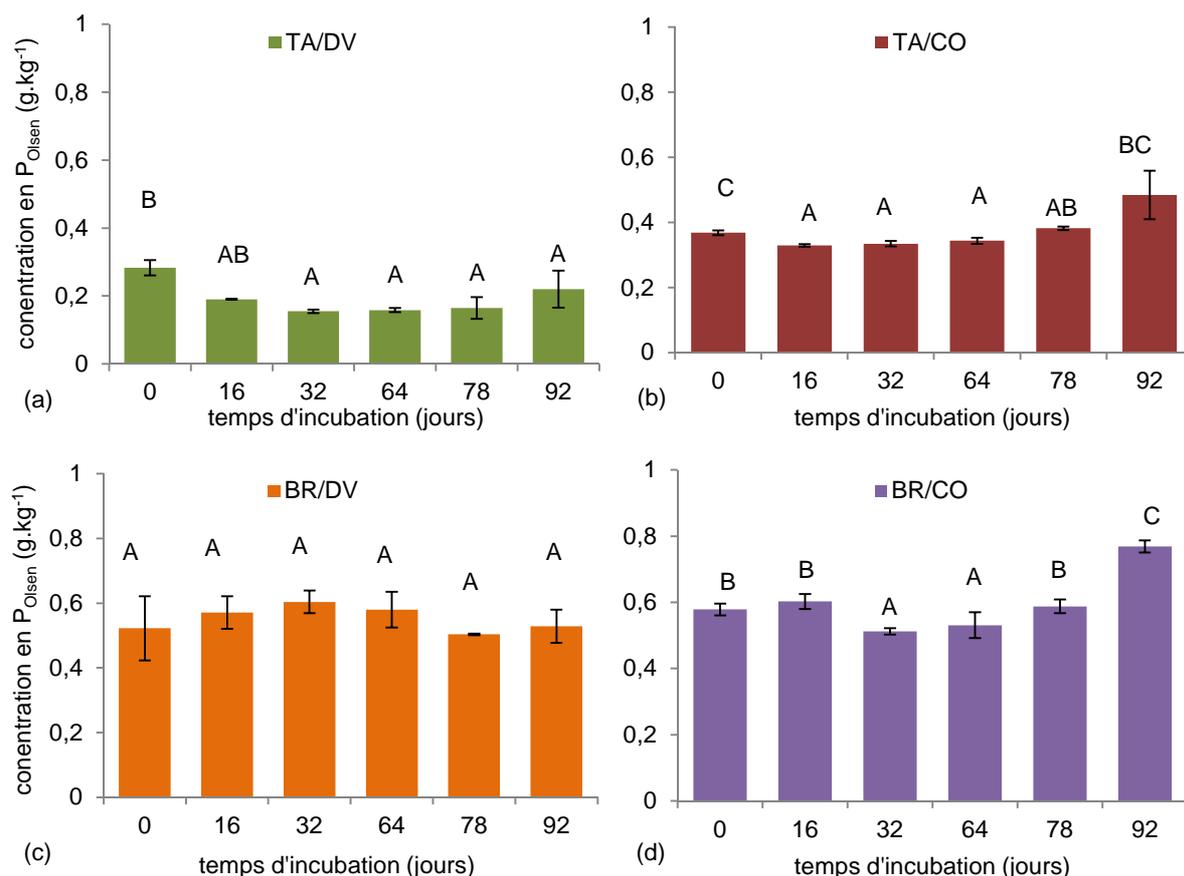


Figure IV-22 : influence du temps sur le P disponible (P_{Olsen}) lors d'une incubation à température constante (28 °C) et humidité constante pour les mélanges TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c) et BR/CO (d)

Ainsi, ces évolutions de concentrations en P_{Olsen} indiquent que les mélanges contenant du DV présentent une forte disponibilité du P au départ et que cette disponibilité diminue ensuite en raison d'une augmentation de pH. Les mélanges contenant du CO semblent pour leur part libérer plus progressivement le P dont la disponibilité augmente au cours du temps, en lien avec une diminution du pH.

Bilan

Les variations des concentrations en P_{Olsen} sont à nouveau fortement liées aux évolutions temporelles du pH. Au cours de la dégradation des matières organiques en lien avec des activités biologiques plus ou moins élevées dans chaque mélange, il y a pu y avoir libération d'acides, provoquant une diminution du pH. On se rapproche

ainsi des gammes de pH connues pour être favorables à la disponibilité du P ($6 < \text{pH} < 7,5$) et à la croissance des végétaux.

2.2.2.2. Effet des variations d'humidité

L'effet des variations d'humidité via des alternances HD sur les concentrations en P_{Olsen} a été étudié. Ces alternances n'ont pas d'effet significatif sur le P_{Olsen} mesuré dans les mélanges TA/DV et les concentrations varient entre 0,187 (échantillon humide) et 0,339 g.kg^{-1} (à C4). Pour le mélange TA/CO, on constate que les concentrations en P_{Olsen} sont significativement plus élevées à C0 et C1 (respectivement 0,441 et 0,470 g.kg^{-1}) (Figure IV-23 (a)). Puis ces concentrations diminuent au fil des cycles appliqués avec des concentrations significativement plus faibles à C4 et C8, atteignant respectivement 0,301 et 0,292 g.kg^{-1} (Figure IV-23 (b)). Des variations de P_{Olsen} dans le mélange BR/DV sont observées avec notamment une forte augmentation significative de P_{Olsen} au bout du 2^{ème} cycle HD où la concentration atteint 0,797 g.kg^{-1} . Au bout du 8^{ème} cycle, la concentration en P_{Olsen} subit une diminution significative, atteignant 0,602 g.kg^{-1} (Figure IV-23 (c)). Dans le mélange BR/CO, on observe un effet de l'alternance HD au bout du 2^{ème} cycle où la concentration en P_{Olsen} diminue de façon significative par rapport aux concentrations à C0 et C1, elle atteint 0,607 g.kg^{-1} . Puis, au fil des cycles, entre C2 et C8, la concentration en P_{Olsen} reste faible avec des valeurs s'échelonnant de 0,564 à 0,596 g.kg^{-1} (Figure IV-23 (d)).

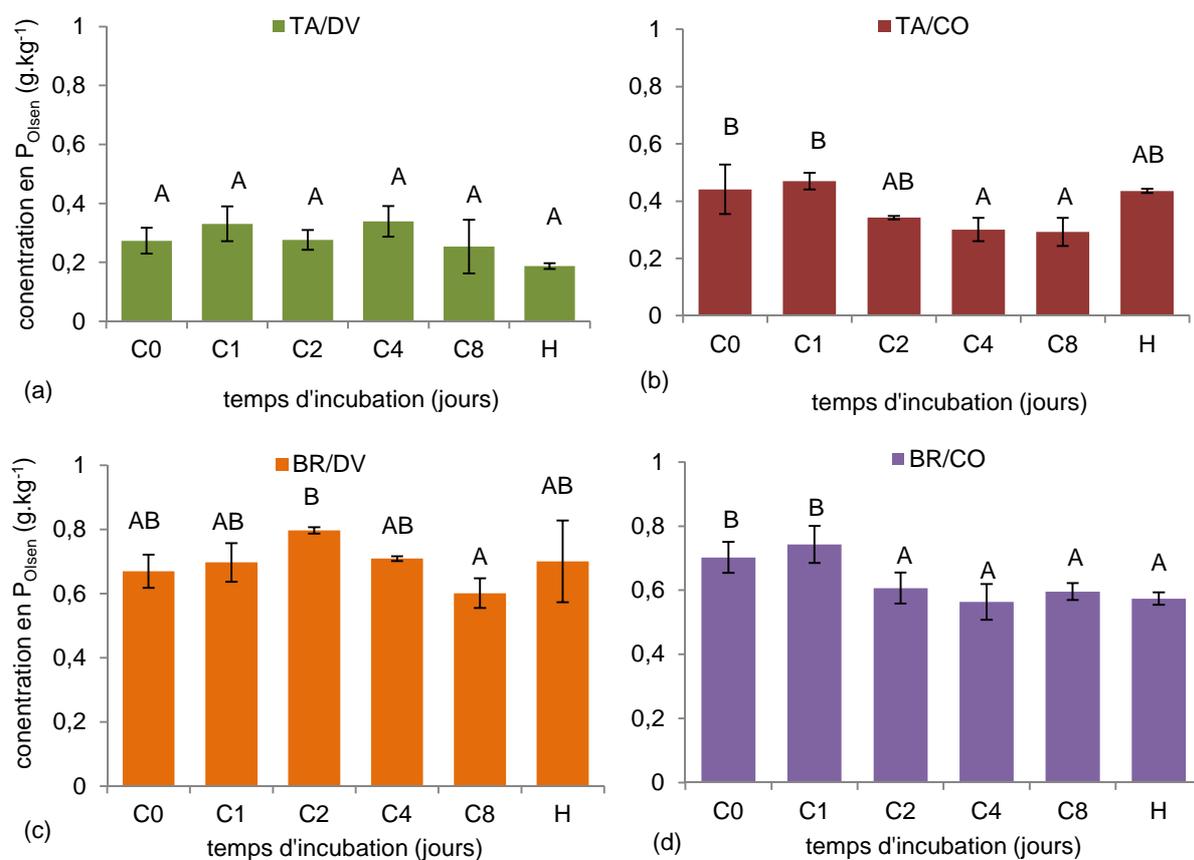


Figure IV-23 : influence de variations d'humidité sur le P disponible des mélanges TA/DV (a), TA/CO (b) BR/DV (c) et BR/CO (d). Les mesures ont été réalisées à l'état initial et à l'issue de 1 (C1), 2 (C2), 4 (C4) et 8 (C8) cycles HD et pour un témoin maintenu humide (H) tout au long de l'expérience

Bilan

Ainsi, l'effet des cycles HD est variable en fonction du type de mélange : dans le mélange terre acide/déchets verts (TA/DV), il n'y a aucun effet de ces alternances d'humidité ; dans le mélange brique/déchets verts (BR/DV) un effet significatif de ces alternances est observé au bout du 2^{ème} cycle et provoque une augmentation du P_{Olsen} . Puis cet effet devient négatif au fil des cycles avec une différence significative au bout du 8^{ème} cycle. L'effet des alternances d'humidité est similaire dans les mélanges contenant du compost : ces alternances entraînent une diminution des concentrations en P_{Olsen} à partir du 2^{ème} cycle, témoignant un effet négatif sur la disponibilité du P dans ces mélanges. L'alternance de cycles d'humectation/dessiccation semble avoir un effet négatif sur la libération du P des mélanges terre acide/compost (TA/CO) et brique/compost (BR/CO) ce qui est en désaccord avec les résultats de Venterink *et al.* (2002) et Blackwell *et al.* (2009) qui démontrent que l'alternance de tels cycles provoque la libération du P. Dans les mélanges terre acide/déchets verts (TA/DV) les mécanismes impliqués dans libération du P doivent être différents, étant donné que les concentrations en P_{Olsen} ne sont pas affectées par l'alternance d'humidité.

2.2.3. Effet du facteur biologique sur les transferts d'éléments

Le statut du P en fin d'expérience de culture de végétaux montre que dans les mélanges BR/CO et TA/CO, la concentration de P_{Olsen} mesurée pour SN est plus élevée que les deux autres modalités de culture. Pour SN, les concentrations de P_{Olsen} moyennes sont de 0,658 et 0,378 g.kg^{-1} respectivement pour BR/CO et TA/CO, tandis qu'après culture de RG ou CZ, les couples suivants de concentrations moyennes sont dosés [0,590 ; 0,607 g.kg^{-1}] et [0,367 ; 0,383 g.kg^{-1}] respectivement pour BR/CO et TA/CO. Ainsi, pour le mélange BR/CO il y a une différence significative entre les modalités SN et RG, et pas de différence entre SN et CZ. Cela peut être dû au prélèvement par le ray-grass d'une partie du P_{Olsen} disponible à l'état initial. Pour le mélange TA/CO, aucune différence significative n'apparaît entre les 3 modalités (Figure IV-24 (a et c)). Le facteur biologique permet cependant d'abaisser le pH initial des mélanges BR/CO et TA/CO (respectivement 7,52 et 8,02) qui passe à des pH de [7,36 et 7,02] pour BR/CO et de [7,85 et 7,44] pour TA/CO, ceci respectivement pour les modalités RG et CZ (Figure IV-24). En ce qui concerne les mélanges impliquant les DV, aucune différence de concentration de P_{Olsen} entre les 3 modalités n'est observée. Les valeurs de pH dans ces deux mélanges étant supérieures à 7,7, les plantes n'ont pu prélever le P présent et immobilisé dans les mélanges (Figure IV-24).

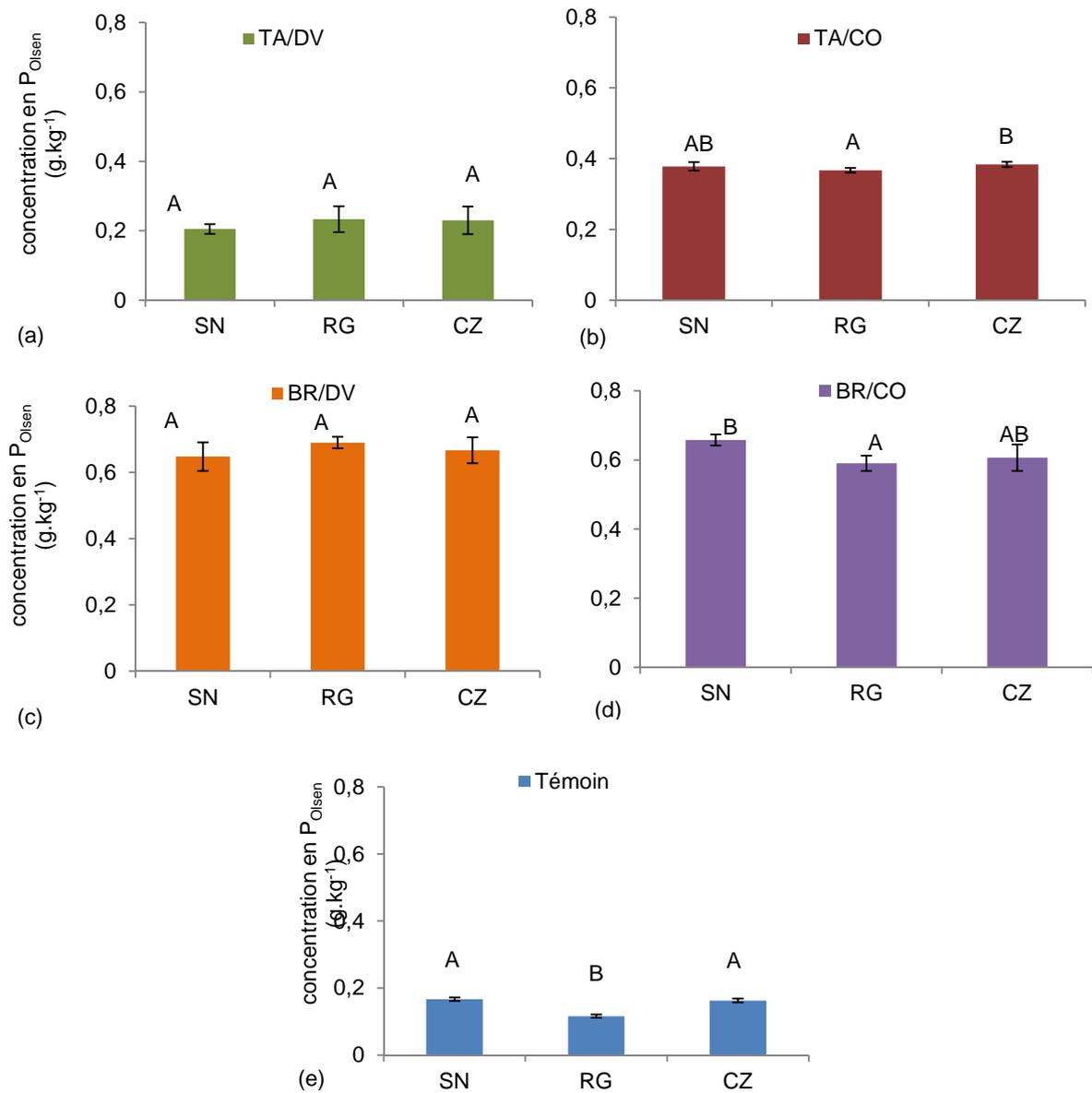


Figure IV-24 : influence du facteur biologique sur le P_{Olsen} après les modalités sol nu (SN), cultures de raygrass (RG) et de colza (CZ) pour les mélanges BR/CO (a), BR/DV (b), TA/CO (c), TA/DV (d) et le sol témoin (e) durant 55 jours, les indicateurs A, B indiquant des différences significatives

Pour expliquer ces variations de P_{Olsen} à l'issue des cultures, le pH des mélanges a été analysé après la culture (Tableau IV-14), ces valeurs sont ici comparées avec le pH mesuré à l'état initial. Ces comparaisons indiquent : d'une part (i) qu'à l'issue de 55 jours de culture, le pH est plus élevé après culture quelque soit la modalité pour les mélanges TA/DV, BR/DV et le sol témoin, alors que pour le mélange TA/CO, le

pH est plus faible après culture de CZ et pour le mélange BR/CO, le pH est plus faibles après les cultures de RG et CZ. D'autre part, (ii) on constate que dans les mélanges contenant DV, le pH est plus élevé dans les pots de culture de RG et CZ que dans les pots de SN. Ces résultats semblent liés au développement plus ou moins de biomasse sur ces substrats. Cela permet de supposer que dans les mélanges contenant DV, la croissance végétale n'a pu se faire et donc peu de racines se sont développées. Encore une fois ces résultats témoignent de l'effet de la nature de la MO dans les processus impliqués dans la libération du P.

Tableau IV-14 : évolution du pH des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV, BR/CO et du sol témoin entre l'état initial et après 55 jours de culture selon les modalités sol nu (SN), ray-grass (RG) et colza (CZ)

	TA/DV	TA/CO	BR/DV	BR/CO	Témoin
t0	8,07	7,61	7,69	7,43	7,40
SN	8,47	8,02	8,10	7,52	7,71
RG	8,70	7,85	7,81	7,36	7,86
CZ	8,53	7,44	7,72	7,02	7,70

2.2.4. Hiérarchisation des facteurs influençant le statut du P disponible

Afin de hiérarchiser les facteurs qui influencent la disponibilité du P des mélanges, on choisit de comparer les effets des trois expérimentations pour les 4 mélanges étudiés. Comme précédemment, on comparera les échantillons arrivés à 64 jours d'évolution à température constante (28 °C), les échantillons ayant subis 8 cycles HD et les échantillons de culture de RG (55 jours) (Figure IV-25). Cette comparaison montre que l'effet prépondérant est le facteur anthropique par l'effet de la nature des MO. Un net effet du facteur biologique est observé pour les mélanges contenant DV. L'effet du climat qui est mesuré par l'alternance de cycles HD se manifeste par une plus faible concentration en P_{Olsen} dans les mélanges TA/CO mais pas pour les autres mélanges. Pour conclure, il est difficile d'établir une hiérarchisation valable pour tous les mélanges néanmoins, l'effet du facteur anthropique (effet nature des MO) est mis en évidence.

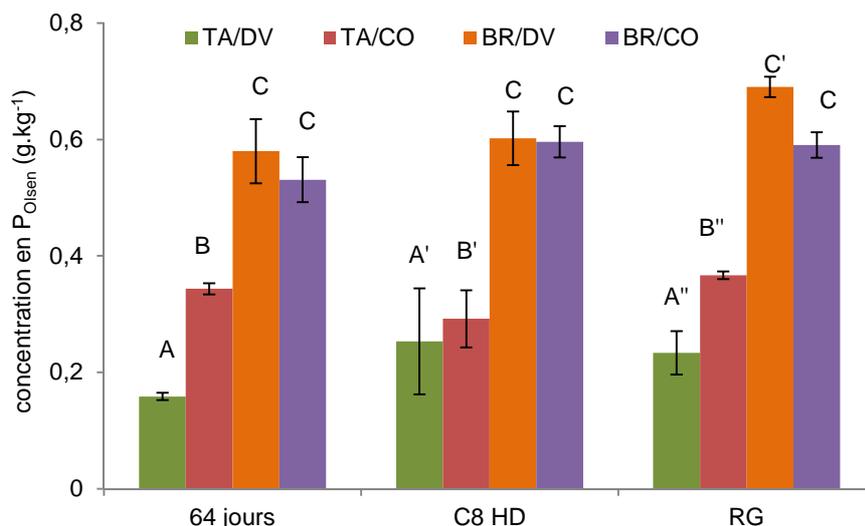


Figure IV-25 : influence de l'incubation (64 jours) ; de 8 cycles d'humectation/dessiccation (C8 HD) et de la culture de ray-grass (RG) sur la disponibilité du P dans les mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO entre 250 g de mélange en incubation dans un bocal (64 jours) 300 à 400g de mélange dans les cylindres de l'expérience HD et environ 500 à 800 g de mélange dans un pot de culture de ray-grass (RG).

2.2.5. Conclusion sur l'effet des différents facteurs testés sur la libération du P

Les résultats acquis dans cette partie sur l'étude des effets de différents facteurs pédogénétiques sur le P disponible permettent de tirer les conclusions suivantes :

- ➔ L'effet anthropique est caractérisé par le choix d'un matériau par rapport à un autre et donc d'une MO par rapport à une autre. L'effet de la nature de la MO sur le P_{olsen} est significatif : globalement, les mélanges contenant du CO présentent des concentrations de P_{olsen} plus élevées que ceux contenant DV avec des différences significatives observées pour TA/DV et TA/CO et pour certaines modalités entre BR/DV et BR/CO.
- ➔ Au cours du temps et à température constante, les concentrations en P_{olsen} tendent à diminuer dans les mélanges avec DV. Cette diminution est à relier au pH qui augmente progressivement dans ces mélanges. Pour TA/CO et BR/CO, les concentrations en P_{olsen} restent constantes, puis augmentent de façon significative à 92 jours, montrant une libération progressive du P disponible.

- Les cycles HD ne semblent pas avoir d'impact sur les concentrations en P_{Olsen} du mélange TA/DV, ce qui signifie que les mécanismes intervenant dans la libération du P de ces mélanges ne sont pas sensibles à ces alternances. La disponibilité du P dans les mélanges BR/DV, TA/CO et BR/CO semble sensible à l'alternance d'humidité avec d'abord un effet positif pour BR/DV, puis une diminution des concentrations de P_{Olsen} pour les mélanges contenant CO à partir du 4^{ème} cycle HD.
- L'impact des racines sur la concentration en P_{Olsen} est significatif uniquement pour les mélanges impliquant CO. Cela est à attribuer à des pH plus favorables à la croissance végétale qui est permise par l'assimilation de nutriments tels que le P. Dans les mélanges contenant DV, aucun impact des racines n'est observé sur les concentrations en P_{Olsen} , de même que sur le pH.

Un classement des facteurs influençant la disponibilité du P dans les mélanges peut être proposé avec dans l'ordre croissant : facteur biologique < facteur climatique (humidité) < facteur anthropique. Sachant que le facteur biologique correspond à l'impact de la végétation sur le P_{Olsen} , que le facteur climatique a été simulé par des variations d'humidité et que le facteur anthropique correspond ici exclusivement au choix des MO à intégrer au mélange. Un tableau récapitulant les effets des facteurs cités précédemment sur la libération du P est présenté (Tableau IV-15).

Tableau IV-15 : récapitulatif des différents effets des facteurs internes et externes sur la libération du P à partir des mélanges de matériaux, les + correspondent à la présence d'un effet, 0 à l'absence d'effet, s.n. indique quand l'effet n'est pas statistiquement significatif, n.t. correspond aux mélanges qui n'ont pas été testés

	Mélanges testés	TA/DV	TA/CO	BR/DV	BR/CO	Témoin
Effet ANTHROPIQUE	nature des MO	++	++	+	+	n.t.
	taille des particules minérales introduites en mélange	0	0	0	0	n.t.
Effet climat	durée de température	t2 t3 t4	t5	0	t1 t4 t5	n.t.
	variation d'humidité	0	C4 C8	C8	C2 C4 C8	n.t.
Effet plante	RG	0	+	0	+	+
	CZ	0	+	0	0	0

2.2.6. Discussion

2.2.6.1. Les Technosols construits à partir de déchets présentent des concentrations en P disponible élevées

Dans les mélanges étudiés les plus fortes concentrations en P_{Olsen} mesurées sont celles retrouvées dans les mélanges BR/DV et BR/CO atteignant des valeurs entre 0,5 et 0,6 g.kg^{-1} . Cela peut s'expliquer par la présence de plus fortes quantités de MO en mélanges (50 g.100 g^{-1}) alors qu'il y en a deux fois moins dans les mélanges avec TA (entre 0,200 et 0,350 g.kg^{-1}). Les concentrations en P_{Olsen} retrouvées dans les mélanges de matériaux technogéniques au cours du temps varient entre 0,2 et 0,7 g.kg^{-1} en fonction des modalités expérimentales. Ces concentrations sont environ 100 fois plus élevées que celles mesurées dans des sols agricoles qui sont plutôt de l'ordre de 0,0029 à 0,008 g.kg^{-1} (Zhang 2004). Les concentrations mesurées sont assez proches de celles mesurées dans les sols en zone urbaine. Les travaux menés par Zhang (2004) montrent que les concentrations en P_{Olsen} augmentent le long d'un gradient d'anthropisation croissant, avec des concentrations maximales atteignant 0,174 g.kg^{-1} . Ces résultats sont associés à des valeurs de pH globalement neutres à légèrement alcalines, ce qui concorde bien avec les valeurs obtenues dans nos travaux (Zhang, 2004). Dans les environnements urbains, des concentrations élevées en P disponible sont souvent associées à la présence de déchets organiques solides riches en P (Yuan *et al.*, 2007; Hu *et al.*, 2011). Le déchet solide le plus étudié en regard de la libération du P est le compost (Jimenez, 1993; Wright *et al.*, 2008; Wright, 2007; Eghball, 2002).

2.2.6.2. Effet des racines sur la disponibilité du P

La présence de racines a pour effet de diminuer le pH des sols (Hinsinger *et al.*, 2003). Or un des facteurs qui détermine la disponibilité du P dans les sols est le pH (Devau *et al.*, 2009). Dans nos travaux, la démonstration de l'influence du pH sur la disponibilité du P n'est pas évidente. On ne sait en effet pas combien de temps est nécessaire à la stabilisation des mélanges. Les interactions physico-chimiques se produisant au sein des mélanges sont complexes et difficiles à mettre en évidence. Les résultats acquis permettent toutefois de dire que le pH des mélanges contenant

CO va diminuer au cours du temps alors que le pH des mélanges avec DV va augmenter. A l'issue de l'expérience de culture, on constate qu'entre leur état initial et après 55 jours de culture, le pH de tous les mélanges a très légèrement augmenté lorsqu'il y a eu culture de ray-grass. Pour les mélanges TA/CO et BR/CO, le pH est plus bas après la culture de colza. Cela peut être lié à la stratégie du colza pour créer des conditions favorables au prélèvement du P par les racines. Pour les mélanges TA/DV et BR/DV, le pH est plus élevé qu'avant la culture ce qui peut être dû d'une part au pH légèrement plus élevé de ces mélanges avant culture et d'autre part à l'instabilité des DV qui sont en cours de dégradation. Les concentrations en P_{Olsen} à l'issue des 55 jours de culture sont également à considérer avec attention. En effet, les concentrations après 55 jours de culture sur ray-grass et sur colza sont plus élevées qu'à l'état initial. Cela pourrait être interprété comme le résultat d'une diminution du pH qui a favorisé la solubilisation de formes de P initialement immobilisées. C'est le cas des mélanges TA/CO et BR/CO après culture de colza et de BR/CO après culture de ray-grass. Cela signifie qu'il y a une libération progressive de P qui est prélevée au fur et à mesure par les plantes. Pour les mélanges contenant du DV, le pH est plus élevé après culture et donc on s'attend à une concentration en P_{Olsen} plus faible.

Les facteurs qui déterminent l'équilibre lié à la disponibilité du P dans les sols sont (i) le pH (ii) la concentration en anions qui sont en compétition avec les ions P pour les ligands des réactions d'échange (iii) les concentrations en métaux (e.g. Ca, Fe, Al) qui peuvent co-précipiter avec les ions phosphates (Hinsinger, 2001). Dans le mélange TA/DV, on peut imaginer que le P est rapidement disponible et libéré, ainsi au bout de 55 jours de culture une large fraction de P au départ disponible est absorbée par les racines, d'où une diminution de la concentration en P_{Olsen} . Dans le mélange BR/DV la présence forte de Ca (Tableau IV-16) laisse supposer qu'une large partie de P disponible mesuré correspond à du P sous forme de phosphate de calcium qui ne sont pas tout de suite disponible, d'où une accumulation du P. Dans le mélange TA/CO où le pH est proche de 7,5, on peut supposer qu'une fraction du P_{Olsen} mesuré correspond en fait à du P immobilisé par le Fe, Al ou Ca, néanmoins, la diminution de pH a pu permettre la solubilisation de certaines formes de P. Enfin dans le mélange BR/CO, compte tenu des concentrations totales en Ca, on peut se

demander si la diminution de pH a pu permettre la solubilisation d'autres formes de P qui n'avaient pas été mesurée à t_0 .

Tableau IV-16 : concentrations initiales en calcium (Ca), magnésium (Mg), fer (Fe) et aluminium (Al) des mélanges (g.kg^{-1})

	Ca	Mg	Fe	Al
TA/DV	6,73	1,51	34,5	31,6
TA/CO	8,26	1,90	44,1	34,7
BR/DV	40,6	1,87	22,9	42,6
BR/CO	43,7	2,64	42,2	48,7

A l'issue de cette discussion des nouvelles hypothèses peuvent être formulées :

La disponibilité du P dans les mélanges de matériaux technogéniques et donc dans les Technosols construits à partir de déchets est fortement dépendante (i) de la disponibilité du P contenus dans les MO, (ii) des concentrations des métaux présents et qui sont susceptibles de co-précipiter et d'immobiliser le P potentiellement disponible.

L'hypothèse plus générale qui est donc posée concerne des similitudes dans les mécanismes impliqués dans la libération du P entre les sols naturels et les Technosols construits.

3. Conclusion du chapitre 4

A l'issue de ce chapitre des éléments de connaissance ont pu être apportés sur l'évolution de Technosols fertiles constitués à partir de déchets en prenant en compte l'organisation physique et la dégradation chimique des matériaux parents constitutifs (Figure IV-26).

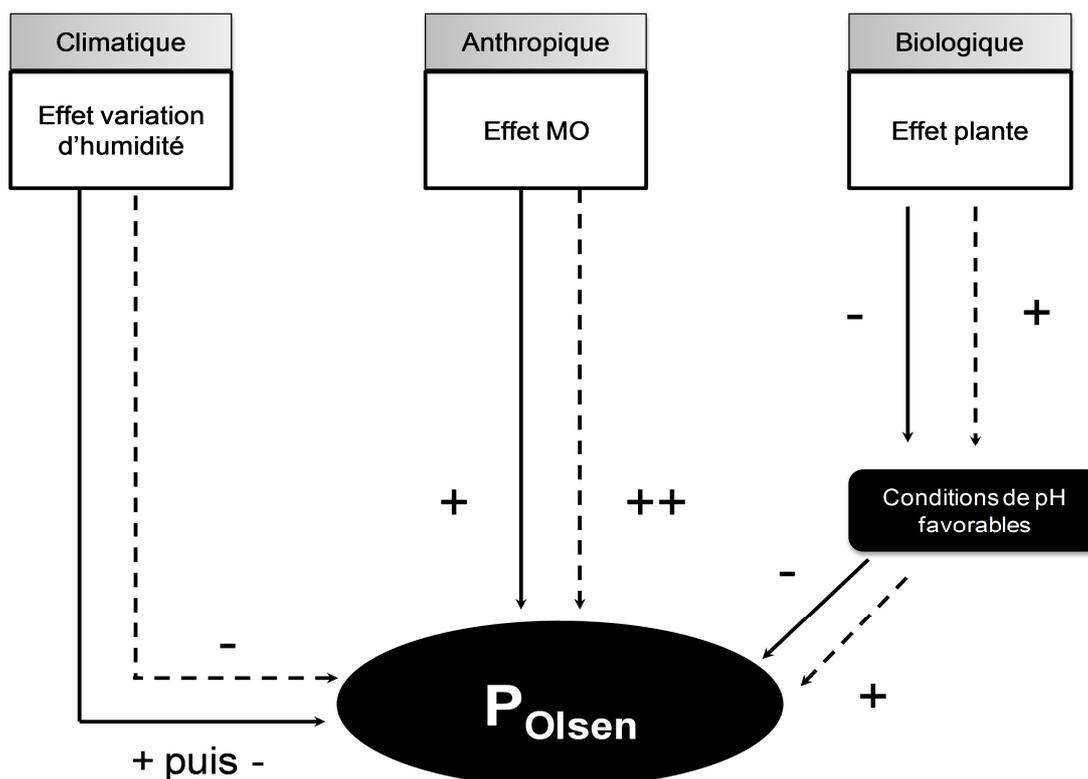


Figure IV-26 : schéma de synthèse des résultats de l'impact des facteurs pédogénétiques sur la qualité chimique de l'horizon de surface d'un Technosol construit et en particulier sur le P disponible

Ainsi, le compartiment de surface des Technosols construits est le siège de la formation de macro-agrégats plus ou moins stables et présente une réserve élevée en éléments nutritifs (P). Ces informations sur l'horizon supérieur des Technosols construits permettent de supposer qu'ils présentent les propriétés physico-chimiques requises pour le développement végétal. Si le facteur anthropique se révèle prépondérant dans l'influence du processus d'agrégation et la libération d'éléments nutritifs, seules des hypothèses peuvent à ce stade être formulées pour expliquer cette forte influence. L'hypothèse majeure est que la stabilisation des agrégats formés et la libération des nutriments sont conditionnées par le potentiel de dégradation des MO intégrées à un mélange. Ainsi, afin de vérifier cette hypothèse et afin de mieux comprendre les mécanismes de formation des Technosols construits, nous étudierons les interactions qui peuvent exister entre l'agrégation et la libération d'éléments nutritifs dans un système Technosol construit-plante.

V. Chapitre 5 : Interactions entre le processus d'agrégation et les transferts d'éléments des mélanges de matériaux technogéniques vers la solution

Introduction

Dans le chapitre précédent, on s'attachait à décrire l'évolution des mélanges constituant l'horizon de croissance d'un Technosol construit, sous l'influence de différents facteurs pédogénétiques anthropiques, climatiques et biologiques. Il s'agit maintenant d'étudier les interactions au sein du système Technosol-plante, notamment en termes de transferts d'éléments nutritifs. Ces transferts vont être étudiés en croisant une description et une quantification du processus d'agrégation dans les mélanges avec le niveau de phytodisponibilité du P. nous nous focaliserons sur l'analyse des interactions entre agrégation et mobilisation du P à l'issue de l'expérience de culture (décrite au Chapitre 4, 1.2.1.3). L'hypothèse émise et que nous allons tenter de vérifier ici, est que la matière organique constitutive des mélanges de sols construits oriente l'intensité d'agrégation et la libération du P en solution. Nous discuterons alors plus globalement des effets de l'agrégation sur les fertilités physique et chimique des sols construits proposés (Figure V-1).

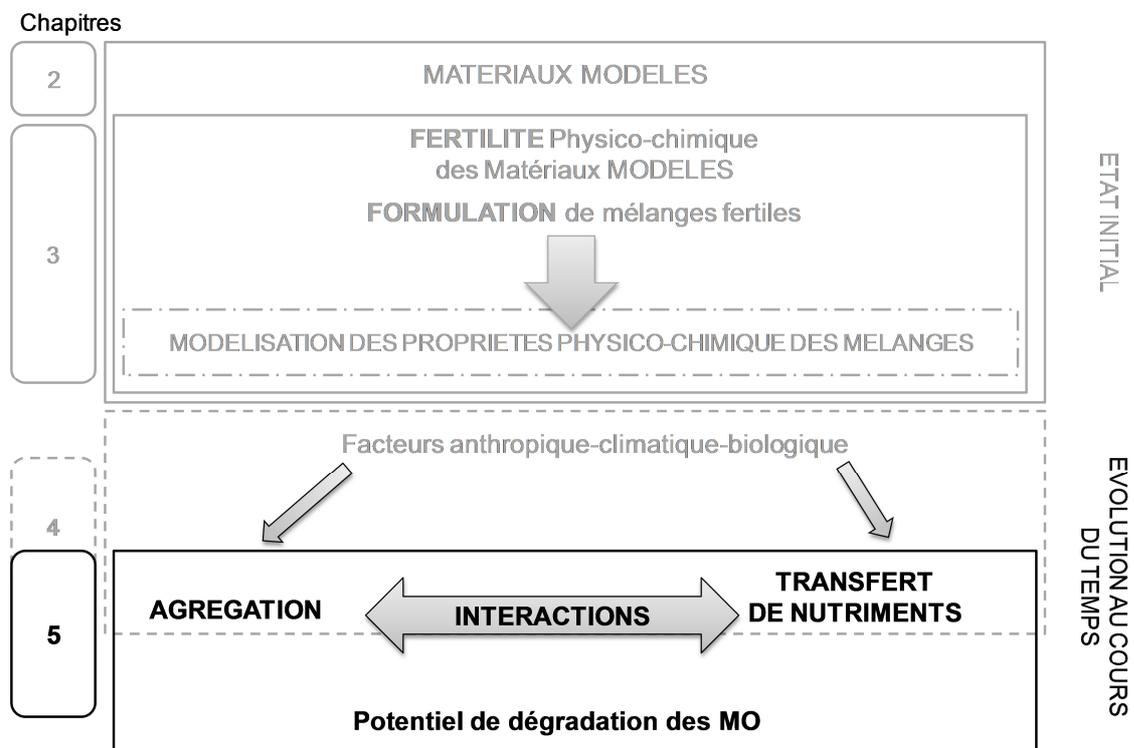


Figure V-1 : démarche d'étude du Chapitre 5

1. Matériels et méthodes

1.1. Caractérisation des matières organiques constitutives des mélanges

1.1.1. Evaluation du potentiel de minéralisation du carbone

Le potentiel de minéralisation du C organique (C_{org}) a été déterminé selon la méthode adaptée de la norme XP U44-163, sur les échantillons de mélanges (TA/DV, TA/CO et BR/CO) et le compost (CO). Cette analyse donne une estimation de l'intensité de l'activité microbologique du sol. En effet, l'activité des microorganismes est révélée par l'intensité de leur respiration, qui est quantifiable par la mesure du dégagement de dioxyde de carbone (CO_2) par le sol.

