



HAL
open science

Contribution des fractions granulométriques grossières au fonctionnement des sols très anthropisés

Guillaume Hostyn

► **To cite this version:**

Guillaume Hostyn. Contribution des fractions granulométriques grossières au fonctionnement des sols très anthropisés. Ingénierie de l'environnement. Université de Lorraine, 2022. Français. NNT : 2022LORR0088 . tel-03844825

HAL Id: tel-03844825

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-03844825>

Submitted on 9 Nov 2022

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

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



**UNIVERSITÉ
DE LORRAINE**

**BIBLIOTHÈQUES
UNIVERSITAIRES**

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 bibliothèque : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr
(Cette adresse ne permet pas de contacter les auteurs)

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>

École Doctorale SIReNA (Science et Ingénierie des Ressources Naturelles)

THESE

Présentée et soutenue publiquement pour l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LORRAINE

Mention « Sciences agronomiques »

Par **Guillaume HOSTYN**

**Contribution des fractions granulométriques grossières
au fonctionnement des sols très anthropisés**

29 juin 2022

Membres du jury

Directeurs de thèse :	Pr. Christophe SCHWARTZ	Professeur, Université de Lorraine, Vandœuvre-lès-Nancy
	Dr. Stéphanie OUVRARD	Directrice de Recherche, INRAE, Vandœuvre-lès-Nancy
	Dr. Jean-Marie CÔME	Directeur Recherche et Développement, Groupe GINGER, Lyon
Présidente du jury :	Dr. Sophie CORNU	Directrice de Recherche, Centre Européen de Recherche et d'Enseignement des Géosciences de l'Environnement, Aix-en-Provence
Rapporteurs :	Pr. Cécile DELOLME	Professeure, Université de Lyon, Vaulx-en-Velin
	Pr. Patrice CANNAVO	Professeur, L'institut Agro Rennes Angers, Angers
Examinatrice :	Dr. Hélène ROUSSEL	Chef de Projet Sites et Sols Pollués, ADEME, Angers

Laboratoire Sols et Environnement UMR 1120 UL/INRAE, 2 avenue de la forêt de Haye, 54500 Vandœuvre-lès-Nancy

GINGER BURGEAP Département Recherche et Développement, 19 rue de la villette 69000 Lyon

Table des matières

Table des matières	I
Table des tableaux	V
Table des figures	IX
Remerciements	XV
Avant-propos	XIX
Introduction générale	1
CHAPITRE I – État de l’art	5
1 Anthropisation des sols : conséquences sur leur état, leurs fonctions et leur capacité à rendre des services	6
1.1 Sols très anthropisés au sein de la couverture pédologique : définition, classification	6
1.2 Principales caractéristiques des sols très anthropisés	9
1.3 Cas des sols de friches industrielles : <i>fonctionnement et fonctions assurées</i>	11
1.4 Traduction de la qualité des sols de friches industrielles en capacité à rendre des services écosystémiques	12
2 Contributions des fractions granulométriques grossières au fonctionnement des sols	13
2.1 Pourquoi et comment décrire la distribution granulométrique des constituants d’un sol ?	13
2.2 Nature et caractéristiques des éléments grossiers des sols	20
2.3 Dynamique temporelle des constituants grossiers des sols	26
2.4 Contribution de la fraction grossière à la fertilité des sols	27
2.5 Contribution de la fraction grossière à la toxicité des sols	30
3 Modes de gestion des fractions grossières des sols	34
3.1 Les « terres à cailloux » agricoles	34
3.2 Les sols associés aux infrastructures du génie civil	35
3.3 Les fractions grossières des sols de friches industrielles	37
3.4 Les constituants grossiers en génie pédologique	38
3.5 A chaque usage des sols sa vision et ses modes de gestion des éléments grossiers	39
4 Conclusion	39
CHAPITRE II – Matériels et méthodes	45
1 Matériaux et substrats de culture	46
1.1 Matériau terreux (MT) issu d’une friche industrielle	46

1.2	Matériaux modèles naturels et anthropiques _____	48
1.3	Matériaux inertes (MI) _____	49
2	Préparation des matériaux et substrats de culture _____	49
2.1	Préparations spécifiques aux matériaux modèles _____	49
2.2	Séparations granulométriques au laboratoire _____	50
2.3	Séparations granulométriques sur la plateforme STEVAL _____	50
3	Expérimentations en enceintes phytotroniques et dispositifs lysimétriques _____	53
3.1	Essai de croissance de végétaux sur la fraction fine de matériaux modèles naturels et technogéniques _____	53
3.2	Essai de croissance de végétaux sur différentes fractions granulométriques de matériaux modèles naturels et technogéniques en mélange avec du sable _____	54
3.3	Itinéraire technique commun aux deux essais en enceintes phytotroniques _____	55
3.4	Essai de cultures en lysimètres _____	56
4	Analyses _____	62
4.1	Matrices solides _____	62
4.2	Évolutions méthodologiques pour la caractérisation des fractions grossières des matériaux. ____	64
4.3	Matrices liquides _____	66
4.4	Matrices végétales _____	67
5	Traitements de données et analyses statistiques _____	67
CHAPITRE III – Caractéristiques physico-chimiques des fractions grossières de sols très anthropisés : proposition d’une typologie _____		69
1	Introduction _____	70
2	Étude de cas : fraction grossière issue d’un sol de friche industrielle _____	71
2.1	Nature et origine des constituants _____	71
2.2	Nature des fractions grossières et contribution aux différentes classes granulométriques ____	75
2.3	Composition des constituants principaux de la fraction grossière _____	83
3	Un besoin de matériaux modèles représentatifs _____	96
3.1	Description des matériaux modèles _____	96
3.2	Quelle représentativité des matériaux modèles ? _____	99
3.3	Positionnement des matériaux modèles vis-à-vis des matériaux endogènes – Analyse en composantes principales _____	101
4	Conclusion partielle _____	104
Chapitre IV – La réactivité des fractions grossières : un problème de taille _____		107

1	Introduction	108
2	Développement et validation d'une méthode permettant d'accéder à la réactivité des fractions grossières	109
2.1	Principes de la méthode, choix et limites	109
3	Évaluation de la réactivité des fractions fines et grossières des matériaux modèles	112
3.1	Réactivité de la fraction fine des matériaux modèles	113
3.2	Réactivité des fractions grossières des matériaux modèles	115
4	Dans quelle mesure la réactivité des fractions grossières est-elle similaire à celle des fractions fines ?	119
4.1	Quelle influence de l'unité choisie pour exprimer la réactivité ?	119
4.2	Quelle contribution des fractions grossières à la réactivité comparativement aux fractions fines ?	123
4.3	Évaluation et propositions d'amélioration de la méthode d'estimation de la réactivité des fractions grossières	126
5	Conclusion partielle	129
Chapitre V – Interactions plantes – fractions grossières des sols		131
1	Introduction	132
2	Évaluation du rôle des fractions granulométriques des sols sur la croissance des végétaux	133
2.1	Impact de la fraction fine des matériaux modèles sur l'émergence et le développement de plantules de laitues	133
2.2	Impacts de différentes fractions granulométriques sur l'émergence et le développement de plantules de laitues	140
3	Évaluation du fonctionnement hydrique sous l'influence des fractions grossières – dispositif lysimétrique	154
3.1	Fonctionnement hydrique	155
3.2	Qualité des eaux de percolation	161
3.3	Évaluation de la fonction de support de végétation	165
4	Conclusion partielle	167
Chapitre VI – Discussion générale Une approche intégrative du rôle des fractions grossières au sein des sols très anthropisés		171

1	Replacer les fractions grossières en tant que partie prenante du fonctionnement des sols très anthropisés	172
1.1	Les identifier, les décrire...	172
1.2	... les caractériser...	173
1.3	... pour quelles contributions au fonctionnement des sols très anthropisés ?	176
2	Vers une meilleure prise en compte des fractions grossières des sols très anthropisés dans les stratégies de gestion des terres et des sites	178
2.1	Faut-il un cadre de réflexion harmonisé sur les fractions grossières ?	178
2.2	Comment implémenter les résultats de la thèse dans les stratégies de gestion des fractions grossières ?	180
	Conclusion générale	185
	Perspectives	189
	Annexes	191
	Bibliographie	203
	Abstract	219
	Résumé	222

Table des tableaux

Tableau 1. Systèmes de classification granulométrique des constituants du sol par Wanschaffe (1814) et Kuhn (1894).	14
Tableau 2. Système de classification granulométrique des constituants du sol proposé par Williams (1895).	15
Tableau 3. Systèmes de classification granulométrique des constituants du sol adopté par le Bureau des Sols de l'USDA (Osborne, 1896 ; USDA Division of Agricultural Soils, 1896) et proposé par Hopkins (1899).	15
Tableau 4. Système de classification granulométrique des constituants du sol proposé par Atterberg (1905).	16
Tableau 5. Systèmes de classification granulométrique des constituants du sol proposés par Udden (1915), Wentworth (1922), Lane (1947), Doeglas (1969), Wentworth modifié par Ingram (1982) et Blott et Pye (2012).	18 -
Tableau 6. Typologies d'éléments grossier naturels basée sur le mode de formation de leurs matériaux parents.	22
Tableau 7. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Séré (2007).	22
Tableau 8. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par le RPF (Afes, 2018) adaptée de Séré (2007).	23
Tableau 9. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposés par El Khalil et al. (2008).	23
Tableau 10. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Lefort (2009).	23
Tableau 11. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Howard (2017).	24
Tableau 12. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Greinert et Kostecki (2019).	24
Tableau 13. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Lenoir et al. (2019).	24
Tableau 14. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposés dans le cadre de cette thèse.	25
Tableau 15. Classification granulométrique des granulats de construction (NF P18-545)	36
Tableau 16. Liste des 11 matériaux modèles sélectionnés dans le projet SITERRE.	39
Tableau 17. Propriétés physico-chimiques initiales du matériau terreux en place sur le site de la friche industrielle de la Société Métallurgique de Normandie (Colombelles – mars 2018). (CEC) capacité d'échange cationique ; (HCT) hydrocarbures totaux (fractions C10-C40) ; (HAP) hydrocarbures aromatiques polycycliques.	47
Tableau 18. Masses des constituants des mélanges pour chaque matériau quelle que soit la granulométrie.	55
Tableau 19. Composition de la solution nutritive (d'après El Khalil et al. (2016))	55
Tableau 20. Quantités de matériaux (kg) récupérés au sein de chaque classe granulométrique après criblage sur la plateforme STEVAL. (MT) matériau terreux ; (MI) matériau inerte.	57
Tableau 21. Efficacité du criblage pour chaque classe granulométrique issue du matériau terreux.	58
Tableau 22. Formulation du mélange pour la modalité FGI (fraction grossière inerte). (TF) terre fine.	58
Tableau 23. Formulation du mélange pour la modalité FGE (fraction grossière endogène). (TF) terre fine.	59
Tableau 24. Ratios masse/volume initiaux des 5 analyses adaptées pour la caractérisation des fractions grossières.	65
Tableau 25. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « calcaire » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).	79
Tableau 26. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « laitier » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).	80
Tableau 27. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « éléments de type granitique » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).	80
Tableau 28. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « minerai de fer » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).	81