La minéralisation du carbone (C) a été estimée par mesure de l'évolution du CO_2 du sol en conditions contrôlées de laboratoire et sur une période de 187 jours. Des échantillons ont été mis en incubation dans des bocaux de 2L fermés hermétiquement, à une température constante ($28^\circ C$), une humidité constante équivalente à la capacité au champ et avec ajout d'une solution d'azote (KNO_3 à $1gN.L^{-1}$) pour favoriser l'activité microbienne.

Les échantillons ont une masse sèche équivalente à 50g, et leur humidité est ajustée à celle mesurée à la capacité au champ. Un flacon d'hydroxyde de sodium ($NaOH$ $0,5 mol.L^{-1}$) a été ajouté dans chaque bocal afin de piéger le CO_2 dégagé par le sol. L'ajout de chlorure de baryum ($BaCl_2$) à 20 % dans la solution de $NaOH$ permet de précipiter les carbonates Na_2CO_3 . La quantité de $NaOH$ restante a été dosée avec une solution d'acide chlorhydrique (HCl $0,25 mol.L^{-1}$) jusqu'au virage d'un indicateur coloré (thymolphtaléine).



Figure V-2 : cellule d'incubation des échantillons de mélanges et de produits minéralisés

Trois bocaux « blancs » ont été ajoutés, contenant uniquement 1 flacon de NaOH et 1 bécher d'eau déminéralisée, afin de tenir compte du CO₂ initialement présent dans le bocal et de la carbonatation initiale de la soude (Francou, 2003). Les bocaux ont été régulièrement ouverts pour permettre à l'atmosphère de se renouveler et pour maintenir les incubations sous des conditions aérobies favorables. La quantité de C minéralisé a été calculée à partir de la différence entre le C-CO₂ libéré par l'échantillon et par le blanc. Le C minéralisé est exprimé en g C-CO₂ kg⁻¹ de COT. Le jour de mise en incubation est considéré comme le jour 0. Les mesures ont été réalisées aux jours 1, 2, 3, 7, 10, 14, 21, 28, 35, 42, 50, 59, 72, 86, 98, puis toutes les deux semaines jusqu'au 187^{ème} jour.

1.1.2. Les teneurs en matières organiques, C_{tot} et N_{tot}

La teneur en MO a été déterminée par la méthode de perte au feu (norme NF EN 13039, AFNOR (2000)) qui consiste à calciner pendant 7h à 550 °C un échantillon de sol. La perte en masse lors de la calcination permet de quantifier la matière organique présente dans chaque échantillon. Avant calcination, les échantillons ont été séchés à 105 °C pendant 48h, afin d'éviter toutes traces d'humidité.

Les teneurs en carbone total (C_{tot}) et en azote total (N_{tot}) ont été déterminées par combustion sèche (à 1800 °C) avec un analyseur élémentaire, selon la norme NF ISO 10 694 (AFNOR, 1995a). Le principe de cette méthode est de provoquer la combustion complète de l'échantillon enfermé dans une capsule d'étain et de mesure

les produits de la combustion (comme par exemple le CO₂) par chromatographie en phase gazeuse (appareil Thermoquest ®).

1.1.3. Analyse de la biomasse microbienne

La biomasse microbienne du sol a été déterminée selon la méthode présentée précédemment (IV.1.2.2.1.3).

1.1.4. Analyse morphologique en microscopie électronique à transmission (MET)

Cette partie de caractérisation a été réalisée en étroite collaboration avec l'entreprise Micro-Humus dont le savoir-faire a été sollicité dans le cadre du projet SITERRE. L'étude a consisté en une morpho-analyse des matériaux de nature organique. Le concept de l'étude morpho-analytique repose sur l'évaluation de la disponibilité des éléments amendants et fertilisants (C, N, P, K, entre autres) présents dans les matériaux technogéniques utilisés en agriculture et en construction de sol. Elle se base sur la corrélation entre les analyses physico-chimiques classiques (teneurs globales en éléments, cinétiques de minéralisation de C et N) et les caractérisations (i) des phases solubles à l'eau (disponibilité des éléments C et N à court terme) et (ii) des phases solides des matériaux (disponibilité des éléments amendants et fertilisants à plus long terme) en microscopie électronique à transmission couplée à l'analyse (MET-EDX). L'analyse EDX permet de connaître la composition élémentaire qualitative et/ou quantitative des éléments nutritifs présents à partir de la mesure par une diode Si (L) des énergies de photons X émis par la région de l'échantillon bombardé par le faisceau d'électrons.

Dans les phases solides des produits, la disponibilité des éléments dans le temps est définie en fonction :

- de la nature des matières organiques (e.g. cellulose, lignines) et leur niveau de transformation (fragmentation et humification),
- du potentiel microbien (actif ou latent),
- de la localisation des éléments,
- des associations organo-minérales éventuellement présentes dans les matériaux.

1.2. Analyses du transfert d'éléments nutritifs des mélanges vers la plante via le système poral

1.2.1. Analyse de l'espace poral

Les mesures ont été réalisées sur les mélanges ayant subi l'expérience d'alternance de cycles humectation/dessiccation (expérience désignée par la suite par HD). L'espace poral d'un sol est une interface qui permet des transferts et échanges des phases liquides et gazeuses. L'arrangement de la porosité d'un substrat dépend de sa structure et plus particulièrement de son niveau d'agrégation (macro et micro agrégations). L'étude du système poral permet d'avoir des informations sur l'organisation du Technosol construit. Cette étude passe par l'analyse de la capacité des mélanges à laisser l'eau s'infiltrer, par l'étude de la capacité de rétention en eau qui permet la détermination de rayon de pore équivalent. Enfin, une analyse de la distribution des particules néoformées ou désagrégées à l'issue des cycles HD a été effectuée.

1.2.2. Conductivité hydraulique à saturation

Des mesures d'infiltration ont été réalisées sur chaque échantillon de l'expérience HD à l'aide d'un infiltromètre à minidisque (Decagon Devices, INC. ; Pullman, WA) et selon le même principe décrit au chapitre 3 (1.2.1.).

1.2.2.1. Courbes de rétention en eau et rayon de pore équivalent maximal

Des tables à succion ont été utilisées pour déterminer les capacités de rétention en eau entre 0 et -10 kPa. Les analyses ont été faites selon la norme NF ISO 11 274. Nous avons réalisée sur 3 points de mesure à partir d'échantillons initialement saturés en eau : -1, -5 et -10 kPa. Pour chaque mélange à chaque stade d'évolution lors de l'expérience HD trois répétitions ont été réalisées. Les courbes de rétention tracées sont utilisées pour déterminer les classes de rayon de pores équivalents (Strong *et al.*, 2004).

Un rayon de pore équivalent maximal r_0 (mm) peut être défini en utilisant les théories classiques de la capillarité. La valeur de r_0 est définie comme le rayon de pore équivalent maximal qui peut être rempli d'eau pour une pression capillaire donnée

(Reynolds *et al.*, 1995). En effet d'après l'équation de Jurin, la pression capillaire à partir de laquelle un pore commence à se vider est inversement proportionnelle au rayon équivalent r d'un tube capillaire. Cette équation est la suivante :

$$P_c = 2\gamma \frac{\cos \theta}{r} \quad [5.8]$$

P_c = pression capillaire = différence de pression à travers une surface séparant 2 fluides non miscibles à l'intérieur d'un capillaire (Pa),

γ = énergie de surface pour l'interface air-eau = $72 \cdot 10^{-3} \text{ N.m}^{-1}$,

$\cos \theta$ = angle de contact entre la surface du liquide (eau) et la surface du gaz (air) = 1 pour l'interface air eau,

r = rayon du tube capillaire (m).

Pour l'interface air-eau et un solide parfaitement mouillé par l'eau, cette équation devient :

$$P_c = \frac{0.144}{r} \quad [5.9]$$

Les échantillons issus de l'expérience HD, ont été soumis aux potentiels matriciels respectifs de -1, -5, -10 kPa. Ces potentiels matriciels ont été choisis afin de fournir des classes de pores correspondant aux sections de vidange effectives des plus larges pores qui sont saturés en eau à ces potentiels choisis. Les rayons de pores équivalents correspondant aux potentiels matriciels appliqués sont respectivement : 144 μm , 28,8 μm , 14,4 μm . Les volumes correspondant aux classes de pores (14,4-28,8 μm , 28,8-144 μm et >144 μm) reliés aux rayons des pores de vidange efficaces sont calculés à partir des courbes de rétention tracées. Les résultats des calculs sont exprimés en volume d'eau ($\text{m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$) par classe de pores.

1.2.2.2. Analyse quantitative de la distribution des agrégats

Cette analyse a été réalisée sur les mélanges ayant subis des cycles HD. Ainsi, à la fin de chaque cycle, le matériau est séché à l'air puis tamisé pour prélever les agrégats supérieurs à 3.15 mm qui ont servi pour les tests de stabilité structurale (Le Bissonnais, 1996) (environ 15 g d'agrégats sont nécessaires). Ensuite, la distribution

granulométrique des agrégats compris entre 0 et 3,15 mm a été mesurée par un tamisage à sec. Pour ce faire, 50 g de matériau sont placés sur une colonne de tamis d'ouverture 2, 1, 0,5, 0,2 et 0,05 mm puis tamisés pendant 1 minute à 70 oscillations par minute en discontinu (Kristiansen *et al.*, 2006). Afin de permettre une bonne répétabilité de la procédure de tamisage, un tamiseur automatique de type Retsch KS 1000 a été utilisé. Ce temps de tamisage est suffisant pour une bonne séparation quantitative des classes d'agrégats et l'abrasion des agrégats pendant le tamisage est négligeable. A l'issue de ce tamisage, les fractions >0,05 ; [0,05-0,2], [0,2-0,5], [0,5-1], [1-2], [2-3,15] et >3,15 mm sont alors pesées ce qui permet de quantifier la formation d'agrégats de différentes tailles au cours des cycles. Seuls les échantillons de l'état initial, et après 2,4, 8 cycles et l'échantillon témoin humide ont été traités.

1.2.3. Evaluation de la disponibilité du P

Le P disponible est mesuré selon la méthode d'extraction chimique à l'aide d'une solution de NaHCO_3 (Olsen, 1956), comme décrit précédemment.

1.2.4. Mesure de la biomasse végétale et du P absorbé par la plante

Ce protocole a pour objet de déterminer la concentration en éléments dans les parties aériennes des végétaux. Dans notre situation, compte tenu des biomasses très faibles obtenues pour certains mélanges, une adaptation de la méthode classique a été effectuée pour la minéralisation des végétaux (prise d'essai < 50 mg). Les végétaux sont nettoyés abondamment à l'eau du robinet afin d'éliminer toutes les particules de terre. Les organes végétaux sont broyés dans un mortier en agate pour atteindre une granulométrie de 250 μm . La poudre obtenue est minéralisée à l'aide d'acide nitrique concentré (HNO_3 69%), puis chauffée à 80 °C durant 24h. Enfin, les échantillons subissent une attaque au peroxyde d'hydrogène (H_2O_2 à 30%) durant quelques heures. Les solutions filtrées sont analysées par spectrométrie d'absorption atomique ICP-AES afin de déterminer la teneur en P.

1.3. Analyses statistiques

Différents tests statistiques ont été réalisés sur les données expérimentales à l'aide du logiciel XLStats 2008. Les comparaisons à un seul niveau ont été réalisées par une analyse de variance de type ANOVA ($\alpha = 5 \%$) dans le cas où l'égalité des variances par test de Levenne ($\alpha = 5 \%$) et la normalité des résidus par test de Shapiro-Wilk ($\alpha = 5 \%$) étaient vérifiées. Dans le cas contraire, un test non paramétrique Kruskal-Wallis a été appliqué ($\alpha = 5 \%$). Les comparaisons multiples ont été effectuées dans le cas de l'ANOVA par un test de Tukey ($\alpha = 5 \%$) avec correction de Bonferroni, et un test de Dunn dans le cas des tests par Kruskal-Wallis. Pour les comparaisons à deux niveaux, une ANOVA à 2 facteurs prenant en compte l'effet modalité et l'effet temps a été appliquée lorsque l'égalité des variances par test de Levenne ($\alpha = 5 \%$) et la normalité des résidus par test de Shapiro-Wilk ($\alpha = 5 \%$) étaient vérifiées. Les résultats issus des tests statistiques ont été présentés sur les graphiques par l'intermédiaire de lettres. Certaines données ont fait l'objet d'une analyse en composantes principales (ACP) (Pearson, $\alpha = 5 \%$) à l'aide du logiciel XLStats 2008.

1.4. Bilan des analyses réalisées en fonction des expériences

L'ensemble des caractérisations réalisées en fonction des modalités expérimentales est synthétisé afin de proposer une vision globale de la démarche (Figure V-3).

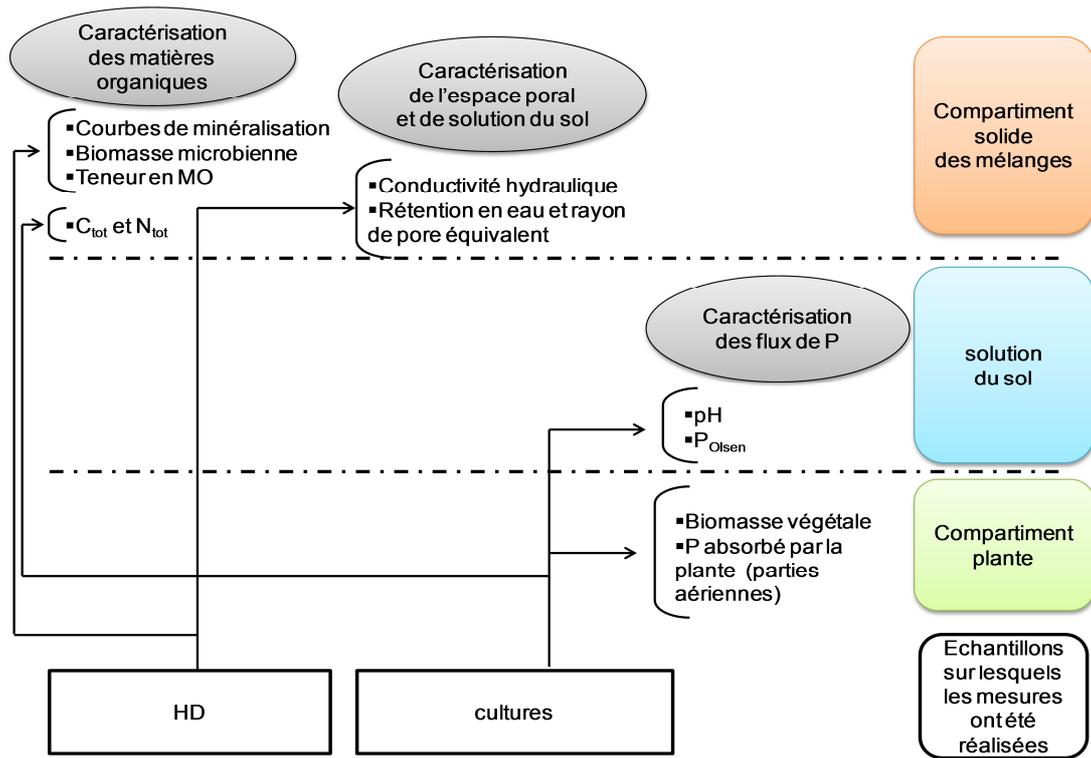


Figure V-3 : bilan des dispositifs expérimentaux et des analyses associées

2. Résultats

2.1. Etude des interactions entre l'agrégation et la disponibilité du P

La fertilité physico-chimique est abordée par le biais du suivi de 2 paramètres clés : (i) la stabilité des agrégats ayant subis le test de stabilité structurale (obtenue par l'intermédiaire du MWD) (Le Bissonnais, 1996) et (ii) la concentration en P disponible mesurée par la méthode d'extraction Olsen. Dans ce paragraphe, il est choisi de présenter des données de l'expérience de culture pour laquelle les conditions en O₂ ne sont pas limitantes. Après croisement des données sur l'agrégation et la disponibilité du P des mélanges non cultivés, on constate que les mélanges qui présentent les agrégats 3,15-5 mm les plus stables ne sont pas ceux qui présentent les concentrations en P_{Olsen} les plus élevées (Tableau V-1).

Tableau V-1 : stabilité des agrégats (mm) et disponibilité du P après 55 jours en absence de culture (sol nu SN) des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV, BR/CO, les écarts types sont présentés entre parenthèses.

		MWD (mm)		P _{Olsen} (g.kg ⁻¹)	
SN	TA/DV	2,72	(0,09)	0,21	(0,014)
	TA/CO	0,51	(0,14)	0,38	(0,012)
	BR/DV	2,52	(0,03)	0,65	(0,043)
	BR/CO	0,00	(0,00)	0,66	(0,016)

Le mélange TA/DV qui présente les agrégats les plus stables avec un MWD de 2,72 mm est le mélange qui présente la concentration en P_{Olsen} la plus faible (0,21 g.kg⁻¹). Le mélange BR/DV présente également un MWD très élevé de 2,52 mm et a une concentration en P_{Olsen} 3 fois plus élevée (0,65 g.kg⁻¹) que celle de TA/DV. Le mélange BR/CO qui ne présente pas d'agrégats 3,15-5 mm affiche la concentration en P_{Olsen} la plus élevée (0,66 g.kg⁻¹). Le mélange TA/CO, avec un MWD de 0,5 mm, indique une certaine instabilité des agrégats formés et sa concentration en P_{Olsen} de 0,38 g.kg⁻¹ est intermédiaire entre celles de TA/DV et BR/DV. Puisque les interactions entre agrégation et disponibilité du P sont complexes, une analyse en composantes principales (ACP) a été réalisée afin d'identifier les paramètres

d'influence, intégrant le MWD, les concentrations en P_{Olsen} , le pH et les concentrations en C_{tot} et N_{tot} .

L'ACP a été appliquée aux résultats obtenus sur tous les mélanges testés, ainsi qu'à ceux du sol agricole témoin selon les 3 modalités de culture. L'analyse multivariée révèle que les paramètres choisis dans l'étude pour évaluer le processus d'agrégation (MWD) et la disponibilité du P (P_{Olsen}) sont indépendants (Figure V-4). Par ailleurs, on constate que les mélanges présentent très peu de points communs entre eux. Les mélanges TA/DV sont essentiellement caractérisés par le paramètre MWD et des valeurs de pH les plus élevées, les mélanges BR/DV sont caractérisés par le MWD et la teneur en C_{tot} . Les mélanges BR/CO sont essentiellement caractérisés par des concentrations en P_{Olsen} et en N_{tot} élevées. Les mélanges TA/CO sont assez proches de l'origine donc assez mal représentés. Néanmoins, on peut dire que ces derniers sont caractérisés par des valeurs de MWD assez faibles. Enfin, le sol agricole témoin est caractérisé par de faibles concentrations en N_{tot} et P_{Olsen} .

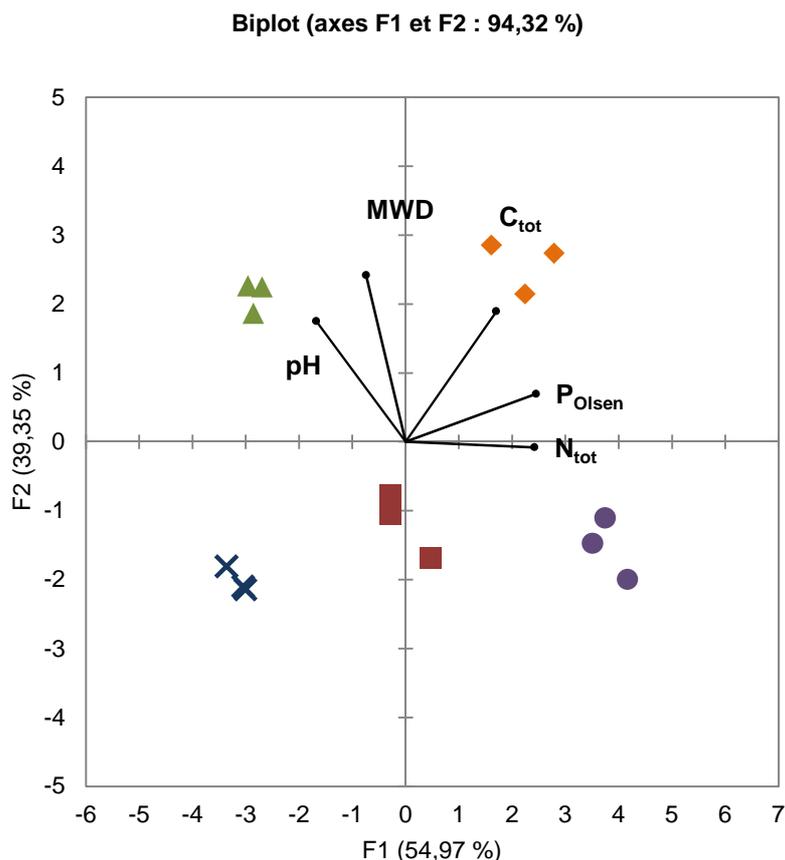


Figure V-4 : analyse en composantes principales des différents paramètres caractérisant la fertilité physico-chimique des mélanges TA/DV (losanges), BR/DV (triangles), BR/CO (cercles), TA/CO (carrés) et sol agricole témoin (croix) ; 5 variables et 15 observations

Il n'existe pas de corrélation directe entre les deux paramètres MWD et P_{Olsen} pris comme indicateurs des processus d'agrégation et du transfert d'éléments nutritifs vers la solution du sol. Le MWD est corrélé positivement avec le pH ($R^2= 0,78$), P_{Olsen} est corrélé positivement avec C_{tot} et N_{tot}, avec des coefficients de 0,83 et 0,86 respectivement (Tableau V-2).

Tableau V-2 : matrice de corrélation de Pearson (n), les valeurs en gras sont différentes de 0 à un niveau de signification $\alpha=0,05$

Variables	MWD	P _{Olsen}	pH	C _{tot}	N _{tot}
MWD	1				
P _{Olsen}	-0,026	1			
pH	0,782	-0,445	1		
C _{tot}	0,508	0,838	0,037	1	
N _{tot}	-0,324	0,864	-0,548	0,561	1

***Bilan : Interactions les concentrations en P_{Olsen}
et la stabilité des agrégats***

L'ACP réalisée montre que les relations entre la stabilité des agrégats et les concentrations en P disponible (P_{Olsen}) sont complexes et ne peuvent être établies par la seule comparaison de 2 paramètres. D'autres facteurs entrent en ligne de compte permettant de comprendre les interactions qui existent entre la disponibilité du P et l'agrégation. Dans le chapitre précédent, la nature de la matière organique a été identifiée comme un facteur qui influençait fortement (i) le processus d'agrégation et notamment la stabilité des macro-agrégats formés et (ii) la libération du P du compartiment solide vers la solution du sol. Les pistes évoquées pour expliquer l'influence de ce facteur vont pouvoir être approfondies. Les interactions entre agrégation et libération de P vont être recherchées dans les caractéristiques des MO constitutives des mélanges de matériaux technogéniques.

2.2. Impact de la nature de la matière organique sur le processus d'agrégation et sur la libération d'éléments nutritifs

2.2.1. Minéralisation du carbone organique dans les mélanges

Dans le chapitre précédent, l'impact de la nature de la matière organique sur la stabilité des agrégats a été démontré. A l'issue des trois expériences menées, les déchets verts (DV) ont permis une stabilisation des agrégats 3,15-5 mm plus forte que le compost (CO). Le potentiel de minéralisation de certains mélanges (TA/DV, BR/CO, TA/CO) et de CO ont été mesurés (Figure V-5).

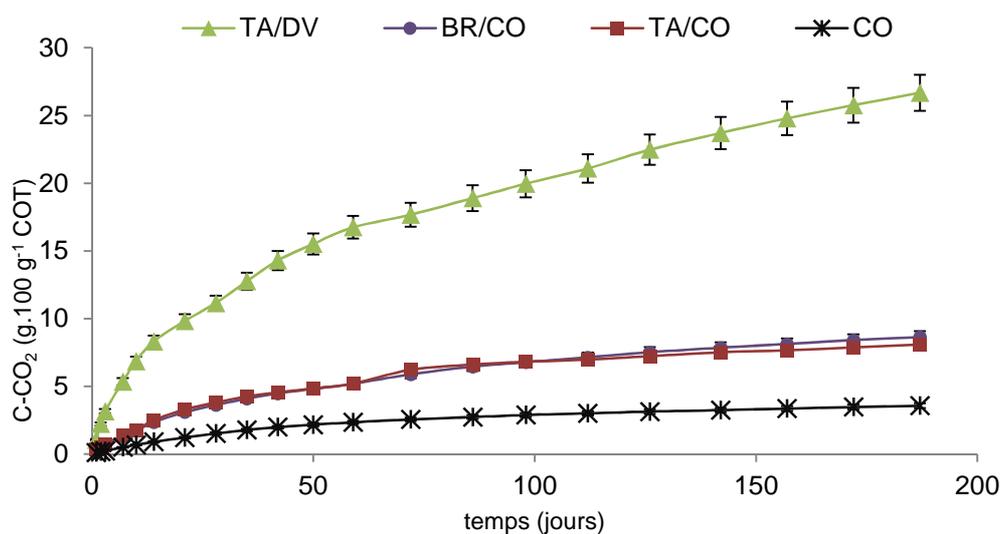


Figure V-5 : courbe de minéralisation du compost seul et des mélanges TA/CO, BR/CO et TA/DV durant 187 jours, exprimé en carbone minéralisé C-CO₂ par rapport au carbone organique total initial

On peut distinguer deux intensités et deux vitesses de minéralisation du carbone organique des matériaux technogéniques organiques au cours du temps : une intensité liée à la présence de CO et une autre liée à DV. La minéralisation du carbone organique du mélange TA/DV est plus élevée que celle du mélange TA/CO. La quantité de carbone organique minéralisé après 187 jours correspond à 26,7 g.100g⁻¹ du carbone organique total (COT) du mélange TA/DV tandis que cette quantité est de 8 g.100g⁻¹ et 8,6 g.100g⁻¹ de COT pour les mélanges TA/CO et

BR/CO respectivement. Il est remarquable que la minéralisation de CO seul soit moins intense que celle des mélanges contenant une fraction de CO. La quantité de C_{org} minéralisé dans le compost représente $3,6 \text{ g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ du COT.

2.2.2. Quantification et évolution de la biomasse microbienne dans les mélanges

2.2.2.1. Proportion de carbone microbien par rapport au carbone total dans les mélanges

Les mesures de biomasse microbienne à l'état initial révèlent des potentiels microbiens variables en fonction de la nature des matières organiques constitutives des mélanges (Tableau V-3). Ces résultats concordent bien avec ceux des minéralisations. Les mélanges impliquant DV présentent une biomasse microbienne 5 à 15 fois plus élevée que celle des mélanges impliquant CO. Le mélange TA/DV (25% de DV en masse) montre une biomasse microbienne de $1,1 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$ MS, tandis que le mélange TA/CO (25% de CO en masse) présente $0,2 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$ de biomasse microbienne.

Tableau V-3 : biomasse microbienne et carbone microbien (C_{mic}) comparé au carbone total (C_{tot}) en $\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ dans les mélanges à l'état initial à température constante (28°C) (C_0) et après une période d'incubation de 56 jours, à 28°C , à humidité constante

	Initial à C_0			Après 56 jours		
	C_{tot} ($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)	biomasse microbienne ($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ sol sec)	C_{mic} ($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1} C_{tot}$)	C_{tot} ($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$)	Biomasse microbienne ($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ sol sec)	C_{mic} ($\text{g} \cdot \text{kg}^{-1} C_{tot}$)
TA/DV	85,6	1,1	13,1	68,5	2,7	39,1
TA/CO	59,3	0,2	3,4	53	0,2	4,0
BR/DV	155,0	3,3	21,1	158	3,2	20,0
BR/CO	126,0	0,4	3,4	111	0,1	1,4

Après 56 jours d'incubation à 28°C et à humidité constante, la biomasse microbienne des mélanges a doublé pour le mélange TA/DV, passant de $1,1$ à $2,7 \text{ g} \cdot \text{kg}^{-1}$. Pour le mélange TA/CO, la biomasse microbienne est restée quasiment constante. Pour les mélanges impliquant BR, la biomasse microbienne a légèrement

diminué pour le mélange BR/DV passant de 3,3 à 3,2 g.kg⁻¹ et a été divisée par 4 pour le mélange BR/CO, passant de 0,4 à 0,1 g.kg⁻¹.

2.2.2.2. Evolution de la biomasse microbienne des mélanges au cours des cycles d'humectation dessiccation

Les résultats permettent de faire une hypothèse sur l'influence du deuxième matériau présent dans le mélange sur l'activité biologique. Au cours de l'alternance de cycles HD, le rapport C_{mic}/C_{tot} des mélanges TA/DV et TA/CO est maximum au bout du 8^{ème} cycle HD. En effet, dans les mélanges impliquant TA, la biomasse microbienne augmente avec DV, passant de 13,1 à 39,1 g.kg⁻¹ du C_{tot} du mélange au cours du temps. Cette valeur augmente très légèrement avec CO (3,4 à 4,0 g.kg⁻¹ du C_{tot} du mélange). Toutefois, dans les mélanges impliquant BR, il y a une légère diminution de la biomasse au cours du temps en présence de DV (passant de 21,1 à 20,0 g.kg⁻¹ du C_{tot} du mélange) et une forte diminution de cette biomasse avec CO passant de 3,4 à 1,4 g.kg⁻¹ du C_{tot} du mélange (Figure V-6.) Le matériau TA semble être un support favorable pour catalyser l'activité biologique et son développement au cours du temps, surtout à partir du 4^{ème} cycle d'humectation-dessiccation. BR semble permettre un léger accroissement de l'activité microbienne jusqu'au 4^{ème} cycle HD avec DV et jusqu'au 2^{ème} cycle avec CO. Ensuite cette activité diminue. Après 8 cycles, les ratios C_{mic}/C_{tot} des mélanges avec BR ont atteint une valeur inférieure à la valeur initiale.

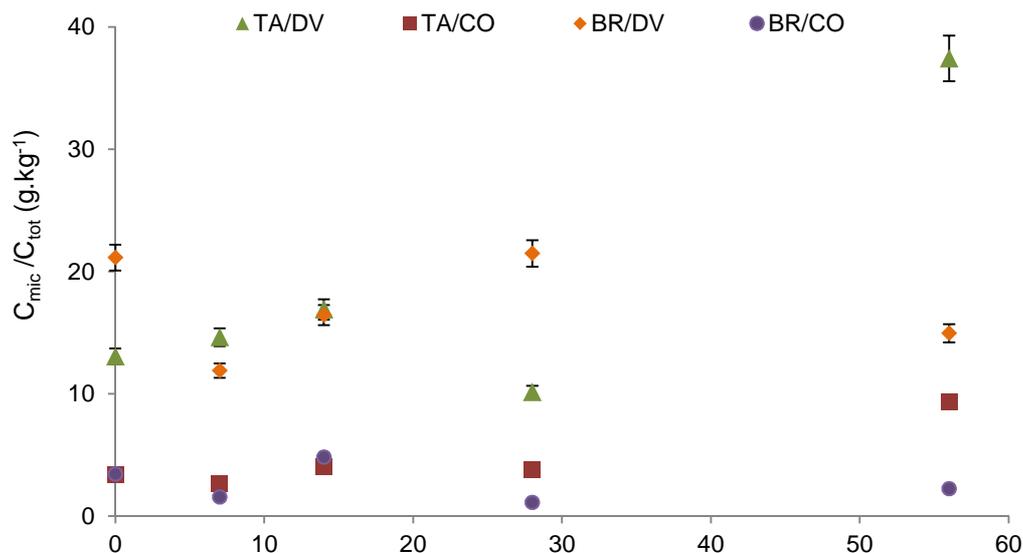


Figure V-6 : évolution du rapport de carbone microbien (C_{mic}) sur le carbone total (C_{tot}) ($g.kg^{-1}$) au cours du temps, après 1, 2, 4, et 8 cycles d'humectation/dessiccation des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO, les flèches indiquent les cycles HD 1, 2, 4 et 8 à l'issue desquels la mesure a été réalisée

2.2.2.3. Relations entre la biomasse microbienne et agrégation

Des relations de corrélations ont été établies entre la biomasse microbienne dans les mélanges et le MWD. Les régressions linéaires tracées en fonction du type de matière organique dans les mélanges avec TA présentent des coefficients de corrélation différents. La relation entre le MWD et la biomasse microbienne du mélange TA/DV est linéaire, avec une R^2 de 0,72. Ainsi, plus la biomasse microbienne augmente, plus la stabilité des agrégats du mélange TA/DV augmente. Pour le mélange TA/CO, la relation linéaire n'est pas aussi évidente, car le MWD évolue très peu au cours de l'alternance de cycles HD. De même, la biomasse microbienne reste à peu près constante et augmente très légèrement au bout de 8 cycles HD, expliquant que le coefficient de corrélation soit si faible ($R^2=0,16$) (Figure V-7).

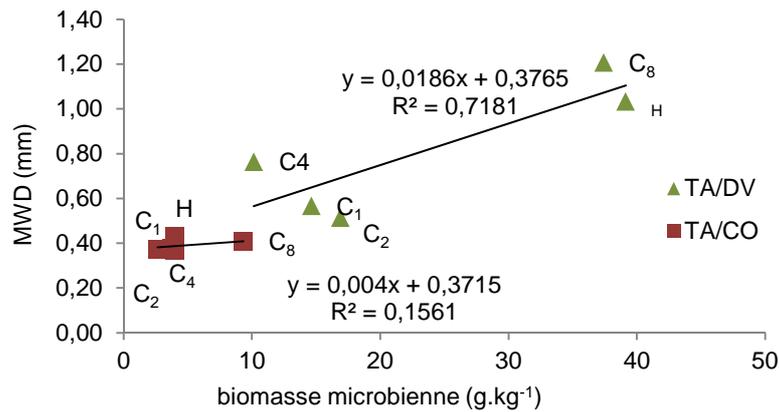


Figure V-7 : régression linéaire de $MWD = f(\text{biomasse microbienne})$ pour chaque mélange TA/DV et TA/CO avec les données obtenues à l'issue de l'expérience d'alternance de cycles HD

2.2.2.4. Relations entre biomasse microbienne, agrégation, constituants de la MO et P disponible

Si on croise les données de teneurs en C_{tot} , N_{tot} , MO, P_{Olsen} , le pH, la biomasse microbienne et le MWD, les corrélations entre le MWD et la biomasse microbienne sont confirmées avec un coefficient de corrélation de 0,80 (Tableau V-4). L'ACP révèle que la biomasse microbienne est également reliée positivement au pH par un coefficient de corrélation de 0,64. Enfin la biomasse microbienne est reliée négativement aux concentrations en N_{tot} et en P_{Olsen} avec des coefficients de corrélation respectifs de -0,66 et -0,77. Ainsi, la relation qui existe entre MWD et la biomasse microbienne n'est pas linéaire et implique d'autres facteurs liés à la chimie des mélanges. Tous les échantillons de mélanges TA/DV et TA/CO sont bien représentés sur l'axe 1 (Figure V-8). On distingue clairement les deux mélanges : les mélanges TA/CO sont essentiellement caractérisés par des teneurs en N_{tot} et P_{Olsen} élevées alors que les mélanges TA/DV à C0, C1, C2 et C4 sont caractérisés par des pH élevés et des concentrations élevées en C_{tot} . On constate que les mélanges TA/DV à C8 et le témoin humide sont davantage caractérisés par une forte biomasse microbienne qui est elle même liée à des valeurs élevées de diamètres moyen pondérés (MWD).