Tableau 29. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « éléments métalliques » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	81
Tableau 30. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « charbon fossile » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	82
Tableau 31. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « coke » en fonction des classes (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	82
Tableau 32. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « scories » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	83
Tableau 33. Nouvelle typologie des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux amendées par les nouvelles classes définies et leurs variables caractéristiques correspondantes. _____	90
Tableau 34. Coefficients de variations associés aux mesures de teneurs en éléments des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux toutes classes granulométriques confondues (%). _____	92
Tableau 35. Coefficients de variation associés aux mesures de teneurs en éléments en traces des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux toutes classes granulométriques confondues (%). _____	92
Tableau 36. Teneurs en éléments majeurs, carbone et azote des matériaux modèles ($g\ kg^{-1}$). (nd : non déterminé) _____	100
Tableau 37. Teneurs en éléments en traces des matériaux modèles ($mg\ kg^{-1}$). _____	100
Tableau 38. Ratios masse/volume initiaux des 5 analyses adaptées pour la caractérisation des fractions grossières : calcaire et anthracite. _____	110
Tableau 39. Niveaux de salinité affectant la croissance des végétaux (British Columbia Ministry of Agriculture, 2015). _____	113
Tableau 40. Pourcentage de disponibilité par rapport aux teneurs totales des éléments extraits au $CaCl_2$. _____	114
Tableau 41. Surfaces spécifiques ($m^2\ kg^{-1}$) associées aux classes granulométriques de chaque matériau modèle. _____	119
Tableau 42. Réactivités moyennes des fractions grossières des matériaux modèles rapportées à la fraction fine (%). _____	124
Tableau 43. Réactivités moyennes des fractions grossières des matériaux modèles rapportées à la fraction fine (%). _____	125
Tableau 44. Principaux paramètres physiologiques des plantules à l'issue de l'essai (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	135
Tableau 45. Qualité de la biomasse produite : teneurs en N_{total} et S par combustion sèche ($g\ kg^{-1}$) et éléments majeurs extraits à l'eau régale ($mg\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	138
Tableau 46. Qualité de la biomasse produite : teneurs en éléments en traces extraits à l'eau régale ($mg\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	138
Tableau 47. Minéralomasse : Quantité de N_{total} et éléments majeurs apportés par la solution nutritive et présentes dans la biomasse totale par pot de culture ($mg\ pot^{-1}$) (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	139
Tableau 48. Qualité de la biomasse produite : teneurs en N_{total} par combustion sèche ($g\ kg^{-1}$), teneurs en éléments majeurs extraits à l'eau régale ($mg\ kg^{-1}$) et somme des éléments majeurs ($cmol\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$). _____	149
Tableau 49. Qualité de la biomasse produite : teneurs en éléments en traces extraits à l'eau régale ($mg\ kg^{-1}$) et somme des éléments en traces ($cmol\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$). _____	151

Tableau 50. Minéralomasse : Quantité moyenne de N_{total} et éléments majeurs présentes dans la biomasse totale d'une plante par pot de culture ($mg\ plante^{-1}\ pot^{-1}$) (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$).	151
Tableau 51. Différences saisonnières des masses critiques d'eau (MCE) déclenchant la percolation au sein des modalités fractions grossières endogènes (FGE) et fraction grossières inertes (FGI).	156
Tableau 52. Teneurs en éléments majeurs et en traces dosés dans les parties aériennes des végétaux cultivés sur les modalités fraction grossière endogène FGE et fraction grossière inerte FGI.	166
Tableau 53. Indications relatives à la masse d'au moins 1000 particules (selon la norme NF EN 933-11).	183
Tableau 54. Teneurs en éléments majeurs ($g\ kg^{-1}$) des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).	192
Tableau 55. Teneurs en éléments en traces ($mg\ kg^{-1}$) des huit constituants principaux de la FG en fonction des classes granulométriques. (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). Les cases orange indiquent les teneurs supérieures aux valeurs ASPITET.	194
Tableau 56. Évolution avec la taille des particules du pH, de la conductivité, de la CEC, du phosphore assimilable et des concentrations massiques des éléments majeurs extraits au $CaCl_2$. (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$)	196
Tableau 57. Évolution avec la taille des particules des concentrations massiques des éléments en traces extraits au $CaCl_2$ (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$)	197
Tableau 58. Évolution avec la taille de la CEC, du phosphore assimilable et des concentrations surfaciques des éléments majeurs extraits au $CaCl_2$ (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$)	198
Tableau 59. Évolution avec la taille des particules des concentrations surfaciques des éléments en traces extraits au $CaCl_2$ (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$)	199
Tableau 60. Qualité de la biomasse : teneurs en N_{total} ($g\ kg^{-1}$) et en éléments majeurs ($mg\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules en fonction de la taille des particules et des matériaux (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$)	200

Table des figures

Figure 1. Modes de formation des différentes références d'Anthroposols dans le Référentiel Pédologique Français (d'après Afes, 2008)	9
Figure 2. Organisation des différentes parties développées dans le manuscrit de thèse.	42
Figure 3. Approche conceptuelle, questions scientifiques et démarche expérimentale mise en œuvre dans la thèse.	42
Figure 4. Carte des emprises des activités actuelles ou envisagées après réhabilitation du site de la SMN.	46
Figure 5. Zone de stockage initiale (1) de l'andain « tas 8 » (A) et emplacement de stockage de l'andain « tas 8 » (B)	47
Figure 6. Séchage du matériau terreux.	51
Figure 7. A : trémies d'alimentation ; B : alimentation du cribleur à partir des trémies.	51
Figure 8. Étapes de criblage. A : criblage à la main sur grille à la maille 30 mm ; B et C : Cribleur vibrant automatique (dimensions 1000 x 500 mm).	51
Figure 9. Salle de récupération des produits de criblage (A). Dispositifs de récupération des fractions passantes (B) et des refus de criblage (C).	52
Figure 10. Stockage en big-bags des différentes classes granulométriques séparées après criblage du matériau terreux.	52
Figure 11. Cribleur vibrant utilisé pour le criblage du matériau inerte (verre).	53
Figure 12. Dispositif de culture en enceinte phytotronique au 6 ^{ème} jour d'expérimentation.	54
Figure 13. Dispositif de culture en enceinte phytotronique à j0.	55
Figure 14. Schéma des dispositifs lysimétriques avec leur instrumentation. (BP) bougie poreuse ; (EqT) équitensiomètre ; (TDR) sonde TDR ; (1) niveau à -50 cm ; (2) niveau à -100 cm	57
Figure 15. Préparation des mélanges pour le remplissage des lysimètres.	60
Figure 16. Remplissage des lysimètres : couche de sables et graviers de filtration.	60
Figure 17. Lysimètre contenant la fraction grossière endogène et zoom sur la fraction grossière – FGE.	60
Figure 18. Lysimètre contenant la fraction grossière inerte et zoom sur la fraction grossière – FGI.	61
Figure 19. Distribution granulométrique des constituants de la fraction grossière du matériau terreux à l'état initial (partie gauche du graphique) et après lavage (partie droite du graphique).	71
Figure 20. Répartition massique des constituants de la fraction grossière du matériau terreux selon leur nature minérale, organique ou organominérale.	72
Figure 21. Répartition massique des constituants au sein des classes granulométriques de la fraction grossière du matériau terreux selon leur nature minérale, organique ou organominérale.	73
Figure 22. Répartition massique des constituants de la fraction grossière du matériau terreux selon leur origine naturelle, technogénique, anthropique ou indéterminée.	74
Figure 23. Répartition des éléments au sein des classes granulométriques de la fraction grossière du matériau terreux selon leur origine naturelle, technogénique, anthropique ou indéterminée.	75
Figure 24. Proportions massique (%) des constituants de la fraction grossière du matériau terreux en fonction de leur nature et de leur origine. L'axe des ordonnées est coupé afin de faciliter la visualisation de la figure.	76
Figure 25. Proportion massique (%) des constituants de la fraction grossière du matériau terreux répartis au sein des classes granulométriques en fonction de leur nature et de leur origine. L'axe des ordonnées est coupé afin de faciliter la visualisation de la figure.	77
Figure 26. Clichés des huit principales catégories de matériaux identifiées au sein de la fraction grossière du matériau terreux organisées par classes granulométriques. Les quantités de matériaux dans les boîtes de pétri ne sont pas proportionnelles à leur occurrence au sein du matériau terreux. Fraction grossière « Calcaire ».	78
Figure 27. Analyse en composantes principales. Projections des individus et des variables dans le plan de l'ACP. Les axes 1 et 2 expliquent respectivement 38,5 et 24,4 % de la variance du jeu de donnée. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minerai de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente. Le nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm.	85
Figure 28. Classification ascendante hiérarchique : dendrogramme des clusters formés à partir des résultats de sortie de l'ACP. Les individus parangons sont entourés de rouge et les individus caractéristiques des classes sont entourés de bleu. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minerai de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente. Le	

nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm. _____	87
Figure 29. Profils caractéristiques des classes formées en sortie de classification hiérarchique ascendante. Les valeurs sont centrées-réduites afin de faciliter la visualisation. _____	89
Figure 30. Cliché - Calcaire pierre de Briey. _____	96
Figure 31. Cliché - Brique pleine rouge. _____	97
Figure 32. Cliché - Laitier de haut fourneau. _____	97
Figure 33. Cliché - Anthracite. _____	98
Figure 34. Cliché - Coke de pétrole. _____	99
Figure 35. Analyse en composantes principales. Projections des matériaux modèles (en bleu) en fonction des paramètres représentant leur composition. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minerai de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente ; (AN-M) anthracite ; (BR-M) brique ; (CA-M) calcaire ; (CK-M) coke modèle ; (L-M) laitier modèle. Le nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm. _____	101
Figure 36. Classification ascendante hiérarchique : dendrogramme des clusters formés à partir des résultats de sortie de l'ACP et ajout des matériaux modèles dans la classification. Les matériaux modèles sont indiqués en bleu. Les individus parangons sont entourés de rouge et les individus caractéristiques des classes sont entourés de bleu. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minerai de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente ; (AN-M) anthracite ; (BR-M) brique ; (CA-M) calcaire ; (CK-M) coke modèle ; (L-M) laitier modèle. Le nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm. _____	102
Figure 37. Profils caractéristiques des classes formées en sortie de classification hiérarchique ascendante des matériaux endogènes et profils des matériaux modèles. Les valeurs sont centrées-réduites afin de faciliter la visualisation. _____	103
Figure 38. Vérification de l'influence du nombre de particules sur l'expression de la conductivité électrique spécifiques ($\mu\text{S cm}^{-1}$) pour des particules de classe granulométriques 2-4 mm de calcaire, brique, laitier de haut fourneau, anthracite et coke de pétrole (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$) _____	112
Figure 39. Évolution des paramètres mesurés en fonction de la taille des particules pour les cinq matériaux modèles. A : pH ; B : Conductivité électrique spécifique ($\mu\text{S cm}^{-1}$). _____	116
Figure 40. Évolution des paramètres mesurés en fonction de la taille des particules pour les cinq matériaux modèles. C : Phosphore assimilable (P_2O_5 méthode Olsen mg kg^{-1}) ; D : Capacité d'échange cationique ($\text{cmol}^+ \text{kg}^{-1}$). _____	117
Figure 41. Concentrations massiques en éléments majeurs et en traces extraits au CaCl_2 en fonction de la taille des particules. A : aluminium, B : fer, C : potassium, D : magnésium, E : manganèse, F : sodium, G : arsenic, H : baryum, I : cadmium, J : cobalt, K : chrome, L : cuivre, M : nickel, N : plomb et O : zinc. _____	118
Figure 42. Évolution des paramètres mesurés en fonction de la taille des particules pour les cinq matériaux modèles. Concentration surfaciques : (A) Phosphore assimilable (P_2O_5 méthode Olsen mg m^{-2}) ; (B) Capacité d'échange cationique ($\text{cmol}^+ \text{m}^{-2}$). _____	121
Figure 43. Concentrations surfaciques en éléments majeurs et en traces extraits au CaCl_2 (mg m^{-2}) en fonction de la taille des particules pour les 5 matériaux modèles. (A) aluminium, (B) fer, (C) potassium, (D) magnésium, (E) manganèse, (F) sodium, (G) arsenic, (H) baryum, (I) cadmium, (J) cobalt, (K) chrome, (L) cuivre, (M) nickel, (N) plomb et (O) zinc. _____	122
Figure 44. Pourcentage moyen d'expression de la réactivité des classes granulométriques des matériaux modèles en fonction des valeurs mesurées à 2 mm. _____	124
Figure 45. Pourcentage moyen d'expression de la réactivité des classes granulométriques des matériaux modèles en fonction des valeurs mesurées à 2 mm. _____	126
Figure 46. Taux de germination (%) au cours des 14 premiers jours de culture (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). _____	134
Figure 47. Aspect des plantules de laitue après 28 jours de culture. A) témoin ; B) calcaire ; C) brique ; D) laitier ; E) coke et F) anthracite. _____	136
Figure 48. Évolution du taux de germination (%) des graines en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus (B)	

(moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).	141
Figure 49. Évolution du taux de survie (%) des plantules en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus (B) (moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).	142
Figure 50. Évolution de la biomasse totale moyenne par plante (mg plante ⁻¹) en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus (B) (moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).	143
Figure 51. Évolution de la biomasse totale par plante et par pot (g plante ⁻¹ pot ⁻¹) en fonction de la taille des particules pour chaque matériau (moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).	143
Figure 52. Évolution de la longueur racinaire spécifique (m g ⁻¹) des plantules en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus (B) (moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).	145
Figure 53. Évolution de la longueur racinaire spécifique (m g ⁻¹) en fonction de la taille des particules pour chaque matériau (moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).	145
Figure 54. Évolution du diamètre racinaire (mm) des plantules en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus (B) (moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).	146
Figure 55. Progression des racines au sein de la porosité de différents matériaux (coke et laitier).	147
Figure 56. Évolution de la somme des éléments majeurs (cmol kg ⁻¹) dans les plantules en fonction de la taille des particules et du type de matériau.	150
Figure 57. Aspect des modalités fractions grossières endogènes (FGE à gauche) et fractions grossières inertes (FGI à droite) lors de la mise en œuvre des dispositifs lysimétriques en mars 2021	154
Figure 58. Évolution de la masse d'eau (kg) stockée dans les sols au cours du temps au sein des modalités fractions grossières endogènes ME _{L17FGE} (ligne bleue) et fractions grossières inertes ME _{L18FGI} (ligne orange). Évolution de la masse critique d'eau (kg) déclenchant la percolation au cours du temps : MCE _{L17FGE} (losanges bleus) et MCE _{L18FGI} (carrés oranges). Évolution des volumes d'eau percolés (L) au cours du temps au sein des modalités fractions grossières endogènes D _{L17FGE} (ligne hachée bleu clair) et fractions grossières inertes D _{L18FGI} (ligne hachée orange clair). Volumes de précipitations (L m ⁻²) au cours du temps P (ligne hachée verte). La surface de chaque dispositif faisant 1 m ² , les volumes percolés et les précipitations sont alors directement comparables.	157
Figure 59. Évolution du bilan hydrique au cours du temps. Flux cumulés : précipitations P (ligne verte), D _{L17FGE} débits de la modalité fractions grossières endogènes (ligne bleue pleine), D _{L18FGI} débits de la modalité fractions grossières inertes (ligne orange pleine). ETR _{L17FGE} évapotranspiration de la modalité fractions grossières endogènes (ligne bleue hachée), ETR _{L18FGI} évapotranspiration de la modalité fractions grossières inertes (ligne orange hachée). La surface de chaque dispositif faisant 1 m ² , les volumes percolés et les précipitations sont alors directement comparables.	158
Figure 60. Évolution de l'humidité volumique de la terre fine (%) au cours du temps. Modalité fraction grossière endogène FGE : humidité volumique H _{FGE} -50cm (ligne bleu foncé) et humidité volumique H _{FGE} -100cm (ligne bleu clair) ; Modalité fraction grossière inerte FGI : humidité volumique H _{FGI} -50cm (ligne orange foncé) et humidité volumique H _{FGI} -100cm (ligne orange clair).	160
Figure 61. Évolution au cours du temps du pH (graphique de gauche) et de la conductivité (graphique de droite) dans les eaux de percolation des modalités fraction grossière endogène FGE (ligne bleu) et fraction grossière inerte FGI (ligne orange).	162
Figure 62. Évolution au cours du temps du carbone organique dissous (graphique de gauche) et de la somme des 16 HAP EPA (graphique de droite) dans les eaux de percolation des modalités fraction grossière endogène FGE (ligne bleu) et fraction grossière inerte FGI (ligne orange).	162
Figure 63. Évolution au cours du temps des teneurs en éléments traces dans les eaux de percolation des modalités fraction grossière endogène FGE (ligne bleu) et fraction grossière inerte FGI (ligne orange).	164

<i>Figure 64. Quantité de biomasse aérienne sèche (g) de luzerne et de phacélie produite sur chaque modalité fraction grossière endogène (FGE) et fraction grossière inerte (FGI).</i>	165
<i>Figure 65. Schéma conceptuel du rôle joué par les fractions grossières en relation avec le végétal au sein des sols très anthropisés.</i>	177
<i>Figure 66. Nombre de publications relatives aux recherches soil + rock fragment ; soil + coarse fraction ; soil + coarse fragment ; soil + coarse element ; compilées par année sur la période 1964-2021 (dérivé de Clarivate Web of Science, Copyright Clarivate 202_.)</i>	178
<i>Figure 67. Procédure de diagnostic systématique simplifié de la fraction grossière proposée dans le cadre de la thèse.</i>	183

Remerciements

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance aux organismes financeurs de ce travail de thèse que sont l'Association National pour la Recherche et la Technologie (ARNT) et l'Agence de la transition écologique (ADEME). L'ANRT pour le co-financement de cette thèse CIFRE et l'ADEME pour le co-financement du projet BIOSAINE au sein duquel ce travail s'est inséré. Je souhaite également remercier la société GINGER BURGEAP qui m'a fait confiance dès mon stage de fin d'étude il y a quatre ans. J'en suis désormais un membre à part entière et suis impatient de découvrir mon métier en Recherche et Développement en ingénierie de l'environnement.

Merci aux membres du jury qui ont bien voulu évaluer mon travail. Votre regard extérieur sur la thèse a nourri de très riches discussions scientifiques qui, j'en suis sûr, en augmenteront encore plus la portée et l'importance. Merci à vous.

Merci infiniment à mes trois encadrants Christophe, Stéphanie et Jean-Marie, qui m'ont fait grandir scientifiquement, professionnellement et humainement. J'ai appris énormément de chacun de vous trois, vous m'avez transmis encore plus le goût de la rigueur, de la curiosité et de la créativité que tout bon chercheur se doit d'exprimer. Nos interactions toujours très enrichissantes, nous ont fait progresser chacun à notre manière j'en suis sûr, et je suis très fier d'avoir pu travailler de façon privilégiée avec vous trois ces presque quatre dernières années. J'attends avec enthousiasme nos prochaines collaborations futures dans le cadre de projets de recherches qui seront j'en suis sûr, captivants et riches de défis scientifiques à relever.

Merci à l'ensemble des collègues de l'équipe R&D de BURGEAP, vous avez toujours eu les mots d'encouragements justes et qui remontent le moral, durant toute cette période un peu particulière, bien que l'on se soit vus plus souvent à travers des écrans interposés plutôt qu'en vrai. Ça devrait désormais changer et je m'en réjouis !

Merci aux membres du Laboratoire Sols et Environnements, vous avez, chacun à votre manière, apporté votre pierre à l'édifice. Que ce soit dans le cadre d'échanges simples ou de discussions scientifiques, ou plus encore de conversations de la vie de tous les jours, vous êtes le LSE, vous en faites un endroit agréable au sein duquel il nous est permis de nous épanouir scientifiquement, professionnellement et humainement. Merci pour cela.

J'aimerais plus spécifiquement avoir un mot de remerciement, mais aussi exprimer mon plus profond respect envers les membres de l'équipe technique du LSE. Stéphane, Lucas, Alain, Adeline, Romain, Malcolm et Jean-Claude, quel plaisir d'avoir pu travailler avec vous ! Vous faites preuve d'une disponibilité sans failles, d'un enthousiasme à toute épreuve et d'une abnégation impressionnante pour nous accompagner à tous moments dans la mise en œuvre et la réalisation de notre travail expérimental. Votre accompagnement à ce niveau-là est tout simplement remarquable et mérité d'être vivement souligné et rappelé ! Merci infiniment pour cela !

Merci à la plateforme expérimentale du Groupement d'Intérêt Scientifique sur les Friches Industrielle (GISFI) et plus particulièrement, à ses membres avec lesquels j'ai pu travailler (ceux qui sont encore là et ceux qui sont partis) : Fabien, Noële, Cyrielle, Marion, Yannick et Adeline. Je ne vous ai que très rarement sollicités pour de petits travaux mais plutôt pour des actions de grande ampleur : tamiser des centaines de kilos de matériaux et de sols, vider deux lysimètres puis les remplir... Vous avez toujours répondu présents et avez-vous aussi participé à la réussite de ce travail. Merci beaucoup !

A tous les copains doctorants, stagiaires et post-doctorants avec qui j'ai partagé un bout de chemin et que je peux désormais compter parmi mes amis : Alexis, Victor, Gwendal, Gabin, Loïc, Lilian, Léo, Lucie, Emmeline et Mithun. On traverse tout cela un peu tous ensemble, on partage les mêmes peines, angoisses et réussites. On s'amuse quand il le faut, on s'accorde des moments salvateurs pour « la santé du cigare » : apéros, pétanque, volley et tant de choses... Que je l'écrive ici ou non, vous savez ma reconnaissance immense pour tout ce que vous m'apportez.

A mes amis du sud, Narbonnais, là encore, nous avons dépassé le stade où l'on ait encore besoin de se dire que l'on s'aime. On a dépassé depuis longtemps le stade de la parole pour ressentir ce qu'on l'on pense. Votre présence à chaque fois qu'il nous a été possible de se voir parle d'elle-même. Romain, Lucas, Pierre-François, Edouard, Bertrand et Thomas, merci d'être vous !

Mes amis de Lorraine, Clément, Mathieu, Audrey, Lorène, Valentin, Quentin, Louis, Adeline, Louise, Hyppolite, Zoé, Bastien, Maxime et Pierre-Arnaud, quelle chance de vous connaître et de profiter de la vie avec vous. Ce n'était pas une si mauvaise idée que ça de venir m'exiler dans cette belle Lorraine !

Ma famille, Astrid ma petite sœur, mes parents, mes grands-parents, mes oncles tantes, votre amour inconditionnel est un moteur phénoménal. Je ne vous le dis probablement pas assez souvent mais je suis extrêmement heureux de vous avoir près de moi. Je vous aime.

A ma nouvelle famille, qui m'a accepté comme l'un des leurs dès le départ, merci infiniment. Etienne, Françoise, Camille, Hélène, Clément, Edouard et les petits Léon, Joseph, Mahaut et Hector. Quelle chance de vous avoir dans ma vie grâce à Léa.

Léa, je ne te le dis probablement pas assez non plus, je t'aime, mais tu sais que je l'exprime autrement. Notre amour est fort, beau, unique, il est à nous et j'en suis extrêmement fier. Tu as été présente, aidante, attentionnée et aimante depuis le début. Tu as toujours accepté le fait que la thèse rentrait aussi à la maison après la journée de travail et tu m'as permis d'aller jusqu'au bout du chemin. Te connaître et vivre avec toi est une expérience merveilleuse. Partager ma vie avec la tienne, c'est bien probablement ma plus belle réussite en Lorraine.