Tableau V-4 : matrice des corrélations de Pearson pour les paramètres MWD, biomasse microbienne, pH, C_{tot}, N_{tot}, P_{Olsen}

Variables	MWD	biomasse microbienne	pH	C _{tot}	N _{tot}	MO	P _{Olsen}
MWD	1						
biomasse microbienne	0,80	1					
pH	0,43	0,64	1				
C _{tot}	0,12	0,37	0,85	1			
N _{tot}	-0,47	-0,66	-0,90	-0,83	1		
MO	-0,24	-0,35	0,21	0,42	-0,12	1	
P _{Olsen}	-0,53	-0,77	-0,52	-0,48	0,55	0,04	1

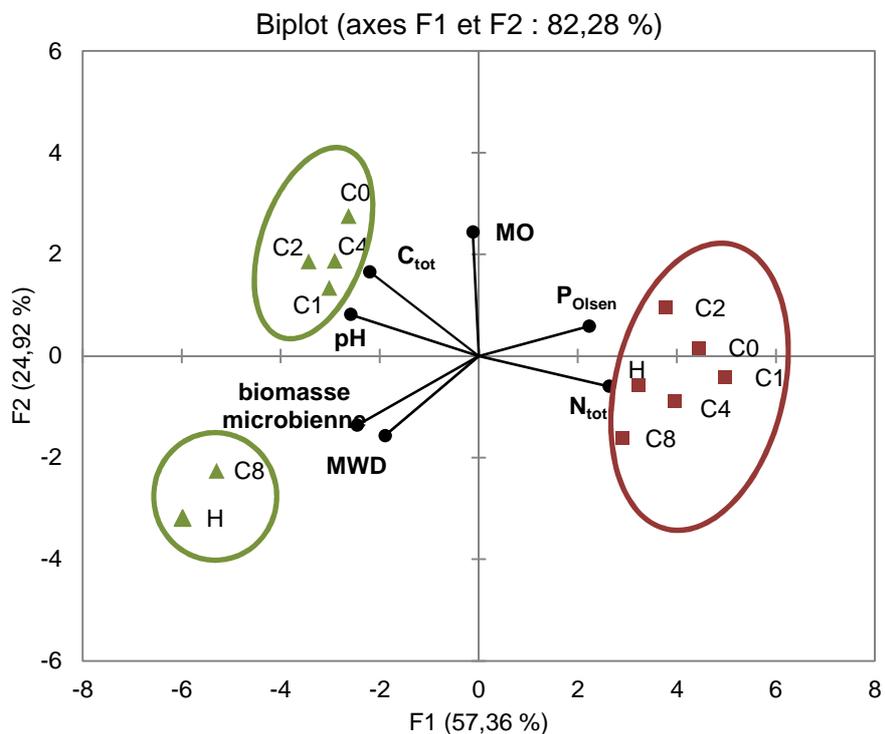


Figure V-8 : analyse en composantes principales sur 7 paramètres (pH, C_{tot}, N_{tot}, P_{Olsen}, teneur en matières organiques (MO), biomasse microbienne et MWD) pour les mélanges TA/DV (triangles verts) et TA/CO (carrés rouges) ayant subi les alternances de cycles HD

L'ACP décrite en Figure V-8 confirme qu'il existe bien une corrélation entre le MWD et la biomasse microbienne et que la biomasse microbienne est elle-même reliée au pH et aux concentrations en N_{tot} et P_{Olsen} (Tableau V-4). Il existe des relations complexes entre le processus d'agrégation (représenté par le MWD) et l'activité microbienne des mélanges qui sont liées aux paramètres chimiques (C_{tot}, N_{tot}, pH et P_{Olsen}).

2.2.2.5. Relations entre la disponibilité du P et la biomasse microbienne

La biomasse microbienne est reliée au pH par une relation linéaire (Figure V-9). Les régressions linéaires peuvent être établies avec des coefficients de corrélation de respectivement 0,83 pour TA/DV et 0,54 pour TA/CO.

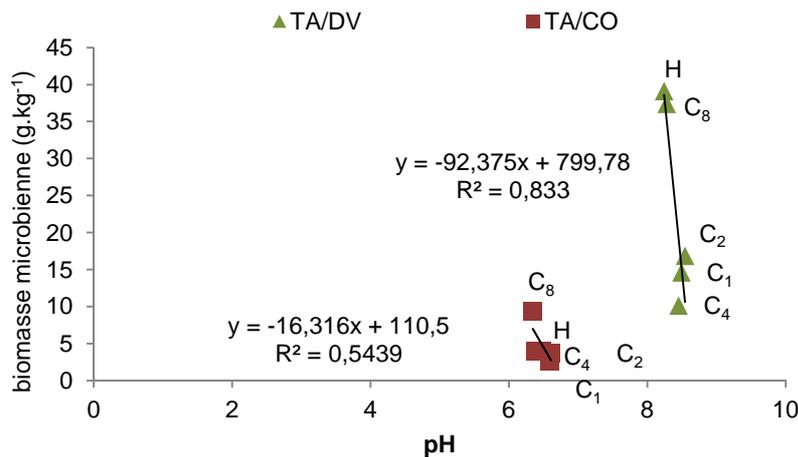


Figure V-9 : régressions linéaires de biomasse microbienne=f(pH) pour les mélanges TA/DV (triangles verts) et TA/CO (carrés rouges) avec les données obtenues à l'issue de l'expérience d'alternance de cycles HD

Les coefficients de détermination de la linéarité entre la biomasse microbienne et le P_{Olsen} sont respectivement de 0,81 et 0,39 pour TA/DV et TA/CO de (Figure V-10).

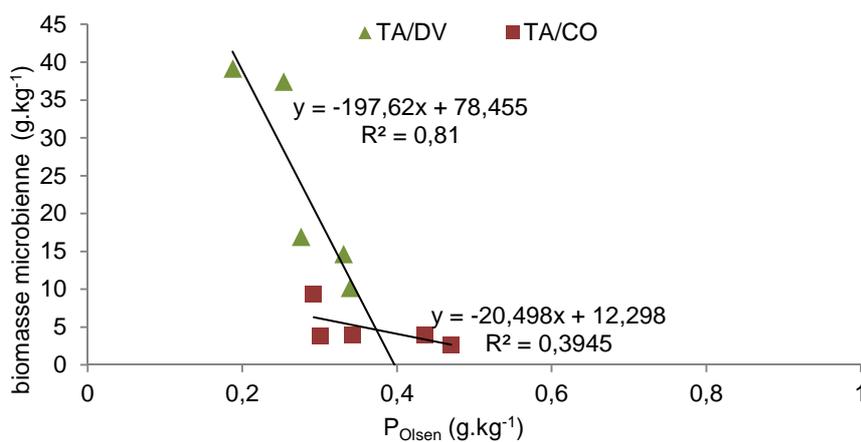


Figure V-10 : régressions linéaires de biomasse microbienne=f(P_{Olsen}) pour les mélanges TA/DV (triangles verts) et TA/CO (carrés rouges) avec les données obtenues à l'issue de l'expérience d'alternance de cycles HD

Les relations mises en évidence entre la biomasse microbienne et les paramètres liés à la disponibilité du P (pH et P_{Olsen}) sont des arguments supplémentaires en faveur de la théorie de l'influence de la biomasse microbienne à la fois sur le processus d'agrégation et sur la disponibilité du P. Néanmoins, les mécanismes de ces interactions restent à élucider.

2.2.3. Etude qualitative du puits microbien des matières organiques

Afin d'acquérir davantage d'éléments sur les caractéristiques des matières organiques et notamment sur la nature des biomasses microbiennes des deux matériaux organiques étudiés, (CO et DV), une étude morpho-analytique au microscope électronique à transmission (MET) couplé à l'analyse EDX a été réalisée en étroite collaboration avec l'entreprise Micro-humus.

2.2.3.1. Le compost

L'analyse du compost révèle que les matières organiques végétales observées sont très transformées. Les résidus foliaires observés sont sous forme de résidus de plastés et sont très présents. Ils témoignent d'une forte biodégradation des feuilles de déchets verts. La présence de spores de bactéries témoigne du bon compostage du matériau et du potentiel bactérien latent des MO constitutives du compost.

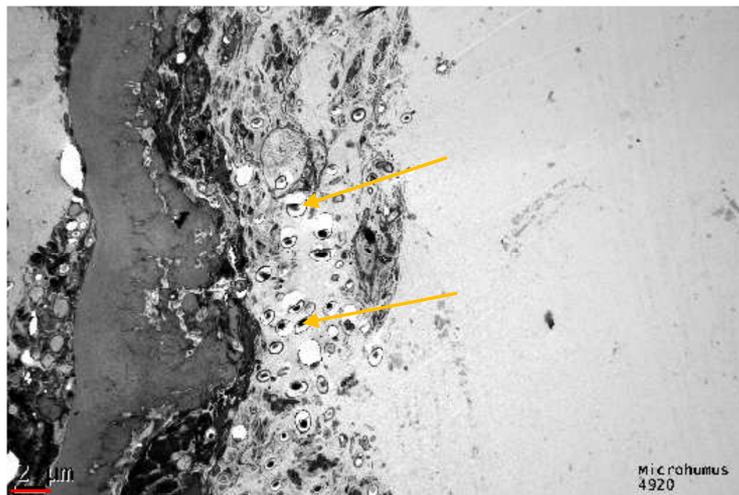


Figure V-11 : spores de bactéries dans l'enrobage des résidus ligneux (flèches jaunes), l'échelle graphique indiquée dans le coin en bas à gauche correspond à 2 µm

De nombreux résidus phénoliques et résidus tissulaires transformés ont été observés. Les microanalyses élémentaires (MET-EDX) révèlent que les éléments fertilisants tels que N et P sont associés aux MO stables des matériaux ainsi qu'aux résidus microbiens. D'après leur localisation, la phytodisponibilité des éléments sera effective à moyen et long termes.

2.2.3.2. Les déchets verts

Les déchets verts sont en cours de transformation. De nombreuses bactéries et champignons vivants et actifs ont colonisés les résidus ligneux et les résidus foliaires et sont à l'origine du caractère évolutif du matériau. Les déchets verts sont caractérisés par des matières organiques par nature récalcitrantes à la biodégradation (substances phénoliques). Ils présentent un potentiel bactérien et fongique encore bien actif avec une activité lytique des bactéries et des champignons et des cellules bactériennes et fongiques vivantes.

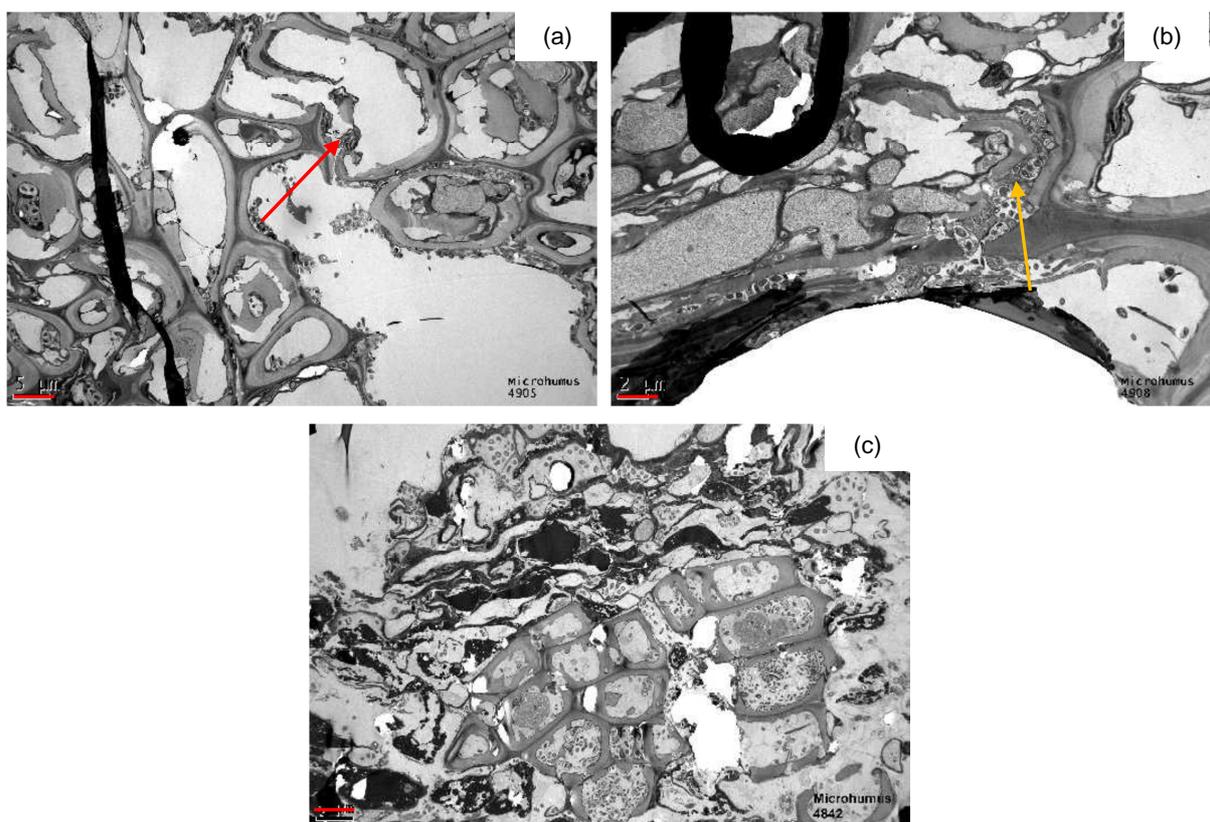


Figure V-12 : bactéries (flèches jaunes) et champignons (flèches rouges) identifiés dans le DV au MET, les échelles marquées en rouge dans le coin en bas à gauche de chaque image correspondent à 2 μ m

A l'état initial, les DV présentent un fort potentiel de dégradation par la flore microbienne. Les micro-analyses élémentaires réalisées à l'aide du couplage de MET-EDX ont révélé la localisation de N et de P dans les matières organiques en cours de transformation (parois et contenus cellulaires biodégradés), et dans les résidus microbiens. Ces éléments sont également présents dans des substances denses de nature phénoliques et par nature récalcitrantes à la biodégradation. Cela laisse envisager une biodisponibilité très rapide du P par le biais de l'activité microbienne pour les micro-organismes et les plantes.

Bilan : Impact de la nature de la MO sur l'agrégation

- (i) Les différents niveaux d'agrégation des mélanges sont dus aux différents potentiels de dégradation liés à la nature des deux matières organiques utilisées en mélange : DV présente un potentiel de dégradation fort et la biomasse microbienne qui se développe dans les mélanges impliquant DV est 5 à 10 fois plus élevée que dans les mélanges impliquant CO.
- (ii) Dans les mélanges TA/DV et TA/CO qui présentent moins de MO, le potentiel microbien est plus sensible à l'alternance de cycles HD et la sensibilité est plus forte au bout de 8 cycles. Les biomasses microbiennes des mélanges BR/DV et BR/CO présentent des variations sans tendance marquée par les cycles HD. Ceci laisse entendre qu'il existe des interactions plus complexes entre une même matière organique avec des matériaux minéraux différents (TA et BR).
- (iii) La flore microbienne des deux matières organiques semble différente. Le CO est caractérisé par une MO déjà transformée et une activité microbienne latente alors que DV présente une MO majoritairement non dégradée et caractérisée par une activité microbienne intense.

2.3. Statut nutritionnel des mélanges avant et après culture

2.3.1. Relations entre les paramètres de fertilité physicochimique et la biomasse végétale produite

Le peu de corrélations directes entre l'indicateur d'agrégation (MWD) et le P disponible (P_{Olsen}) peut s'expliquer par l'impact de la nature de la MO présente dans les mélanges. Dans l'ACP présentée Figure V-13, on constate que le MWD est positivement corrélé au pH ($R^2=0,78$) et négativement corrélé à la production de biomasse végétale (g MS) après 55 jours de culture ($R^2=-0,52$). Cela signifierait que plus les agrégats sont stables (MWD élevé), plus la biomasse végétale produite est faible. Cela va dans le sens de travaux de Wang *et al.* (2001) qui ont démontré que le prélèvement du P dans les sols où les agrégats sont de petits diamètres est plus élevé que dans les sols présentant des agrégats de plus grands diamètres.

Les trois nutriments C_{tot} , N_{tot} et P_{Olsen} sont positivement reliés entre eux, aucun des trois n'étant corrélé à la biomasse produite. Le pH est relié négativement avec N_{tot} avec un coefficient de -0,55.

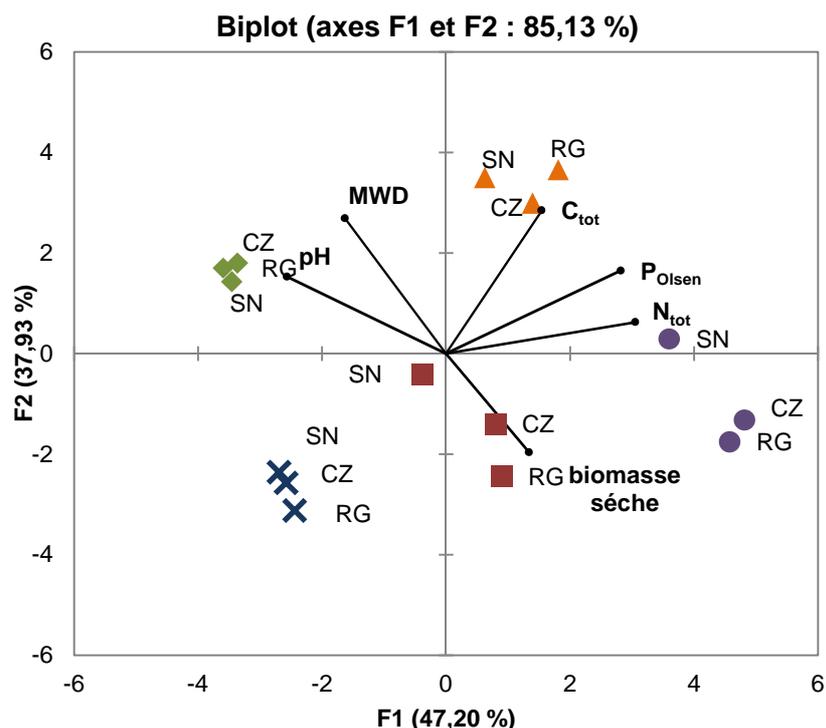


Figure V-13 : analyse en composantes principales (ACP) des paramètres mesurés du statut de fertilités chimique (pH, C_{tot} , N_{tot} , P_{Olsen}) et physique (MWD) et des biomasses sèches produites après 55 jours de cultures de ray gras (RG) et de colza (CZ) et pour la modalité sol nu (SN)

La matrice des corrélations montre que C_{tot} , N_{tot} et P_{Olsen} sont corrélés entre eux, C_{tot} avec P_{Olsen} avec un coefficient de 0,84 et N_{tot} avec P_{Olsen} avec un coefficient de 0,86 (Tableau-V-5).

Tableau-V-5 : matrice de corrélation de Pearson correspondant à l'ACP présentée ci-dessus, les valeurs en gras correspondent aux coefficients de corrélations significatives

Variables	MWD	P_{Olsen}	pH	C_{tot}	N_{tot}	biomasse sèche
MWD	1					
P_{Olsen}	-0,03	1				
pH	0,78	-0,44	1			
C_{tot}	0,51	0,84	0,04	1		
N_{tot}	-0,32	0,86	-0,55	0,56	1	
biomasse sèche	-0,52	0,04	-0,42	-0,24	0,26	1

Ainsi, sur l'ACP, le mélange BR/CO est le plus à droite et proche de l'axe 1. C'est le mélange pour lequel les concentrations en N_{tot} et en P_{Olsen} sont les plus élevées et qui permet la plus forte production de biomasses végétales. C'est aussi le mélange qui présente les MWD les plus faibles et pour lequel aucun agrégat de diamètre

supérieur à 3 mm n'a pu être récupéré (quelle que soit l'évolution qu'il a pu subir). Les deux mélanges qui impliquent DV sont marqués par des MWD élevés en comparaison aux autres mélanges. Ils se caractérisent par conséquent par une faible production de biomasse végétale. Les illustrations relatives à l'expérience de culture sont présentées en Annexes IV et V.

2.3.2. Equilibre nutritif dans les mélanges et biomasse végétale produite

Les statuts des éléments C, N et P dans les mélanges présentent des déséquilibres (Tableau V-6). En termes de P disponible, tous les mélanges, ainsi que le sol agricole présentent des concentrations en P_{Olsen} supérieures à $0,1 \text{ g.kg}^{-1}$, ce qui permettrait de répondre aux besoins des plantes. Les concentrations en C_{tot} sont supérieures à $61,3 \text{ g.kg}^{-1}$ dans les mélanges et de $12,1 \text{ g.kg}^{-1}$ dans le sol témoin. C'est le mélange BR/DV qui présente la teneur la plus élevée, atteignant $183,2 \text{ g.kg}^{-1}$. Les besoins en N ont été évalués avant de réaliser l'expérience de culture. Le mélange BR/CO est le mélange qui présente la concentration en N_{tot} la plus élevée ($10,5 \text{ g.kg}^{-1}$). En comparant les 4 mélanges testés, on constate que le mélange TA/DV est celui qui présente les plus faibles concentrations en P_{Olsen} et en N_{tot} , respectivement $0,283$ et $3,4 \text{ g.kg}^{-1}$.

Tableau V-6 : statut des nutriments (carbone total (C_{tot}), azote total (N_{tot}), P disponible (P_{Olsen}) en g.kg^{-1} et rapport C/N) des mélanges et du sol témoin agricole (TEM) à l'état initial, avant culture.

Les écarts types obtenus sont inférieurs à 15 %

mélanges	$P_{\text{Olsen}} (\text{g.kg}^{-1})$	$C_{\text{tot}} (\text{g.kg}^{-1})$	$N_{\text{tot}} (\text{g.kg}^{-1})$	C/N
TA/DV	0,283	99,3	3,4	29,1
TA/CO	0,368	61,3	6,3	9,6
BR/DV	0,522	183,2	5,1	35,9
BR/CO	0,579	110,1	10,5	10,5
TEM	0,126	12,1	1,0	11,7

Si les concentrations en éléments nutritifs semblent suffisantes, les rapports C/N indiquent et confirment les résultats présentés précédemment, à savoir que les mélanges contenant DV présentent des C/N élevés de 29,1 et 35,9 respectivement pour TA/DV et BR/DV qui indiquent une MO peu stable. Les C/N des mélanges impliquant CO de 9,6 et 10,5 respectivement pour TA/CO et BR/CO sont similaires à celui du sol témoin qui s'élève à 11,7. Cela signifie que dans ces sols, il y a une

ressource en azote suffisante pour permettre la décomposition de la matière carbonée par les micro-organismes et avoir une réserve en N pour la plante. Les valeurs élevées de C/N des mélanges TA/DV et BR/DV indiquent que le phénomène de « faim d'azote » se produit dans le substrat. Ainsi, il y a compétition entre l'absorption par les plantes et la réorganisation de la matière organique par les micro-organismes du sol. L'azote nécessaire à l'activité microbologique est donc prélevé dans les réserves du sol et n'est plus disponible pour la plante. Ensuite il peut en résulter une minéralisation lente de la matière organique. Ces informations sur les nutriments peuvent être reliées aux productions de biomasses sur chaque mélange.

Production de ray-grass (RG)

Les biomasses de ray-grass (RG) produites sont directement liées à l'équilibre entre C et N renseigné par le rapport C/N. En effet, les mélanges TA/DV et BR/DV produisent respectivement 0,96 et 0,48 g de RG en matière fraîche, alors que les mélanges TA/CO et BR/CO permettent de produire plus de 30 fois plus de biomasse aérienne, avec respectivement 31,82 et 28,78 g de végétaux en matière fraîche. Le sol témoin permet une production végétale correspondant à 9,06 g de matière fraîche. Ces résultats sont ainsi reliés aux C/N. Les mélanges présentant des C/N supérieurs à 15 ne sont pas favorables à la croissance végétale tandis que les mélanges présentant des C/N inférieurs à 15 sont favorables à la croissance végétale.

Production de colza (CZ)

Le même type de résultats est observé pour la production de biomasse de colza (Figure V-14). Les mélanges TA/DV et BR/DV n'ont permis qu'une production très faible de biomasse aérienne de colza, aboutissant à des masses fraîches de 0,28 e 0,19 g respectivement. Les mélanges TA/CO et BR/CO ont permis une bonne production de biomasse aérienne correspondant respectivement à 6,32 et 17,46 g de masse fraîche. On constate que pour le colza, c'est le mélange BR/CO qui cette fois permet la production la plus élevée. Enfin, le sol témoin permet la production de 3,68 g de masse fraîche de colza.

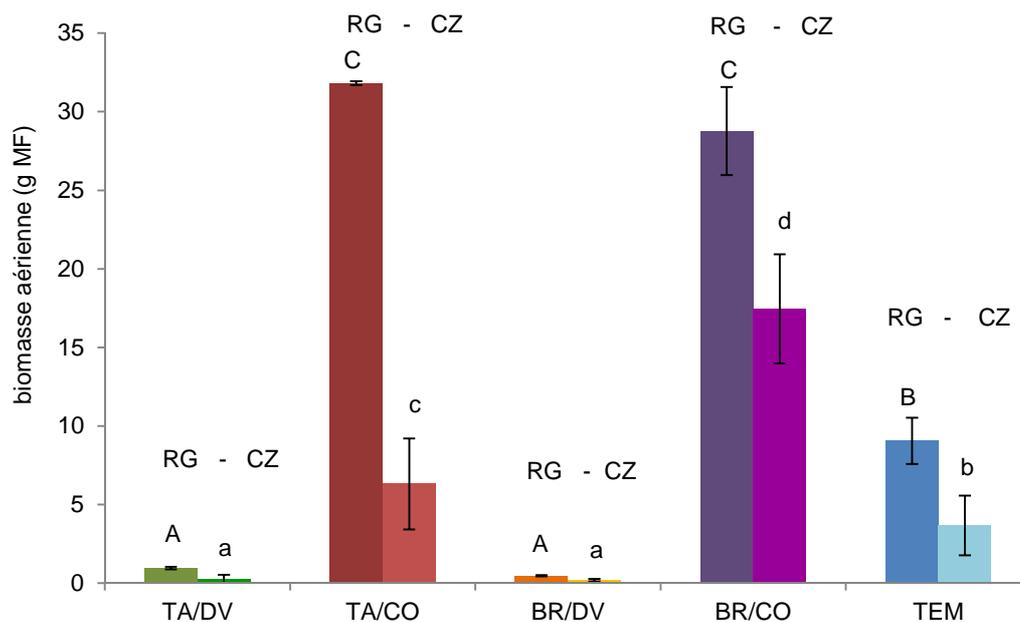


Figure V-14 : biomasse aérienne de ray-grass (RG) et de colza (CZ) produite en g de matière fraîche (MF) après 55 jours de culture en conditions contrôlées

Bilan : Statut nutritionnel des mélanges avant et après culture

Les mélanges de matériaux technognéniques présentent à l'état initial des concentrations variées en éléments (C, N et P). Les mélanges comportant CO présentent un ratio C/N équilibré qui permet aux plantes de se développer. La production végétale dans ces mélanges est significativement supérieure à celle obtenue avec le sol agricole témoin. Par ailleurs, les mélanges TA/DV et BR/DV présentent une concentration en P_{Olsen} suffisante pour la croissance végétale. L'équilibre entre C et N ne permet cependant pas une disponibilité suffisante en N pour les plantes, car il y a compétition avec les micro-organismes, qui sont nombreux et actifs. Il en résulte une production végétale faible, voire quasi absente en raison du phénomène de « faim d'azote ».

2.4. Transferts du P du compartiment « mélange » vers la plante

2.4.1. Evolution de l'état chimique de la solution du sol et du statut du P au cours du temps, en absence de plantes.

A l'état initial, avant culture, les concentrations en P disponible des substrats sont assez contrastées. La concentration la plus faible en P_{Olsen} est celle du sol témoin avec $0,126 \text{ g.kg}^{-1}$ et ensuite par ordre croissant la concentration des mélanges est : TA/DV $0,283 \text{ g.kg}^{-1}$, TA/CO, $0,368 \text{ g.kg}^{-1}$; BR/DV $0,522 \text{ g.kg}^{-1}$ et BR/CO $0,579 \text{ g.kg}^{-1}$. Les concentrations des mélanges et du témoin augmentent légèrement au bout de 55 jours pour la modalité sol nu (SN), excepté dans TA/DV pour lequel la concentration en P_{Olsen} diminue de $0,283$ à $0,205 \text{ g.kg}^{-1}$ (Tableau V-7).

Tableau V-7 : concentration en P_{Olsen} (g.kg^{-1}) à l'état initial et après 55 jours d'évolution en absence de plante (SN)

	t_0 (g.kg^{-1})	55 jours-SN (g.kg^{-1})
Témoin	0,126	0,166
TA/DV	0,283	0,205
TA/CO	0,368	0,378
BR/DV	0,522	0,648
BR/CO	0,579	0,658



Les teneurs en P_{Olsen} pour les mélanges intégrant CO et DV – et ceci pour une même matière minérale - sont proches à t_0 . Cependant, BR/CO et BR/DV présentent deux fois plus de P disponible que TA/CO et TA/DV. Les mélanges avec brique contiennent également deux fois plus de MO en masse, caractéristique pouvant expliquer la teneur deux fois plus élevée en P. Il faut également considérer le fait que BR contient initialement dix fois plus de P_{Olsen} que TA ($0,03$ contre $0,002 \text{ g.kg}^{-1}$). Au cours du temps, une partie du P est libéré en solution, sauf pour le mélange TA/DV. On peut faire l'hypothèse qu'une fraction du P est transformée dans le mélange TA/DV ou qu'elle a été immobilisée, ou encore consommée par les micro-organismes. Si on confronte ces données aux valeurs de pH (Figure V-15), on constate que le pH des mélanges de matériaux technogéniques a tendance à

augmenter de 0,1 pour BR/CO à 0,4 pour TA/DV, TA/CO et BR/DV pendant les 55 jours sans culture. Pour le mélange BR/CO, le pH augmente très légèrement de 7,43 à 7,52. Pour les autres mélanges, le pH passe respectivement de 8,07 à 8,47 pour TA/DV, de 7,61 à 8,02 pour TA/CO, et de 7,69 à 8,1 pour BR/DV (Figure V-15).

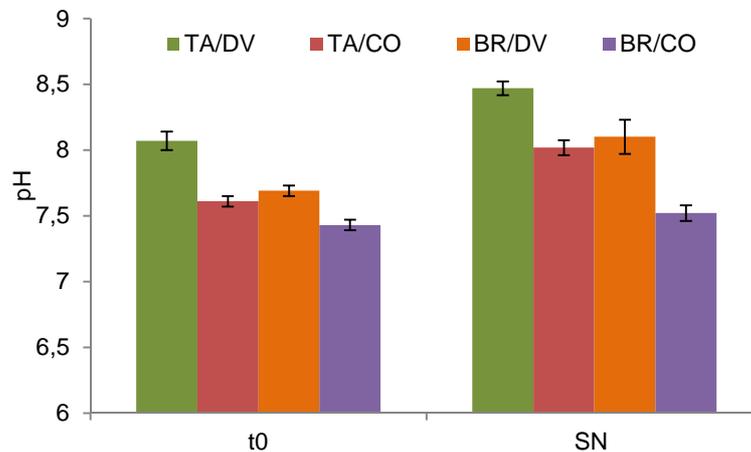


Figure V-15 : évolution du pH des mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV et BR/CO entre t₀ et 55 jours en absence de plante (SN) en conditions contrôlées

Néanmoins, on peut se demander s'il s'agit bien d'une augmentation ou d'un effet d'hystérésis lié à un temps de stabilisation du pH de tels mélanges de matériaux technologiques.

La Figure V-16 donne une vision relative du P disponible par rapport au stock total dans chaque mélange. Les mélanges présentant la plus grande fraction de P disponible par rapport à la réserve de départ sont les mélanges intégrant DV. Vingt et un pourcents et 20 % du P_{tot} sont évalués comme étant disponibles (P_{Olsen}) pour les mélanges TA/DV et BR/DV respectivement. Dans les mélanges impliquant du CO, le P disponible ne représente qu'une faible fraction de la réserve totale avec des pourcentages de 5,1 et 3,8 respectivement pour les mélanges TA/CO et BR/CO.

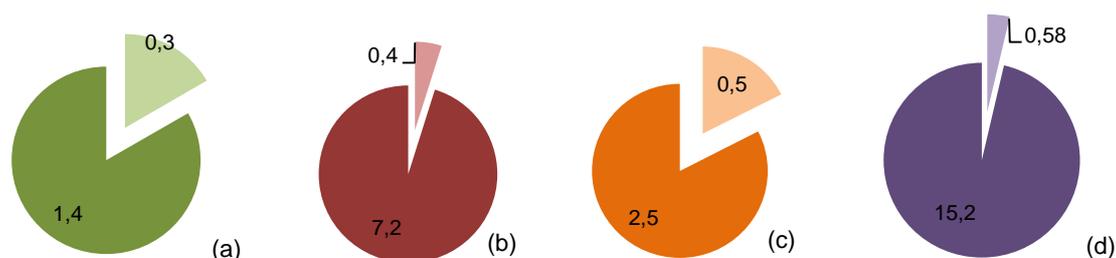


Figure V-16 : représentation de la proportion de P_{Olsen} par rapport au P_{tot} des mélanges TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c) et BR/CO (d) indiquées en g.kg⁻¹ à l'état initial t_0

2.4.2. Transfert du P vers les parties aériennes des plantes

Ce ne sont pas les mélanges qui présentent les concentrations en P_{Olsen} les plus élevées qui permettent le plus grand prélèvement de P par la plante (Figure V-17). A l'issue de 55 jours de culture de ray-grass (RG), l'accumulation de quantités de P dans les parties aériennes pour le mélange TA/CO (2,89 g.kg⁻¹) est similaire à celle mesurée sur BR/CO (2,96 g.kg⁻¹) car la fraction de P disponible (P_{Olsen}) par rapport à la réserve de P_{tot} de départ est de 5,1 et 3,8 % respectivement pour chaque mélange. Le mélange TA/DV qui présentait un P_{Olsen} 2 fois inférieur à celui de BR/DV a permis l'accumulation de 2,07 g.kg⁻¹ P dans les parties aériennes de RG contre 1,41 g.kg⁻¹ sur le substrat BR/DV. Ces résultats sont à rapprocher de la proportion de P_{Olsen} par rapport au P_{tot} des mélanges impliquant DV qui sont de 20 et 21 % respectivement pour TA/DV et BR/DV. C'est pour cette raison qu'il n'y a pas de différences significatives du prélèvement de la plante (Figure V-17) pour une même matière organique. Dans les parties aériennes de CZ, la concentration la plus élevée en P est obtenue sur le mélange TA/CO, avec une teneur de 4,21 g.kg⁻¹. Dans TA/DV et BR/CO les concentrations sont de 3,44 et 3,17 g.kg⁻¹ respectivement. Le mélange BR/DV est celui pour lequel la concentration est la plus faible, elle est de 2,39 g.kg⁻¹.

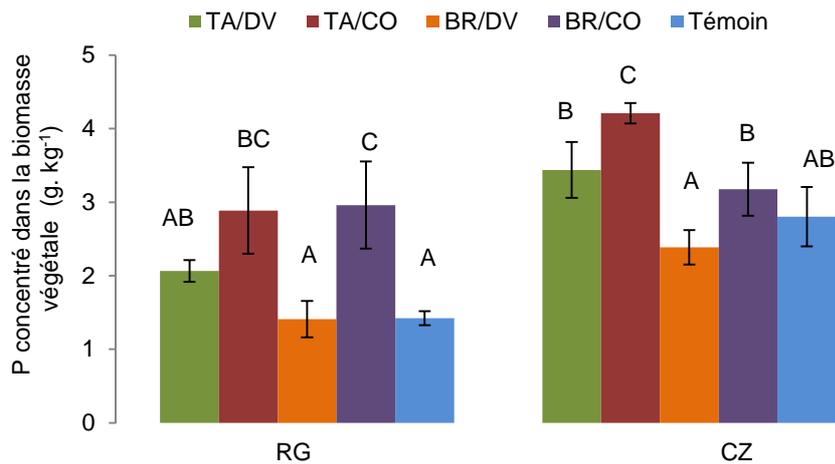


Figure V-17 : concentration du P (g.kg^{-1}) dans les parties aériennes de ray gras (RG) et de colza (CZ) cultivés durant 55 jours sur les mélanges TA/DV, TA/CO, BR/DV, BR/CO et le sol agricole témoin (Témoin), les lettres indiquent les individus qui présentent des différences significatives pour chaque modalité RG et CZ

2.4.3. Proportion de P transféré du sol à la plante après 55 jours de culture, par rapport aux réserves initiales de P_{tot}

La Figure V-18 permet de comparer les concentrations de P dans les parties aériennes avec le pool de P_{tot} de départ pour chaque mélange. Pour un même stade de développement, même si la teneur en P disponible est plus grande dans les mélanges BR/DV et BR/CO initialement, les plantes ne vont pas prélever plus de P que ce qu'elles peuvent absorber. La comparaison de fraction disponible de P dans les mélanges par rapport au stock initial de P et la comparaison du P accumulé dans les parties aériennes par rapport à ce stock de départ, permet d'avoir des informations sur la cinétique de libération et d'absorption du P par les plantes.

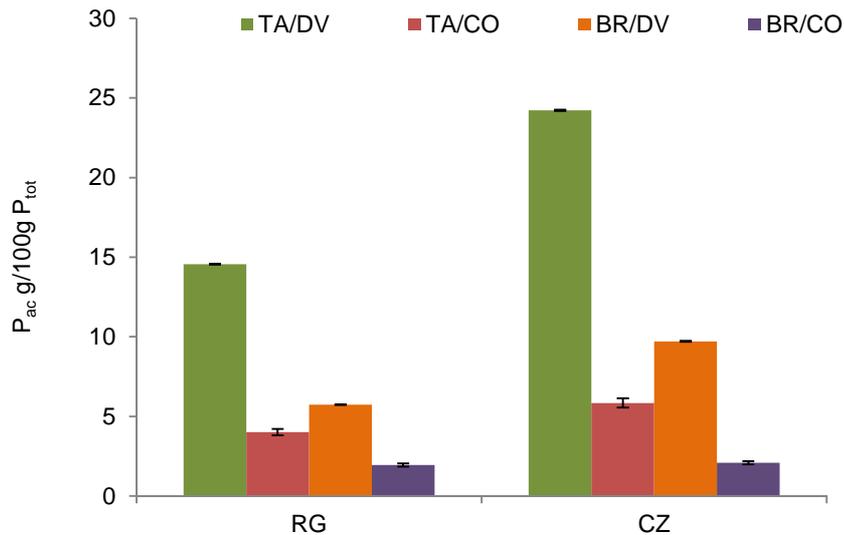


Figure V-18 : concentrations en P dans les parties aériennes (P_{ac}) de rayon gras (RG) et de colza (CZ) après 55 jours de culture par rapport au P total (P_{tot}) présent au départ dans les mélanges

On constate que pour tous les mélanges, il y a un effet de l'espèce végétale : CZ accumule une plus grande proportion de P que RG. Le colza est connu pour ses capacités à acidifier une partie de la rhizosphère grâce à l'exsudation d'acides malique et citrique (Marschner, 1995, Grinsted *et al.*, 1982; Hammond *et al.*, 2009; Hedley *et al.*, 1983; Hoffland, 1992; Hoffland *et al.*, 1989) et ainsi le « P bloqué » est solubilisé.

Dans le mélange TA/DV, les plantes RG et CZ vont respectivement prélever 14,56 et 24,23 $g \cdot 100g^{-1}$ du P initialement contenu dans le mélange (Figure V-18). Dans le mélange TA/CO, RG et CZ vont respectivement absorber 4,01 et 5,84 $g \cdot 100 g^{-1}$ du P initialement présent dans le substrat. Ceci signifie qu'au bout de 55 jours de culture, il y a solubilisation et augmentation de la biodisponibilité du P dans ces mélanges. En effet à t_0 , seuls 20% et 5,1 % du P_{tot} étaient disponibles dans les mélanges TA/DV et TA/CO respectivement (Figure V-18). Dans le mélange BR/CO, RG et CZ prélèvent respectivement 1,94 et 2,08 $g \cdot 100g^{-1}$ de la fraction totale de P présente au départ dans le mélange. Sur BR/DV, RG et CZ ont déjà consommé respectivement 5,74 et 9,72 $g \cdot 100g^{-1}$ de la réserve de P_{tot} présente initialement.

Les résultats obtenus pour les mélanges contenant DV sont étonnants dans la mesure où les concentrations de P accumulé dans les parties aériennes semblent

très élevées proportionnellement à la biomasse produite et par rapport au pool de P_{tot} de départ.

***Bilan : Transfert du P du compartiment solide du mélange
vers la plante***

Les lois qui régissent les transferts sol-plante du P sont complexes, fortement liées à la chimie du milieu et à la nature des MO et leur état de dégradation. On constate que dans les mélanges, les transferts du P vers la plante dépendent de la nature des MO présentes. Les mélanges terre acide/déchets verts (TA/DV) et brique/déchets verts (BR/DV) contiennent proportionnellement d'avantage de P inorganique directement disponible pour la plante. Cette fraction est très rapidement absorbée et accumulée dans les tissus végétaux. Les mélanges terre acide/compost (TA/CO) et brique/compost (BR/CO) contiennent une proportion plus faible de P disponible. Ces mélanges présentent cependant une réserve plus grande de P_{tot} pour lequel la cinétique de libération en solution semble plus lente. Cette cinétique est potentiellement liée à la présence de MO stables dans les mélanges renfermant du compost.

2.5. L'espace poral, un lieu de transfert d'éléments

L'espace poral est constitué successivement d'air, d'eau, de solution de sol ou de racines. Le prélèvement des nutriments par la plante implique, comme nous avons pu le démontrer précédemment, l'accessibilité chimique des formes de P assimilables par la plante. L'accessibilité physique est également à prendre en compte et passe par l'étude de l'espace poral généré par le phénomène d'agrégation.

2.5.1. Conductivité hydraulique à saturation

La conductivité hydraulique à saturation du sol (notée K_s) est une manifestation de l'effet de résistance à l'écoulement dû aux forces de frottements (Musy and Soutter, 1991). Elle dépend de la texture et de la structure du sol (**Tableau V-8**). Au niveau textural, la distribution granulométrique des particules détermine la surface spécifique du matériau et ainsi de l'importance des forces d'adsorption dont découlent les frottements. Au niveau structural, le mode d'agencement des particules (forme et taille des pores) détermine les profils de vitesse mais également les trajectoires d'écoulement.

Tableau V-8 : ordre de grandeur de la conductivité hydraulique à saturation dans les sols de différentes textures (Musy & Soutter, 1991)

Type de sol	K_s (m.s ⁻¹)	K_s (m.j ⁻¹)
Sol argileux	10^{-7} à 10^{-6}	0,001 à 0,1
Sol limoneux	10^{-6} à 10^{-5}	0,1 à 1
Sable fin	10^{-5} à 5.10^{-5}	1 à 5
Sable moyen	5.10^{-5} à $2,5.10^{-4}$	5 à 20
Sable grossier	$2,5.10^{-4}$ à 10^{-3}	20 à 100
Gravier	$>10^{-3}$	> 100

Ainsi, la conductivité hydraulique sera plus élevée dans un sol très poreux, fracturé ou agrégé que dans un sol compact et dense (Hillel, 2003). Cette capacité d'écoulement de l'eau a été mesurée dans les mélanges de matériaux technogéniques lors de l'expérience d'alternance HD et les résultats sont présentés sur le Tableau V-9.

Tableau V-9 : conductivité hydraulique à saturation (K_s) des mélanges à l'issue de 0, 1(C_1), 2 (C_2), 4 (C_4), 8 (C_8) cycles d'HD et pour l'échantillon humide (H), exprimée en $m.s^{-1}$

Cycles/ K_s ($m.s^{-1}$)	TA/DV	TA/CO	BR/DV	BR/CO
C_0	$1,8.10^{-4}$	$1,8.10^{-5}$	$2,8.10^{-4}$	$2,8.10^{-4}$
C_1	$1,3.10^{-4}$	$9,9.10^{-5}$	$6,0.10^{-4}$	$3,0.10^{-4}$
C_2	$4,4.10^{-5}$	$7,4.10^{-5}$	$2,7.10^{-4}$	$1,9.10^{-4}$
C_4	$4,9.10^{-5}$	$7,4.10^{-5}$	$2,3.10^{-4}$	$2,5.10^{-3}$
C_8	$5,0.10^{-4}$	$1,1.10^{-4}$	$2,31.10^{-4}$	$7,6.10^{-4}$
H	$2,2.10^{-4}$	$1,4.10^{-4}$	$2,3.10^{-4}$	$2,2.10^{-4}$

On constate que les mélanges présentent des conductivités hydrauliques à saturation proches de celle des sables. Le mélange TA/DV présente des conductivités proches des sables moyens après chaque cycle avec une valeur finale de $2,2 \cdot 10^{-4} m.s^{-1}$. Pour le mélange TA/CO la conductivité hydraulique correspond à celle de sables grossiers, sauf à l'état initial où elle correspond à celle d'un sable fin. Concernant les mélanges avec BR, on se rend compte que la conductivité hydraulique à saturation est plus élevée que pour les mélanges précédents, ce qui indique des milieux plus poreux. Pour le mélange BR/DV, quel que soit le nombre de cycles HD subis, la conductivité est comprise entre 2,3 et $6 \cdot 10^{-4} m.s^{-1}$ ce qui correspond à des sables grossiers. La conductivité hydraulique à saturation du mélange BR/CO est plus sensible à la succession de cycles HD et la conductivité hydraulique à saturation est plus faible après 2 cycles mais beaucoup plus élevée à 4 cycles où on atteint une conductivité proche de celle des graviers ($2,5 \cdot 10^{-3} m.s^{-1}$). Les courbes de l'infiltration cumulée dans chaque mélange à l'état initial permettent de constater deux différences principales en fonction des matières minérales apportées en mélange. Les mélanges avec TA présentent une infiltration cumulée beaucoup plus faible que les mélanges avec BR. L'infiltration cumulée reste inférieure à 1 cm et l'eau s'infiltré plus lentement dans les mélanges TA/DV et TA/CO tandis que la quantité d'eau infiltrée en cumulée dans le mélange BR/DV s'élève jusqu'à 2,3 cm et en moins de $25 s^{1/2}$ et environ 1,5 cm d'eau s'infiltré en moins de $20 s^{1/2}$ dans le mélange BR/CO. Ces résultats montrent que (i) soit les mélanges contenant BR présentent une plus grande macroporosité que les mélanges avec TA (ii) soit l'eau prend des chemins préférentiels d'écoulement dans l'échantillon. Cela peut aussi se justifier par le fait que BR présente 2 fois plus de sables que TA (résultats de l'analyse granulométrique présentés au 1.1.3 du chapitre 4).

2.5.2. Potentiel capillaire et rayon de pore équivalent

Pendant la dessiccation, les échantillons perdent en moyenne 70 g d'eau pour les mélanges contenant 25% de MO et 80g d'eau pour les mélanges contenant 50% de MO (Tableau V-10).

Tableau V-10 : évaluation du potentiel équivalent des échantillons de mélange après un cycle de dessiccation

mélange	Masse initiale 105°C (g)	Masse initiale humide (g)	Masse eau initiale (g)	Eau restant après dessiccation (g/100g eau)	Teneur en eau après dessiccation (g/100g)	Potentiel équivalent
TA/DV	528	750	222	0.68	0.29	<-100 kPa
TA/CO	678	902.5	224	0.68	0.23	< -100 kPa
BR/DV	452	717	265	0.70	0.41	-100kPa
BR/CO	603	844.5	241	0.67	0.27	< -100 kPa

Cette perte représente 30 à 33% de l'eau contenue dans le mélange avant dessiccation. En se basant sur les courbes de rétention en eau (présentées en Annexe) des mélanges toujours humides, on constate que l'humidité après dessiccation correspondrait à un potentiel inférieur ou égal à -100 kPa et que les pores remplis ont alors un rayon inférieur à 1,44 μm . Les pores restant vides relèvent alors de la macro-porosité (rayon de pore supérieur à 15 μm) et d'une partie de la micro-porosité. La répartition volumique de ces pores est donc calculée à l'aide des courbes de rétention en eau. Les courbes de rétention en eau sont présentées en Annexe VI. La distribution des tailles des pores influence la localisation des micro-organismes mais également celle de l'eau et de l' O_2 .

Les calculs réalisés à partir des courbes de rétention en eau ont permis de déterminer le volume d'eau pour les classes de pores de la macroporosité, pour chaque mélange, après chaque cycle HD subi. Le mélange BR/DV présente la macroporosité totale initiale la plus forte ($0,28 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$) et celle-ci augmente jusqu'à $0,34 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$ après 8 cycles HD. L'autre mélange avec BR a une macroporosité initiale de $0,22 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$ qui diminue vers $0,18 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$ après 8 cycles. Pour les mélanges avec TA, la macroporosité initiale est plus faible (environ $0,18 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$) mais elle augmente

après 8 cycles jusqu'à $0,23 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$ pour TA/DV et se maintient à la même, valeur pour TA/CO. Donc DV favorise une augmentation de la macroporosité totale au cours des cycles HD.

L'observation de la distribution de la macroporosité montre que les mélanges contenant DV sont ceux qui présentent les plus larges volumes de pores de la classe $28,8\text{-}144 \mu\text{m}$ (Figure V-19 (a) et (c)). Pour les mélanges TA/CO et BR/CO, le volume des pores intermédiaires est beaucoup moins prédominant (Figure V-19 (b) et (d)). Les évolutions des volumes de pores $> 144 \mu\text{m}$ entre le 1^{er} et le 8^{ème} cycle HD dépendent du type de mélange (i) dans TA/DV, on constate une augmentation forte de $0,01$ à $0,052 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$; (ii) dans le mélange TA/CO le volume diminue fortement de $0,074$ à $0,031 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$ au profit d'une augmentation du volume de pores intermédiaires de $28,8\text{-}144 \mu\text{m}$; (iii) dans le mélange BR/DV une forte diminution de $0,15$ à $0,057 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$ est observée au profit d'une augmentation du volume des pores intermédiaire des pores plus fins ($14,4\text{-}28,8\mu\text{m}$); (iv) le mélange BR/CO montre aussi une diminution de $0,076$ à $0,013 \text{ m}^3 \cdot \text{m}^{-3}$ au profit des pores très fins de $14,4\text{-}28,8 \mu\text{m}$. Ces données sont en accord avec les résultats obtenus sur l'agrégation puisque seul le mélange TA/DV présente au bout de 8 cycles la formation de macro-agrégats de diamètres compris entre $3,15$ et 5 mm , ce qui n'est pas le cas pour les autres mélanges qui au contraire voient le volume des pores intermédiaires et plus fins augmenter.

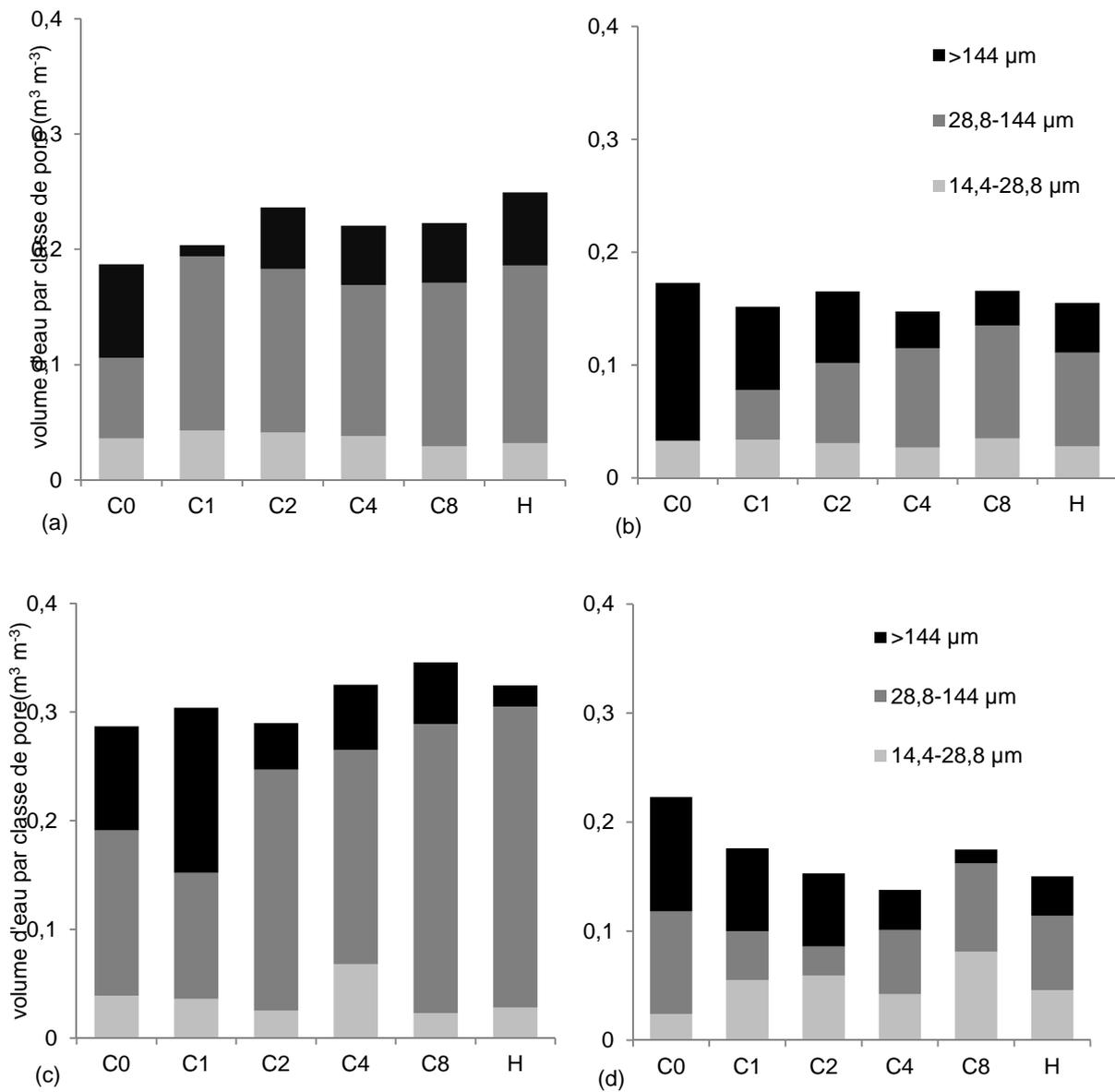


Figure V-19 : distribution des volumes des pores par classes de rayon équivalent pour les 4 mélanges testés TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c), et BR/CO (d) à 0 (C0), 1 (C1), 2 (C2), 4 (C4) et 8 cycles (C8) et pour le témoin maintenu humide (H) à l'issue de l'expérience HD

2.5.3. Analyse quantitative de la distribution des agrégats

Les résultats de l'analyse quantitative des agrégats inférieurs à 3,15 mm présentés sur la Figure V-20, apportent des informations sur la formation de nouveaux agrégats à l'issue des cycles HD. Ainsi, au sein du mélange TA/DV, on constate qu'entre l'état initial et le cycle 2 on a une augmentation des agrégats supérieurs à 0,5 mm avec une forte proportion d'agrégats 0,5-1 1-2 mm et supérieurs à 3,15 mm. Cela au profit d'une diminution des fractions plus fines et notamment la fraction 0,05-0,2mm. Cela signifie qu'en plus des agrégats de diamètres supérieurs à 3,15 mm qui ont pu être récoltés pour les analyses de stabilité structurale, des agrégats entre 0,5 et 2 mm se formaient (Figure V-20 (a)).

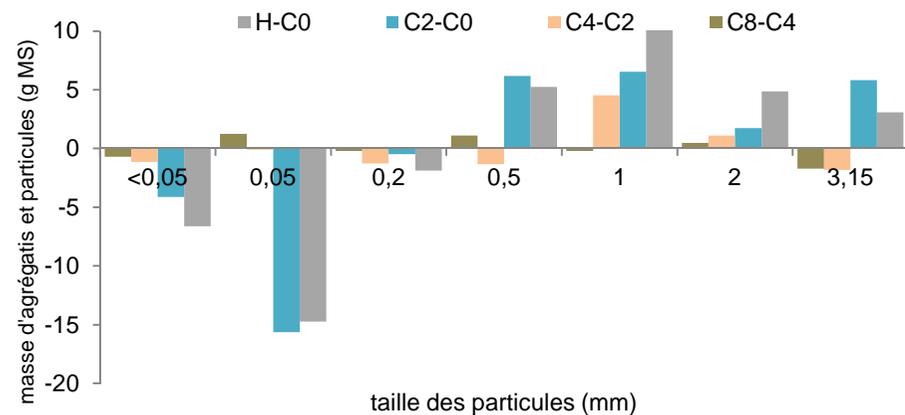
Au sein du mélange TA/CO, peu d'évolution de distribution granulométrique est observée, les nouveaux agrégats formés ou réassociés entre eux ou désagrégés correspondent à des masses inférieures à 5 g. Entre l'état initial et le cycle 2, on observe la formation de macro-agrégats de diamètre supérieur à 3,15 mm au profit d'une diminution des fractions 1-2 , 0,05-0,2 et inférieures à 0,005 mm, ce qui révèle l'association de micro agrégats ou de particules entre eux. Entre l'état initial et après 56 jours d'incubation (témoin maintenu humide), on constate le même type d'évolution qu'entre C0 et C2 avec moins d'agrégats supérieurs à 3,15 mm formés mais des agrégats 2-3,15 mm nouvellement formés (Figure V-20 (b)). Entre C2 et C4 et C4 et C8 on remarque essentiellement la formation d'agrégats 1-2 mm.

Au sein du mélange BR/DV, entre C0 et C2 on constate la formation de quelques agrégats 0,2-0,5 m ; entre C2 et C4 la formation de quelques agrégats 1-2 mm au profit d'une diminution des agrégats 0,5-1 et 0,2-0,5 mm. De même, entre C4 et C8, quelques agrégats 1-2 mm sont formés au profit cette fois de d'une diminution d'agrégats 0,05-0,2 et inférieurs à 0,05 mm (Figure V-20 (c)).

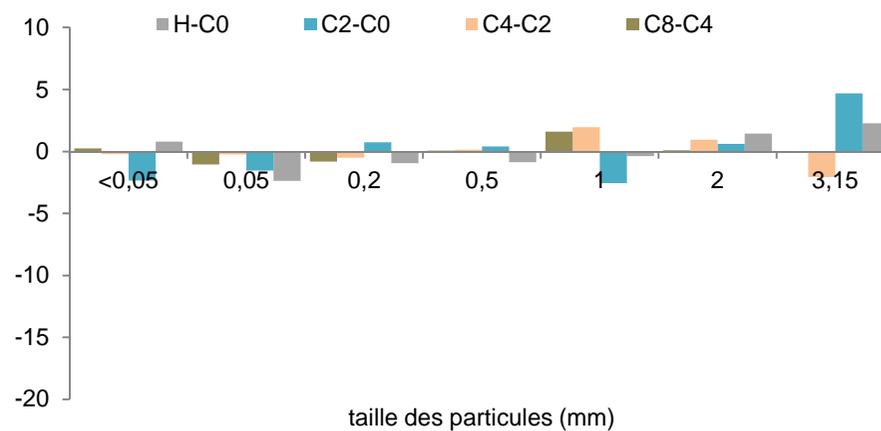
Enfin pour le mélange BR/CO, entre l'état initial et C2 (respectivement 56 jours maintenu humide), la disparition d'agrégats 0,5-1 et 1-2 mm au profit de l'augmentation des fractions fines inférieures à 0,05 mm et de 0,05-0,2 mm est remarquable. Entre C2 et C4, on observe seulement la formation de quelques agrégats 0,5-1 mm (Figure V-20 (d)).

Les résultats présentés dans ce paragraphe permettent d'apporter de nouveaux éléments sur les mélanges pour lesquels aucun agrégats de diamètre supérieur à

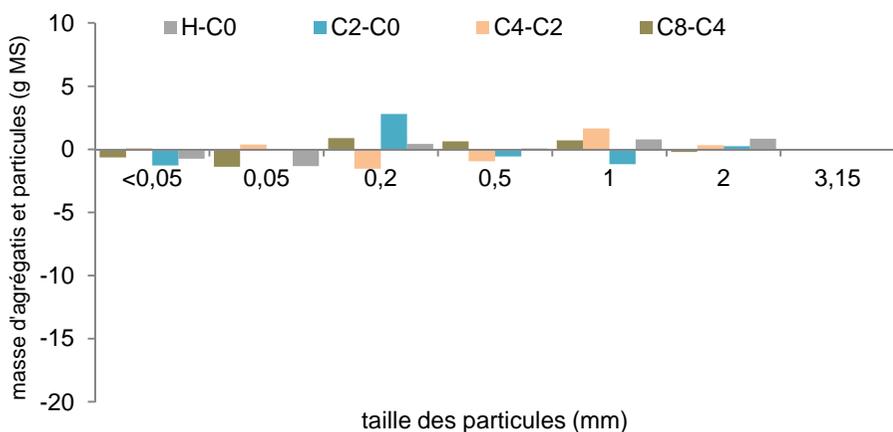
3,15 mm se sont formés (*e.g.* BR/DV et BR/CO). Il semblerait que, dans ces mélanges la micro-agrégation prédomine.



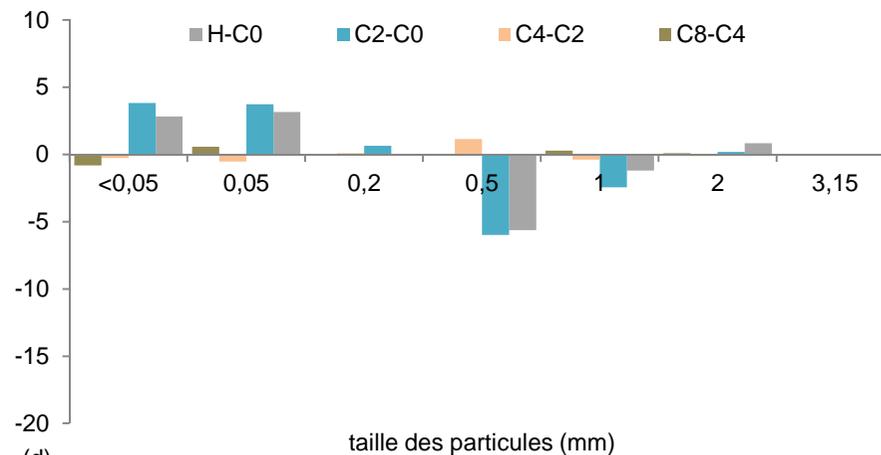
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure V-20 : évolution de la distribution des agrégats inférieurs à 0,05 mm, 0,05-0,2 ; 0,2-0,5 ; 0,5-1 ; 1-2, 2-3,15 et supérieurs à 3,15 mm formés dans les mélanges TA/DV (a), TA/CO (b), BR/DV (c) et BR/CO (d) entre l'état initial et l'échantillon témoin humide (H) durant 56 jours (H-C0), entre l'état initial et le cycle 2, entre les cycles HD 4 et 8, 2 et 4

3. Conclusion du chapitre 5

En confrontant les résultats de mesure d'agrégation et ceux de transfert de nutriments dans les mélanges, nous avons pu démontrer qu'il n'y avait pas de corrélations directes entre les deux paramètres choisis (MWD et P_{Olsen}) pour chacun des processus pédogénétiques. Les hypothèses proposées dans le chapitre précédent concernant le rôle de la nature des matières organiques ont été confortées par les nouveaux résultats présentés. Les potentiels de minéralisation et les évaluations quantitative et qualitative de la biomasse microbienne ont permis de montrer que : (i) les mélanges impliquant DV présentent une cinétique de minéralisation environ 4 fois plus rapide que celle des mélanges impliquant CO, (ii) la biomasse microbienne qui se développe dans les mélanges impliquant DV est 5 à 10 fois plus élevée que dans les mélanges impliquant CO, (iii) la flore microbienne dans les deux types de mélanges est assez différente, la microflore dans DV est vivante et en activité alors que celle de CO est plutôt en résilience.

Les transferts de P des mélanges vers la plante sont également fortement influencés par la nature des MO mises en mélange. Les mélanges TA/DV et BR/DV contiennent une forte proportion de P inorganique (P_{Olsen}) par rapport à la réserve initiale totale de P (P_{tot}). Tout le P est rapidement transformé et consommé par la plante. Par ailleurs, les mélanges TA/CO et BR/CO présentent une proportion plus faible de P disponible par rapport au P_{tot} . Néanmoins, la réserve totale est plus grande et la libération semble être plus progressive étant donné que seulement 5,1 et 4% de la réserve de P_{tot} est accumulée dans les parties aériennes au bout de 55 jours de culture. Ainsi, les mélanges impliquant CO permettent une libération plus lente et donc plus durable.

L'équilibre nutritionnel entre C, N et P est assez contrasté pour les mélanges étudiés. Toujours en lien avec la nature des MO, les mélanges TA/DV et BR/DV présentent un C/N élevés qui provoque assez rapidement une « faim d'azote » ne permettant pas une croissance optimale des végétaux (RG et CZ). Les mélanges TA/CO et BR/CO présentant des C/N plus faibles sont très favorables à la croissance végétale.

Ainsi, les mélanges impliquant DV ont une dégradation rapide des MO qui permet la formation de macro-agrégats et la formation ou le maintien d'une macroporosité élevée, tout en limitant la libération optimale des éléments nutritifs pour la croissance végétale malgré une libération très rapide du P. En revanche, les mélanges TA/CO et BR/CO présentent des agrégats de petits diamètres (< 1 mm), une macroporosité plus faible et une libération progressive du P qui est accumulé dans les parties aériennes des végétaux.

VI. Chapitre 6 : Synthèse des résultats et Discussion générale

1. Apport de connaissances à la définition des Technosols construits

Si on reprend les définitions proposées dans le référentiel pédologique français (RPF) (Baize & Girard, 2008), les **anthroposols reconstitués** et les **anthroposols construits** sont issus d'opérations de « génie pédologique » : actes volontaires de fabrication d'un « sol » avec des objectifs précis, en particulier pour obtenir un milieu aussi fertile que possible dans le cadre d'opérations de végétalisation. Les anthroposols reconstitués résultent de l'activité humaine en zone urbaine et périurbaine, par l'utilisation de matériaux **pédologiques transportés remaniés** puis mis en place avec ou sans matériaux organiques dans des jardins, parcs et espaces verts pour la plantation de végétaux ; les anthroposols construits quant à eux, résultent de l'utilisation de matériaux **technologiques** (e.g. technogéniques). La mise en œuvre de matériaux alternatifs à des matériaux terreux « naturels » dans des procédés de construction de Technosols à vocation de support de végétation en zone urbaine n'est pas nouvelle. Néanmoins, les matériaux utilisés étaient jusqu'à présent majoritairement des substrats organiques (e.g. composts) (Sæbø & Ferrini, 2006; Caubel *et al.*, 2009; Civeira 2010; Damas & Rossignol, 2010; Grosbellet *et al.*, 2011), minéraux (e.g., granulats de carrières) (Grabosky & Bassuk, 1996; Bassuk *et al.*, 1998) mélangés à des matériaux terreux de manière empirique afin d'obtenir des supports de culture fertiles. Ainsi, ces sols sont des intermédiaires entre l'anthroposol reconstitué et l'anthroposol construit. D'un côté, ils correspondent à des anthroposols reconstitués car ils sont constitués de terre de décapage agricole mais d'un autre côté ils sont mélangés avec des matériaux technologiques (e.g. compost, sous-produits papetier, tourbe, granulats de carrière). Ces éléments de classification peuvent être rapprochés du système de classification internationale de la WRBSR (World Reference Base for Soil Resources), qui classe les sols décrits dans les présents travaux dans la catégorie des Technosols. Ces sols sont essentiellement caractérisés par des propriétés et une pédogenèse dominée par l'origine « technique » des matériaux. Ces sols sont en général constitués (i) d'une forte proportion d'artefacts (au minimum 20 %), ces artefacts étant définis comme des

matériaux créés ou substantiellement modifiés par l'Homme et provenant d'un processus de fabrication industrielle ou artisanale qui peut modifier ses propriétés originelles ; (i) un scellement continu imperméable ou une géomembrane construite et/ou ; (iii) des matériaux rocheux techniques d'origine anthropique (Rossiter, 2007). Les Technosols de la WRB représentent une classe de sols très contrastés. Les sols construits tels qu'ils sont décrits dans ces travaux sont finalement au carrefour des classifications nationale et internationale et le terme de « Technosol construit » permet d'en compiler les traits caractéristiques. Rares sont les travaux menés dans une optique de généralité des techniques de construction de Technosols fertiles, et ce, ni dans la méthode de choix des matériaux constitutifs, ni dans la méthode de formulation des différents mélanges constitutifs du Technosol. Ainsi, le fonctionnement et l'évolution de ces Technosols en termes de fertilité physico-chimique sont encore très peu documentés.

L'originalité des travaux de Thèse consiste alors à :

- proposer une méthodologie générique pour sélectionner des déchets représentatifs des gisements disponibles en France et présentant un potentiel vis-à-vis de la construction de Technosols fertiles,
- évaluer le potentiel fertile des 11 matériaux sélectionnés par une caractérisation adaptée de leur état initial, avant mélange,
- formuler des combinaisons de mélanges de ces matériaux et caractériser leur fertilité physico-chimique dans leur état initial, point de départ d'une modélisation et d'une prédiction de leur fertilité physico-chimique au cours du temps,
- étudier l'évolution au cours du temps de l'agrégation et du transfert d'éléments nutritifs (en particulier P) de la phase solide vers la solution du sol des mélanges choisis. Les effets des facteurs pédogénétiques (e.g. anthropique, climat, biologique) sur la qualité physique et chimique ont été testés par le biais de trois approches expérimentales en conditions contrôlées mettant en œuvre des Technosols construits modèles : expérience d'incubation, expérience d'alternance

de cycles humectation/dessiccation, culture de végétaux aux systèmes racinaires et à stratégies rhizosphériques contrastés (ray-grass et colza).

→ valider les hypothèses de fertilité obtenues à partir de modèles de prédiction.

L'objectif de ce chapitre est de discuter les principales méthodes et résultats de l'ensemble des travaux menés, de consolider les principales conclusions en fonction des questions scientifiques posées et enfin, de proposer un modèle conceptuel d'évolution des processus d'agrégation et de libération d'éléments nutritifs dans les Technosols construits.

2. Contribution à la compréhension des processus pédogénétiques au sein des Technosols

Les résultats acquis au cours des travaux menés autour de l'agrégation des Technosols construits à partir de déchets et sous-produits sont présentés sous forme d'un schéma de synthèse (Figure VI-1).

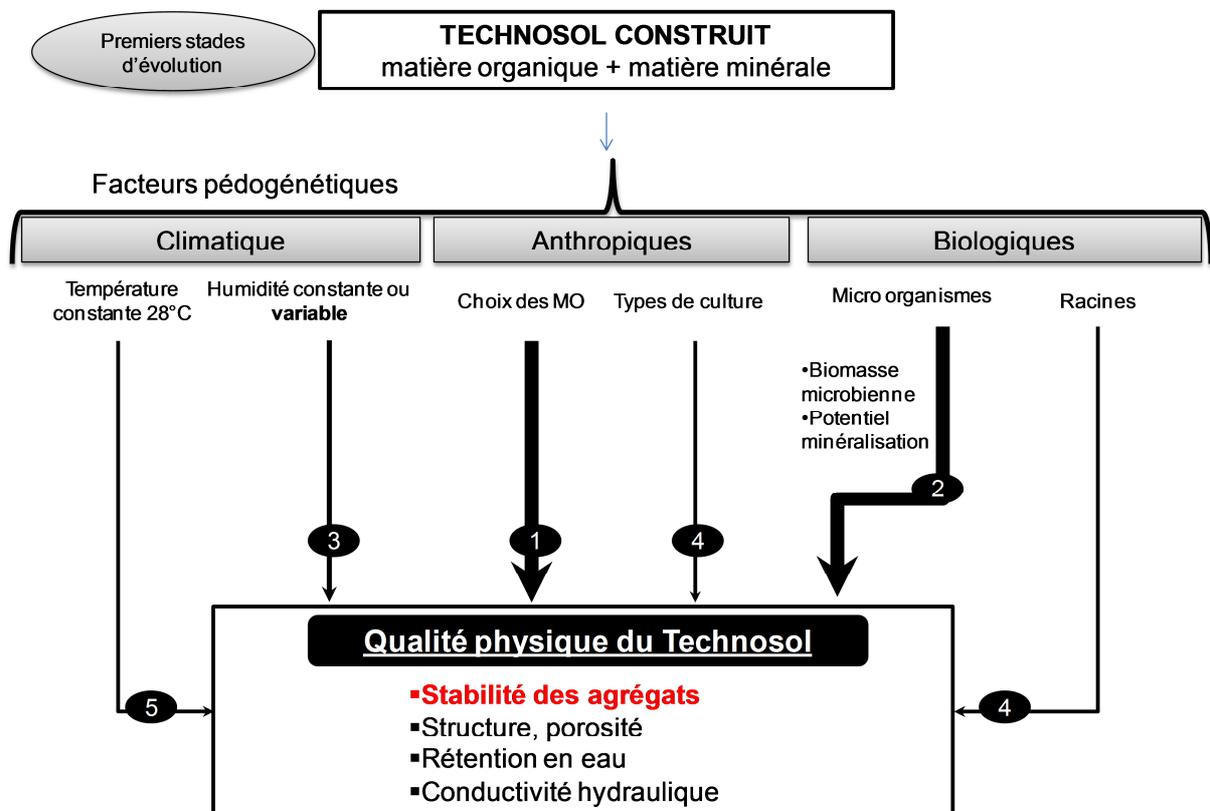


Figure VI-1 : schéma de synthèse sur l'impact des différents facteurs pédogénétiques sur le processus d'agrégation dans les Technosols construits à partir de déchets dans les premiers stades de formation et d'évolution. Les numéros en noir indiquent l'ordre hiérarchique de l'effet des facteurs sur la qualité physique du Technosol

2.1. Agrégation dans les Technosols construits

2.1.1. Comment évaluer le processus d'agrégation ?

L'agrégation est un phénomène complexe qui a mobilisé les scientifiques depuis des décennies. La structure d'un sol est en effet un facteur clé de son fonctionnement, de sa capacité à être support de végétation et support de vie des organismes. L'agrégation joue ainsi un rôle particulier en regard de la séquestration du carbone du sol et de préservation de la qualité des eaux (Bronick & Lal, 2005). Si la stabilité des agrégats est un indicateur de la structure des sols (Six *et al.*, 2000), il n'existe cependant toujours pas de méthode admise de façon universelle et harmonisée pour l'étude de la structure des sols. Il faut toutefois mentionner un grand nombre de travaux orientés vers l'étude de la stabilité structurale (Yoder, 1936; Le Bissonnais, 1996; Cosentino *et al.*, 2006; Abiven *et al.*, 2007; Abiven *et al.*, 2008; Abiven *et al.*, 2009; Baize *et al.*, 2013). On peut assimiler la stabilité structurale à la stabilité des agrégats, qui correspond à la capacité d'un sol à conserver son organisation spatiale (*e.g.* solide, vides, agrégats), lorsqu'il est exposé à différentes contraintes (Cosentino *et al.*, 2006). Dans nos travaux, notre intérêt s'est porté sur l'étude des macro-agrégats supérieurs à 2000 μm .