Avant-propos

La thèse CIFRE menée s'inscrit dans le cadre du projet ADEME BIOSAINE (Production d'une BIOmasse SAINE à vocation énergétique – coordonné par BURGEAP), qui comprend outre BURGEAP et l'Université de Lorraine (LSE, UMR 1120 UL-INRAE) les partenaires Microhumus, SolPaysage, Provaldemse-INSAVvalor et Normandie Aménagement. Le projet BIOSAINE a pour objectifs d'émettre des recommandations pour la refunctionalisation des sites pollués et dégradés : niveau de fertilité pour permettre la croissance de cultures énergétiques, conseils relatifs à la construction de sols, contraintes liées à la composition en polluants, validation de la maîtrise des transferts de ces polluants. Ce projet doit constituer un démonstrateur en vraie grandeur avec production de biomasses à valeur ajoutée paysagère à l'échelle du périmètre d'aménagement, en se souciant de la reconstitution des écosystèmes, et validation de la valorisation possible de cette biomasse dans les filières énergétiques existantes. D'un point de vue opérationnel, l'équipe projet accompagne l'aménageur en charge de la requalification du site, également partenaire du projet, pour inscrire le projet dans son contexte territorial : aider la prise de décision des élus, répondre aux associations locales, accompagner les partenaires économiques des filières biomasse, contribuer à la structuration des filières locales énergétiques. Enfin, l'assemblage de compétences des partenaires du projet doit se traduire par la définition d'une nouvelle offre de services pour la valorisation *in situ* de terres polluées, couplant les métiers de la dépollution et de la phytoremédiation, du paysage, de la production agroforestière, de la production énergétique renouvelable et du projet urbain.

La thèse CIFRE a également pu bénéficier du concours précieux du Groupement d'Intérêt Scientifique sur les Friches Industrielles (GISFI) créé en 2002, dans le cadre du CPER 2000-2006, pour répondre aux questions scientifiques et technologiques posées par les territoires dégradés et pollués issus d'anciennes activités industrielles. Le GISFI a ainsi mis à disposition pour ces travaux de thèse du matériel et les dispositifs lysimétriques de sa plateforme expérimentale d'Homécourt (54310).

Introduction générale

Dans un contexte de régulation de l'étalement urbain, les zones dégradées telles que les friches sont l'objet d'un intérêt grandissant pour le renouvellement de la ville sur la ville.

Le passé, souvent industriel de ces sites dégradés, a laissé des marques profondes à la fois dans le paysage, les sols, et de manière générale dans leur environnement proche. Outre les impacts socio-économiques produits par l'arrêt d'activités industrielles générant pour certaines plusieurs milliers d'emplois, de nombreux impacts environnementaux ont accompagné ces activités tout au long de leur conduite. Ces impacts se traduisent le plus souvent par des (multi)pollutions plus ou moins intenses, locales ou bien diffuses, dans les compartiments de l'environnement immédiat – et potentiellement éloigné – des friches tels que les sols, les eaux souterraines, la biosphère, l'air intérieur et extérieur.

Dans le cadre de la réhabilitation des sites dégradés, ces pollutions doivent être traitées, et à défaut gérées, afin que leur impact dans les différents compartiments de l'environnement reste acceptable en termes de risques. Plusieurs solutions, de natures diverses, s'offrent aux aménageurs afin qu'ils soient en mesure de restaurer toute ou partie des fonctions et services potentiellement rendus par ces sites. Parmi ces solutions, les Solutions Fondées sur la Nature reçoivent une attention particulière pour leur capacité à répondre aux problématiques des sites dégradés mais aussi aux enjeux environnementaux posés par les activités humaines.

Les phytotechnologies sont des Solutions Fondées sur la Nature dont l'utilisation se développe depuis plus d'une décennie et qui mettent en œuvre des végétaux dont l'action sur les sols a pour objectif de gérer les (multi)pollutions en place afin de les stabiliser, d'en extraire des éléments métalliques ou encore d'accélérer (simultanément) la dégradation de molécules organiques dans une logique d'atténuation naturelle. Le déploiement de phytotechnologies s'accompagne très souvent d'une ou plusieurs voies de valorisation économique des biomasses produites par la commercialisation de fibres végétales ou d'énergie. L'efficacité de ces approches dépend en grande partie des espèces végétales mises en œuvre mais le développement et la croissance de ces dernières sont également soumis au niveau de fertilité physique et chimique des sols supports, ainsi qu'aux conditions climatiques locales. Un raisonnement décrivant les potentialités agronomiques d'un site à traiter est alors incontournable afin d'optimiser la capacité des plantes à gérer les pollutions.

L'aptitude des sols à être le support d'un couvert végétal est fonction du niveau de pollution (toxicité, phytodisponibilité des polluants), de leur fertilité physique (*e.g.* pénétrabilité par les racines, disponibilité de l'eau) et de leur fertilité chimique (*e.g.* disponibilité des éléments nutritifs). Des actions correctives sont alors parfois envisagées sur les sols, visant à limiter l'expression de la toxicité des polluants ou encore à améliorer la fertilité par le travail du sol, la fertilisation minérale ou l'apport d'amendements. C'est ainsi que se sont développés au cours de ces dernières années, des procédés du génie pédologique souvent couplés à des procédés de dépollution.

Dans toutes ces approches impliquant le végétal comme outil de gestion des sites dégradés, le diagnostic de pollution et de fertilité est cependant classiquement réalisé sur des échantillons de terre préalablement tamisés (à quelques millimètres, 2 mm lors d'approches agronomiques) pour en extraire la fraction grossière. Ces constituants grossiers peuvent toutefois représenter une part non négligeable des sols urbains et industriels, atteignant fréquemment plusieurs dizaines de pourcents en masse ou en volume. Les ignorer dans le diagnostic amène donc à avoir une vision tronquée des potentialités agronomiques des sols dégradés.

Usuellement, la totalité des diagnostics et réflexions sur la gestion des sites dégradés pollués s'effectue sur la fraction de terre fine, obtenue après tamisage à 2 mm, et laisse de côté la fraction dite grossière, qui représente souvent dans les sites de friches des proportions dominantes (jusqu'à 50-60 % en masse). Or cette fraction, considérée comme inerte, ne l'est pas nécessairement et sa présence peut avoir des conséquences majeures sur le fonctionnement des écosystèmes et leur gestion future. A court terme elle présente également des enjeux en termes de travail mécanique des substrats qui peut inclure en particulier des étapes de criblage et concassage dont les conséquences agronomiques et sur le devenir des polluants sont actuellement mal connues.

La thèse a ainsi comme objectifs scientifiques principaux :

- de décrire les éléments grossiers (naturels et technogéniques) classiquement présents dans les sols urbains et industriels et d'en déduire une typologie,
- de mesurer la contribution de ces éléments grossiers à la définition de la pollution et de la toxicité des terres,
- de quantifier l'effet de ces éléments grossiers sur la fertilité physique et chimique des terres,
- d'en déduire leur impact sur la capacité à produire des biomasses en quantité et qualité compatibles avec le développement de filières de valorisation (*e.g.*, fibres, énergie).

Les résultats des travaux de la recherche finalisée devront permettre d'émettre des préconisations de gestion des fractions grossières des sols qui pourront, en fonction de critères physico-chimiques choisis, être maintenus à des proportions raisonnables dans les sols et à une granulométrie optimisée pour la production de biomasse. La démarche poursuivie dans ces travaux de thèse s'est donc attachée à identifier, décrire, caractériser et évaluer le rôle joué par les fractions granulométriques grossières dans le fonctionnement des sols très anthropisés.

CHAPITRE I – État de l'art

1 Anthropisation des sols : conséquences sur leur état, leurs fonctions et leur capacité à rendre des services

1.1 Sols très anthropisés au sein de la couverture pédologique : définition, classification

Les sols très anthropisés sont décrits dans différents systèmes nationaux et internationaux de classification des sols et y occupent une place depuis relativement peu de temps (Baize et Girard, 1995; IUSS Working Group WRB, 2007). Ces systèmes de classification ont leurs règles propres permettant de définir les caractéristiques requises pour qu'un sol soit identifié comme étant un sol très anthropisé. De manière générale, ces sols sont identifiés par le terme générique « technosol » selon la terminologie du système de classification de la World Reference Base for Soil Resources (WRB) issue de l'International Union of Soil Sciences (IUSS Working Group WRB, 2015).

La WRB distingue deux groupes de référence désignant des sols sous forte influence humaine, les **Anthrosols** et les **Technosols**.

- Les **Anthrosols** sont des « sols qui ont été modifiés profondément par des activités humaines comme l'apport de matériau organique ou minéral, de charbon de bois ou de résidus ménagers, par l'irrigation ou les pratiques culturales ». Ce groupe de référence désigne donc les sols issus de tout type de matériau de sol modifié par une longue pratique agricole et présentant des marques évidentes d'activité humaines.
- Les **Technosols** sont des sols « dont les propriétés et la pédogenèse sont dominées par leur origine technique ». Ils contiennent une quantité importante d'artéfacts (un objet clairement fabriqué ou fortement altéré par l'homme ou extrait de plus grandes profondeurs) ou sont colmatés par un matériau technique dur (matériau dur créé par l'homme et ayant des propriétés différentes d'une roche naturelle) ou contiennent une géomembrane ».

Les conditions requises pour qu'un sol soit défini comme un Technosol (IUSS Working Group WRB, 2015) sont les suivantes :

Tout sol :

- contenant au moins 20 % (en volume ou en masse) d'artéfacts dans les 100 premiers cm du profil, ou,
- scellé par la présence d'une couche indurée formée par des matériaux technogéniques durs, ou,
- contenant une géomembrane.

Au rattachement à un groupe de référence s'ajoute l'attribution d'un ou plusieurs qualificatifs traduisant la visée descriptive de cette classification. A titre d'exemple, les qualificatifs suivants peuvent être adjoints au groupe de référence Technosol :

- **Archaic** : couche d'une épaisseur de 20 cm ou plus contenant au moins 50 % (en volume) d'artéfacts, dont au moins 20 % (en volume) sont d'origine préindustrielle.

- **Ekranic** : ayant un matériau technique dur commençant à moins de 5 cm de la surface du sol.
- **Garbic** : couche d'une épaisseur de 20 cm ou plus contenant au moins 20 % (en volume) d'artéfacts, dont au moins 35 % (en volume) sont des déchets organiques.
- **Hyperartéfactiques** : ayant une teneur en artéfact d'au moins 50 % (en volume) dans les 100 premiers cm.
- **Spolic** : couche d'une épaisseur de 20 cm ou plus contenant au moins 20 % (en volume) d'artéfacts, dont au moins 35 % (en volume) sont des résidus industriels.
- **Technoskeletalic** : ayant au moins 40 % (en volume) d'éléments grossiers remplissant les critères d'artéfacts dans les 100 premiers cm.
- **Toxic** : ayant dans une couche à moins de 50 cm de la surface du sol des concentrations toxiques de substances organiques ou inorganiques autres que les ions Al, Fe, Na, Ca et Mg, ou présentant une radioactivité dangereuses pour l'homme.
- **Urbic** : couche d'une épaisseur de 20 cm ou plus contenant au moins 20 % (en volume) d'artéfacts, dont au moins 35 % (en volume) sont des gravats ou déchets d'implantation humaine.

Les Technosols sont donc très fortement marqués par l'origine technogénique de leurs matériaux parents (manufacturés, naturels excavés) et par un développement de profil généralement faible (*i.e.* sols jeunes). On les retrouve principalement dans les environnements urbains et industriels bien qu'ils soient présents partout où une activité humaine est intervenue de manière importante sur les sols (constructions, colmatages, extractions) (Howard, 2017a; IUSS Working Group WRB, 2015).