Compte tenu de la difficulté à déterminer le point de départ de la pédogenèse des Technosols construits et la difficulté à déterminer si les associations organo-minérales qui se créent constituent des agrégats, notre étude s'est voulue **complémentaire** de l'approche qui a été menée jusqu'à présent sur l'agrégation des Technosols construits. En effet, les travaux de Jangorzo (2013), Monsérié (2009) et Séré (2007) ont étudié la néoformation des associations organo-minérales dans des Technosols construits. Monsérié *et al.* (2009) ont essentiellement observé des agrégats issus de la fraction fine (2-200 μm) et n'ont pas exploré les associations de plus grand diamètre. Les travaux de Jangorzo (2013) ont quant à eux apporté de nombreux résultats sur la quantification des agrégats créés dans des Technosols construits et également sur la dynamique de la porosité et de l'agrégation dans ces sols (Jangorzo *et al.*, 2013a; Jangorzo *et al.*, 2013b). Néanmoins, la stabilité à l'eau des agrégats quantifiés et soumis à l'influence des facteurs pédogénétiques n'a pas été testée.

Ainsi, nos travaux menés sur la stabilité des agrégats 3,15-5 mm néoformés dans les Technosols construits à partir de déchets complètent les connaissances acquises sur l'agrégation dans les Technosols construits. Des éléments complémentaires sont également apportés sur l'influence de différents facteurs pédogénétiques (e.g. climatique, anthropique, biologique) sur la stabilité des agrégats néoformés à partir de matériaux technogéniques au cours du temps.

2.1.2. Quels sont les impacts des facteurs pédogénétiques sur le processus d'agrégation dans les Technosols ?

Différents facteurs de l'agrégation ont pu être testés dans les différents dispositifs qui ont été mis en place dans le cadre de la Thèse, à la fois des facteurs internes (e.g. MO et minéralogie des argiles) et externes (e.g. climat, activité biologique).

2.1.2.1. Impact de la matière organique sur le processus d'agrégation

Les travaux que nous avons menés, indiquent que le facteur dominant qui influence la stabilité des agrégats est le choix de la matière organique (MO). Cela concorde avec les résultats des travaux réalisés par Badin *et al.*, (2009) qui ont permis de démontrer l'influence de la MO sur l'agrégation de matériaux provenant d'un Technosol de bassin d'infiltration. Les travaux de Jangorzo (2013) ont également révélé le rôle prépondérant de la MO (et des carbonates) dans la formation des associations organo-minérales dans les Technosols construits. Dans le cas d'étude de Technosols, le facteur « matière organique » est considéré comme résultant du choix de matériaux par l'Homme, on qualifie ce facteur d'anthropique. Les MO volontairement incorporées dans des sols construits, d'origine végétale, animale ou microbienne, sont en effet connues pour participer à la stabilité structurale des sols naturels, étant donné que la dynamique des MO (biodégradation, humification) est étroitement liée à la dynamique de l'agrégation (Tisdall & Oades, 1982; Oades, 1984; Chenu *et al.*, 2000).

2.1.2.2. Impact du climat sur le processus d'agrégation

Deux agents climatiques ont pu être testés lors des expérimentations : la température et l'humidité. Les mélanges de matériaux ont été soumis à une température constante durant 0, 16, 32, 64, 78 et 92 jours, lors d'une première expérience d'incubation à 28°C en conditions contrôlées. Nos travaux n'ont pas permis de démontrer clairement l'influence de la température sur le processus d'agrégation. Afin de montrer un impact de la température sur l'agrégation, des températures plus faibles auraient pu être testées et notamment à l'échelle du terrain. Une deuxième expérience d'alternance de cycles humectation–dessiccation (HD) a permis d'évaluer l'influence des altérations liées aux régimes hydriques. (i) D'une part, les modifications des niveaux d'humidité (cycles HD) influencent l'agrégation de façon positive dans les mélanges contenant DV entraînant la formation d'agrégats plus stables (MWD multiplié par 2). Ces résultats sont en accord avec les travaux menés par Bravo-Garza *et al.*, (2009) qui ont démontré que l'ajout de MO au C/N élevé (*e.g.* résidus de maïs, ratio C/N=58) auxquels sont appliqués des alternances de cycles HD augmente la formation de macro agrégats stables. (ii) Par ailleurs, les alternances de cycles HD n'ont pas d'impact sur la stabilité des agrégats produits dans les mélanges contenant CO.

En réalité, les modifications du niveau d'humidité affectent l'activité microbienne, et altèrent les taux de décomposition des matières organiques (Bronick et Lal, 2005). Ainsi, la stabilité des agrégats des mélanges contenant les MO présentant une activité microbienne forte (*e.g.* mélanges TA/DV et BR/DV) est affectée par l'alternance des cycles HD alors que la stabilité des agrégats des mélanges contenant des MO où l'activité microbienne est latente est très peu affectée par les cycles HD. L'alternance HD provoque une accélération de la minéralisation du C et par conséquent une désagrégation dans les sols présentant des MO non dégradées (Degens & Sparling, 1995). Alors que dans les sols présentant des MO stables, la présence de substances humiques est susceptible de maintenir la stabilité des agrégats les rendant moins sensibles aux alternances HD (Piccolo *et al.*, 1997). Dans les Technosols construits, ce phénomène ne semble pas si évident, néanmoins, nous avons pu montrer que des agrégats contenant des MO stables étaient peu voire insensibles à l'alternance de cycles HD. Ces résultats sont à

nuancer car les agrégats présentaient un diamètre moyen pondéré inférieur à 0,8 mm et correspondaient à des agrégats instables selon Le Bissonnais (1996).

2.1.2.3. Impact du facteur biologique sur le processus d'agrégation

Le dernier dispositif testé consiste à cultiver deux espèces végétales présentant des systèmes racinaires aux activités et architectures contrastées. Les travaux montrent des résultats marquants :

- Les agrégats produits dans les conditions de l'expérience sont 2 à 3 fois plus stables que ceux produits sans culture (*e.g.* TA/DV et BR/DV).
- La stabilité plus élevée de ces agrégats ne semble pas liée à l'influence des racines étant donné que de faibles quantités de biomasse ont été produites sur ces mélanges. La forte minéralisation dans ces mélanges a provoqué une augmentation de température qui en plus du phénomène de faim d'azote ont provoqué un ralentissement de la croissance végétale. Il semblerait que les conditions non limitantes en oxygène ont été plus favorables dans les conditions expérimentales de culture que dans les autres expériences.
- L'effet des racines n'est pas observé de façon significative sur les agrégats des mélanges de matériaux technogéniques. Néanmoins, un effet des racines de colza couplé à l'action des microorganismes en activité du sol est observé dans le mélange TA/DV uniquement.

▪
A l'issue des résultats, des recommandations peuvent être formulées (i) sur le moment de semis de graines sur de tels substrats qui est à retarder, afin de permettre une stabilisation des MO et une augmentation de la stabilité des agrégats ; et (ii) sur la formulation de nouveaux mélanges intégrant deux types de MO, dont l'une serait en cours de dégradation permettant la production d'agents stabilisant et une autre MO stable permettant la libération progressive des nutriments et permettant d'assurer la production de biomasse.

2.1.2.4. Hiérarchisation des effets influençant l'agrégation

Par ordre croissant, une hiérarchisation des facteurs influençant la stabilité des agrégats dans les Technosols construits peut être établie : climatique < biologique < anthropique. Le facteur climatique ayant été testé via des variations d'humidité, le facteur biologique ayant été testé par la présence de végétaux et le facteur anthropique par le biais du choix des MO mises en mélange (Figure VI-1). Cette hiérarchisation est à rapprocher des résultats de Jangorzo (2013) qui a pu mettre en évidence le rôle de la faune, de la plante et de l'association faune/plante sur le processus d'agrégation. Les travaux qu'il a mené révèlent la hiérarchisation suivante des facteurs : climatique < biologique (faune) < biologique (plante) < biologique (faune/plante). Néanmoins, cette hiérarchisation concerne la formation d'agrégats au cours du temps sans donner d'information sur l'évolution de leur stabilité.

Ainsi à cette hiérarchie, l'Homme peut être ajouté comme un agent influençant la stabilité des agrégats formés par le biais de son action en termes de formulation raisonnée des mélanges.

2.1.3. Quels sont les mécanismes impliqués dans le processus d'agrégation dans les Technosols construits ?

Dans nos travaux, le suivi de l'agrégation s'est fait par le biais de l'analyse de la stabilité structurale d'agrégats de diamètres compris entre 3,15 et 5 mm (Le Bissonnais 1996). Ainsi, nos résultats révèlent que dans l'horizon de surface des macro-agrégats peuvent être formés à partir de mélanges de déchets et sous-produits (e.g. TA/DV et TA/CO) quels que soient les facteurs testés (température, humidité, plante). Ces macro-agrégats présentent une stabilité variable qui dépend fortement de la nature des MO mises en mélanges. La formation de tels agrégats contribue à la formation et au maintien d'une macroporosité élevée. D'autres mélanges de matériaux technogéniques permettent la formation d'associations organo-minérales inférieures à 3,15 mm dont la stabilité n'a pas été étudiée de façon approfondie (e.g. BR/CO et BR/DV). Néanmoins, l'étude de la distribution des volumes de pores « efficaces » (Strong *et al.*, 2004) et l'analyse quantitative de la

distribution des agrégats ont permis de mettre en évidence le fait que ces mélanges sont davantage caractérisés par une microporosité. En particulier, ces derniers résultats permettent de soulever une nouvelle question relative à l'influence de la nature des matières minérales mises en mélanges. Ils présentent une proportion de particules inférieures à 2 μm quasiment identique, mais des proportions de limons fins et de sables grossiers très différentes. Ces écarts peuvent expliquer les différences dans la distribution des agrégats inférieurs à 3,15 mm. Une autre possibilité envisagée pour expliquer ces différences de distribution est d'analyser la minéralogie de la faible proportion d'argiles présentes dans les deux matériaux étudiés. En effet, l'influence de la minéralogie des argiles sur le processus d'agrégation est bien documentée (Amezketta, 1999, Zhang & Horn, 2001).

Les travaux menés par Séré (2007) ont été les premiers à s'intéresser à la distribution des associations organo-minérales néoformées dans des Technosols construits à partir de terre industrielle traitée par désorption thermique mélangée avec des sous-produits papetiers. Il a constaté qu'au bout de 30 mois, apparaissait une tendance à l'association d'agrégats de 0-50 μm entre eux pour former de plus grands agrégats (50-200 μm). En parallèle de ce phénomène, la proportion d'agrégats 200 μm -2000 μm restait constante. Les travaux de Jangorzo (2013) ont pour leur part, permis de montrer que pour deux modalités de Technosols construits à partir des mêmes matériaux, les agrégats de 200 à 2000 μm étaient les plus nombreux. Ces résultats acquis semblaient montrer que le processus de micro-agrégation (agrégats <200 μm) et petite macro-agrégation (agrégats compris entre 200 et 2000 μm) prédominait dans les Technosols construits. Au vu des résultats acquis, il semblerait que les mécanismes impliqués dans la formation des agrégats soient fortement liés et dépendants de la nature des MO mises en mélanges. Et plus particulièrement cette formation dépendrait de l'état de dégradation des MO. Annabi et *al.* (2007) ont montré une différence d'effet entre l'ajout de composts matures ou immatures sur la stabilisation des macro-agrégats. Ils ont démontré que l'effet des composts immatures était plus élevé que celui des composts matures en raison notamment d'une augmentation du phénomène d'hydrophobicité. A ce stade, des hypothèses peuvent être émises sur les mécanismes de formation des agrégats dans les Technosols construits à partir de déchets et sous-produits. Les mélanges

de matériaux technogéniques intégrant des MO au fort C/N permettront une augmentation de la formation d'agrégats stables et la création de liaisons plus forte entre ces agrégats, ce qui entrainera une augmentation de la macroporosité. Grosbellet *et al.*, (2011) ont montré l'incorporation de carbone dans les macro-agrégats et leur participation dans la protection des agrégats néoformés dans des terres excavées amendées à l'aide de grandes quantités de MO. Une fois les MO stabilisées, les végétaux pourront être implantés et leurs racines provoqueront la désagrégation de certains macro-agrégats en micro-agrégats, créant une microporosité.

2.1.4. Bilan sur le processus d'agrégation dans les Technosols construits

Ainsi, les travaux menés apportent des éléments supplémentaires pour la compréhension du fonctionnement des Technosols construits en termes d'agrégation. Les résultats acquis ont permis de démontrer que le processus d'agrégation pouvait être maîtrisé dans une certaine mesure par la formulation de ses matériaux constitutifs. A ce stade des connaissances acquises, on ne peut conclure sur l'existence de mécanismes spécifiques de la formation d'agrégats dans les Technosols construits. Un modèle conceptuel de l'évolution de la stabilité des agrégats dans les Technosols construits peut être proposé (Figure VI-2).

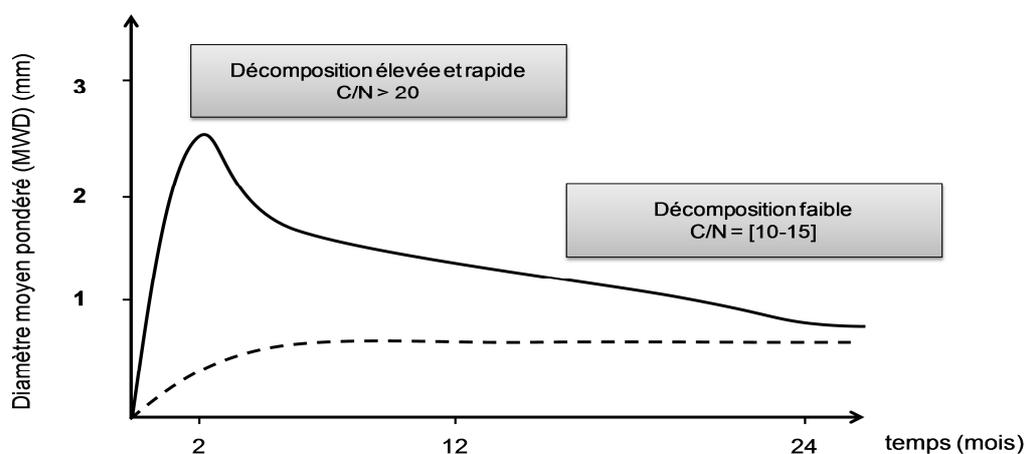


Figure VI-2 : schéma conceptuel présentant l'évolution possible de la stabilité des agrégats dans les Technosols construits dans des conditions optimales non limitantes en eau et en oxygène

2.2. Libération d'éléments nutritifs (P) dans les Technosols

Les impacts des facteurs pédogénétiques sur la qualité chimique du Technosols construits sont résumés sous forme d'un schéma de synthèse (Figure VI-3).

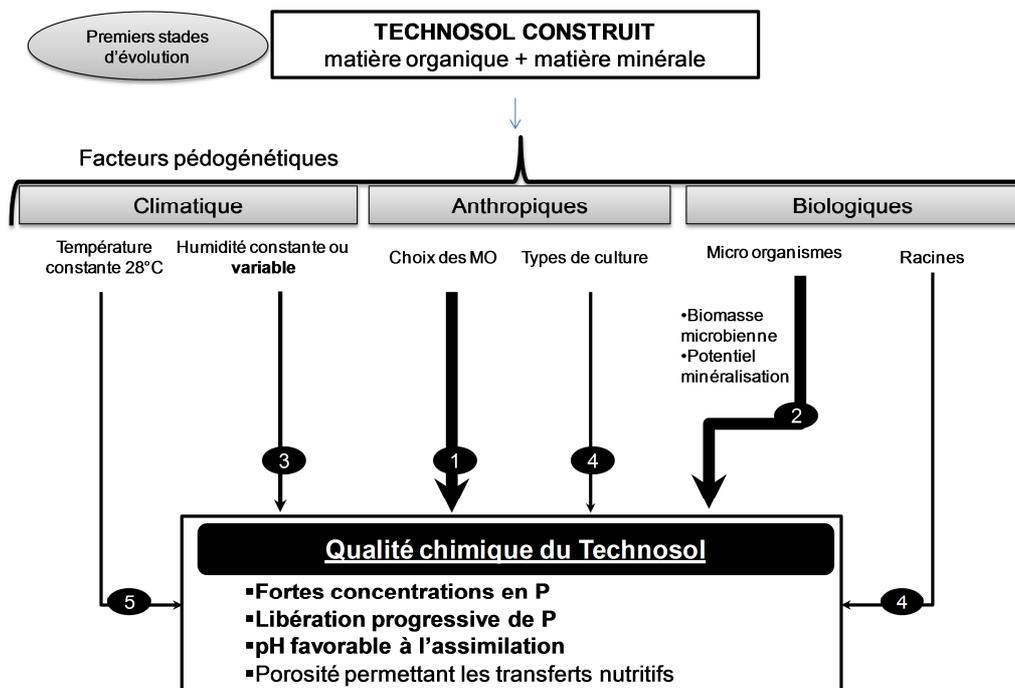


Figure VI-3 : schéma de synthèse présentant les résultats acquis sur l'impact des différents facteurs pédogénétiques sur la qualité chimique des Technosols construits à partir de déchets dans les premiers stades de formation et d'évolution. Les numéros en noir indiquent la hiérarchisation des facteurs sur la qualité chimique du Technosol

2.2.1. Méthodes d'étude du P

Il existe de nombreuses méthodes d'extraction chimiques et physico-chimiques pour déterminer la fraction disponible de P assimilable par une plante à un instant donné. L'extraction utilisant l'hydrogencarbonate de sodium (NaHCO_3), suivant la méthode Olsen (1956) est considérée comme la méthode pouvant être appliquée à une large gamme de sols (neutres, alcalins, acides faiblement altérés) (Negrín *et al.*, 1995). Cette méthode d'extraction chimique permet d'obtenir rapidement des résultats, et s'avère reproductible. Les résultats de cette méthode sont bien corrélés à la réponse des plantes aux engrais phosphatés. Néanmoins, l'utilisation de ce type d'extractants ne donne qu'une image limitée des processus se déroulant dans le sol. Fardeau *et*

al. (1988) ont montré que les extractants moyennement agressifs comme le NaHCO_3 0,5 M n'extraient pas que le P assimilable et extraient du P inorganique (P_i) non assimilable (Frossard *et al.*, 2004). D'autres méthodes utilisant des résines échangeuses anioniques, méthodes dites « des puits ioniques » ont été développées. Ces méthodes, permettent de mimer le comportement de la surface d'une racine qui adsorbe le P disponible dans la solution du sol (Saggar *et al.*, 1992; Qian & Schoenau, 2002; Sissingh *et al.*, 1989). Myers *et al.* (2005) ont démontré que le P disponible mesuré à l'aide de la méthode Olsen était fortement corrélé aux résultats des mesures du P échangeable à l'aide de résines échangeuses anioniques. Etant donné que peu de travaux ont été menés sur la fertilité des Technosols construits et compte tenu de la variété de ces sols en termes de propriétés et de composition, la technique de mesure du P choisie dans ces travaux semble la plus appropriée. A l'avenir, il serait envisageable de compléter cette mesure par un fractionnement du P afin d'analyser la contribution de la fraction de P d'origine organique dans les transformations du P contrôlant la libération du P prélevé par la plante (Annexe III).

2.2.2. La disponibilité du P dans les Technosols construits à partir de déchets

Les concentrations en P_{Olsen} retrouvées dans les mélanges constituant l'horizon de surface des Technosols construits sont toutes supérieures à 100 mg.kg^{-1} de matière sèche. Delorme *et al.*, (2000) classent ces sols comme enrichis en P ou présentant des concentrations excessives en P selon le laboratoire d'analyse des sols de l'Université de Maryland. Les concentrations en P_{tot} des mélanges contenant DV (entre $1,4$ et $2,5 \text{ g.kg}^{-1}$) sont comparables à celle retrouvées pour les Histosols, sols très organiques contenant de nombreux résidus végétaux (Brady & Weil, 2008). Les mélanges contenant CO sont très riches en P et présentent des concentrations en P_{tot} ($7,2$ et $15,3 \text{ g.kg}^{-1}$), supérieures à celles dosées dans les Andisols, sols volcaniques particuliers retrouvés aux Etats-Unis (WRB, 2006). Dans les sols naturels, les fortes concentrations de P sont quasiment sous forme de phosphates. Ces phosphates peuvent être intégrés dans une large gamme de constituants organiques et minéraux (Frossard *et al.*, 2004) et ils ne seront donc pas tous assimilables immédiatement par la plante. La disponibilité du P_i pour la racine

dépend des mécanismes qui contrôlent sa concentration en solution et qui sont de nature physico-chimique, biochimique et biologique (Frossard *et al.*, 2004). Lors de son prélèvement par une plante, le P_i doit contourner 2 obstacles. D'une part, il doit être transféré contre un gradient de concentration puisque sa concentration est comprise entre 0,01 et 0,1 mM dans les solutions de sols agricoles alors que dans les cellules de la racine sa concentration atteint des valeurs comprises entre 5 et 20 mM (Raghothama, 1999). D'autre part, P_i doit être transféré contre un gradient électrochimique puisque, la paroi cellulaire et la membrane cytoplasmique P_i sont chargées négativement (le P_i est présent sous la forme de $H_2PO_4^-$ et HPO_4^{2-} dans la solution du sol).

Dans les travaux que nous avons menés, les concentrations retrouvées dans les parties aériennes de colza et de ray gras sont comparables à celles retrouvées dans les végétaux développés sur des sols argileux enrichis en P (Stricker, 2000). En effet, des cultures de chou (*Brassica oleracea var. capitata*) ont montré l'accumulation de P dans leurs parties aériennes de $5,1 \text{ g.kg}^{-1}$ au bout de 8 semaines de culture sur ces sols fertilisés à $2,5 \text{ g P.kg}^{-1}$ (Sharma *et al.*, 2007). Pour des Poacées, telles que le blé ou l'orge, Gallet *et al.*, (2003) ont trouvé des concentrations similaires de $3,6$ à $4,3 \text{ g.kg}^{-1}$ de P accumulé. Cela signifie que malgré les fortes concentrations de P dans l'horizon de surface des Technosols construits, la plante ne prélève pas plus de P que ce qu'elle peut absorber.

2.2.3. Apports à la compréhension des mécanismes contrôlant la libération du P dans les Technosols construits

Dans nos travaux, nous avons montré que le facteur anthropique, par le biais de l'incorporation de MO de natures différentes, influençait la disponibilité du P dans les Technosols construits. Dans les sols naturels, les facteurs qui déterminent l'équilibre lié à la disponibilité du P sont (i) le pH, (ii) la concentration en anions qui sont en compétition avec les ions P pour les ligands des réactions d'échange, (iii) les concentrations en métaux Ca, Fe, Al qui peuvent co-précipiter avec les ions P (Hinsinger, 2001).

Certains dérivés du phosphate (pyro- et polyphosphates $[(PO_3)_n]$) sont synthétisés par les microorganismes et deviennent des formes de stockage de P. On considère que la moitié du P organique (P_o) des sols est encore non identifiée. Sur des échelles de temps courtes, le P_o augmente lorsque le sol reçoit des quantités importantes de MO sur de longue période (Frossard *et al.*, 2004). Les facteurs contrôlant l'immobilisation de P_i en P_o et la minéralisation du P_o en P_i dans le sol sont: la végétation, la biomasse microbienne, la faune du sol et les propriétés du sol et à un niveau plus général: le type de sol, le climat et le type d'utilisation du sol. L'importance de ces processus pour la nutrition des plantes dans des agro systèmes reste difficile à quantifier (Frossard *et al.*, 2004). Néanmoins, des différences significatives entre les concentrations de P accumulées par le ray-grass et le colza révèlent la contribution des racines à la disponibilité du P. Les caractéristiques fonctionnelles et structurales des racines contribuent aux processus rhizosphériques et ont toutes les deux une influence significative sur la capacité des racines à avoir accès aux nutriments. Les racines interagissent également avec les microorganismes du sol (Tate 1984; Schilling *et al.*, 1998; Richardson, 2001; Gyaneshwar *et al.*, 2002) pour un prélèvement optimal des nutriments dans la solution du sol. Dans nos travaux, les résultats acquis ne permettent pas de définir précisément quels mécanismes sont mis en jeu. La mesure du P_{Olsen} a permis une évaluation du statut du P à un moment donné mais ne permet pas de rendre compte des possibles transformations entre les différents pools de P présents. Un schéma synthétisant les informations apportées est présenté à la Figure VI-4.

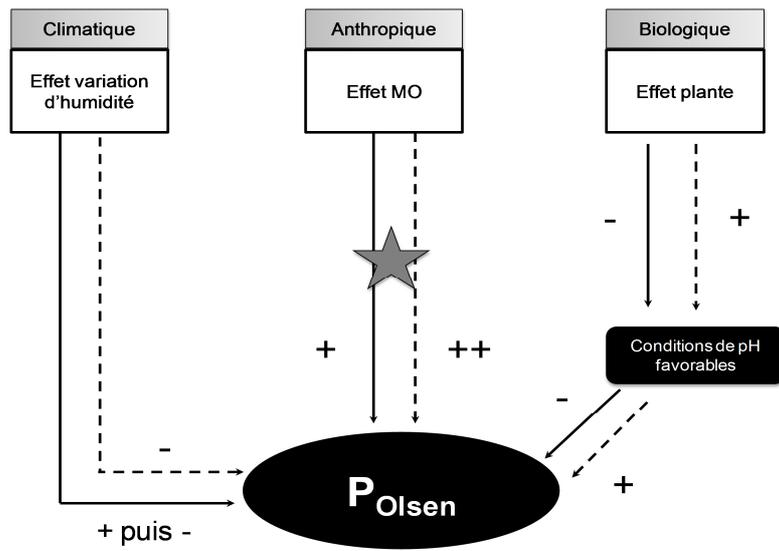


Figure VI-4 : bilan de l'impact des facteurs climatique, anthropique et biologique sur le statut du P_{Olsen} dans les Technosols construits intégrant une MO au potentiel fort de dégradation (trait plein) et une MO stable (trait pointillés)

3. Apports à la compréhension de la fertilité physico-chimique des Technosols

3.1. Identification d'une typologie de matériaux technogéniques en fonction de leurs fertilité physico-chimique

Dans les travaux présentés, une caractérisation physico chimique systématique des matériaux modèles a été effectuée. Cette caractérisation a permis de définir des classes de matériaux. Chaque classe de matériau est associée à un rôle spécifique lorsqu'il est mis en mélange avec un ou deux matériaux pour la construction d'un Technosol fertile. Les principales conclusions qui émergent sont que :

- Les mélanges impliquant au minimum 15 % (m/m) de CO, DV ou BS peuvent ainsi être assimilés à des matériaux humiques. Les matériaux organiques semblent imposer leurs propriétés aux mélanges, même à faible ratio. Ces mélanges constituent alors à l'état initial la source de nutriments et de MO nécessaire au développement des végétaux.
- Les matériaux identifiés comme organo-minéraux (e.g. déchets de balayage de rue et sous-produits papetiers) présentent des propriétés chimiques intermédiaires comparables aux amendements organiques. Ils contribuent aux propriétés hydrauliques (conductivité hydraulique, capacité de rétention en eau) et au potentiel à long terme de décomposition de la MO par leurs activités bactériennes et fongiques.
- Les matériaux indurés (e.g. béton, déchets de démolition, ballasts) constituent la troisième catégorie de matériaux aux propriétés géo-mécaniques permettant de mimer la matrice pierreuse des mélanges terre-pierre (Bassuk *et al.*, 2005; Grabosky *et al.*, 2002). Ils présentent une bonne portance pouvant ainsi supporter les charges et contraintes appliquées à la surface des sols urbains.

L'ensemble des résultats montre que des modèles mathématiques permettent de prédire les propriétés de fertilité physico-chimique de mélanges binaires et ternaires

à l'état initial. Néanmoins, les expériences menées au cours du temps sur les mélanges ont démontré la nécessité de prendre en compte l'évolution potentielle des matériaux mis en mélange afin de prédire au mieux la fertilité physico-chimique sur le moyen et le long terme du Technosol construit. Ces résultats confirment que les Technosols sont tout d'abord définis par rapport à leur composition et à l'action de l'Homme.

3.2. Fonctionnement et évolution des Technosols construits

L'étude des processus d'agrégation et de libération d'éléments nutritifs dans les Technosols construits pris comme modèles a permis d'obtenir de nombreuses informations sur leur comportement sous l'impact de facteurs pédogénétiques et a permis de formuler des hypothèses sur la prédiction de l'évolution des propriétés de fertilité physico-chimique. Les ressemblances et les différences entre Technosols et sols naturels ont pu être identifiées. D'une part, nous avons mis en évidence certaines particularités propres aux sols construits à partir de déchets en ce qui concerne le processus d'agrégation. Celui-ci dépend en effet majoritairement du facteur anthropique. D'autre part, une autre spécificité des Technosols construits qui a pu être mise en évidence est leur fort potentiel nutritif et notamment ils peuvent représenter une grande réserve en P. Néanmoins, comme dans les sols naturels, la disponibilité du P est contrôlée par différents processus. Il s'avère que dans les Technosols construits, le facteur anthropique et en particulier la nature des MO choisies et mises en mélange, ainsi que la porosité créée par le processus d'agrégation jouent un rôle primordial dans le contrôle de la disponibilité du P.

Les informations apportées par les expériences menées sur le processus d'agrégation et la libération du P ont montré que les Technosols construits à partir de déchets pouvaient à terme assurer la fonction de support de végétation et permettre la production de biomasse. La production de biomasse en forte quantité est conditionnée par un choix approprié des matériaux. Encore une fois, le choix des MO introduites en mélanges et leur potentiel microbien et de dégradation jouent un rôle essentiel. En particulier, afin de permettre la production de biomasse, l'intégration de MO instables et en cours de dégradation favorise la formation d'agrégats stables et

la présence de MO stable favorise, (i) une stabilisation sur le plus long terme des agrégats et (ii) une libération progressive du P.

Ainsi, dans le cas de l'étude de la pédogenèse des Technosols construits, l'avantage est de connaître, voire de maîtriser leur composition initiale en fonction des objectifs attendus.

4. Outils d'étude de la fertilité des Technosols construits

Une des originalités de nos travaux résulte de l'objectif d'optimisation de procédés de construction de Technosols fertiles, basé sur une meilleure connaissance de leur fonctionnement et de leur évolution dans les premiers stades de la pédogenèse. Les résultats se situent alors à la croisée des sciences du sol et d'une approche agronomique plus intégrée, considérant l'aptitude de ces sols issus du génie pédologique à être supports de végétation. Il en résulte des discussions sur l'adaptation à des Technosols construits, de méthodes de caractérisation initialement développées pour des sols forestiers ou agricoles « classiques ».

4.1. Adaptabilité des moyens analytiques et des techniques d'observation

La très grande majorité des méthodes utilisées pour la caractérisation des matériaux technogéniques modèles choisis pour la construction de sols, sont celles qui sont classiquement utilisées pour des diagnostics agronomiques. Une réflexion a alors été menée sur le niveau d'adaptation et l'adaptabilité des moyens analytiques et des techniques d'observation développés pour les sols naturels, aux Technosols construits à partir de déchets. Ainsi, après avoir passé en revue les principales méthodes de caractérisation, nous discuterons de la pertinence de leur emploi et émettrons des hypothèses sur la transposition des résultats acquis à l'échelle du laboratoire, en conditions contrôlées à l'échelle du terrain, en conditions climatiques réelles.

4.1.1. Caractérisation physique

Les méthodes disponibles pour caractériser les propriétés physiques des matériaux sont diverses et nombreuses. Nous proposons d'aborder celles qui ont nécessité une adaptation particulière. Une des spécificités des matériaux technogéniques est leur hétérogénéité de forme, de taille et d'aspect qui est liée à leurs origines et natures variées. Nous pouvons ainsi distinguer des matériaux sous forme de boues (e.g. boues de station d'épuration, sous-produits papetiers), de résidus de végétaux figurés (e.g. déchets verts et déchets de balayage de rue), de matériaux grossiers et indurés (e.g. ballasts, béton, briques, déchets de démolition de bâtiments). En plus de ces natures différentes, la granulométrie des matériaux est très variable. Les matériaux qui en aspects s'apparentent le plus à des matériaux terreux sont les terres excavées. Ces deux matériaux n'ont pas posé de difficulté particulière de caractérisation. Toutefois, afin de pouvoir appliquer le même protocole à tous les matériaux, une étape d'homogénéisation des conditions initiales de mesure a parfois été nécessaire. Ainsi, pour la mesure de la masse volumique apparente, un protocole adapté a été élaboré en se basant sur le protocole normalisé de mesure de masse volumique apparente de substrats horticoles (NF EN 13 041). Cette étape d'homogénéisation passe par le contrôle de la taille des particules qui vaut pour les matériaux purs et pour les mélanges issus de formulation et testés en laboratoire. Pour la réalisation des mélanges en conditions contrôlées de laboratoire, la taille des particules a été homogénéisée en prenant les fractions inférieures à 5 mm. En analyse agronomique, la fraction inférieure à 2 mm est souvent considérée comme la plus réactive.

Or, en modifiant la granulométrie des matériaux, un biais est introduit. Leur état physique est ainsi parfois radicalement modifié entre leur prélèvement et leur caractérisation, essentiellement du fait de la transformation de la fraction grossière. Un biais majeur peut aussi apparaître lors de l'étude de la structure des sols à l'échelle du terrain. En effet, si au laboratoire et en conditions contrôlées le broyage préalable des matériaux grossiers est une manière de simuler une altération physique marquée, ce phénomène n'est pas mesurable directement sur des matériaux grossiers mis en place au terrain. Il faudrait alors attendre pendant une

longue période afin de valider ce type d'évolution *in situ* et sous l'influence des facteurs pédogénétiques.

4.1.2. Caractérisation chimique

La très grande majorité des méthodes de caractérisation agronomique chimique est réalisée sur la fraction fine, tamisée à 2 mm, d'un échantillon de sol séché à l'air. En comparaison à des matériaux terreux « classiques », les matériaux technogéniques présentent, pour la plupart d'entre eux, une grande hétérogénéité de nature et de taille granulométrique. Les déchets sont en effet souvent le résultat de l'association de différents résidus végétaux et minéraux (e.g. compost de boues et de déchets verts, déchets verts et déchets de balayage de rue), d'un mélange de matériaux solides avec d'autres résidus solides minéraux tels que des particules fines ou du verre ou du plâtre (e.g. ballast, béton et déchets de démolition). Ainsi, en travaillant sur une fraction tamisée de ces matériaux, l'hypothèse posée est que, de façon analogue aux « sols naturels », c'est la fraction inférieure à 2 mm qui contribue majoritairement à la réactivité chimique des Technosols. Le corollaire est que les fractions grossières ne participeraient que de façon négligeable à l'approvisionnement de la solution du sol en éléments nutritifs ou métalliques. Plus particulièrement, nous avons pris le parti de soumettre à caractérisation la fraction tamisée des matériaux les plus hétérogènes en composition. Pour les matériaux qui présentaient une composition globalement homogène et qui présentaient très peu de particules fines (e.g. boues, briques), nous avons choisi de caractériser la fraction broyée.

La question est alors de mieux connaître le niveau de réactivité des différentes fractions solides présentes dans des Technosols construits typiquement caractérisés par une hétérogénéité de composition (nature, taille et forme des matériaux constitutifs). Dans les travaux présentés, les caractéristiques initiales ont pu être identifiées et ont permis de proposer des modèles de prédiction des propriétés initiales des mélanges.

Des premiers essais ont été réalisés au terrain en comparant les résultats d'analyse de caractérisation chimique (i) d'une fraction tamisée à 2 mm d'un échantillon de mélange tel qu'il aurait été préparé s'il s'agissait d'un « sol naturel » et (ii) d'une

fraction broyée à 2 mm d'un même échantillon de mélange constitutif d'un horizon de Technosol construits. Les résultats de cette étude (présentée en annexe) permettent de mettre en évidence une différence significative des caractéristiques agro-chimique des mélanges. Les résultats de la fraction tamisée révèlent sont deux fois plus élevés que ceux de la fraction broyée. Cela signifie que l'on extrapole sur l'altération chimique des matériaux.

4.2. Les indicateurs de fertilité des Technosols construits

Une des hypothèses préliminaire de nos travaux était que les techniques et méthodes utilisées pour décrire et caractériser les sols « naturels » pouvaient s'appliquer aux Technosols construits à partir de déchets. Nous avons donc admis que des mélanges organo-minéraux de matériaux technogéniques pouvaient, dès leurs premiers stades d'évolution, être assimilés à des matériaux terreux.

Dans nos travaux, un nombre réduit de paramètres a été choisi pour pouvoir être techniquement appliqué à l'étude d'un grand nombre de mélanges binaires et ternaires à différents ratios de constituants (Chapitre 3). Ces paramètres choisis (e.g. pH, CEC, P_{Olsen} , C_{tot} , N_{tot} , masse volumique apparente, capacités de teneur en eau à pF 2 (capacité au champ) et pF 4,2 (point de flétrissement)) ont été identifiés comme des indicateurs clés de la fertilité physico-chimique des sols construits. L'étude des matériaux technogéniques modèles puis des mélanges à la lumière de ces 7 paramètres donne une indication (i) sur les caractéristiques des MO présentes (C_{tot} , N_{tot} , CEC), (ii) de l'environnement chimique global (e.g., pH), (iii) de la fertilité chimique et la capacité des matériaux à fournir des nutriments pour la croissance végétale (e.g., CEC, P_{Olsen}), (iv) des propriétés physiques globales et du potentiel des matériaux à retenir l'eau.

4.3. Validation des méthodes d'analyse

Dans nos travaux, la transposition des méthodes classiques de caractérisation proposées en agronomie aux Technosols a été validée par le biais de l'étude plus approfondie de certains mélanges de matériaux. En effet, suite à la première phase de formulation de mélanges des modèles mathématiques ont été développés pour

prédire les propriétés physico-chimiques des mélanges en fonction des ratios des matériaux incorporés en mélange. Les modèles ont permis de mettre en évidence deux mélanges apparus les plus favorables à la croissance végétale suivant l'interprétation des résultats de pH, CEC, C_{tot} , N_{tot} , P_{Olsen} , capacité de rétention en eau et de masse volumique apparente obtenus en conditions contrôlées de laboratoire. Il s'agit des mélanges TA/CO et BR/CO, aux ratios respectifs de 75/20 et 50/50 (m/m). La fertilité physico-chimique de ces deux mélanges a été caractérisée au cours du temps et en mettant l'accent sur l'évolution du processus d'agrégation et l'évolution de la libération d'éléments nutritifs et notamment sur le P. Le dispositif de culture mis en place durant 55 jours a permis de montrer que le raygrass ainsi que le colza se développaient sur ce type de substrat. Les résultats de biomasse mesurée et les concentrations mesurées à l'issue de la culture permettent de valider le modèle dans une certaine mesure. Afin de valider complètement l'hypothèse de l'adaptabilité des méthodes classiques agronomiques aux matériaux technogéniques et plus largement aux Technosols il serait nécessaire de comparer les mesures réalisées en laboratoire et en conditions contrôlées à celles menées sur le terrain au cours du temps par le biais de la mise en place de lysimètres. Les premiers résultats semblent être favorables à cette validation. Ainsi, une étape d'étude en site pilote paraît indispensable et a été envisagée dans la continuité des travaux menés dans le cadre du programme de recherche SITERRE.

A l'issue de la discussion des résultats acquis sur les processus régissant les Technosols construits les applications pratiques dans le cadre de procédés du génie pédologique peuvent être abordées.

**VII. Chapitre 7 : Applications en génie
pédologique pour l'optimisation de procédés
de construction de sols et de filières de
production de biomasse**

Les Technosols construits étudiés dans le présent manuscrit ont essentiellement pour vocation d'être le support de végétation en zone urbaine. Une des originalités de cette Thèse résulte de la volonté d'avoir une genericité des méthodes d'études et des résultats obtenus, par le choix des matériaux étudiés et également la démarche globale proposée et mise en œuvre. Dans ce chapitre, on s'attachera au bilan des méthodes développées et des résultats scientifiques acquis en dégagant les applications qui en découlent. Il s'agit ainsi dans une optique finalisée de contribuer au développement du génie pédologique qui se définit comme le savoir-faire relatif à la gestion des sols très anthropisés (Séré, 2007). Sous cette entrée finalisée, nous proposons une réflexion sur la mise en place d'un outil d'aide à la décision afin de donner des orientations aux décideurs et opérateurs de la nature en ville. En particulier, deux Technosols construits modèles sont proposés aux vues des résultats acquis. L'objectif ultime pourrait être, en fonction des usages prévus (i) de proposer des pistes pour la généralisation de construction des Technosols à partir de déchets (ii) d'intégrer le procédé de construction de sol dans une filière de fabrication et (iii) de valoriser les déchets comme nouveaux gisements d'éléments nutritifs (P).

1. Applications en génie pédologique en termes de gestion et de valorisation des déchets

1.1. Recyclage de déchets et conservation du patrimoine pédologique

Les objectifs de la construction de Technosols sont soit la réhabilitation de sites dégradés (Séré 2007) soit l'amélioration des propriétés du sol en place par l'ajout de matériaux technogéniques en grandes quantités (Grosbellet, 2008; Zebarth *et al.*, 1999). Séré (2007) est un des premiers à avoir développé le concept de construction de sol à partir de déchets tels que des sous-produits papetiers et du compost de déchets verts mélangés avec une terre polluée traitée par un procédé de désorption thermique. Le procédé de construction de sols développé par ces précédents travaux avait pour objectif la réhabilitation de sites dégradés. L'utilisation de déchets et sous-produits avait pour objectif de contribuer à la refonctionnalisation de ces sols. Dans

nos travaux, le procédé de construction de sol a pour vocation la végétalisation des espaces urbains et périurbains tout en préservant le patrimoine pédologique « naturel » qui serait préservé plutôt pour un usage d'agriculture vivrière. Dans cet optique, nous proposons une voie innovante de recyclage d'une grande palette de déchets et sous-produits dans le cadre d'une démarche raisonnée et générique.

1.1.1. Préservation des sols

Nous abordons par nos travaux la préservation des sols naturels et des surfaces agricoles. En effet, les pratiques actuelles d'aménagement des espaces verts et paysages végétalisés urbains et périurbains (i) induisent un « grignotage » des surfaces agricoles utiles diminuant la disponibilité de cette ressource naturelle pour les cultures vivrières et (ii) créent des déplacements et remaniements de terres fertiles, provoquant des dégradations du patrimoine pédologique naturel. Le procédé de construction de sol exclusivement à partir de déchets et sous-produits propose ainsi une solution de préservation de la ressource en sol. A la différence des précédents travaux menés, l'originalité de nos travaux tient (i) à l'identification de matériaux alternatifs permettant la construction de Technosols fertiles de façon à bannir l'emploi de terres naturelles, et (ii) à la mise en place d'une filière spécifique qui formalise l'utilisation de Technosols construits pour les aménagements paysagers.

1.1.2. Recyclage de déchets

De nombreux déchets sont produits en zone urbaine et périurbaine et ne s'intègrent pas systématiquement dans une filière de valorisation. Les missions relatives au développement durable sont cependant (i) de réduire la production des déchets et sous-produits et (ii) de recycler et réutiliser les déchets collectés afin de supprimer leur mise en décharge. Les travaux que nous avons menés permettent alors d'envisager la mise en place de filières de réutilisation de certains matériaux qui n'étaient pas systématiquement recyclés jusqu'à présent. Certains déchets que nous avons sélectionnés pour créer des sols ont déjà fait l'objet de nombreuses études en lien avec leur potentiel agronomique dans le contexte des épandages agricoles. C'est le cas notamment, des composts et des boues de station d'épuration qui ont, de manière indéniable, révélé leurs potentiels fertilisant et améliorant (Aggelides &

Londra, 2000; Annabi *et al.*, 2007; Canali *et al.*, 2004; Eghball, 2002; Abu-Sharar, 1996; Ouédraogo *et al.*, 2001; Warman & Termeer, 2005). Les travaux menés sur l'intégration de sous-produits papetiers dans les procédés de construction de sol se sont également multipliés ces dernières années (Fierro *et al.*, 1999; Séré *et al.*, 2008; Séré *et al.*, 2010). Certains matériaux qui n'ont pratiquement jamais été étudiés sous l'angle de la fertilité (*e.g.* ballasts, béton, briques, déchets de balayage de rue) (Nehls *et al.*, 2013) renforcent l'originalité de notre approche de recyclage des déchets en les considérant comme de nouvelles ressources. Ainsi, la réutilisation de déchets en mélange comme nouvelle ressource pour remplacer des matériaux terreux, constitue une innovation.

1.2. Le Technosol construit à partir de déchets et sous-produits : une nouvelle ressource fertile ?

Si certains Technosols particuliers (*e.g.* Technosol développé sur des matériaux sidérurgiques) ont été étudiés en regard de la mobilité des éléments métalliques au sein de l'environnement (Huot, 2013; Badin *et al.*, 2009; Camps Arbestain *et al.*, 2008; El Khalil *et al.*, 2008), très peu de travaux ont été menés sur la fertilité et la capacité d'un Technosol à être support de végétation (Séré, 2007; Pey, 2010). Nos travaux apportent des connaissances supplémentaires sur la fertilité physico-chimique des Technosols construits à partir de déchets. En particulier, nous avons démontré d'une part, que des mélanges binaires et ternaires de matériaux technogéniques pouvaient présenter des propriétés physico-chimiques proches des « sols naturels » français (RMQS). Ces observations sont basées sur des résultats obtenus au laboratoire et donnent néanmoins une indication assez favorable pour la culture de végétaux en milieu urbain. D'autre part, nous avons montré en conditions contrôlées que des mélanges de matériaux technogéniques permettaient une forte production de biomasse végétale après environ 2 mois de culture. Ces résultats apportent des éléments en faveur du développement du concept de création d'une nouvelle ressource fertile : le Technosol construit à partir de déchets et sous-produits. Cela permet de proposer la création d'une nouvelle filière permettant la production de cette nouvelle ressource fertile par le recyclage des déchets.

2. Applications et contributions au génie pédologique

L'originalité des travaux de Thèse consiste à proposer des formulations de mélanges à intégrer dans le procédé de construction de sol en vue d'obtenir des Technosols fertiles. Ainsi après avoir rappelé les différentes méthodes à caractère générique qui ont été développées par le biais de nos travaux, nous intégrerons nos travaux dans le cadre plus large du programme de recherche SITERRE en vue de proposer un modèle conceptuel de construction de sol. Ce modèle conceptuel est à la base à l'élaboration d'un outil d'aide à la décision qui pourra être proposé aux opérateurs de la nature en ville.

2.1. Généricité des méthodes

L'approche que nous avons développée dans ces travaux de Thèse est originale dans la mesure où elle consiste à construire de façon raisonnée un Technosol fertile qui assure la fonction de support de végétation en zone urbaine. Dans la continuité des travaux menés par Séré (2007), un effort a été porté sur la généricité des méthodes de sélection et de caractérisation des matériaux modèles. Ainsi, 11 matériaux ont été sélectionnés grâce à une série d'étapes successives, puis une série de mélanges ont été testés. La démarche suivie lors de la Thèse est présentée à la Figure VII-1. L'intérêt de s'appuyer sur une méthodologie précise permet de la reproduire et de l'appliquer de façon systématique. De plus, cela permet de fournir des éléments à intégrer dans un outil décisionnel qui permettra le choix systématique de matériaux complémentaires à intégrer dans le procédé de construction de sol.

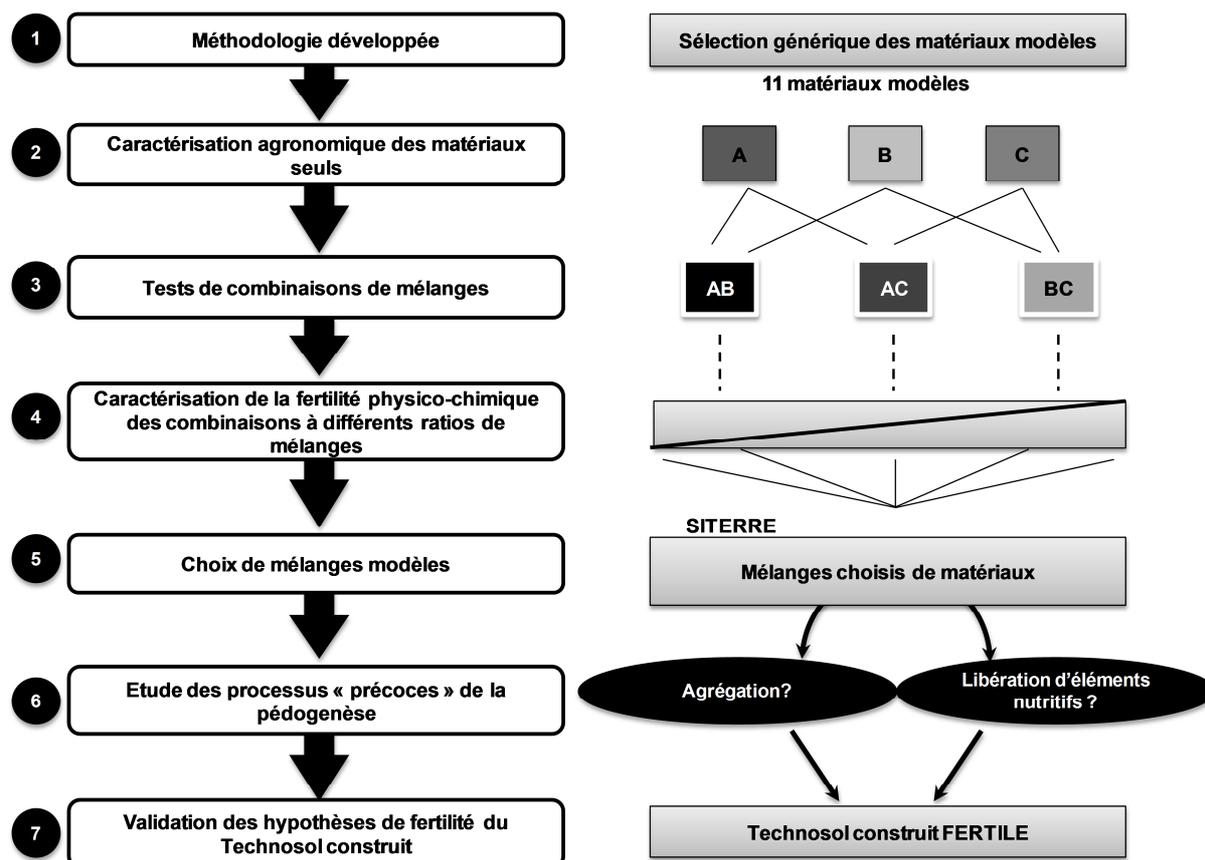


Figure VII-1 : démarche méthodologique suivie afin d'aboutir à un raisonnement générique de construction de sol

Ainsi, au plan pratique, l'intérêt fondamental accordé à la généricité des méthodes employées permet de définir conceptuellement et techniquement un certain nombre de fondements pour le développement du génie pédologique. Ces éléments conceptuels doivent être intégrés à un outil d'aide à la décision utile aux opérateurs de la nature en ville.

2.2. Modèle conceptuel développé

L'objectif du génie pédologique est d'atteindre, pour un sol et un contexte donnés un niveau de fonctionnalité optimal. Cette approche nécessite des prises de décision nombreuses pour optimiser le procédé de construction de sol et sa gestion. Nous nous proposons de reprendre la structure du modèle décisionnel de construction de sol proposé par Séré (2007) et de l'amender à l'aide des résultats acquis ainsi que des contributions apportées par le programme SITERRE. Le modèle utilisé est un modèle décisionnel de type multi-attributs qui consiste à décomposer le problème

décisionnel en sous-problèmes ou modules plus simples à résoudre (Bohanec, 2003). La démarche de modélisation prédictive associée au développement d'un outil d'aide à la décision passe par différentes étapes : (i) le choix du modèle, (ii) la construction du modèle conceptuel, (iii) le développement de sous-modèles fonctionnels indépendants et enfin, (iv) la réalisation d'une interface qui relie les sous-modèles entre eux. L'objectif du modèle conceptuel consiste, en fonction des gisements disponibles et des contraintes urbaines (sociales, économiques, réglementaires et environnementales) et des fonctionnalités attendues, à optimiser le procédé de construction de sol à l'aide de déchets et sous-produits. La structure conceptuelle se divise en 7 modules (Figure VII-2).

Les paramètres d'entrée du modèle sont (i) les caractéristiques liées aux matériaux à choisir pour la construction de sol (« module n°1 ») et (ii) les objectifs de la construction de sol (« module n°2 ») (e.g. usages modèles de sols fertiles en ville et fonctionnalités à atteindre) (Figure VII-2). Ces deux premiers modules sont intégrés à la démarche du programme SITERRE. La prise en compte des volumes disponibles de déchets, leur localisation et les coûts engendrés sont essentiels dans le cadre d'une démarche intégrée. Les prises en compte (i) de l'acceptation sociale de l'utilisation de certains matériaux dans le paysage urbain et (ii) du cadre réglementaire et environnemental sont également indispensables. Au-delà de ces éléments, les aspects pratiques et techniques liés à la faisabilité sont à considérer. Nos travaux se positionnent à partir du « module n°3 » et ont consisté, dans un premier temps, à l'élaboration de la méthodologie permettant d'aboutir au choix de matériaux modèles. Une étude bibliographique et documentaire préalable a été nécessaire afin de juger de la pertinence de l'utilisation de certains déchets. Nous avons proposé une méthodologie qui permet de faire un tri préalable des déchets selon leurs caractéristiques « connues » (chapitre 2). Cette méthodologie se veut la plus « générique » possible et avait pour point de départ le catalogue européen des déchets. Ainsi, il ne sera pas nécessaire de repartir du point de départ de la méthode pour aboutir au choix des déchets.

Les paramètres de sortie sont l'identification du potentiel de fertilité des matériaux sélectionnés (module n°3, Figure VII-2), la formulation des mélanges (module n°4,

Figure VII-2), les propriétés initiales des mélanges (module n°5, Figure VII-2) et enfin (iv) les propriétés des mélanges en évolution (module n°6, Figure VII-2). Le module n°3 permet d'établir un classement des déchets et d'identifier le rôle que chaque matériau pourrait jouer dans le mélange. Le quatrième module est un outil qui a permis d'aboutir à des modèles de prédiction des propriétés des mélanges selon différents ratios pour des mélanges binaires et ternaires. La formulation est à raisonner en fonction des objectifs de construction de sol, par conséquent en fonction de l'usage pour lequel le Technosol est construit et les fonctionnalités attendues de celui-ci. Dans le « module n°6 », notre démarche s'est axée sur les fonctionnalités attendues en ciblant certaines propriétés (l'agrégation des Technosols construits et la libération des nutriments (P) du compartiment solide vers la solution du sol) identifiées comme primordiales pour le bon fonctionnement du sol construit. En ce sens, le « module n°6 » joue un rôle clé pour l'optimisation de la formulation des mélanges étant donné qu'il permet d'intégrer l'évolution des mélanges au cours du temps.

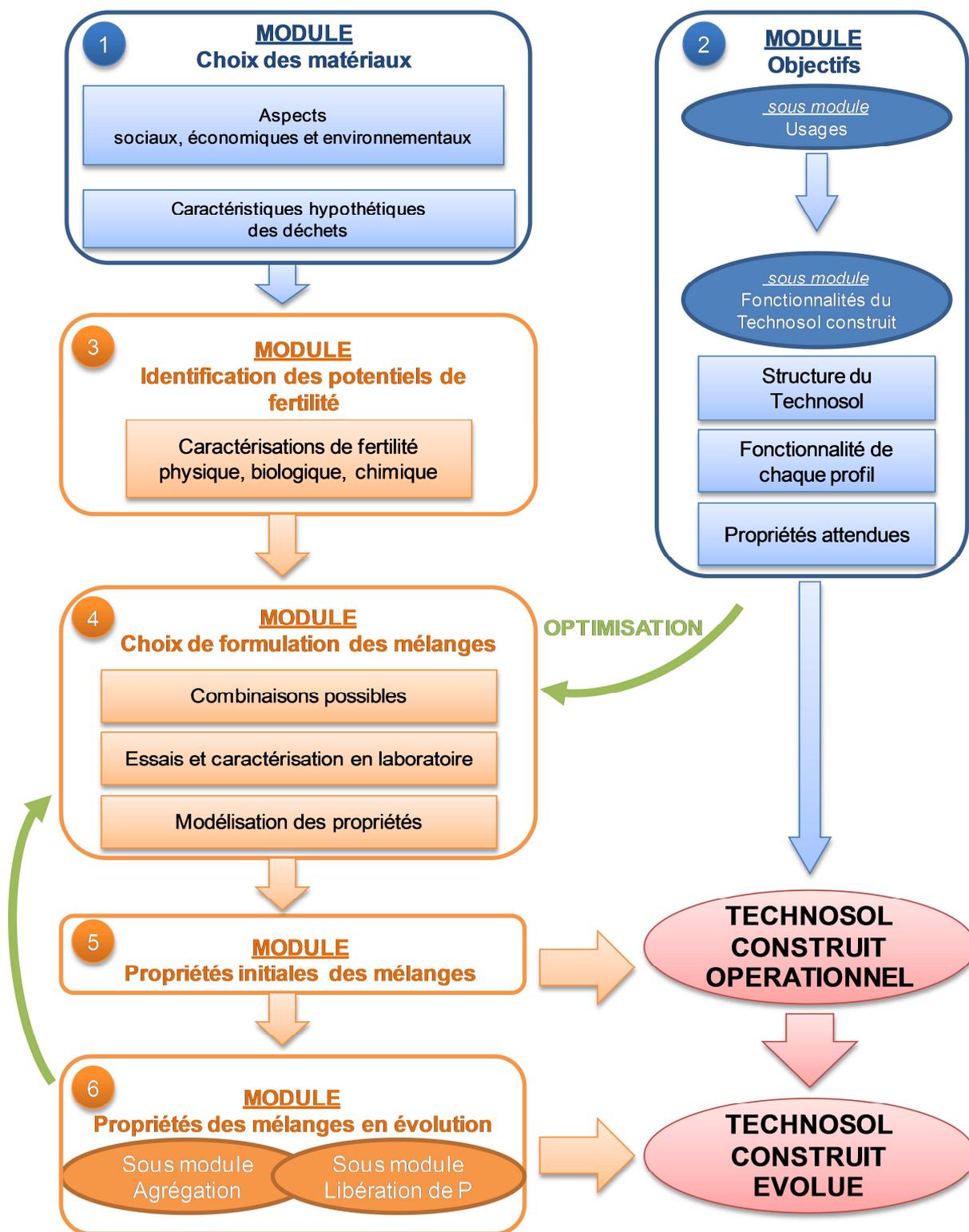


Figure VII-2 : structure conceptuelle du modèle décisionnel de construction de Technosols fertiles à partir de déchets et sous-produits. En bleu les modules amendés par le biais du programme SITERRE, en orange les modules construits grâce aux résultats acquis durant les travaux de Thèse, les flèches vertes indiquent les éléments qui permettront d'optimiser des modules, modifié d'après Pey (2010)

2.3. Premiers pas vers l'élaboration d'un outil d'aide à la décision

Globalement, les travaux ont permis de montrer qu'un Technosol construit exclusivement à partir de déchets pouvait assurer la fonction attribuée classiquement à un sol : la fonction de support de végétation. Ces travaux contribuent au développement d'un outil d'aide à la décision guidant la formulation de mélanges de matériaux en génie pédologique. En y intégrant les contraintes économiques (coûts afférents à l'utilisation des matériaux en termes de coût d'approvisionnement prenant en compte la distance), sociales (acceptation sociale de l'utilisation de certains matériaux en zone urbaine) et réglementaires (environnementales et concernant l'utilisation de déchets et sous-produits comme substrats fertiles en ville). Si l'outil d'aide à la décision final sera opérationnel et complet à la fin du programme SITERRE, les travaux menés sur la partie agronomique peuvent constituer un outil préliminaire pour les ingénieurs et concepteurs des espaces verts pour recycler des déchets en mélange comme substitut à la ressource naturelle terreuse. A titre d'exemple, nous proposons la démarche à suivre pour la construction de 2 Technosols « modèles » pour répondre à 2 types d'usages couramment retrouvés en zone urbaine :

- squares et parcs urbains,
- fosse de plantation d'arbres d'alignement.

2.4. Optimisation du modèle décisionnel et perspectives de développement

2.4.1. Optimisation du modèle décisionnel

Les travaux menés au laboratoire et en conditions contrôlées ont permis (i) de modéliser les propriétés physico-chimiques d'une batterie de mélanges binaires et ternaires, cela a permis de sélectionner un nombre réduit de (ii) mélanges testés en conditions contrôlées dont nous avons pu étudier le processus d'agrégation et la libération du P au cours du temps et sous l'impact de différents facteurs pédogénétiques tels que le facteur anthropique (nature des matières organiques), le facteur climatique (eau et température) et le facteur biologique (plante). Les principales conclusions de nos travaux portent sur le fort impact du facteur anthropique sur les processus d'agrégation et la libération d'éléments nutritifs (e.g. P). Dans ce contexte, le facteur anthropique est défini comme le choix de la nature des matières organiques (MO) mises en mélanges. Les éléments apportés sur l'impact des MO sur l'évolution des mélanges contribuent à la prédiction de l'évolution des Technosols construits. Ils montrent le rôle majeur du module n°3 et suggèrent un développement de ce module en y intégrant les caractéristiques biologiques et microbiologiques des matériaux. Les résultats obtenus ont souligné l'importance du module n°6 qui permet, à partir des modèles d'évolution développés, d'optimiser le procédé de construction de sol. L'intégration d'un sous module dans le module n°6 permettant de tester l'évolution des potentiels biologiques et microbiologiques paraît là aussi nécessaire.

2.4.2. Perspectives de développement du modèle

Le développement du modèle passe par l'amélioration de sa structure générale, mais également par la définition de sous modules simples ou agrégés. Depuis la mise en équation des travaux réalisés, jusqu'à l'alimentation des bases de données, en passant par le développement d'outils et de protocoles expérimentaux pour l'évaluation des propriétés des matériaux, de nombreux points restent à traiter. A cet effet, des colonnes lysimétriques ont été mises en place en conditions climatiques réelles dans le cadre du programme SITERRE (station expérimentale du GISFI). Les

deux colonnes lysimétriques de grande taille (1m² X 2m de profondeur) sont végétalisés selon deux usages modèles couramment rencontrés en milieu urbain. L'équipement de la colonne avec des sondes à différentes profondeurs (humidité, température, bougies poreuses), la mesure en continu de la masse des lysimètres et la collecte des eaux de percolation en bas de colonne permettront d'établir l'évolution des paramètres physico-chimiques des Technosols et de réaliser des bilans de flux. Des échantillons de terre seront prélevés à des intervalles de 6 mois afin de caractériser leurs propriétés physiques et leur fertilité chimique. Enfin, le couvert végétal sera suivi (biomasse, composition). Les résultats acquis grâce à ces dispositifs permettront (i) d'élaborer un scénario d'évolution des Technosols sur le long terme et (ii) de comparer les résultats obtenus au terrain à ceux que nous avons obtenus en laboratoire.

Bilan

La dernière phase du programme SITERRE a pour objectif d'appréhender la faisabilité technique, économique, sociétale et réglementaire de ces sols construits et d'assurer un transfert technologique de ce procédé vers les opérateurs de la nature en ville. L'outil d'aide à la décision constitué pourra alors être adressé aux collectivités, bureaux d'études, entreprises. Ses premières utilisations passent par la mise en place de sites pilotes à Nancy et Angers. Dans ce contexte, les principaux acteurs en lien avec les filières des matériaux sélectionnés dans le cadre du projet SITERRE sont mobilisés de manière à tester l'opérationnalité du procédé car l'outil ne peut dans un premier temps être utilisé sans un encadrement ou une expertise.

3. Génie pédologique et phyto-P-mining

L'approche de génie pédologique développée jusqu'à présent dans la Thèse est essentiellement concentrée sur la production de biomasse en ville, qui, elle-même participe à l'atténuation et aux adaptations au changement climatique. Pour aller plus loin la question suivante peut être posée:

Quelle filière développer afin qu'un même espace urbain puisse rendre plusieurs services écosystémiques simultanément ?

Les Technosols construits pourraient également contribuer à la régulation des cycles de nutriments en zone urbaine et notamment pour ce qui concerne le cycle du P.

3.1. Approche de phyto-P-mining

La phytoremédiation a déjà été mise en œuvre avec succès pour extraire les métaux contenus dans des sols pollués grâce à des cultures de plantes hyper accumulatrices (Brooks & Robinson, 1998; Salt *et al.*, 1995; Schwartz *et al.*, 2001; Schwartz *et al.*, 2003; Wu *et al.*, 2006). Ainsi ce procédé permet l'extraction des métaux par les plantes qui concentrent les polluants dans leurs parties racinaires et/ou aériennes. La biomasse récoltée peut être valorisée économiquement via le recyclage des éléments minéraux. Le concept de phytoremédiation a également été testé sur des sols présentant des concentrations élevées en P (Delorme *et al.*, 2000). Dans ces rares travaux, l'objectif était de collecter le P lixivié et transporté par ruissellement et qui était à l'origine du phénomène d'eutrophisation des cours d'eau. Une déclinaison supplémentaire de la phytoextraction est proposée dans la Thèse : le concept de phyto-P-mining. Il a pu être abordé par le biais de travaux menés en collaboration entre le LSE et la Technische Universität de Berlin dans le cadre du programme bilatéral de recherche PROCOPE (PHC-Campus France). Les travaux entre Nancy et Berlin étaient structurés en 4 objectifs principaux : (1) réaliser des bases de données pédologiques urbaines et sub-urbaines qui pourront être exploitées statistiquement pour définir des sols et des matériaux technogéniques modèles à l'échelle européenne : identifier et quantifier des matériaux technogéniques contribuant au stock de P ; (2) étudier l'évolution de matériaux

technogéniques modèles constitutifs de sols anthropisés et quantifier leur effet sur la fertilité phosphatée pour la production végétale en particulier. Cette approche sera menée pour quantifier les fractions biodisponibles de P par des méthodes chimiques et en comparaison à des sols et à des intrants agricoles classiques ; (3) identifier des plantes (hyper)accumulatrices de P ; (4) mesurer la phytodisponibilité du P par des essais en vases de végétation avec des espèces végétales choisies ; (5) vérifier, en particulier par un essai in situ, le potentiel écologique (fonctions de support de biodiversité, d'échanges et de filtre) et économique (gisements de l'élément nutritif P) de la ressource « sol urbain » : phytoPmining.

L'approche de cette technologie innovante de phyto-P-mining repose sur (i) la construction de Technosols à partir de déchets et sous-produits puis de (ii) l'accumulation de l'élément nutritif P dans les parties aériennes des plantes cultivées sur ces Technosols, et enfin (iii) le recyclage du P contenu dans les végétaux récoltés par des moyens variés, en restituant par exemple le P au Technosol dont il provient (Figure VII-3).

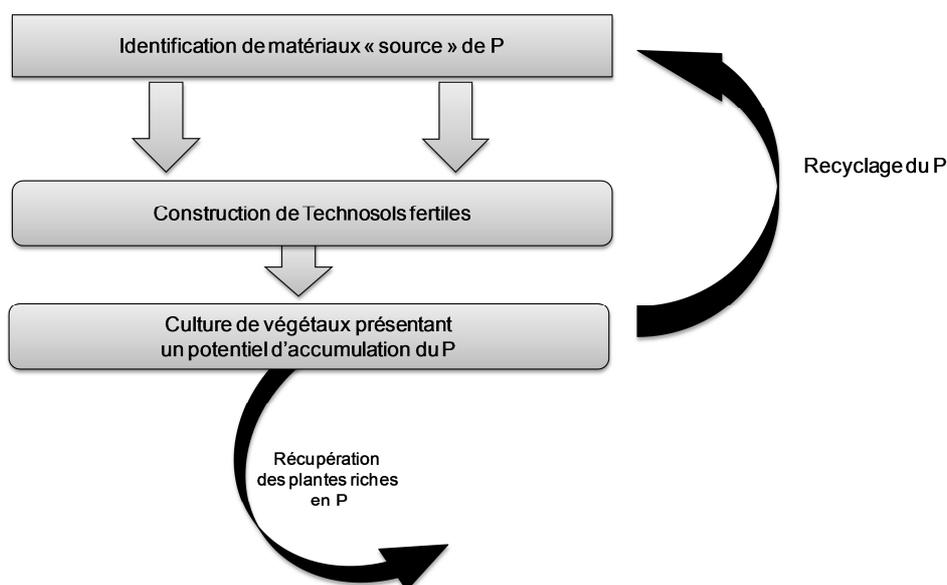


Figure VII-3 : schéma présentant la stratégie de phyto-P-mining associée au génie pédologique

Les matériaux « sources » sont les matériaux riches voire très riches en P. Le P peut y être (i) sous forme, organique immobilisé ou sous des formes potentiellement minéralisables permettant de contribuer au pool de P disponible pour les plantes ou alors (ii) sous forme minérale directement disponible ou précipitée. La combinaison

de ces matériaux sources à d'autres matériaux sélectionnés permet d'aboutir à un Technosol construit fertile. La stratégie du phyto-P-mining consiste à raisonner le processus de construction de sol afin de favoriser une libération progressive du P au cours d'un cycle de culture (Figure VII-3). Lorsque tout le P présent initialement est épuisé, les résidus végétaux peuvent être réutilisés en tant qu' « amendement vert ».

3.2. Problématique de raréfaction du P et intérêt du phyto-P-mining

L'agriculture moderne intensive a pour objectif de nourrir une population mondiale croissante. Cette agriculture dépend fortement des engrais minéraux phosphatés, qui proviennent des roches phosphatées géogéniques. Une pénurie du P (entre 2034 et environ 2070) exploitée sous forme de phosphates naturels et des enjeux géostratégiques liés à leur localisation est annoncée. Historiquement, les déchets animaux ont été appliqués dans les systèmes traditionnels de culture et restent une source relative de recyclage de P en agriculture moderne (Liu *et al.*, 2008). S'il existe des procédés de recyclage du P, ces méthodes ne sont toutefois pas adaptées à du P présent de manière diffuse dans des sols urbains et ce type de stratégie de recyclage n'est pas suffisant pour récupérer une grande partie du P consommé. À côté de cela, une autre source de P existe : les déchets humains (e.g. déjections). Les villes, ont été identifiées comme « hotspot » de concentration de P et l'urine est la plus grande source de P émergeant des villes (Cordell *et al.*, 2009). Parmi les nombreux déchets produits en zone urbaine, certains d'entre eux sont connus pour être riches en éléments nutritifs, comme le P (Fuentes *et al.*, 2006; Johnson *et al.*, 2004). Mais très peu de travaux ont étudié les flux de P à travers les voies anthropogéniques. Un schéma a été réalisé pour récapituler la problématique autour de la pénurie de P (Figure VII-4).

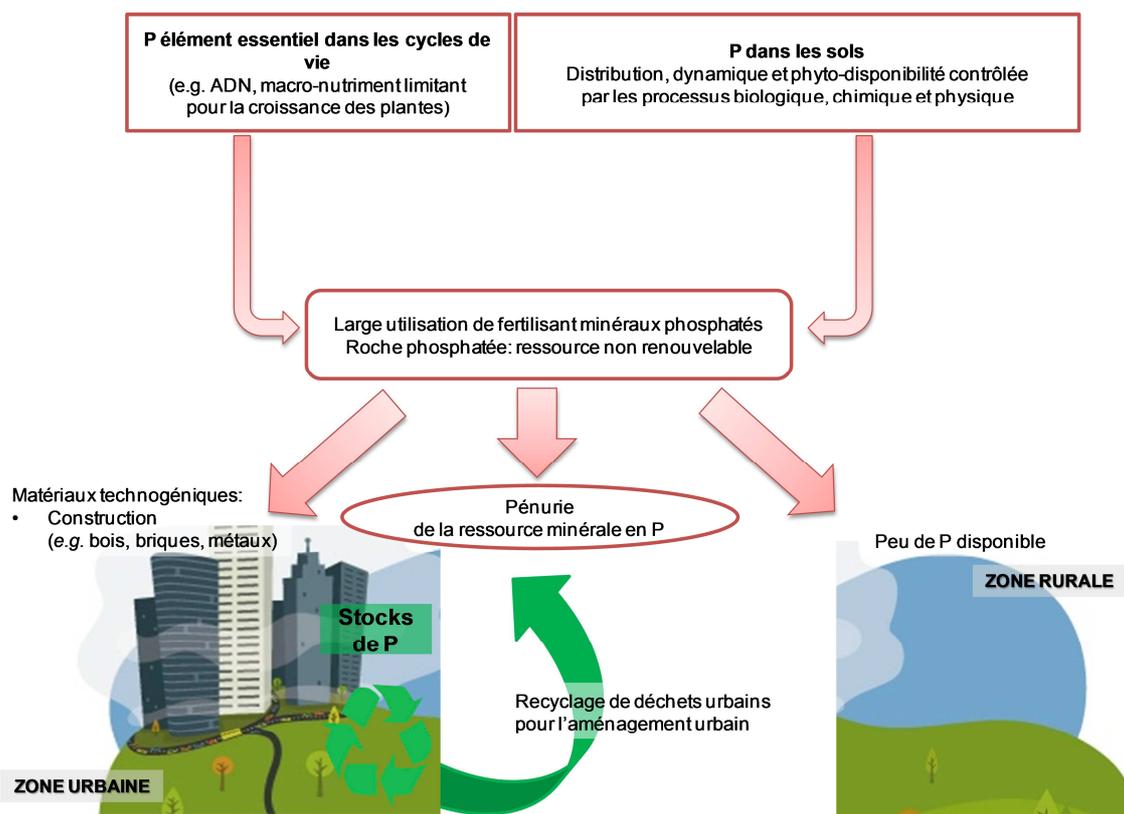


Figure VII-4 : problématique des ressources en P et voies de récupération du P en zones urbaines

3.3. Les apports des travaux menés sur le concept de phyto-P-mining

Nos travaux ont contribué au développement de ce concept d'une part via l'identification de matériaux qui constituent une réserve de P, d'autre part en proposant des mélanges fertiles permettant la croissance des végétaux et la production de fortes quantités de biomasse. La première étape est liée à la caractérisation du potentiel des matériaux modèles qui présentent une réserve en P. Cette phase de caractérisation a permis d'évaluer (i) les teneurs totales en P, (ii) les concentrations en P disponible (P_{Olsen}) dans chaque matériaux et dans certains mélanges de matériaux, (iii) les cinétiques de désorption du P des matériaux et (iv) les fractions échangeables de P grâce à l'utilisation de résines échangeuses anioniques (travaux présentés en Annexe). Les travaux autour de la formulation de mélanges fertiles et la construction de Technosol ont permis de tester leur capacité à être support de biomasse. Deux espèces végétales ont été testées : une

Brassicacée (*Brassica napus* ; colza), réputée pour développer une stratégie particulière de mobilisation du P disponible et une Poacée (*Lolium perenne* ; ray-grass). Les concentrations dans les parties aériennes ont été mesurées, démontrant l'assimilation plus ou moins forte du P par les plantes. L'expérience de cultures menée en conditions contrôlées a permis de tirer les conclusions suivantes sur la faisabilité de la stratégie de phyto-P-mining :

- ➔ Les sols construits à partir de déchets présentent un haut potentiel de ressource en P (de 2 à 18 g P_{total} kg⁻¹ de matière sèche),
- ➔ La production de biomasse est permise par la fertilité globale des sols construits et pas uniquement par le potentiel en P,
- ➔ Les mélanges constitutifs du Technosol construit présentent une fertilité supérieure pour la production de biomasse par rapport à un sol agricole.