La classification de la WRB est un système qui se veut global et dont la mise en œuvre doit être faite – autant que possible – sur le terrain. C'est donc un système basé sur ce que l'utilisateur peut définir en termes d'horizons, propriétés et matériaux diagnostiques directement sur le terrain, lui permettant ainsi d'arriver à une classification préliminaire (*Guidelines for Soil Description* – FAO, 2006), complétée par des analyses, afin d'obtenir une classification définitive (*Procedures for Soil Analysis* – van Reeuwijk, 2002). Le système de classification de la WRB est donc fondamentalement descriptif et ne considère pas les usages passés ou actuels des sols comme un critère essentiel à leur classification, bien qu'il présente certains types d'usages associés aux groupes de références.

Dans le cadre du Référentiel Pédologique Français (RPF) de l'Association Française pour l'étude du sol (AfeS, 2008), les sols ne sont pas soumis à une classification à proprement parler mais sont organisés selon une typologie définie par deux catégories : les références et les types (subdivisions d'une référence par ajout d'un ou plusieurs qualificatif). Cette typologie s'établit selon les trois critères suivants :

- la morphologie des solums (texture, épaisseurs, structure, etc.),
- les propriétés de comportement (agronomiques, géotechnique, etc.) et de fonctionnement (structural, hydrique, etc.)
- les processus pédogénétiques.

Dans ce contexte, les sols très anthropisés sont reliés à la typologie définie par le terme « Anthroposols ». Le RPF définit les Anthroposols comme étant « *des sols fortement modifiés ou fabriqués par l'homme, souvent*

en milieu urbain mais aussi, dans des conditions particulières, en milieu rural » (Afe, 2008) et distingue ainsi les cinq références suivantes (Figure 1) :

- les **Anthroposols transformés** : issus de modifications anthropiques des sols réalisées en zones rurales pour améliorer la fertilité des sols et permettre une production d'aliments (*e.g.* rizières, terrasses, etc.).
- les **Anthroposols artificiels** : résultant entièrement d'apports par l'homme de matériaux variés (*e.g.* urbanisation, industries, mines, artisanat, voirie).
- les **Anthroposols reconstitués** et les **Anthroposols construits** : issus des 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 archéologiques** : ayant subi des modifications anthropiques anciennes (sur plus de 50 cm d'épaisseur depuis la surface).

De manière analogue la classification de la WRB, de multiples qualificatifs peuvent-être associés à ces cinq références tels que :

- **contaminé en** : qualifie un solum ou un horizon enrichi notablement en éléments xénobiotiques (*e.g.* éléments traces, hydrocarbures, molécules organiques de synthèse, etc.), par suite d'actions humaines volontaires ou non.
- **rudérique** : qualifie un anthroposol artificiel constitué par des décombres (*e.g.* produits de démolition).
- **à matériau technologique** : qualifie un anthroposol dans lequel est reconnu un matériau technologique.
- **urbain** : situé dans une zone urbaine et ayant subi au moins une des modifications « anthropo-pédogénétique » de ce type de milieu.

Du fait de leur état fortement perturbé, les sols très anthropisés peuvent présenter des proportions élevées d'éléments grossiers (> 2 mm ; naturels ou anthropiques). Qualifiés de **Technosol technoskeletal** ou **hyperskeletal** dans la WRB, ces sols sont désignés dans le RPF comme **Peyrosol-Anthroposol artificiel** ou **Peyrosol-Anthroposol reconstitué** lorsque la teneur pondérale en éléments grossiers est supérieure à 60 %.

Enfin, on mentionnera la désignation de SUITMAs pour *Soils of Urban, Industrial, Traffic, et Millitary Areas* du nom du groupe de travail de l'IUSS créé en 1998 lors du 16^{ème} Congrès Mondial de l'IUSS. Cette catégorisation des sols dans des environnements anthropisés s'appuie essentiellement sur l'usage que l'on fait de ces sols à l'échelle locale, sans prise en compte des caractéristiques morphologiques, de constitution et de fonctionnement aux échelle micro- et macroscopiques. Les SUITMA vont des sols légèrement modifiés aux sols très intensivement aménagés et perturbés, et présentent néanmoins des caractéristiques communes – outre leur localisation – liées essentiellement à la composition des matériaux parents, les rendant ainsi très différents des sols naturels en ce qui concerne leur pédogenèse (Morel et al., 2015).

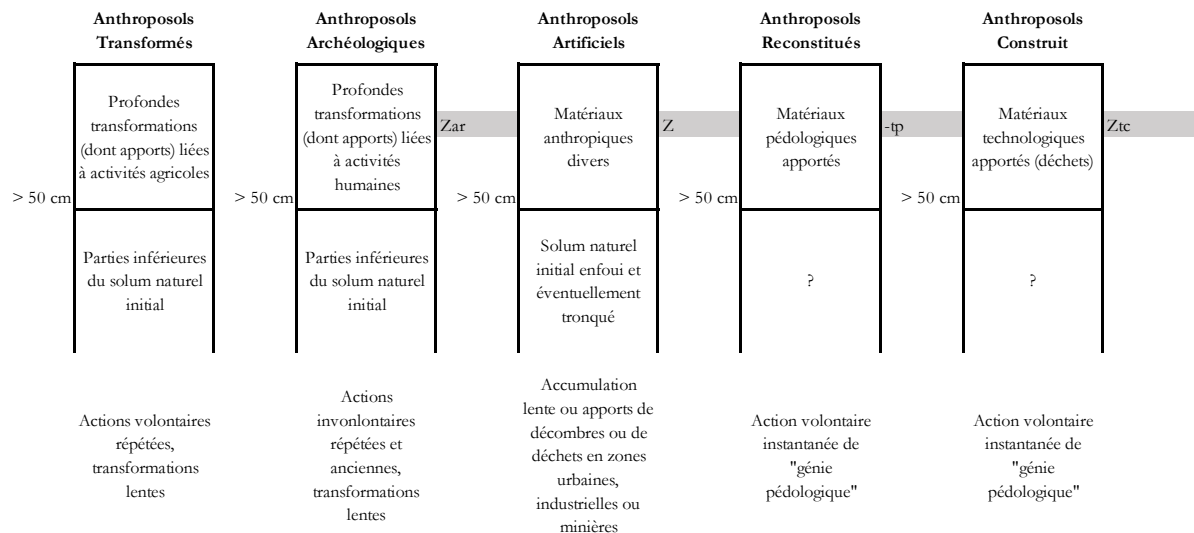


Figure 1. Modes de formation des différentes références d'Anthrosols dans le Référentiel Pédologique Français (d'après Afes, 2008)

1.2 Principales caractéristiques des sols très anthropisés

Les sols très anthropisés sont transformés par les activités humaines et bien qu'ils soient soumis aux mêmes facteurs d'évolution que les sols naturels, les perturbations d'ordre anthropiques imposent à ces sols des cycles de transformations très rapides (De Kimpe et Morel, 2000). Ces perturbations ou processus « anthropo-génétiques » (Afes, 2008) influencent la composition de ces sols et donc leurs propriétés (Norra et al., 2008). La diversité des usages auxquels ils sont soumis entraîne une forte variabilité et une hétérogénéité spatiale importante de leurs constituants (Greinert, 2015; Huot et al., 2015; Morel et al., 2014; Norra et al., 2008) résultant par exemple de la multiplicité des intrants de matériaux exogènes mélangés aux matériaux du sol original (Afes, 2008; IUSS Working Group WRB, 2015; Morel et al., 2005). La présence humaine apporte toutes sortes de modifications à l'intensité et aux effets plus ou moins prononcés. Les travaux impliquant des mouvements de sols (*e.g.* excavation, remblaiement, nivellement, remaniement) ou bien impliquant leur compactage ou leur scellement en surface ou en profondeur (*e.g.* bâtiments, voies de circulations, etc.) entraînent des perturbations marquées de leur fonctionnement (*e.g.* diminution de l'infiltration et augmentation du ruissellement des eaux). La surfertilisation (*e.g.* lisiers, ordures ménagères, compost, etc.), les apports répétés de matières minérales (*e.g.* sable de plage, fumiers terreux, curage de fossés, etc.) et le dépôt de matériaux technologiques, de déchets et sous-produits plus ou moins contaminés sont autant de pratiques entraînant la dégradation de la qualité des sols et conduisant à leur artificialisation. À ces usages sont souvent associés des pollutions minérales ou organiques, du fait par exemple de la dissipation des aérosols urbains produits par le trafic routier ou le chauffage et des rejets de sous-produits industriels (Greinert, 2015; Schleuß et al., 1998).

Ces perturbations se reflètent ainsi dans la composition et dans les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols très anthropisés. L'introduction de matériaux exogènes de natures variées va venir

modifier drastiquement divers paramètres tels que la granulométrie, la structure et le pH des sols, qui peuvent en retour présenter des valeurs extrêmes (Greinert, 2015; Howard, 2017a; Huot et al., 2015). Des textures grossières – sables et éléments grossiers – y sont fréquemment retrouvées (Morel et al., 2005) de même qu'une granulométrie grossière dominée par la présence de débris d'origines technogéniques ou bien de matériaux de déconstruction (Greinert, 2015; Greinert et Kostecki, 2019; Howard et al., 2013; Lenoir et al., 2019).

Du fait de modifications physiques importantes, le cycle de l'eau au sein des sols très anthropisés se trouve lui aussi fortement perturbé (Baumgartl, 1998; Morel et al., 2005). Ces sols peuvent présenter une grande porosité du fait de textures grossières, et avoir une forte conductivité hydraulique et une capacité de rétention en eau faible, ou bien à l'inverse présenter une opposition maximale au flux vertical de l'eau lorsqu'ils sont scellés, empêchant toute infiltration et maximisant le ruissellement, favorisant ainsi les phénomènes d'inondations (Hiller, 2000; Howard, 2017a; Morel et al., 2005).

Les paramètres chimiques des sols très anthropisés sont bien souvent liés aux usages auxquels sont soumis ces sols (Howard, 2017a; Huot et al., 2015; Morel et al., 2014). Les valeurs mesurées peuvent être très contrastées et suivre un gradient d'anthropisation (forêts, prairies, cultures, vergers et vignobles, potagers urbains, et SUITMA) notamment en ce qui concerne l'augmentation de la contamination en éléments traces (*e.g.* Cd, Cu, Pb et Zn), du pH et du phosphore disponible (P_{Olsen}) (Joimel et al., 2016). Ces sols présentent très souvent des concentrations en éléments traces supérieures au fond biogéochimique mais sont bien souvent alcalins et peuvent présenter des teneurs hautes en matière organique, limitant ainsi la mobilité et la disponibilité des éléments traces (Joimel et al., 2016). L'origine de l'alcalinisation des sols très anthropisés est à rechercher du côté des intrants de types déchets et poussières carbonatés associés à la déconstruction du bâti (*e.g.* graviers, gravats, béton, etc.) (Morel et al., 2005; Rokia et al., 2014). Les teneurs hautes en carbone organique total et en azote total sont liées à l'incorporation dans les sols de déchets et sous-produits des activités humaines et industrielles (*e.g.* composts, déchets verts, boues, hydrocarbures, etc.) (Baek et al., 1991; Jeannée, 2001; Joimel et al., 2016). Les intrants liés notamment aux sous-produits des activités industrielles comme les résidus de combustions d'énergies fossiles (*e.g.* charbon, hydrocarbures, etc.) sont à l'origine de pollutions minérales (éléments traces) et organiques (*e.g.* hydrocarbures, hydrocarbures aromatiques polycycliques, polychlorobiphényles, etc.) qui s'accumulent dans les sols qui peuvent alors exprimer une toxicité vis-à-vis du compartiment biologique (Baek et al., 1991; El Khalil et al., 2013; He et al., 2017; Kuppusamy et al., 2017; Morel et al., 2005). En substance, la qualité géochimique des sols se dégrade le long du gradient d'anthropisation (Joimel et al., 2017, 2016).