Une simulation permettant d'estimer les quantités qui peuvent être récupérées à l'échelle de la parcelle a été réalisée. (Schéma du poster avec calculs refait).

Les premiers résultats sont favorables pour poursuivre des travaux en lien avec le phyto-P-mining et ce afin de les compléter.

3.4. Perspectives

Les résultats acquis sont à consolider et à compléter afin d'avoir davantage d'éléments de compréhension sur la libération du P au cours du temps dans des mélanges de matériaux technogéniques. Des chercheurs suggèrent que pour une phytoremediation efficace du P, les plantes doivent (i) produire de fortes biomasses, et (ii) accumuler le P plus fortement que les plantes « classiques » (e.g. concentrations supérieures à 10 g.kg⁻¹ MS) (Novak & Chan, 2002).

La prospection de plantes accumulatrices, voire hyper accumulatrices en P pourrait contribuer à l'optimisation du procédé de phyto-P-mining. Xiao et al. (2009 et 2010) ont étudié les écotypes « miniers » et « non miniers » de différentes espèces retrouvées à proximité des zones minières de minéraux phosphatés. Leurs travaux ont révélé que les espèces *Pilea sinofasciata* et *Polygonum hydropiper* pouvaient accumuler respectivement jusqu'à 16,2 et 8,6 g.kg⁻¹ de P dans leur biomasse aérienne (Xiao et al. 2009). D'autres travaux ont montré le potentiel d'accumulation

du P de différents géotypes de ray-grass (*Lolium multiflorum*) avec des concentrations supérieures à 10 g.kg^{-1} dans les parties aériennes des plantes, concentrations dépendant des concentrations de P dans les sols étudiés (Sharma et al. 2004). Les Amaranthacées et certaines Chenopodiacées ont également révélé leur potentiel à accumuler des concentrations de P dans leurs feuilles allant de 11 à 14 g.kg^{-1} de matière sèche (Sharma *et al.*, 2007).

Un dernier volet doit être considéré : la réincorporation au sol du P accumulé dans les plantes sous forme de « fertilisant vert ». Pour se faire, il s'agira d'étudier la dégradation des végétaux accumulateurs en P et la disponibilité du P apporté sous forme organique (e.g. labile ou immobilisé). Certains travaux ont déjà été menés, utilisant l'espèce *Tithonia diversifolia*, comparant la fertilisation minérale à une fertilisation « verte ». Les résultats montrent que la matière organique apportée contribue à réactiver l'activité biologique et favorise par un « priming effect » la minéralisation de fractions qui étaient récalcitrantes (Nziguheba, 1998; Guenet *et al.*, 2012).

Des études complémentaires permettant d'identifier les différentes formes de P présentes dans les matériaux technogéniques et leur cinétique de libération permettraient d'aboutir à des propositions plus systématiques en termes de phyto-P-mining. A plus long terme, la mise en place d'une filière autour du phyto-P-mining, permettant la production d'une nouvelle ressource organique en P, serait envisageable.

Conclusion

Les Technosols construits sont des objets d'étude « modèles » qui permettent la compréhension du fonctionnement pédogénétique et de l'évolution des Technosols et plus globalement des sols. L'objectif de ces travaux de Thèse était d'étudier les interactions existant entre les propriétés physiques résultant du processus d'agrégation, et les propriétés agro-chimiques notamment en lien avec la libération d'éléments nutritifs (phosphore en particulier).

L'étude bibliographique menée a permis de faire un état des connaissances sur (i) les sols urbains et les besoins d'une végétalisation croissante des zones urbaines et périurbaines pour des raisons sociales, environnementales et sanitaires ; (ii) les différentes pratiques mises en œuvre pour mettre en place des espaces de verdure à partir de matériaux alternatifs à la terre végétale ; et enfin (iii) sur les processus précoces de formation de Technosols construits en lien avec leur potentiels fertiles. Cet état de l'art a mis en évidence des lacunes évidentes sur les données scientifiques relatives aux propriétés physico-chimiques des Technosols construits en lien avec leur fertilité.

Les résultats de cette Thèse ont permis de valider les trois grandes hypothèses posées au début des travaux :

Hypothèse 1 : Il est possible de recycler des déchets urbains pour la construction de Technosols fertiles dans les villes, comme substitut à la ressource naturelle « sol ».

Pour vérifier cette hypothèse nous avons répondu à deux questions scientifiques majeures:

- Quels sont les gisements de matériaux déchets disponibles pour la construction de sols ?
- Comment la formulation des mélanges de déchets influence-t-elle les propriétés physico-chimiques des sols construits?

Une approche méthodologique a pu être développée pour sélectionner des matériaux modèles constitutifs de Technosols construits fertiles. La mise en œuvre de la méthode qui en découle a permis le choix de matériaux (i) représentatifs des gisements de déchets issus du catalogue européen des déchets (CED) et (ii) présentant des potentiels contrastés en lien avec la construction de Technosols fertiles. Ces potentiels ont pu être caractérisés grâce à une évaluation systématique des propriétés physico-chimiques en lien avec la fertilité des matériaux.

Concernant la formulation des mélanges fertiles, une série de combinaisons binaires et ternaires de matériaux modèles a pu être testée en laboratoire. Cette phase de test et de formulation de différents mélanges a permis de modéliser leurs propriétés physico-chimiques à l'aide d'outils de modélisation simples.

Le résultat majeur indique que chaque matériau pur ne peut constituer à lui seul un substrat fertile et que la formulation de mélanges en laboratoire permet d'aboutir à la création de substrats présentant des propriétés physico-chimiques proches de celles des sols français recensés par le réseau de mesure de la qualité des sols (Jolivet *et al.*, 2006).

A l'issue de ces caractérisations de l'état initial du Technosol construit à partir de déchets, il est nécessaire de s'intéresser à l'évolution des propriétés physiques et agro-chimiques de tels mélanges de matériaux. Cela permet d'aborder la seconde hypothèse posée.

Hypothèse 2 : Les mélanges de matériaux technogéniques sont capables de s'agréger et d'assurer une réserve en éléments nutritifs et notamment une réserve en phosphore pour le développement des végétaux au cours du temps.

Nous avons abordé cette hypothèse par le biais des deux questions suivantes :

- Les mélanges de matériaux technogéniques sont-ils capables de s'agréger et d'assurer une réserve en éléments nutritifs pour le développement des végétaux au cours du temps ?
- Quelles interactions existe-t-il entre le processus d'agrégation et le transfert de nutriments et notamment du P ?

Pour répondre à ces questions, trois expériences en conditions contrôlées ont été menées sur 4 mélanges de matériaux technogéniques jugés aptes à constituer un

premier horizon de croissance. Une première expérience d'incubation de 92 jours a été effectuée afin d'étudier l'évolution des mélanges dans des conditions optimales pour le développement microbologique ; la deuxième expérience a consisté à appliquer une succession d'alternance de 8 cycles d'humectation/dessiccation aux mélanges afin de tester l'influence du facteur climatique ; enfin la dernière expérience a permis de tester l'impact du facteur biologique (plante) durant 55 jours avec deux espèces végétales aux systèmes racinaires contrastés : le ray-grass et le colza. Les résultats majeurs de l'ensemble de ces expériences ont permis d'apporter différents éléments aux questions posées :

- 1 Les mélanges de matériaux technogéniques sont le siège de la formation d'agrégats. L'originalité de ces travaux est de tester la stabilité des agrégats formés de diamètres compris entre 3,15 et 5 mm qui n'a pas été abordée par les travaux menés précédemment sur l'agrégation des Technosols construits. Les agrégats néoformés présentent une stabilité variable qui dépend fortement de la nature des matières organiques (MO) et des quantités de MO mises en mélange : plus les MO présentent un potentiel microbien fort, plus les agrégats seront stables. Des corrélations ont pu être établies entre la stabilité des agrégats et la biomasse microbienne.
- 2 Les mélanges de matériaux technogéniques constituent une réserve en éléments nutritifs et notamment une réserve en P. Les concentrations de P disponible (Olsen, 1956) dans ces mélanges s'échelonnent de 0,18 à 0,80 g.kg⁻¹, soit près de 10 fois plus élevées que les concentrations moyennes et médianes de l'ensemble des sols français (Jolivet *et al.*, 2006). Les résultats acquis à l'issue des différentes expériences ont permis de montrer d'une part, que le pH influençait fortement la disponibilité et le prélèvement du P contenu dans les mélanges par la plante et d'autre part que la dynamique de libération du P dans la solution du sol était fortement dépendante de la dynamique de dégradation des MO.

Nous avons apporté des réponses sur la compréhension du processus d'agrégation dans les Technosols construits et notamment sur la stabilisation des agrégats dans les premiers stades d'évolution pédogénétiques. Néanmoins, les mécanismes mis en jeu dans les interactions entre le processus d'agrégation et la libération de P n'ont pu être identifiés. Des hypothèses peuvent être formulées. Il semblerait que la MO, en

se dégradant, influence le processus d'agrégation des Technosols construits, produisant des volumes de pores plus ou moins larges qui sont à l'origine de l'activité de microorganismes. La création de différentes porosités influence les transferts d'éléments nutritifs et notamment les transferts de P.

Les résultats apportés dans les chapitres 4 et 5 de la Thèse apportent différentes contributions à la prédiction de l'évolution des Technosols construits, en particulier en lien avec la qualité physique et chimique de ces sols en lien avec leur fertilité.

La dernière hypothèse formulée à laquelle les travaux de Thèse se proposaient de répondre peut alors être rappelée :

Hypothèse 3 : Il existe des applications agronomiques en génie pédologique pour une construction raisonnée et optimisée de Technosols fertiles à partir de déchets et sous-produits.

La dernière partie (chapitres 6 et 7) a permis de discuter les résultats acquis et de les généraliser aux Technosols construits de façon à proposer un modèle conceptuel global ayant pour finalité la mise en œuvre d'un procédé de construction de sols. L'approche méthodologique développée au chapitre 2 a permis d'amener la notion de généricité des méthodes mises en œuvre pour la sélection de matériaux modèles et la formulation raisonnée de mélanges de matériaux technogéniques fertiles.

Les résultats obtenus sont autant d'éléments permettant de faire évoluer les pratiques et les métiers vers l'innovation. L'intégration des résultats acquis par le biais de nos travaux au programme SITERRE, contribue aux avancées vers la mise en place d'une filière de recyclage de déchets pour le développement du génie pédologique. A l'issue des travaux une approche de phyto-P-mining a également pu être développée, proposant d'utiliser la biomasse végétale produite sur les Technosols construits comme nouvelle source de P.

Annexes

Annexe I

Nomenclature des déchets

01 00 00	Déchets provenant de l'exploration et de l'exploitation des mines et des carrières ainsi que du traitement physique et chimique des matériaux.
02 00 00	Déchets provenant de l'agriculture, de l'horticulture, de l'aquaculture, de la sylviculture, de la chasse et de la pêche ainsi que de la préparation et de la transformation des aliments Primaires de l'agriculture et transformation des aliments.
03 00 00	Déchets provenant de la transformation du bois et de la production de panneaux et de meubles, de pâtes à papier et de cartons
04 00 00	Déchets provenant des industries du cuir, de la fourrure et du textile.
05 00 00	Déchets provenant du raffinage du pétrole, de la purification du gaz naturel et du traitement pyrolytique du charbon.
06 00 00	Déchets des procédés de la chimie minérale.
07 00 00	Déchets des procédés de la chimie organique.
08 00 00	Déchets provenant de la FFDU de produits de revêtement (peintures, vernis et émaux vitrifiés), mastics et encres d'impression.
09 00 00	Déchets provenant de l'industrie photographique.
10 00 00	Déchets provenant de procédés thermiques.

11 00 00	Déchets provenant du traitement chimique de surface et du revêtement des métaux et autres matériaux, et de l'hydrométallurgie des métaux non ferreux.
12 00 00	Déchets provenant de la mise en forme du traitement physique et mécanique de surface des métaux et matières plastiques.
13 00 00	Huiles et combustibles liquides usagés (sauf huiles alimentaires et huiles figurant aux chapitres 05,12 et 19).
14 00 00	Déchets de solvants organiques, d'agents réfrigérants et propulseurs (sauf chapitres 07 et 08).
15 00 00	Emballages et déchets d'emballages, absorbants, chiffons d'essuyage, matériaux filtrants et vêtements de protection non spécifiés ailleurs.
16 00 00	Déchets non inscrits ailleurs dans la liste
17 00 00	Déchets de construction et de démolition (y compris déblais provenant des sites contaminés).
18 00 00	Déchets provenant des soins médicaux ou vétérinaires et/ou de la recherche associée (sauf déchets de cuisine et de restauration ne provenant pas directement des soins médicaux).
19 00 00	Déchets provenant des installations de gestion des déchets, des stations dépuración des eaux usées hors site et de la préparation d'eau destinée à la consommation humaine et d'eau d'usage industriel.
20 00 00	Déchets municipaux (déchets ménagers et déchets assimilés provenant des commerces, des industries ou des administrations) y compris les fractions collectées séparément.

Annexe II

Proposition d'un protocole adapté de mesure de la masse volumique apparente de matériaux technogéniques

Objet :

Optimisation du protocole de détermination de masse volumique apparente des « amendements de sol, et supports de culture » (NF EN 13 041) pour l'appliquer à une gamme de matériaux technogéniques de densités apparentes très variées. Le protocole, après avoir été validé sur les matériaux seuls, est testé sur les matériaux en mélange.

Principe de la méthode :

Compacter de façon équivalente les matériaux dans un cylindre de volume connu, lors de la mesure de la densité apparente. La compaction s'effectue par l'application d'une force verticale (lâché d'un poids à hauteur constante) sur le matériau. L'échantillon est pesé et la densité apparente peut être calculée grâce au volume.

Matériel :

Eprouvette graduée de 1L

Matériaux séchés (à l'air) et tamisés à 5 mm

Balance

Entonnoir

Ficelle

Mètre

Poids de 1000 g minimum

Tuteur

Support et fixation

Mode opératoire :

Compacter les matériaux dans l'éprouvette graduée à l'aide du poids.

Peser l'éprouvette vide

Remplir à l'aide de l'entonnoir une première partie de l'éprouvette avec un matériau à hauteur de 300 mL

Veiller à ne pas bouger l'éprouvette pour avoir un écoulement « naturel »

Lâcher le poids d'une hauteur de 20 cm dans l'éprouvette sur le matériau (à répéter 3 fois)

Remplir à nouveau l'éprouvette avec jusqu'à 600 mL

Lâcher le poids de la même manière en conservant la même distance de chute

Remplir la dernière partie de l'éprouvette jusqu'à (environ) 1L et lâcher de nouveau le poids

Noter le volume final obtenu (≤ 1 L)

Peser l'éprouvette + matériau

Interprétations :

Déterminer le poids de matériau et calculer la densité apparente en prenant en compte l'humidité du matériau selon la formule :

$$\frac{\text{Masse éch humide}}{(1 + \text{Teneur en eau pondérale})} \times \frac{1}{\text{Volume cylindre}}$$

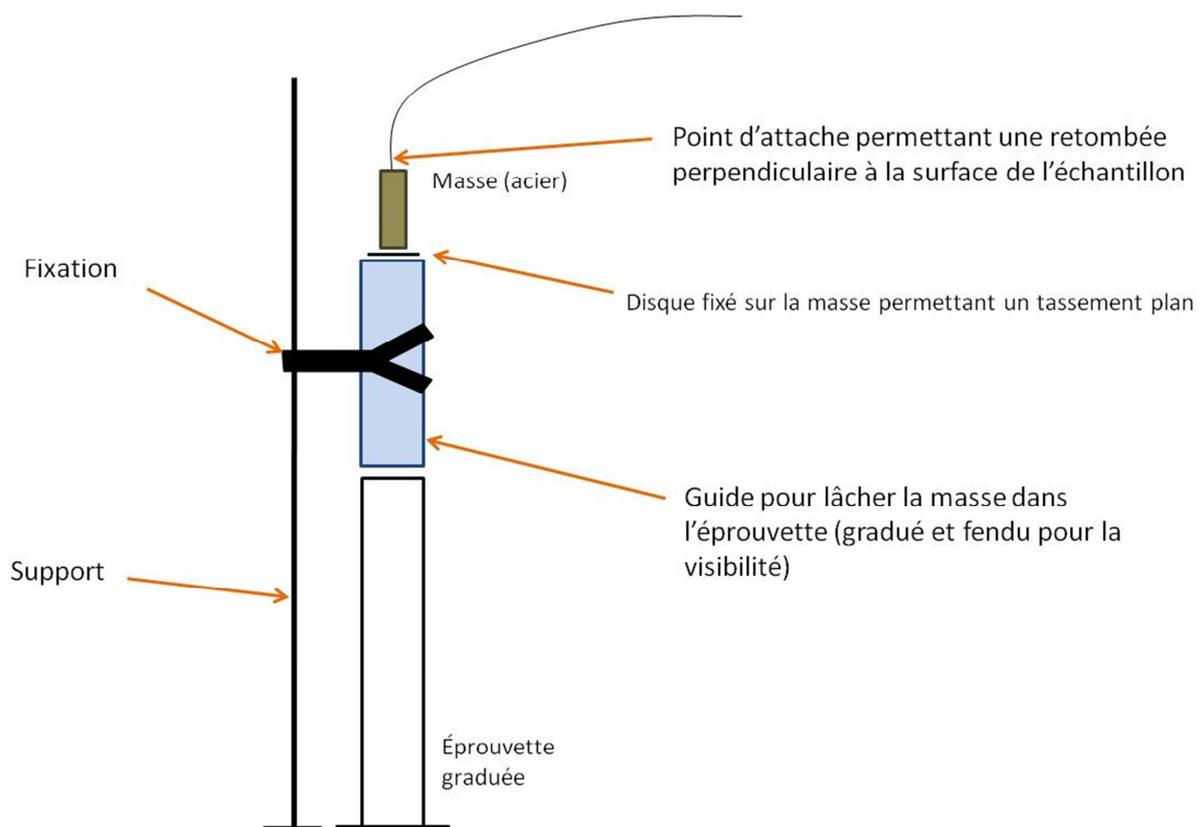


Figure 5 : Dispositif expérimental de mesure de masse volumique apparente avec « tassement reproductible »

Annexe III

Analyse physico-chimique du phosphore échangeable à l'aide de membranes échangeuses anioniques

Une caractérisation du phosphore (P) échangeable a été réalisée afin d'évaluer la quantité de P directement labile et disponible pour la plante. Une étude bibliographique a été menée afin d'établir un protocole de mesure de ce P échangeable dans les mélanges et les matériaux seuls. La mesure emploie des résines échangeuses anioniques, méthode dont les résultats semblent les plus corrélés avec le prélèvement par la plante (Negrín et al. 1995; Silva & Raij 1999) en comparaison avec les résultats des mesures d'extraction chimique telle que P_{Mehlich} , P_{Olsen} et Bray et ce, quelque soit le pH du milieu. Dans cette méthode, la résine échangeuse constitue un « puit ionique » qui emploie une surface qui simule le rôle des racines en adsorbant le P labile (Buehler et al. 2002; Myers et al. 2005) Figure 6. Cette technique permet, à l'inverse des méthodes classiques d'extraction chimique, de perturber au minimum le milieu chimique et évite donc de solubiliser les formes de P fortement liées aux complexes d'Al, de Fe et de Ca qui sont en réalité non labiles pour la plante (Mallarino 1997). Les résines échangeuses anioniques sont utilisées en agitation dans une suspension de sol durant 44h afin de mesurer le P inorganique directement disponible qui inclut : le P inorganique soluble, le P inorganique « échangeable » et une partie des formes précipitées de P les plus solubles. Le réservoir mesuré par l'extraction utilisant les résines est très similaire de celui qui est évalué par la dilution isotopique (Amer et al. 1955).

Dans ces travaux de Thèse, des membranes échangeuses anioniques fortes sont utilisées (type BDH n° 55 16 42 S, VWR) et dont le contre-ion est l'ion chlorure (Cl⁻). Nous avons développé un protocole spécifique à cette mesure dont les résultats sont présentés ci-dessous.

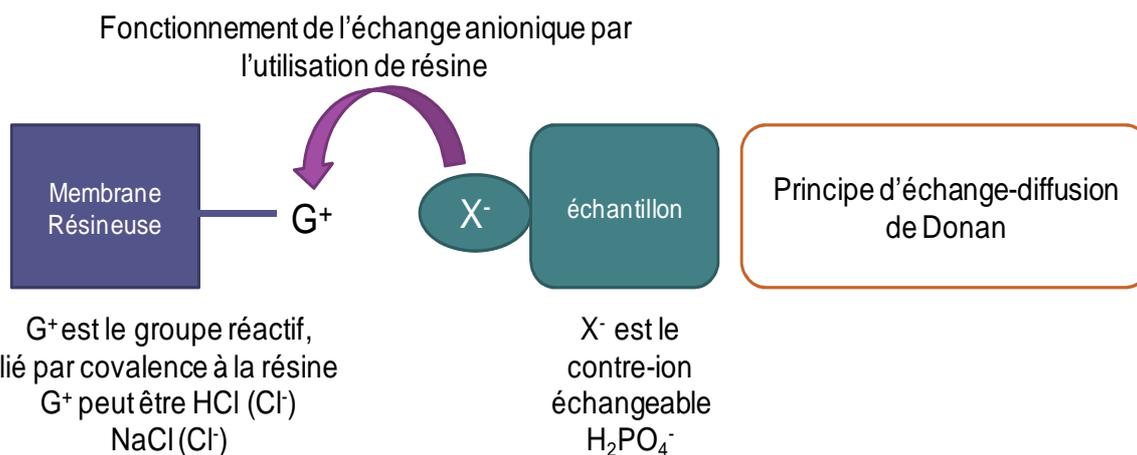


Figure 6 : Principe de la méthode de mesure du P échangeable à l'aide de résine échangeuses anioniques

Protocole

Les membranes que nous avons utilisées sont de 2 formats différents, selon la concentration en $P_{\text{disponible}}$ calculés en fonction des concentrations en P_{Olsen} des matériaux.

Tableau 11 : dimensions des membranes échangeuses anioniques utilisées en fonction des concentrations en P_{Olsen} des matériaux purs

	classe A	classe B
	Matériau peu riches en P_{Olsen} (concentrations $< 0,2$ $g.kg^{-1}$)	Matériaux riches en P_{Olsen} (concentrations $> 0,2$ $g.kg^{-1}$)
Dimension de la membrane (cm)	2X4,1	6X3,1
Surface réactive (cm^2)	16,4	37,2

La mesure du échangeable à partir des membranes échangeuses anioniques se fait suivant les étapes suivantes :

Etape 1 : activation des membranes

Les membranes sont tout d'abord activées durant 1h par agitation dans une solution d'acide chlorhydrique (HCl, 0,5 M). Puis elles sont agitées durant une heure successivement dans 2 flacons différents contenant de solution d'hydrogénocarbonate de sodium ($NaHCO_3$, 0,5 M). A l'issue de cette étape, les membranes résineuses sont rincées deux fois à l'aide d'eau déionisée.

Étape 2 : Extraction du P désorbé des particules de matériaux ou du mélange de matériaux

Les membranes sont alors agitées dans des flacons nalgène contenant le matériau ou le mélange selon un ratio échantillon (g) : eau (mL) de 1:80 ou 2:80 respectivement pour les matériaux identifiés « classe A » ou « classe B ». L'agitation est réalisée à l'horizontale dans un agitateur rotatif à 10 rpm durant 44h.

Un rinçage intensif permettant de retirer les particules de sols accrochées sur les membranes est réalisé à l'eau déionisée.

Étape 3 : extraction du P sorbé sur les résines échangeuses anioniques

Cette extraction est réalisée par agitation (10 rpm) durant 1h des membranes échangeuses anioniques à l'aide de 50 mL de solution HCl (0,5 M). La solution récupérée est analysée selon la méthode colorimétrique de Murphy & Riley (1956).

Résultats

Pour les matériaux de la classe A qui sont peu riches en P, globalement les concentrations mesurées à l'aide des résines sont plus faibles que celles mesurées à l'aide de la méthode d'extraction chimique (Olsen) (Tableau 12). Cela signifie que lors de l'extraction chimique des formes inorganiques du P (P_i) ont été solubilisées alors qu'elles ne sont pas directement disponibles pour la plante. Dans le sol témoin, qui est un sol agricole, les concentrations sont quasiment similaires, ce qui signifie que la mesure de PO_{Olsen} mesure assez précisément le P qui sera directement disponible pour la plante.

Tableau 12 : concentrations en P échangeable mesurées à l'aide de membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et concentrations en P disponible mesurées à l'aide d'une méthode classique d'extraction chimique (P_{Olsen}) pour les matériaux de « classe A », déchets de balayage de rue (DR), sous produits papetiers (SP), béton (BE), ballasts (BA), briques (BR), terre d'excavation acide (TA) et basique (TB), déchets de bâtiment (DB), sol témoin avant (Témoin) et après culture de colza (Témoin CZ)

	P_{AEM} g.kg ⁻¹		P_{Olsen} g.kg ⁻¹	
DR	0,156	0,008	0,218	0,010
SP	0,015	0,001	0,105	0,000
BE	0,010	0,000	0,046	0,010
BA	0,009	0,001	0,030	0,000
BR	0,003	0,000	0,028	0,000
TA	0,002	0,000	0,015	0,000
DB	0,002	0,001	0,124	0,000
Témoin	0,111	0,004	0,126	0,050
Témoin CZ	0,164	0,004	0,162	0,006

Pour les mélanges riches en P disponible, les concentrations mesurées à l'aide des résines sont plus ou moins proches de celles mesurées par la méthode Olsen (Tableau 13). Pour les boues de STEP, les résultats montrent que la méthode d'extraction chimique provoque la solubilisation d'une forte fraction minérale qui n'est en fait pas directement accessible pour la plante. C'est le cas également pour le compost et le mélange BR/CO. A l'inverse, pour les mélanges TA/CO, la mesure à l'aide de résines échangeuses permet d'extraire davantage de P que la méthode classique d'extraction chimique.

Tableau 13 : concentrations en P échangeable mesurées à l'aide de membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et concentrations en P disponible mesurées à l'aide d'une méthode classique d'extraction chimique (P_{Olsen}) pour les matériaux de « classe B », boues de STEP (BS), déchets verts (DV), compost (CO), mélanges brique/compost avant (BR/CO) et après culture de colza (BR/CO CZ), mélange Terre acide/compost avant (TA/CO) et après culture de colza (TA/CO CZ)

	P_{AEM} g.kg ⁻¹		P_{Olsen} g.kg ⁻¹	
BS	1,365	0,303	4,927	0,110
DV	1,043	0,049	1,096	0,060
CO	0,724	0,019	0,902	0,05
BR/CO	0,089	0,014	0,550	0,050
BR/CO CZ	0,186	0,010	0,607	0,039
TA/CO	0,537	0,019	0,357	0,050
TA/CO CZ	0,508	0,018	0,383	0,007

Ces résultats sont en accord avec le constat de Frossard *et al.*, (2004) selon lesquels les extractants tels que le NaHCO₃ utilisé pour la mesure d'extraction chimique (Olsen) n'extraient pas tout le Pi assimilable et extraient du Pi assimilable. Afin de montrer l'intérêt de l'utilisation de cette méthode sur des mélanges de matériaux technogéniques pour la mesure du P disponible pour les plantes, il serait nécessaire de comparer les résultats obtenus avec les concentrations du P accumulé dans les parties aériennes. Des résultats supplémentaires sont en attente afin de démontrer des corrélations. D'ores et déjà établir des relations linéaires entre les résultats des deux mesures employées dans les travaux de Thèse avec des coefficients de régressions de 0,70 et 0,63 respectivement pour des matériaux technogéniques peu riches en P disponible (Figure 7) et riches en P disponible (Figure 8).

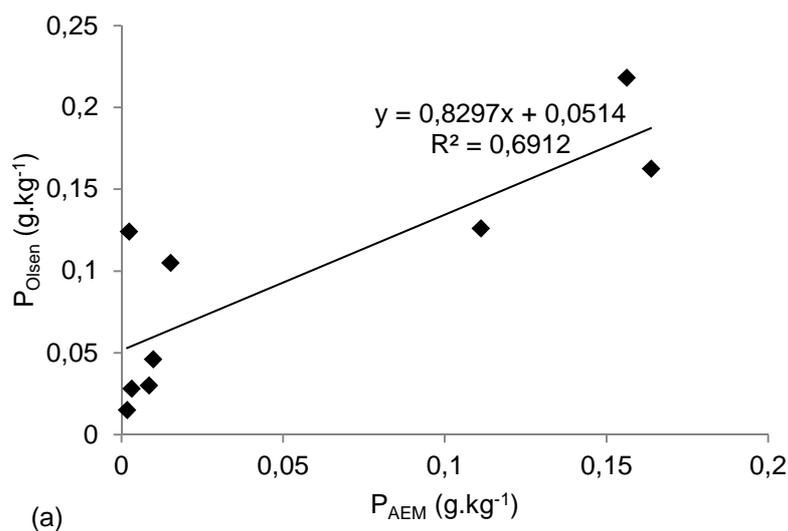


Figure 7 : régressions linéaires des concentrations en P disponible mesurées à l'aide de deux techniques différentes : celle des membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et celle d'extraction chimique (P_{Olsen}) mesurées en g.kg⁻¹ pour les matériaux de la classe A, peu riches en P

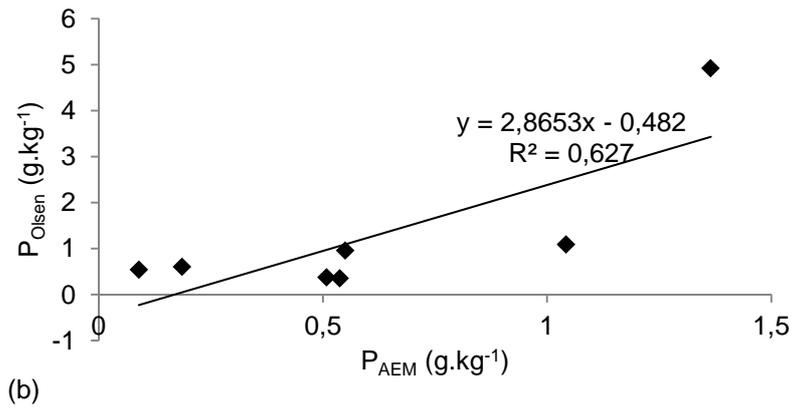


Figure 8 : régressions linéaires des concentrations en P disponible mesurées à l'aide de deux techniques différentes : celle des membranes échangeuses anioniques (P_{AEM}) et celle d'extraction chimique (P_{Olsen}) mesurées en g.kg⁻¹ pour les matériaux de la classe B, riches en P. Ces résultats montrent (i) que les mesures classiquement utilisées en agronomie pour étudier la fertilité des sols semblent applicables aux mélanges de matériaux technogéniques ; et (ii) que la mesure du P disponible à l'aide des résines permettra d'avoir une meilleure indication du P directement assimilable par les plantes.

Annexe IV

Expérience de culture de ray gras sur des mélanges de matériaux
technogéniques

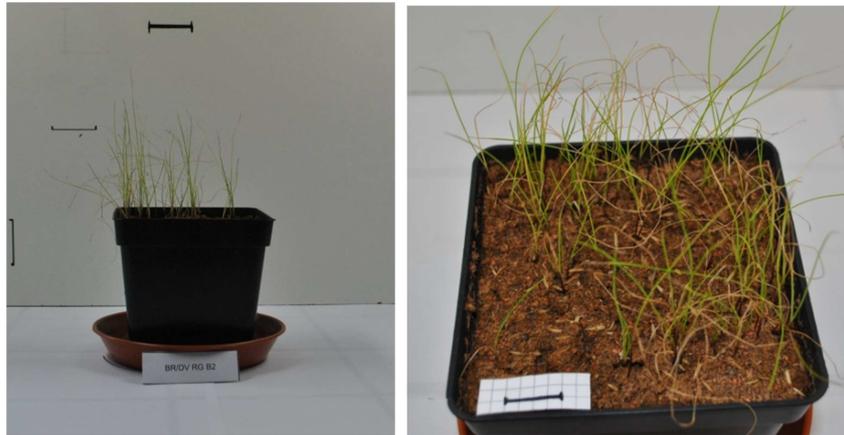
Pour le mélange TA/DV



Pour le mélange TA/CO



Pour le mélange BR/DV



Pour le mélange BR/CO



Pour le sol agricole Témoin



Annexe V

Expérience de culture de colza sur des mélanges de matériaux
technogéniques

Pour le mélange TA/DV



Pour le mélange TA/CO



Pour le mélange BR/DV



Pour le mélange BR/CO

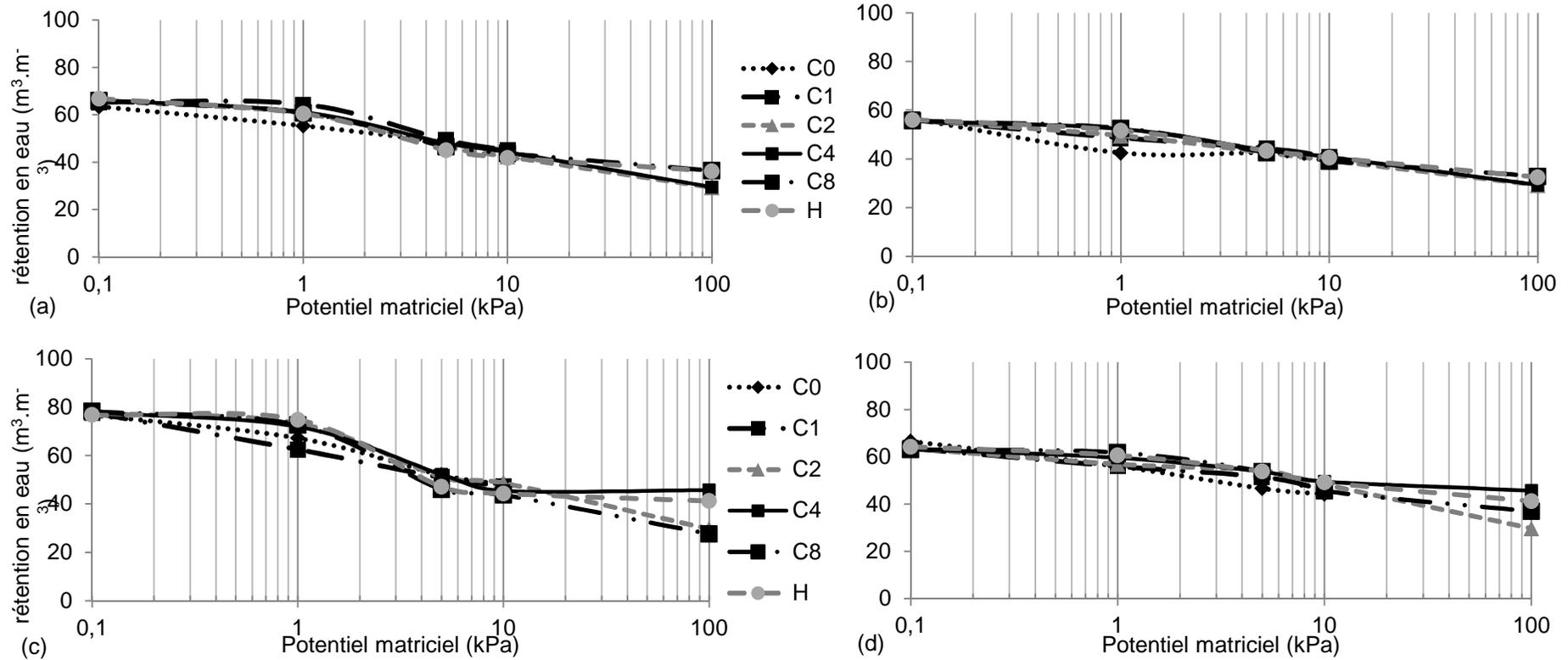


Pour le sol témoin agricole



Annexe VI

Courbes de rétention en eau des mélanges



Annexe VII

Comparaison de l'analyse agro-chimique de fraction broyées ou tamisées de mélange de matériaux technogéniques

	TA/CO		BR/CO		BA/SP		TA/BE/DV	
	Tamisé	Broyé	Tamisé	Broyé	Tamisé	Broyé	Tamisé	Broyé
C _{tot} (g.kg ⁻¹)	61,3	33,8	167	93,1	134	57,5	17,2	23,6
N _{tot} (g.kg ⁻¹)	7,40	3,94	17,4	8,99	2,2	0,89	1,00	0,49
CaCO ₃ (g.kg ⁻¹)	1,00	1,30	15,4	9,00	479	206	16,3	83,5
pH	7,20	7,30	7,40	7,40	8,4	8,60	8,2	10,7
P _{Olsen} (g.kg ⁻¹)	0,50	0,36	0,76	0,55	0,11	0,07	0,10	0,06
CEC (cmol ⁺ .kg ⁻¹)	17,1	10,9	48,8	24,2	4,48	2,43	4,50	4,85
Ca échangeable (cmol ⁺ .kg ⁻¹)	15,0	9,50	39,0	36,1	11,0	6,01	6,80	11,1
P _{tot} (g.kg ⁻¹)	10,7	5,43	27,4	13,8	1,68	1,68	1,03	1,20

Bibliographie

A

- Abiven, S. et al., 2008. A Model to Predict Soil Aggregate Stability Dynamics following Organic Residue Incorporation under Field Conditions. *Soil Science Society of America Journal*, 72(1), p.119.
- Abiven, S. et al., 2007. Dynamics of aggregate stability and biological binding agents during decomposition of organic materials. *European Journal of Soil Science*, 58(1), p.239–247.
- Abiven, S., Menasseri, S. & Chenu, C., 2009. The effects of organic inputs over time on soil aggregate stability – A literature analysis. *Soil Biology and Biochemistry*, 41(1), p.1–12.
- Aerts, R. & Chapin III, F.S., 1999. The Mineral Nutrition of Wild Plants Revisited: A Re-evaluation of Processes and Patterns. In A.H. Fitter and D.G. Raffaelli, éd. *Advances in Ecological Research*. Academic Press, p. 1–67. Available at: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0065250408600161> [Consulté le septembre 3, 2013].
- Aggelides, S.M. & Londra, P.A., 2000. Effects of compost produced from town wastes and sewage sludge on the physical properties of a loamy and a clay soil. *Bioresource Technology*, 71(3), p.253–259.
- Akbarzadeh, A. et al., 2009. Application of artificial intelligence in modeling of soil properties (case study: Roodbar region, north of Iran)'. *Environmental Research Journal*, 3(2), p.19–24.
- Algayer, B., 2012. *Variabilité à court terme de la stabilité structurale des sols et processus physico-chimiques associés*. Orléans.
- Amezket, E. ; Amézket., 1999. Soil Aggregate Stability: A Review. *J SUSTAIN AGR*, 14(2), p.151, 83.
- Annabi, M. et al., 2007. Soil Aggregate Stability Improvement with Urban Composts of Different Maturities. *Soil Science Society of America Journal*, 71(2), p.413.
- Annabi, M., 2006. *Stabilisation de la structure d'un sol limoneux par des apports de composts d'origine urbaine : relation avec les caractéristiques de la matière organique*.
- Arshad, M.A. & Coen, G.M., 1992. Characterization of soil quality: Physical and chemical criteria. *American Journal of Alternative Agriculture*, 7(Special Issue 1-2), p.25–31.
- Badin, A.-L., Méderel, G., et al., 2009. Study of the aggregation of the surface layer of Technosols from stormwater infiltration basins using grain size analyses with laser diffractometry. *Geoderma*, 153(1-2), p.163–171.

Bibliographie

- Badin, A.-L., Bedell, J.-P. & Delolme, C., 2009. Effect of water content on aggregation and contaminant leaching: the study of an urban Technosol. *Journal of Soils and Sediments*, 9, p.653-663.
- Baize, D., Duval, O. & Richard, G., 2013. *Les sols et leurs structures*, Quae. Available at: <http://www.quae.com/fr/r3096-les-sols-et-leurs-structures.html> [Consulté le novembre 20, 2013].
- Baize, D. & Girard, M.-C., 1995. *Référentiel Pédologique 1995*, Paris.
- Baize, D. & Girard, M.-C., 2008. *Référentiel pédologique 2008* Quae., Editions Quae. Available at: http://www.afes.fr/afes/docs/Referentiel_Pedologique_2008.pdf.
- Baize, D. & Rossignol, J.P., 1995. Anthrosols. In *Référentiel Pédologique*. Paris, p. 95-98.
- Balesdent, J., Chenu, C. & Balabane, M., 2000. Relationship of soil organic matter dynamics to physical protection and tillage. *Soil and Tillage Research*, 53(3-4), p.215-230.
- Barber, S.A. & Silberbush, M., 1984. Plant root morphology and nutrient uptake. *Roots, Nutrient and Water Influx, and Plant Growth*, (rootsnutrientan), p.65-87.
- Bassuk, N. et al., 1998. Structural soil: An innovative medium under pavement that improves street tree vigor. In *American Society of Landscape Architects Annual Meeting Proceedings*. p. 182-185.
- Bassuk, N., Grabosky, J. & Trowbridge, P., 2005. Using CU-Structural Soil in the Urban Environment. *Urban Horticultural Inst, Cornell U*.
- Bernoux, M. et al., 2011. Le programme GESSOL 2: Impact des pratiques agricoles sur les matières organiques et les fonctions des sols. *Etude et Gestion des sols*, 18, p.137-145.
- Le Bissonnais, Y., 1996. Stabilité structurale et évaluation de la sensibilité des sols à la battance et à l'érosion: I: Théorie et méthodologie. *European Journal of Soil Science*, 47(4), p.425-437.
- Bolund, P. & Hunhammar, S., 1999. Ecosystem services in urban areas. *Ecological Economics*, 29(2), p.293-301.
- Brady, N.C. & Weil, R.R., 2008. *The nature and properties of soils. revised*, Pearson Prentice Hall, Upper Salle River, NJ. Chapters.
- Bravo-Garza, M., Bryan, R. & Voroney, P., 2009. Influence of wetting and drying cycles and maize residue addition on the formation of water stable aggregates in Vertisols. *Geoderma*, 151(3-4), p.150-156.
- Bronick, C.J. & Lal, R., 2005. Soil structure and management: a review. *Geoderma*, 124(1-2), p.3-22.
- Brooks, R.R. & Robinson, B.H., 1998. The potential use of hyperaccumulators and other plants for phytomining. *Plants that hyperaccumulate heavy metals—their role in phytoremediation, microbiology, archeology, mineral exploration, and phytomining*. Cambridge: CAB International, p.327-356.

Bibliographie

- Bruand, A. et al., 1996. Variabilité des propriétés de rétention en eau des sols: importance de la densité apparente. *Etude et Gestion des sols*, 31.
- Calenge, C., 1995. De la nature de la ville. *Natures en ville*, (74), p.12-19.
- Camps Arbostain, M. et al., 2008. Extractability and leachability of heavy metals in Technosols prepared from mixtures of unconsolidated wastes. *Waste Management*, 28(12), p.2653-2666.
- Canali, S. et al., 2004. Effect of long term addition of composts and poultry manure on soil quality of citrus orchards in Southern Italy. *Biology and Fertility of Soils*, 40.
- Caubel, V., Vidal-Beaudet, La. & Grosbellet, 2009. How compost improve the agronomic properties of planting holes. In *Acta Horticulturae*. 2nd international conference on landscape and Urban Horticulture. Bologne, p. 217-254.
- Chenu, C., Le Bissonnais, Y. & Arrouays, D., 2000. Organic Matter Influence on Clay Wettability and Soil Aggregate Stability. *Soil Science Society of America Journal*, 64(4), p.1479.
- Civeira, G., 2010. Influence of municipal solid waste compost on soil properties and plant reestablishment in peri-urban environments. *Chilean Journal of Agricultural Research*, 70(3), p.446-453.
- Cordell, D., Drangert, J.-O. & White, S., 2009. The story of phosphorus: Global food security and food for thought. *Global Environmental Change*, 19(2), p.292-305.
- Cosentino, D., Chenu, C. & Le Bissonnais, Y., 2006. Aggregate stability and microbial community dynamics under drying-wetting cycles in a silt loam soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 38(8), p.2053-2062.
- Costanza, R. et al., 1997. The value of the world's ecosystem services and natural capital. *Nature*, 387(6630), p.253-260.
- Craul, P., 1992. *Urban Soil in Landscape Design*, John Wiley & Sons.
- Damas, O. & Rossignol, J.P., 2010. *Identification of mineral and organic waste resources as alternative materials for fertile soil reconstitution*,
- Degens, B.P. & Sparling, G.P., 1995. Repeated wet-dry cycles do not accelerate the mineralization of organic C involved in the macro-aggregation of a sandy loam soil. *Plant and Soil*, 175(2), p.197-203.
- Delorme, T.A. et al., 2000. Phytoremediation of Phosphorus-Enriched Soils. *International Journal of Phytoremediation*, 2(2), p.173-181.
- Denef, K. et al., 2001. Importance of macroaggregate dynamics in controlling soil carbon stabilization: short-term effects of physical disturbance induced by dry-wet cycles. *Soil Biology and Biochemistry*, 33(15), p.2145-2153.
- Devau, N. et al., 2010. A mechanistic model for understanding root-induced chemical changes controlling phosphorus availability. *Annals of Botany*, 105(7), p.1183-1197.

Bibliographie

- Devau, N. et al., 2009. Soil pH controls the environmental availability of phosphorus: Experimental and mechanistic modelling approaches. *Applied Geochemistry*, 24(11), p.2163–2174.
- Díaz-Zorita, M., Perfect, E. & Grove, J., 2002. Disruptive methods for assessing soil structure. *Soil and Tillage Research*, 64(1–2), p.3–22.
- Donadieu, P., 2000. Entre urbanité et ruralité, la médiation paysagiste. *Paysages en ville*, (85), p.6–15.
- Duchaufour, P., 1995. *Pédologie : sol, végétation, environnement*. Abrégés Masson., Paris.
- Duran, J., 1997. *Sables, poudres et grains* Eyrolles., Paris.
- Eghball, B., 2002. Soil properties as influenced by phosphorus- and nitrogen-based manure and compost applications. *Agronomy Journal*, 94(1), p.128–135.
- El Khalil, H. et al., 2008. Contribution of technic materials to the mobile fraction of metals in urban soils in Marrakech (Morocco). *Journal of Soils and Sediments*, 8(1), p.17–22.
- Fierro, A., Angers, D.A. & Beauchamp, C.J., 1999. Restoration of ecosystem function in an abandoned sandpit: plant and soil responses to paper de-inking sludge. *Journal of Applied Ecology*, 36(2), p.244–253.
- Franzluebbers, A.J. et al., 2001. Climatic influences on active fractions of soil organic matter. *Soil Biology and Biochemistry*, 33(7–8), p.1103–1111.
- Frossard, E. et al., 2004. *Le phosphore dans les sols*,
- Fuentes, B. et al., 2006. Phosphorus in organic-waste-soil systems. *Revista de la ciencia del suelo y nutrición vegetal*, 6. Available at: http://www.scielo.cl/scielo.php?pid=S0718-27912006000200006&script=sci_abstract&lng=en [Consulté le novembre 15, 2011].
- Gallet, A. et al., 2003. Effect of phosphate fertilization on crop yield and soil phosphorus status. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 166(5), p.568–578.
- Grabosky, J. & Bassuk, N., 1996. Testing of structural urban tree soil materials for use under pavement to increase street tree rooting volumes. *Journal of Arboriculture*, 22, p.255–263.
- Grabosky, J., Bassuk, N. & Trowbridge, P., 2002. Structural soils: a new medium to allow urban trees to grow in pavement. *Landscape Architecture Technical Information Series (LATIS)*. the American Society of Landscape Architects, 636, p.20001–3736.
- Grinsted, M.J. et al., 1982. Plant-Induced Changes in the Rhizosphere of Rape (brassica Napus Var. Emerald) Seedlings. *New Phytologist*, 91(1), p.19–29.
- Grosbellet, C., 2008. *Evolution et effets sur la structuration du sol de la matière organique apportée en grande quantité*. Thèse. Angers.
- Grosbellet, C. et al., 2011. Improvement of soil structure formation by degradation of coarse organic matter. *Geoderma*, 162(1-2), p.27–38.

Bibliographie

- Guenet, B. et al., 2012. Evidence that stable C is as vulnerable to priming effect as is more labile C in soil. *Soil Biology and Biochemistry*, 52, p.43-48.
- Guyon, étienne & Troadec, J.-P., 1994. *Du sac de billes au tas de sable* Odile Jacob.,
- Gyaneshwar, P. et al., 2002. Role of soil microorganisms in improving P nutrition of plants. *Plant and Soil*, 245(1), p.83-93.
- Hammond, J.P. et al., 2009. Shoot yield drives phosphorus use efficiency in Brassica oleracea and correlates with root architecture traits. *Journal of Experimental Botany*, 60(7), p.1953-1968.
- Harrison, A.F., 1987. *Soil organic phosphorus: a review of world literature*, CAB International Wallingford, UK. Available at: <http://library.wur.nl/WebQuery/clc/164150> [Consulté le novembre 19, 2013].
- Hedley, M.J., Nye, P.H. & White, R.E., 1983a. Plant-Induced Changes in the Rhizosphere of Rape (brassica Napus Var. Emerald) Seedlings. *New Phytologist*, 95(1), p.69-82.
- Hedley, M.J., Nye, P.H. & White, R.E., 1983b. Plant-Induced Changes in the Rhizosphere of Rape (brassica Napus Var. Emerald) Seedlings. *New Phytologist*, 95(1), p.69-82.
- Heno Valencia, L.J.H., 2008. *Etude des bases moléculaires de l'agrégation des sols par des exopolysaccharides bactériens*. Université Joseph-Fourier-Grenoble I. Available at: <http://hal.archives-ouvertes.fr/tel-00384923/> [Consulté le novembre 19, 2013].
- Henin, S. & Monnier, G., 1958. Methode pour l'étude de la stabilité structurale des sols, A. Combeau. 1958. *Ann. Agron*, 9, p.71-90.
- Hillel, D., 2003. *Introduction to Environmental Soil Physics*, Academic Press.
- Hinsinger, P., 2001. Bioavailability of soil inorganic P in the rhizosphere as affected by root-induced chemical changes: a review. *Plant and Soil*, 237(2), p.173-195.
- Hinsinger, P. et al., 2003. Origins of root-mediated pH changes in the rhizosphere and their responses to environmental constraints: A review. *Plant and Soil*, 248(1-2), p.43-59.
- Hoffland, E., 1992. Quantitative evaluation of the role of organic acid exudation in the mobilization of rock phosphate by rape. *Plant and Soil*, 140(2), p.279-289.
- Hoffland, E., Findenegg, G.R. & Nelemans, J.A., 1989. Solubilization of rock phosphate by rape. *Plant and Soil*, 113(2), p.155-160.
- Hortensius, D. & Welling, R., 1996. International standardization of soil quality measurements. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 27(3-4), p.387-402.
- Howard, J.L. & Olszewska, D., 2011. Pedogenesis, geochemical forms of heavy metals, and artifact weathering in an urban soil chronosequence, Detroit, Michigan. *Environmental Pollution*, 159(3), p.754-761.
- Hu, X.-F. et al., 2011. Soil phosphorus fractions and tree phosphorus resorption in pine forests along an urban-to-rural gradient in Nanchang, China. *Plant and Soil*, 346(1-2), p.97-106.

Bibliographie

- Huot, H., 2013. *Formation, fonctionnement et évolution d'un Technosol sur des boues sidérurgiques*. Nancy.
- Jangorzo, N., 2013. *Quantification du processus d'agrégation dans les Technosols*. Nancy.
- Jangorzo, N., Schwartz, C. & Watteau, F., 2013. Image analysis of soil thin sections for a non-destructive quantification of aggregation in the early stages of pedogenesis. *European Journal of Soil Science*, p.n/a–n/a.
- Jangorzo, N., Watteau, F. & Schwartz, C., 2013. Evolution of the pore structure of constructed Technosols during early pedogenesis quantified by image analysis. *Geoderma*, 207–208, p.180–192.
- Jim, C., 1998. Urban soil characteristics and limitations for landscape planting in Hong Kong. *Landscape and Urban Planning*, 40(4), p.235–249.
- Jim, C.Y., 1998. Physical and chemical properties of a Hong Kong roadside soil in relation to urban tree growth. *Urban Ecosystems*, 2(2-3), p.171–181.
- Jimenez, E.I., 1993. City refuse compost as a phosphorus source to overcome the P-fixation capacity of sesquioxide-rich soils. *Plant and Soil*, 148(1), p.115–127.
- Johnson, A. et al., 2004. Fate of phosphorus in dairy wastewater and poultry litter applied on grassland. *Journal of Environmental Quality*, 33(2), p.735–739.
- Jolivet, Boulonne & Ratié, 2006. *Manuel du réseau de Mesures de la Qualité des Sols*, Unité InfoSol INRA Orléans, France.
- Juste, C. & Pouget, R., 1972. Appréciation du pouvoir chlorosant des sols par un nouvel indice faisant intervenir le calcaire actif et le fer facilement extractible. *Application au choix des portes-greffe de la vigne*. *CR Acad Agric Fr*, 58, p.352–364.
- Kay, B.D., Silva, A.P. da & Baldock, J.A., 1997. Sensitivity of soil structure to changes in organic carbon content: Predictions using pedotransfer functions. *Canadian Journal of Soil Science*, 77(4), p.655–667.
- Kemper, W.D. & Rosenau, R.C., 1986. Aggregate stability and size distribution. In *Methods of Soils analysis*.
- Khakhar, D.V., 2011. Rheology and Mixing of Granular Materials. *Macromolecular Materials and Engineering*, 296(3-4), p.278–289.
- De Kimpe, C. & Morel, J., 2000. Urban soil management: A growing concern. *Soil Science*, 165(1), p.31–40.
- De Kimpe, C.R. & Morel, J.-L., 2000. Urban soil management: A growing concern. *Soil Science*, 165(1), p.31–40.
- Kirschbaum, M.U.F., 2006. The temperature dependence of organic-matter decomposition—still a topic of debate. *Soil Biology and Biochemistry*, 38(9), p.2510–2518.
- Kristiansen, S.M. et al., 2006. Similarity of differently sized macro-aggregates in arable soils of different texture. *Geoderma*, 137(1–2), p.147–154.

Bibliographie

- Laroche, B., Thorette, J. & Lacassin, J.-C., 2006. L'artificialisation des sols: pressions urbaines et inventaire des sols. *Etude et Gestion des Sols*, 13(3), p.223–236.
- Lehmann, A. & Stahr, K., 2007. Nature and significance of anthropogenic urban soils. *Journal of Soils and Sediments*, 7, p.247–260.
- Lindsay, W.L., 1979. Chemical equilibria in soils. , p.449pp.
- Liu, Y. et al., 2008. Global Phosphorus Flows and Environmental Impacts from a Consumption Perspective. *Journal of Industrial Ecology*, 12(2), p.229–247.
- Monserie, M.-F. et al., 2009. Technosol genesis: identification of organo-mineral associations in a young Technosol derived from coking plant waste materials. *Journal of Soils and Sediments*, 9, p.537–546.
- Morel, J.L. et al., 1991. Influence of maize root mucilage on soil aggregate stability. *Plant and Soil*, 136(1), p.111–119.
- Morel, J.-L. & Heinrich, A.B., 2008. SUITMA—soils in urban, industrial, traffic, mining and military areas. *Journal of Soils and Sediments*, 8(4), p.206–207.
- Morel, J.L., Schwartz, C. & Florentin, L., 2005. Urban soils. *Encyclopedia of Soils in the Environment*, p.202–208.
- Musy, A. & Soutter, M., 1991. *Physique du sol*, PPUR presses polytechniques.
- Myers, R. et al., 2005. Ion-sink phosphorus extraction methods applied on 24 soils from the continental USA. *Soil Science Society of America Journal*, 69(2), p.511–521.
- Negrín, M.A., González-Carcedo, S. & Hernández-Moreno, J.M., 1995. P fractionation in sodium bicarbonate extracts of andic soils. *Soil Biology and Biochemistry*, 27(6), p.761–766.
- Nehls, T. et al., 2013. Contribution of bricks to urban soil properties. *Journal of Soils and Sediments*, 13(3), p.575–584.
- Nielsen, T.S. & Hansen, K.B., 2007. Do green areas affect health? Results from a Danish survey on the use of green areas and health indicators. *Health & Place*, 13(4), p.839–850.
- Niemelä, J., 1999. Ecology and urban planning. *Biodiversity & Conservation*, 8(1), p.119–131.
- Niewczas, J. & Witkowska-Walczak, B., 2005. The soil aggregates stability index (ASI) and its extreme values. *Soil and Tillage Research*, 80(1–2), p.69–78.
- Novak, J.M. & Chan, A.S.K., 2002. Development of P-Hyperaccumulator Plant Strategies to Remediate Soils with Excess P Concentrations. *Critical Reviews in Plant Sciences*, 21(5), p.493–509.
- Nziguheba, G., 1998. Soil phosphorus fractions and adsorption as affected by organic and inorganic sources. *Plant and Soil*, 198(2), p.159–168.

Bibliographie

- Oades, J., 1984. Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management. *Plant and Soil*, 76(1), p.319-337.
- Oades, J.M., 1984. Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management. *Plant and Soil*, 76(1-3), p.319-337.
- Oldeman, L.R., 1994. The global extent of soil degradation. *Soil resilience and sustainable land use*, p.99-118.
- Olsen, S.R.W., 1956. A Method to Determine a Phosphorus Adsorption Maximum of Soils as Measured by the Langmuir Isotherm. *Soil Science Society of America Journal*, 21(2), p.144.
- Ouédraogo, E., Mando, A. & Zombré, N.P., 2001. Use of compost to improve soil properties and crop productivity under low input agricultural system in West Africa. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 84(3), p.259-266.
- Papatheodorou, E.M., Argyropoulou, M.D. & Stamou, G.P., 2004. The effects of large- and small-scale differences in soil temperature and moisture on bacterial functional diversity and the community of bacterivorous nematodes. *Applied Soil Ecology*, 25(1), p.37-49.
- Parr, J.F. & Colacicco, D., 1987. Organic materials as alternative nutrient sources. *Energy in plant nutrition and pest control*, 2, p.81-99.
- Patterson, J.C., Murray, J.J. & Short, J.R., 1980. The impact of urban soils on vegetation. In *Proceedings of the third conference of the Metropolitan Tree Improvement Alliance (METRIA)*.
- Paute, J.-L., Marignier, J. & Vidal, B., 1994. Le triaxial à chargements répétés LPC pour l'étude des graves non traitées. *Bulletin de liaison des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 190, p.19-26.
- Pavao-Zuckerman, M.A., 2008. The Nature of Urban Soils and Their Role in Ecological Restoration in Cities. *Restoration Ecology*, 16(4), p.642-649.
- Petersen, S. et al., 2003. Recycling of sewage sludge and household compost to arable land: fate and effects of organic contaminants, and impact on soil fertility. *Soil and Tillage Research*, 72(2), p.139-152.
- Pey, B., 2010. *Contribution à la faune du sol au fonctionnement et à l'évolution des Technosols*. Nancy.
- Piccolo, A., Pietramellara, G. & Mbagwu, J.S.C., 1997. Use of humic substances as soil conditioners to increase aggregate stability. *Geoderma*, 75(3-4), p.267-277.
- Pojasok, T. & Kay, B.D., 1990. EFFECT OF ROOT EXUDATES FROM CORN AND BROMEGRASS ON SOIL STRUCTURAL STABILITY. *Canadian Journal of Soil Science*, 70(3), p.351-362.
- Qian, P. & Schoenau, J., 2002. Practical applications of ion exchange resins in agricultural and environmental soil research. *Canadian Journal of Soil Science*, 82(1), p.9-21.

Bibliographie

- Rausch, C. & Bucher, M., 2002. Molecular mechanisms of phosphate transport in plants. *Planta*, 216(1), p.23-37.
- Richardson, A.E., 2001. Prospects for using soil microorganisms to improve the acquisition of phosphorus by plants. *Functional Plant Biology*, 28(9), p.897-906.
- Rosenbaum, M. et al., 2003. Classification of artificial (man-made) ground. *Engineering Geology*, 69(3-4), p.399-409.
- Rossignol, J.-P., 2001. « Reconstituted Anthrosoils » for Landscaped Areas: Morphological Characteristics and Physical Properties. In *SOIL ANTHROPIZATION VI*. p. 73. Available at: http://www.pedologia.sk/sites/default/files/proceedings/2001_Anthropization_VI_proceedings.pdf#page=73 [Consulté le juin 28, 2013].
- Rossignol, J.P., Baize, D. & Girard, M.-C., 2009. *Référentiel pédologique 2008*, Editions Quae.
- Rossiter, D.G., 2007. Classification of Urban and Industrial Soils in the World Reference Base for Soil Resources (5 pp). *Journal of Soils and Sediments*, 7, p.96-100.
- Sæbø, A. & Ferrini, F., 2006. The use of compost in urban green areas – A review for practical application. *Urban Forestry & Urban Greening*, 4(3-4), p.159-169.
- Saggar, S. et al., 1992. Development and evaluation of an improved soil test for phosphorus. 2. Comparison of the Olsen and mixed cation-anion exchange resin tests for predicting the yield of ryegrass grown in pots. *Fertilizer Research*, 33(2), p.135-144.
- Salt, D.E. et al., 1995. Phytoremediation: A Novel Strategy for the Removal of Toxic Metals from the Environment Using Plants. *Nature Biotechnology*, 13(5), p.468-474.
- Schilling, G. et al., 1998. Phosphorus availability, root exudates, and microbial activity in the rhizosphere. *Zeitschrift für Pflanzenernährung und Bodenkunde*, 161(4), p.465-478.
- Schwartz, C. et al., 2001. Le pédologue en milieux industriels et urbains. *Sols d'une friche industrielle. Etude et Gestion des Sols*, 8, p.135-148.
- Schwartz, Christophe et al., 2001. Measurement of in situ phytoextraction of zinc by spontaneous metallophytes growing on a former smelter site. *Science of The Total Environment*, 279(1-3), p.215-221.
- Schwartz, C., Echevarria, G. & Morel, J.L., 2003. Phytoextraction of cadmium with *Thlaspi caerulescens*. *Plant and Soil*, 249(1), p.27-35.
- Séré, G. et al., 2010. Early pedogenic evolution of constructed Technosols. *Journal of Soils and Sediments*, 10, p.1246-1254.
- Séré, G., 2007. *Fonctionnement et évolution pédogénétique de Technosols issus d'un procédé de construction de sol*.
- Séré, G. et al., 2008. Soil construction: A step for ecological reclamation of derelict lands. *Journal of Soils and Sediments*, 8, p.130-136.

Bibliographie

- Severson, B.L., Snurr, R.Q. & Ottino, J.M., 2007. Granular mixtures: Analogy with chemical solution thermodynamics. *The Journal of Chemical Physics*, 127, p.174902.
- Abu-Sharar, T.M., 1996. Modification of hydraulic properties of a semiarid soil in relation to seasonal applications of sewage sludge and electrolyte-producing compounds. *Soil Technology*, 9(1–2), p.1–13.
- Sharma, N.C. et al., 2004. Enhanced Accumulation of Phosphate by *Lolium multiflorum* Cultivars Grown in Phosphate-Enriched Medium. *Environmental Science & Technology*, 38(8), p.2443–2448.
- Sharma, N.C., Starnes, D.L. & Sahi, S.V., 2007. Phytoextraction of excess soil phosphorus. *Environmental Pollution*, 146(1), p.120–127.
- Singer, M.J. et al., 1992. Stability of Synthetic Sand-Clay Aggregates after Wetting and Drying Cycles. *Soil Science Society of America Journal*, 56(6), p.1843.
- Singh, R.P. & Agrawal, M., 2008. Potential benefits and risks of land application of sewage sludge. *Waste Management*, 28(2), p.347–358.
- Sissingh, H.A., Menon, R.G. & Hammond, L.L., 1989. Determination of Plant-available Phosphorus by the Iron Hydroxide-impregnated Filter Paper (Pi) Soil Test. *Soil Science Society of America Journal*, 53(1), p.110–115.
- Six, J. et al., 2000. Soil structure and organic matter: I. Distribution of aggregate-size classes and aggregate-associated carbon. *Soil Science Society of America Journal*, 64(2), p.681–689.
- Stengel, P., 1979. Utilisation de l'analyse des systèmes de porosité pour la caractérisation de l'état physique du sol in situ. In *Annales agronomiques*. Available at: <http://agris.fao.org/agris-search/search/display.do?f=2013/US/US2013028077410020722.xml;US201302807773> [Consulté le novembre 19, 2013].
- Stricker, J.A., 2000. High value crop potential of reclaimed phosphatic clay soil. In *A new era of land reclamation, Proc. 17th Annual Meeting American Society for Surface Mining and Reclamation*. p. 11–15.
- Strong, D.T. et al., 2004. Spatial location of carbon decomposition in the soil pore system. *European Journal of Soil Science*, 55(4), p.739–750.
- Tate, K., 1984. The biological transformation of P in soil. *Plant and Soil*, 76(1), p.245–256.
- Tisdall, J.M. & Oades, J.M., 1982. Organic matter and water-stable aggregates in soils. *Journal of Soil Science*, 33(2), p.141–163.
- Tunesi, S., Poggi, V. & Gessa, C., 1999. Phosphate adsorption and precipitation in calcareous soils: the role of calcium ions in solution and carbonate minerals. *Nutrient Cycling in Agroecosystems*, 53(3), p.219–227.
- Van Voorhoeve, J.J.C., 1974. Organic fertilizers: problems and potential for developing countries. *World Bank Fertilizer Background Paper*, (4).

Bibliographie

- Wang, X., Yost, R.S. & Linquist, B.A., 2001. Soil Aggregate Size Affects Phosphorus Desorption from Highly Weathered Soils and Plant Growth. *Soil Science Society of America Journal*, 65(1), p.139.
- Warman, P.R. & Termeer, W.C., 2005. Evaluation of sewage sludge, septic waste and sludge compost applications to corn and forage: yields and N, P and K content of crops and soils. *Bioresource Technology*, 96(8), p.955–961.
- Wilson, M.J. & Maliszewska-Kordybach, B., 2000. *Soil Quality, Sustainable Agriculture and Environmental Security in Central and Eastern Europe*, Springer.
- Wong, N.H. & Yu, C., 2005. Study of green areas and urban heat island in a tropical city. *Habitat International*, 29(3), p.547–558.
- Wright, A.L. et al., 2008. Compost impacts on dissolved organic carbon and available nitrogen and phosphorus in turfgrass soil. *Waste Management*, 28(6), p.1057–1063.
- Wright, A.L., 2007. Soil micronutrient availability after compost addition to St. Augustine Grass. *Compost Science and Utilization*, 15(2), p.127–134.
- WU, Q. et al., 2006. Selection of appropriate organic additives for enhancing Zn and Cd phytoextraction by hyperaccumulators. *Journal of Environmental Sciences*, 18(6), p.1113–1118.
- Xiao, G. et al., 2010. Effect of Different Phosphorus Treatments on the Physiological and Biochemical Characteristics of *Pilea sinofasciata*. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 41(12), p.1433–1444.
- Xiao, G. et al., 2009. Uptake and accumulation of phosphorus by dominant plant species growing in a phosphorus mining area. *Journal of Hazardous Materials*, 171(1–3), p.542–550.
- Yoder, R.E., 1936. A Direct Method of Aggregate Analysis of Soils and a Study of the Physical Nature of Erosion Losses. *Agronomy Journal*, 28(5), p.337.
- Yuan, D.-G. et al., 2007. Variations of soil phosphorus accumulation in Nanjing, China as affected by urban development. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 170(2), p.244–249.
- Zebarth, B.J. et al., 1999. Influence of organic waste amendments on selected soil physical and chemical properties. *Canadian Journal of Soil Science*, 79(3), p.501–504.
- Zhang, M.K., 2004. Phosphorus Accumulation in Soils Along an Urban–Rural Land Use Gradient in Hangzhou, Southeast China. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 35(5-6), p.819–833.
- Zhang, R., 1997. Determination of Soil Sorptivity and Hydraulic Conductivity from the Disk Infiltrimeter. *Soil Science Society of America Journal*, 61(4), p.1024.

Résumé

La végétalisation d'espaces en zone urbaine nécessite l'utilisation de grandes quantités de ressource naturelle terrestre. Pour préserver cette ressource non renouvelable, le génie pédologique propose une stratégie de construction de Technosols fertiles à partir du recyclage de déchets et sous-produits. Les propriétés des Technosols sont alors fortement influencées par les matériaux technogéniques qui les constituent. La formulation de mélanges performants pour la croissance des végétaux urbains passe par une analyse scientifique préalable. La fertilité des mélanges et leur évolution au cours du temps peuvent être appréciées par l'étude du processus d'agrégation et du transfert d'éléments nutritifs lors des stades précoces de la pédogenèse.

Le modèle expérimental de Technosol construit proposé dans la Thèse développe une méthodologie aboutissant à la sélection de 11 matériaux (ballasts, béton, boues de station d'épuration urbaine, briques, compost de boues et de déchets verts, déchets de balayage de rue, déchets de démolition, déchets verts, terres excavées de profondeur, sous produits papetiers) représentatifs des gisements de déchets recensés au niveau européen et compatibles avec la construction de sol fertile. Le potentiel fertile initial de chaque matériau pur et de certaines combinaisons de mélanges a été mesuré. Puis des expériences menées en conditions contrôlées ont permis d'évaluer l'effet de différents facteurs pédogénétiques (e.g. anthropique, climatique et biologique) sur les processus déterminant de la fertilité des Technosols construits. Les résultats indiquent (i) qu'il est possible de construire un Technosol fertile exclusivement à partir de deux ou trois déchets aux propriétés physico-chimiques complémentaires; (ii) que les propriétés des mélanges sélectionnés peuvent être modélisées à partir des propriétés initiales de leurs matériaux parents.(iii) que lors des premiers stades d'évolution pédogénétique des mélanges, des agrégats stables se forment en fonction de la nature et des propriétés des matériaux parents, (iv) que les transferts d'éléments nutritifs sont fortement dépendants de la nature des matières organiques et du procédé de mélange des particules entre elles. La libération d'éléments nutritifs (e.g. phosphore) serait liée à la taille et la quantité des agrégats formés et en corollaire à la mise en place d'une organisation porale.

Les connaissances acquises sur le fonctionnement et l'évolution des Technosols construits à partir de déchets apportent des connaissances nouvelles pour le génie pédologique. La méthode de choix de déchets ainsi que le procédé de formulation de mélanges développés dans ces travaux permettent d'obtenir des mélanges voire des sols construits performants par rapport à des usages attendus. Les modèles d'évolution des mélanges permettent de prédire au cours du temps la fertilité physico-chimique des Technosols construits.

Dans le cadre du programme SITERRE-ADEME (2010-2015), les résultats acquis constituent des bases incontournables dans le développement d'un outil d'aide à la décision pour les gestionnaires (e.g. collectivités, bureaux d'étude, entreprises) auquel doit être associée une expertise sur la construction de sol pour la production de biomasse végétale.

Mots-clés : Technosol construit, génie pédologique, déchets, agrégation, transfert d'éléments, fertilité, phosphore

Abstract

Greening of urban spaces requires large amounts of arable soil which is a non-renewable resource. To preserve this resource, a strategy is proposed to build fertile Technosols from wastes and by-products by pedological engineering. The properties of Technosols are highly influenced by their constitutive technogenic materials. In order To create favourable mixtures of materials for urban plant growth a preliminary scientific analysis is required. The fertility of the mixtures and their evolution can be assessed by the study of the aggregation process and nutrients transfer during the first stage of pedogenesis.

An experimental model of constructed Technosol is proposed in this work. From this model a methodology is developed for the selection of eleven constitutive materials (e.g. bricks, compost made of sludge and green waste, concrete, demolition rubble, excavated earth materials, green wastes, paper mill sludge, sewage sludge, street sweeping wastes, track ballast). Each of these materials is representative of wastes deposits listed European wide and they are suitable candidates for the construction of fertile soils. The fertility of each pure material and of selected mixtures has been determined. Thereafter, experiments under controlled conditions enabled to assess the impact of different pedogenesis factors (e.g. anthropogenic, climatic and biological) involved in the definition of the fertility of constructed Technosols. The results demonstrate (i) the feasibility of the formulation of fertile constructed Technosols exclusively with two or three wastes presenting contrasted physico-chemical properties; and (ii) that the properties of selected mixtures can be modelled using the initial properties of their constitutive parent materials ; (iii) that during the first stage of pedogenesis of the mixtures, depending on parent materials nature and properties, stable aggregates can be formed, (iv) that nutrients transfer are highly dependent on organic matter nature and the process of particles mixing. The delivery of nutrients (e.g. phosphorus) seems to be related to the amounts and size of the formed aggregates and, consequently, to the established porosity.

The understanding of the functioning and evolution of Technosols constructed with waste materials provides new knowledge for the development of pedological engineering. The methodology of wastes selection and the mixing process developed in this work enables us to propose mixtures and constructed soils favourable to various uses. The evolution models of the mixtures developed in this work allow the prediction of the physico-chemical fertility of constructed Technosols.

The results acquired during this thesis are the main basis of a decision support tool for green spaces operators developed in the framework of the research program SITERRE-ADEME (2010-2015). The use of this decision support tool for plant biomass production, has to be associated with an expertise in soil construction.

Keywords: constructed Technosols, pedological engineering, wastes, aggregation, nutrient transfer, fertility, phosphorus