Les fortes modifications des propriétés physico-chimiques perturbent le développement de la végétation et l'activité des organismes des sols très anthropisés. Les contraintes exercées sur le compartiment biologiques, qu'elles soient physiques, chimiques ou hydriques, peuvent s'avérer majeures, et se traduisent en premier

lieu par un défaut de végétation plus ou moins prononcé (Hiller, 2000). En effet, des phénomènes de carences en éléments nutritifs, des syndromes de toxicités liés à la présence de pollutions, des difficultés d'ancrages liés à des textures grossières ou des stress hydriques, sont autant de stress abiotiques exerçant une pression intense sur le développement, la diversité et la densité des différentes catégories d'organismes vivants du sol (De Kimpe et Morel, 2000; Howard, 2017; Morel et al., 2015, 2005). Cependant, Joimel et al. (2017) ont mis en évidence que la qualité biologique du sol ne suivait pas obligatoirement le gradient d'anthropisation – au contraire de la qualité géochimique – concernant la réponse de microarthropodes (Indice Écomorphologique Collembolien (IEC) et rapport Acariens/Collemboles) à différents usages. En effet, leurs résultats montrent que les usages agricoles présentent les impacts les plus forts sur la diversité des microarthropodes, alors que les usages urbains et industriels présentent les mêmes niveaux de qualité biologique que les sols forestiers. Ces travaux (Joimel et al., 2017, 2016), mettent en évidence que les paramètres tels que les teneurs en Cu, Pb, P_{Olsen} , niveau de pH et IEC peuvent être de bons indicateurs du gradient d'anthropisation.

Les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols très anthropisés et la multiplicité des valeurs qu'elles prennent sont ainsi le reflet de la diversité des usages qui leurs sont imposés par les activités humaines.

1.3 Cas des sols de friches industrielles : *fonctionnement et fonctions assurées*

S'entendent par fonctions du sol, les processus générés par les interactions des composantes biotiques et abiotiques (propriétés physiques, chimiques et biologiques) du sol (Blanchart et al., 2018; Morel et al., 2015). Les fonctions des sols naturels, tels que définis par la Commission Européenne en 2010 (European Commission 2010), sont les suivantes :

- support de la croissance des plantes (*e.g.* réservoir de nutriments et d'eau, support des racines),
- maintien de la réserve de biodiversité (*e.g.* habitats, espèces et gènes),
- filtration et transformation des substances (*e.g.* carbone, eau, nutriments, contaminants),
- stockage des substances (*e.g.* carbone, nutriments),
- source de matières premières,
- soutien physique et culturel des activités humaines (*e.g.* habitat, transport, paysage, élimination des déchets, transport d'énergie et d'eau),
- archives du patrimoine géologique et culturel.

Chaque type de sol, du fait de ses caractéristiques propres (*e.g.* composition, propriétés), présentera des fonctions spécifiques plus ou moins développées.

Dans le cas des sols très anthropisés, et plus spécifiquement des sols de friches industrielles, les facteurs de perturbation cités au §1.2 peuvent tous avoir été mis en œuvre – à des niveaux plus ou moins importants – durant la conduite des activités du site. La multiplication de ces phénomènes disruptifs dans le temps dégrade intensément les propriétés des sols, conduisant ainsi à des dysfonctionnements importants de ces

derniers. Des fonctions comme le support de croissance des plantes et le maintien de la réserve de biodiversité s'en trouvent altérées. En effet, le haut degré de scellement des sols limite l'infiltration de l'eau et augmente le ruissellement. Ces effets, liés à des textures grossières, limitent également l'implantation racinaire des végétaux (Morel et al., 2005) mais peuvent également dans certains cas limiter les capacités de filtration, transformation et stockage des substances, et alimenter les eaux souterraines en éléments polluants (Jeannée, 2001; Morel et al., 2015).

1.4 Traduction de la qualité des sols de friches industrielles en capacité à rendre des services écosystémiques

Les fonctions des sols génèrent des produits et services écosystémiques qui sont bénéfiques au bien-être humain et qui sont qualifiés de services écosystémiques (Churchill, 2005). Ces services peuvent être regroupés en 3 catégories qui sont :

- **Approvisionnement** (*e.g.* nourriture, support d'habitat pour les animaux, support des activités humaines, fourniture de fibres et matières premières, fourniture d'énergie, transport de fluides, etc.)
- **Régulation** (*e.g.* qualité de l'air, régulation climatique, traitement des déchets, purification de l'eau, etc.)
- **Culturel** (*e.g.* conservation du patrimoine, loisirs, etc.)

Du fait des dysfonctionnements constatés sur les sols de friches industrielles, certains de ces services ne peuvent plus être rendus et certains « disservices » peuvent même apparaître. Ces sols sont en général jeunes et sont caractérisés par une grande diversité de composition (matériaux exogènes techniques et naturels en mélange). Leur potentiel pour la production de biomasse est plutôt faible à moins que des mesures ne soient prises pour accroître la fertilité des sols (Morel et al., 2015). En raison de la présence de pollutions, les sols de friches industrielles peuvent produire par exemple des disservices de régulation concernant la qualité de l'eau, nécessitant leur traitement pour en éliminer les sources et les flux.

En ce qui concerne la biodiversité, les friches industrielles peuvent abriter une communauté biotique spécialisée et adaptée aux conditions extrêmes (Joimel et al., 2017; Morel et al., 2015).

Étant donné qu'elles procèdent d'activités humaines passées, les friches industrielles détiennent également une partie du patrimoine historique d'une région et peuvent présenter un intérêt pour l'éducation et être une source d'inspiration pour les artistes (Morel et al., 2015).

2 Contributions des fractions granulométriques grossières au fonctionnement des sols

Le sol peut être schématiquement séparé en trois phases intimement liées que sont les phases solides, liquides et gazeuse qui sont à la fois, à l'origine – en partie – et le résultat, de la pédogenèse. La phase solide est composée de constituants minéraux et organiques issus des produits de l'altération physique puis chimique de la roche mère et des matières carbonées provenant de la décomposition et du métabolisme d'êtres vivants végétaux, animaux et microbiens. La phase liquide (ou solution du sol) est composée d'eau dans laquelle sont dissoutes des substances solubles provenant à la fois de l'altération des roches, de la minéralisation des matières organiques et des apports anthropiques évoqués au §1.2 . La phase gazeuse est composée des mêmes gaz que l'air auxquels s'ajoutent des gaz provenant en partie de la décomposition des matières organiques. Ces phases ainsi étroitement assemblées génèrent un ensemble de fonctionnalités responsables du rôle de support et de milieu de vie du sol (Calvet, 2003).

Il est possible de diviser en classes dimensionnelles les particules de sols qui en constituent sa phase solide et établir ce que l'on appelle la distribution granulométrique d'un sol. La distribution granulométrique des constituants du sol est une propriété fondamentale ayant une influence majeure sur de nombreuses autres propriétés, notamment la texture, la structure, la porosité, la perméabilité, et la réactivité chimique des sols (Blott et Pye, 2012).

2.1 Pourquoi et comment décrire la distribution granulométrique des constituants d'un sol ?

La phase solide minérale du sol est constituée par des particules de divers minéraux de formes et de tailles variées. Sa caractérisation granulométrique repose sur deux hypothèses (Calvet, 2003) :

- chaque particule peut être approximativement assimilée à une sphère ayant une masse volumique donnée et à laquelle est associé un diamètre apparent,
- il existe une relation entre la taille des particules et les propriétés des sols.

L'adoption de dimensions seuils permet de définir des classes et de construire une échelle granulométrique, au sein de laquelle les particules dont les dimensions apparentes sont inférieures à 2 mm sont désignées par les termes argiles, limons et sables, tandis que les particules dont les dimensions apparentes sont supérieures à 2 mm sont désignés par les termes graviers, cailloux, pierres et blocs (Baize et Jabiol, 2011) (ces termes étant susceptibles de varier selon les systèmes de classification). Plusieurs seuils ont été proposés au cours du temps, suivant les évolutions technologiques et selon les secteurs (*e.g.* pédologie, géologie, etc.), conduisant à la mise en œuvre de plusieurs échelles granulométriques de par le monde (Blott et Pye, 2012; Roderick, 1972, 1969). En pédologie, ces échelles ont pour limite inférieure le diamètre apparent de 2 μm (Atterberg, 1912), et en géologie 4 μm (Wentworth, 1922), seuils en dessous desquels les particules sont désignées par le terme argiles. Dans la réalité, la limite 2 μm correspond à une bonne séparation des

minéraux argileux des minéraux non argileux comme le confirment les analyses minéralogiques (Baize, 2018; Baize et Jabiol, 2011; Calvet, 2003). Cependant, ces classes, telles que définies par les échelles granulométriques, ne correspondent pas strictement à des compositions élémentaires ou minéralogiques particulières, elles sont uniquement définies par des dimensions de particules. Cela signifie que leur composition minéralogique varie d'un sol à l'autre, ou d'un horizon à un autre (Calvet, 2003).

Après désagrégation, la fraction organominérale du sol dont les dimensions apparentes sont inférieures à 2 mm est communément appelée « terre fine » ou « fraction fine ». Celle dont les dimensions sont supérieures à 2 mm est quant à elle appelée « fraction grossière » et les éléments qui la composent « éléments grossiers » (Baize, 2018). La limite dimensionnelle de 2 mm fixant la séparation entre les fractions fine et grossière est définie selon les auteurs comme une convention (Baize et Jabiol, 2011) ou bien comme une acceptation commune (Gras, 1994), ce qui laisse entendre que cette séparation n'aurait pas de fondement scientifique, qu'il soit physique, mécanique ou basé sur des propriétés bien spécifique du sol.

Il semble donc opportun de s'intéresser à l'origine de cette limite dimensionnelle et d'essayer d'en comprendre l'historique, afin d'appréhender les raisons qui ont permis la construction des classes granulométriques des constituants du sol.

2.1.1 Les fondements et l'évolution historique des systèmes de classification granulométrique des sols

Parmi les premiers travaux menés dans le domaine de la Pédologie, ceux de Wanschaffe (1814) et Kuhn (1894) proposent des systèmes de classification basés sur des sélections arbitraires des tailles limites des constituants (Tableau 1) (Roderick, 1969). Ces systèmes ne font pas mention particulière d'une séparation entre fraction fine et fraction grossière – dans ces termes – malgré une séparation entre les classes « sable très grossier » et « gravier fin » établie à 2 mm, telle qu'elle l'est – dans les mêmes termes – de nos jours par la FAO (FAO, 2006).

Tableau 1. Systèmes de classification granulométrique des constituants du sol par Wanschaffe (1814) et Kuhn (1894).

Wanschaffe (1814)		Kuhn (1894)	
Classe	Taille (mm)	Classe	Taille (mm)
Gravier fin	> 2	Pierre (caillou)	> 5
Sable très grossier	2 - 1	Gravier grossier	5 - 3
Sable grossier	1 - 0,5	Gravier fin	3 - 2
Sable moyen	0,5 - 0,2	Sable très grossier	2 - 1
Sable fin	0,2 - 0,1	Sable grossier	1 - 0,5
Sable très fin	0,1 - 0,05	Sable fin	0,5 - 0,25
Limon	0,05 - 0,01	Sable très fin	< 0,25
Portion argileuse fine	< 0,01		

Williams (1895) proposa un système de classification plus complet, basé sur la taille et la forme des particules (Tableau 2). Il prend en compte des éléments grossiers de tailles supérieures à 5 mm mais établit une

séparation entre « sable grossier » et « gravier fin » à 3 mm. Ici, les séparations entre sables, limons et argiles sont basées sur les propriétés hydriques des matériaux (rétention en eau et perméabilité). La transition sable vers limon provoque une forte augmentation de la rétention en eau, également observée de manière encore plus significative lors de la transition limon – argile. Le raisonnement est le même pour la perméabilité, *i.e.* le sable est très perméable à l'eau, le limon l'est moins, et l'argile peut parfois y être totalement imperméable.

Tableau 2. Système de classification granulométrique des constituants du sol proposé par Williams (1895).

Classe	Taille (mm)	Groupe
Pierres et cailloux	> 10	Rocailleux
Gravier grossiers et gravillons	10 – 7	Graveleux
Gravier moyen et gravillons	7 - 5	
Gravier fin et gravillons	5 - 3	
Sable grossier	3 - 1	Sablonneux
Sable moyen	1 – 0,5	
Sable fin	0,5 – 0,25	
Limon grossier	0,25 – 0,01	Terreux
Limon moyen	0,01 – 0,005	
Limon fin	0,005 – 0,0015	
Argile	< 0,0015	

À la fin du XIX^{ème} siècle le Bureau des Sols du Département d'Agriculture des États-Unis adopta le système d'Osborne (USDA Division of Agricultural Soils, 1896) (Tableau 3). En 1899, Hopkins proposa un système de classification dont les rapports entre les particules les plus grandes et les plus petites de chaque classe étaient constants. En effet, dans le système d'Osborne le ratio de la classe Sable fin vaut 2,5 et celui de la classe Limon vaut 5, ce qui fait qu'une plus grande proportion de sol se retrouve dans ces classes, non pas à cause d'une particularité du sol mais à cause de la taille des classes. Hopkins proposa alors une classification basée sur un rapport de valeur constante entre bornes supérieure et inférieure de chaque classe égale à $\sqrt{10}$ (environ 3,2), répartissant ainsi de manière uniforme la proportion de sol contenue dans chaque classe granulométrique.

Tableau 3. Systèmes de classification granulométrique des constituants du sol adopté par le Bureau des Sols de l'USDA (Osborne, 1896 ; USDA Division of Agricultural Soils, 1896) et proposé par Hopkins (1899).

Classe	USDA (1896)		Hopkins (1899)		
	Taille (mm)	Ratio des diamètres	Classe	Taille (mm)	Ratio des diamètres
Gravier fin	2 – 1	2	Gravier	2 – 1	2
Sable grossier	1 – 0,5	2	Sable grossier	1 – 0,32	3,2
Sable moyen	0,5 – 0,25	2	Sable moyen	0,32 – 0,1	3,2
Sable fin	0,25 – 0,1	2,5	Sable fin	0,1 – 0,032	3,2
Sable très fin	0,1 – 0,05	2	Limon grossier	0,032 – 0,01	3,2
Limon	0,05 – 0,01	5	Limon moyen	0,01 – 0,0032	3,2
Limon fin	0,01 – 0,005	2	Limon fin	0,0032 – 0,001	3,2
Argile	< 0,005	-	Argile	< 0,001	-

Les travaux ayant eu le plus d'écho dans la manière d'appréhender la distribution granulométrique des constituants ainsi que les propriétés mécaniques des sols sont à mettre au crédit de l'agronome suédois

Albert M. Atterberg. Il réalisa notamment au début du XX^{ème} siècle des études approfondies sur les propriétés du sol (Atterberg, 1912, 1911, 1905) qui lui permirent de classer les constituants du sol plus fins que 2 mm en cinq groupes principaux :

- de gros grains de sable qui forment des sables perméables à l'eau,
- des grains plus fins qui forment des sables retenant l'eau,
- des particules microscopiques de « limon » qui forment de la boue avec la pluie et qui présentent une certaine cohésion au séchage,
- de fines particules, ou semi-colloïdes, qui peuvent être mesurées au microscope, et qui dans l'eau montrent un mouvement moléculaire analogue à celui des colloïdes et sont facilement coagulés par les acides et les sels,
- des particules colloïdes qui ne sont pas mesurables avec un microscope.

Sur l'ensemble de son échelle, les constituants du sol sont répartis en sept catégories caractérisées par leur diamètre apparent et limitées par des dimensions seuils données par une progression géométrique de base 2 et de raison 10 ($u_{n+1} = q \times u_n$ avec $q = 10$ et $u_0 = 2 \mu m$) et des limites intermédiaires données par une progression géométrique de base 6 et de raison 10 ($u'_{n+1} = q \times u'_n$ avec $q = 10$ et $u'_0 = 6 \mu m$) (Tableau 4).

Tableau 4. Système de classification granulométrique des constituants du sol proposé par Atterberg (1905).

Atterberg (1905)			ISSS (1929)			
Classe	Subdivisions	Taille (mm)	Classe	Taille (mm)		
Blocs rocheux	Roche	> 2000				
	Rocher	2000 – 600				
	Bloc de pierre	600 – 200				
Cailloux/galets	Pierre grossière	200 – 60				
	Pierre brisée	60 – 20				
Graviers	Gravier grossier	20 – 6			Graviers	> 2
	Gravier fin	6 – 2				
Sables	Sable grossier	2 – 0,6			Sables	2 – 0,2
	Sable fin	0,6 – 0,2				
Sables très fin	Sable très fin	0,2 – 0,06			Sables très fin	0,2 – 0,02
	Farine de roche	0,06 – 0,02				
Limons	Limon	0,02 – 0,006	Limons	0,02 – 0,002		
	Vase, limon, boue	0,006 – 0,002				
Argiles		< 0,002	Argiles	< 0,002		

Le système d'Atterberg fût adopté par la Société Internationale des Sciences du Sol en 1928 (International Society of Soil Science (ISSS), 1929) sans les limites intermédiaires (Tableau 4). L'Organisation Internationale pour la Standardisation (ISO) adopta également ce système en 2002 après modification des limites intermédiaires (base 6,3) et placement de la séparation entre sable et limon à 63 μm . Ce système est par ailleurs toujours en vigueur de nos jours.

Du côté de la géologie on mentionnera également les travaux de Udden (1914, 1898) (géologue) et Wentworth (1922) (sédimentologiste) dont les systèmes sont encore utilisés de nos jours. Udden proposa une échelle logarithmique de base 2 dont les ratios entre limites supérieures et inférieures des classes sont

égaux et dont la séparation entre fraction fine et grossière est placée à 1 mm. Wentworth adopta dans son système la même progression logarithmique que Udden mais ne subdivisa pas les classes limons et argiles et plaça la limite fraction fine-grossière à 2 mm afin qu'il corresponde aux systèmes de l'USDA (1896) et de Atterberg (1905) (Tableau 5).

Plusieurs modifications ultérieures des systèmes de Udden et de Wentworth ont été publiées. Par exemple le système proposé par l'American Geophysical Union (AGU ; Lane, 1947), subdivise chacune des classes de Wentworth en 2, 4 ou 5 subdivisions. Doeglas (1968) abaisse quant à lui la limite limon – argile d'environ 4 μm à environ 2 μm , conformément à ce qui était proposé en pédologie.

Tableau 5. Systèmes de classification granulométrique des constituants du sol proposés par Udden (1915), Wentworth (1922), Lane (1947), Doeglas (1969), Wentworth modifié par Ingram (1982) et Blott et Pye (2012).

		Fraction fine													Fraction grossière											
Udden (1915)		argiles				limons				sables				graviers				pierres								
		fin	fin	moyen	grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très petite	petite	moyenne	grosse					
mm		0,00025	0,0005	0,001	0,002	0,004	0,008	0,016	0,031	0,062	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8	16	32	64	128	256				
Wentworth (1922)		argiles				limons				sables				graviers												
										très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	granuleux	caillouteux			pierreux		rocheux					
mm		0,004				0,062				0,125	0,25	0,5	1	2	4	64			256							
Lane (1947)		argiles				limons				sables				graviers				cailloux		pierres						
		fin	moyen	grossier	très grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	petit	gros	petite	moyenne	grosse	très grosse	
mm		0,00025	0,0005	0,001	0,002	0,004	0,008	0,016	0,031	0,062	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8	16	32	64	128	256	512	1024	2048	4096
Doeglas (1969)		argiles				limons				sables				graviers				cailloux		pierres						
						très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	petit	gros				
mm		0,002				0,004	0,008	0,016	0,031	0,062	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8	16	32	64	128	256				
Wentworth (1924) modifiée Ingram (1982)		argiles				limons				sables				graviers	cailloux				galets		blocs					
						très fin	fin	moyen	grossier	très fin	fin	moyen	grossier		très grossier	fin	moyen	grossier	très grossier	fin	grossier	fin	moyen	grossier	très grossier	
mm		0,004				0,008	0,016	0,031	0,062	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8	16	32	64	128	256	512	1024	2048		
Blott et Pye (2012)		argiles				limons				sables				graviers				pierres				Mégaclastes				
		très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très grossier	très fin	fin	moyen	grossier	très grossier		très petite	petite	moyenne	grosse
mm		0,0001	0,0003	0,0005	0,001	0,002	0,004	0,008	0,016	0,031	0,062	0,125	0,25	0,5	1	2	4	8	16	32	64	128	256	512	1024	2048

2.1.2 Une multiplicité de référentiels granulométriques : un besoin d'harmonisation ?

Comme nous l'avons vu précédemment, la multiplicité des systèmes de classification ou échelles granulométriques tire son origine de la diversité des acteurs et des raisons qui les ont poussés à les développer. Ces échelles sont très liées aux secteurs (agronomique, géologique et géotechnique) desquelles elles sont issues. En effet, les objectifs de description et de compréhension du fonctionnement du sol ne sont pas les mêmes selon que l'on souhaite, par exemple, connaître l'impact d'une pratique agricole sur l'évolution pédogénétique d'un sol, ou bien connaître sa capacité à soutenir un ouvrage géotechnique.

Bien que la finalité de la connaissance de la granulométrie d'un sol ne soit pas la même selon les secteurs considérés, il n'y a pas de raisons à ce que la nature et la manière de désigner ou d'identifier les constituants du sol et leurs subdivisions soient différentes.

Considérant que la distribution granulométrique tire son intérêt non pas seulement de sa corrélation avec différents paramètres du sol, mais de sa capacité à discriminer différents sols entre eux, les systèmes de classification dont les subdivisions de classes sont en nombres suffisants et dont les seuils sont clairement définis, semblent être les systèmes à privilégier (Blott et Pye, 2012).

Blott et Pye (2012), proposent justement un système de classification basé sur la logique mathématique apportée par Atterberg (1905) et les sous-divisions nombreuses apportées par Doeglas (1968). Les auteurs proposent donc un système dans lequel l'ensemble de l'échelle granulométrique inférieure à 2048 mm est divisée en cinq classes de taille de premier niveau (blocs rocheux, gravier, sable, limon et argile), chaque classe de premier niveau étant divisée en cinq sous-classes dont la progression est la suivante : la borne supérieure de l'intervalle correspond au double de la borne inférieure du même intervalle. Les sous-classes gravier, sable, limon et argile sont chacune divisées par les termes « très grossier », « grossier », « moyen », « fin », « très fin », et la classe blocs rocheux par les termes « très gros », « gros », « moyen », « petit » et « très petit ». Les particules dont la taille dépasse la limite supérieure des blocs (2048 mm) sont désignées par le terme « mégaclastes ». De manière intéressante les bornes des classes granulométriques de cette échelle sont celles également conseillées par la norme NF EN 933-2 relative à la détermination de la granularité des granulats (*Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 2 : Détermination de la granularité - Tamis de contrôle, dimensions nominales des ouvertures*) (AFNOR, 2020), sans qu'il ne soit spécifiquement fait référence aux travaux de Doeglas (1968) ou de Blott et Pye (2012). Un intérêt tout particulier à l'utilisation de cette échelle granulométrique repose dans le lien avec l'opérabilité et sa normalisation, la mettre en œuvre semble alors pertinent dans le contexte de ces travaux de thèse.

2.2 Nature et caractéristiques des éléments grossiers des sols

Les éléments grossiers peuvent être considérés comme le squelette du sol et sont définis par Baize et Jabiol (2011) comme étant « *tous les constituants minéraux individualisés (fragments élémentaires de roches, poly- ou monominéraux) de dimensions supérieures à 2 mm. Leur structure « lithique » originelle peut avoir été partiellement ou totalement perdue sans qu'ils n'aient pour autant acquis de structure pédologique.* ».

La définition des éléments grossiers que nous choisissons d'adopter dans le cadre de la thèse est la suivante :

« Tout matériau individualisé solide, naturel ou technologique, présent dans un sol et dont les dimensions apparentes sont strictement supérieures à 2 mm »

Nous considérerons alors dans ces travaux de thèse que les « éléments grossiers » correspondent aux multiples constituants de la fraction grossière des sols, et que les « matériaux grossiers » correspondent à ces mêmes constituants avant qu'ils n'aient rejoint les sols, et, portent avec eux la potentialité de s'y retrouver.

Afin de comprendre l'influence des éléments grossiers et leurs rôles dans les sols, il est nécessaire de détailler les principaux processus qui sont à l'origine de leur présence et de leur évolution temporelle, et qui conduisent à leur contribution à la fertilité et à la toxicité des sols.

2.2.1 Principaux facteurs (naturels et anthropiques) de la pédogenèse à l'origine de la fraction grossière des sols

La pédogenèse, qui correspond à l'évolution temporelle des sols sous l'influence des facteurs du milieu, est gouvernée par trois processus fondamentaux qui sont l'altération des roches mères (ou matériaux parents), l'incorporation de matières organiques et le mouvement de matière à l'état soluble, pseudo-soluble ou solide (Duchaufour et Souchier, 1983). La pédogenèse fait intervenir cinq composantes que sont la roche, le climat, les agents biologiques, la topographie et le temps (Jenny, 1941). Les combinaisons de ces composantes selon divers mécanismes fondamentaux (processus pédogénétiques) tels que des phénomènes de fragmentation, de dissolution, d'hydrolyse, d'oxydo-réduction, de transfert, de précipitation ou de néoformations conduisent à la différenciation du sol en horizons de structures, textures et couleurs différentes (horizonation) (Duchaufour et Souchier, 1983).

Dans le contexte de l'évolution naturelle des sols, la présence de fraction grossière dans les sols est due à l'altération des matériaux parents, ou autrement dit, de leur fractionnement (ou fragmentation) physique et mécanique et de leur altération chimique et biologique. Ainsi, dans les premiers temps de la pédogenèse, on assiste à un fractionnement des matériaux parents lié à l'action de contraintes conduisant à leur désagrégation mécanique en matériaux de taille plus réduite, sans changements chimiques ou

minéralogiques (Coque, 1993; Étienne, 2001; Tricart et Cailleux, 1955). C'est ce que Polynov (1945) appelle le « *passage d'un état massif à un état clastique* ».

On distingue ainsi quatre processus conduisant à la fragmentation de la roche : la thermoclastie (fragmentation sous l'effet des variations de température), la cryoclastie (fragmentation sous l'effet des cycles de gel/dégel de l'eau contenue dans les roches), l'hydroclastie (fragmentation sous l'effet de l'humectation/dessiccation) et l'haloclastie (fragmentation sous l'effet de la cristallisation des sels) (Bahr et al., 1986; Hall et André, 2001; Wilson, 2004). Le fractionnement des matériaux parents en éléments de taille plus réduite conduit à l'augmentation des surfaces d'échanges spécifiques et de la porosité, accélérant ainsi les processus d'attaques chimiques (Cuniglio et al., 2009). L'altération chimique, du fait de son caractère dynamique – c'est-à-dire conduisant à l'évolution temporelle des éléments grossiers – sera traitée au §2.3.1.

Dans le contexte des sols très anthropisés, les processus anthropo-génétiques tels que les mouvements de sol ou les apports de matériaux exogènes (technogéniques ou naturels), sont à l'origine de la présence dans le sol d'éléments grossiers en quantités et natures variés (Morel et al., 2005). Ainsi, la présence d'éléments grossiers n'est pas seulement liée à des processus naturels d'évolution de la roche mère – tels que décrits dans le paragraphe précédent – mais est surtout liée à l'action de l'Homme. De ce fait, la pédogenèse des sols très anthropisés n'est pas seulement orientée par les cinq facteurs que sont la roche, le climat, les agents biologiques, la topographie et le temps (Jenny, 1941), il faut y ajouter le facteur anthropique. Ce facteur se caractérise donc par les perturbations amenées par l'Homme, notamment celles apportées par les matériaux exogènes technogéniques qui peuvent constituer dans certains cas la principale source de matériau parental, et dont la réactivité est supposée élevée car se trouvant en déséquilibre avec leur milieu (Séré et al., 2008). Ce sixième facteur, toutes choses égales par ailleurs, peut ainsi constituer le principal facteur d'évolution des sols très anthropisés à travers des processus pédogénétiques propres (Howard, 2017a; Huot et al., 2015).

Il apparaît donc que l'origine de la fraction grossière des sols est à rechercher dans la nature des matériaux parents, qu'ils soient naturels (substrat géologique) ou anthropiques (matériaux exogènes technogéniques), et il semble donc important d'en dresser une typologie, du fait de leur contribution forte à l'évolution pédogénétique des sols.

2.2.2 Typologie des éléments grossiers d'origine naturelle

Les roches sont usuellement classées selon leur composition, leur origine ou les modalités de leur formation. Nous présenterons ici leur typologie selon les modalités de leur formation (Pech et Regnaud, 1993). Trois grandes catégories de roches sont ainsi retrouvées :

- **Les roches magmatiques** : issues du refroidissement et de la solidification du magma en profondeur ou à la surface, avec ou sans, cristallisation complète des minéraux le composant (Winter, 2001). On distingue trois types de roches ignées que sont les roches volcaniques (*e.g.* rhyolite, andésite,

basalte), les roches plutoniques (*e.g.* granite, diorite, gabbro) et les roches filoniennes intermédiaires des deux autres types (*e.g.* aplite, dolérite, porphyre).

- **Les roches sédimentaires** : issues de l'accumulation en couches successives de sédiments divers à la surface de la terre ou au fond des océans (Foucault et al., 2014). On distingue trois types de roches sédimentaires que sont les roches détritiques provenant de l'érosion de roches existantes (*e.g.* grès, poudingue, lœss), les roches biogènes issues de la transformation de la matière organique (*e.g.* charbon, pétrole) et les roches biochimiques issues de l'activité biologique (*e.g.* craie, calcaire, gypse).
- **Les roches métamorphiques** : issues de la transformation de roches déjà existantes (*e.g.* ignées, sédimentaires) dans des conditions de pression et de températures extrêmes (*e.g.* ardoise, schistes, gneiss, marbres) (Winkler, 2013).

Tableau 6. Typologies d'éléments grossier naturels basée sur le mode de formation de leurs matériaux parents.

Mode de formation	Type	Exemples
Roches magmatiques	Volcaniques	(<i>e.g.</i> rhyolite, andésite, basalte)
	Plutoniques	(<i>e.g.</i> granite, diorite, gabbro)
	Filoniennes	(<i>e.g.</i> aplite, dolérite, porphyre)
Roches sédimentaires	Détritiques	(<i>e.g.</i> grès, poudingue, lœss)
	Biogènes	(<i>e.g.</i> charbon, pétrole)
	Biochimiques	(<i>e.g.</i> craie, calcaire, gypse).
Roches métamorphiques		(<i>e.g.</i> ardoise, schistes, gneiss, marbres)

2.2.3 Typologie des éléments grossiers d'origine anthropique

De nombreux auteurs ont dans le cadre de leurs travaux tenté d'établir des typologies d'éléments grossiers d'origines anthropiques. De la liste descriptive de la totalité des éléments rencontrés, à leur classification selon leur origine (Afes, 2008; Séré, 2007) ou bien leur composition chimique principale (Howard, 2017a), de multiples typologies existent. Nous nous proposons d'en exposer quelques-unes et d'en proposer une qui servira tout au long de ce travail de thèse.

Les typologies définies par Séré (2007) (Tableau 7) et celle adaptée de Séré dans le RPF (Afes, 2008) (Tableau 8) sont typiquement basées sur les usages/activités qui sont à l'origine de la création des matériaux technogéniques. Cette typologie est assez peu discriminante mais relie les matériaux technogéniques et les sols à des grands types d'usages.

Tableau 7. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Séré (2007).

Type	Exemples
Matériaux de construction	(<i>e.g.</i> gravier ou sable transportés, roches taillées ou broyées, brique, béton, ciment)
Produits et sous-produits industriels	(<i>e.g.</i> charbon, charbon de bois, coke, mâchefers, résidus de combustion ou de pyrolyse de matières organiques et/ou de matières fossiles, stériles)
Déchets urbains	(<i>e.g.</i> plastiques, déchets ménagers, déchets verts)
Déchets agricoles	(<i>e.g.</i> résidus d'élevage)
Matériaux divers	(<i>e.g.</i> débris métalliques, sédiments)

Séré, 2007

Tableau 8. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par le RPF (Afes, 2018) adaptée de Séré (2007).

Type	Exemples
Matériaux de construction	(e.g. gravier ou sable transportés, roches taillées ou broyées, brique, béton, ciment)
Produits et sous-produits industriels	(e.g. charbon, charbon de bois, , coke, mâchefers, résidus de combustion ou de pyrolyse de matières organiques et/ou de matières fossiles, stériles)
Déchets urbains	(e.g. déchets ménagers, déchets verts, boues d'épuration, composts)
Déchets agricoles	(e.g. résidus d'élevage)
Déblais de chantier	
Matériaux divers	(e.g. débris métalliques, sédiments)
Roches naturelles	(e.g. débris métalliques, sédiments)
Substrat artificiel	(e.g. couche de béton, géotextile)

Baize, 2018 adaptée de Séré, 2007

Tableau 9. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposés par El Khalil et al. (2008)

Type
Verre
Plastique
Métal
Papier et tissus
Matériaux de construction
Os
Bois

El Khalil et al., 2008

La typologie proposée par (Lefort, 2009) (Tableau 10) est construite soit sur les modalités de formation (e.g. matériaux dérivés de la matière organique fraîche), soit sur la nature (e.g. matériaux métalliques ferreux) soit selon l'usage (e.g. matériaux technogéniques de construction) des matériaux technogéniques.

Tableau 10. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Lefort (2009).

Type	Exemples
Matériaux animaux ou végétaux	(e.g. compost de déchets verts, fumier, lisier, charbon de bois)
Matériaux dérivés de la matière organique fraîche	(e.g. déchets de l'industrie agroalimentaire)
Matériaux domestiques sous forme brute, compostée ou non	(e.g. ordures ménagères).
Matière organique fossile	(e.g. pétrole, goudron, fuel, mazout, plastiques)
Matériaux provenant des voies navigables	
Matériaux technogéniques de construction	(e.g. tuile, béton, ciment, conduites)
Matériaux métalliques ferreux	(e.g. laitier, stérile, scories)
Matériaux métalliques non ferreux	
Matériaux technogéniques non décrits dans les catégories précédemment citées et déchets non définis précisément	

Lefort, 2009

Les Tableau 11, Tableau 12, Tableau 13 présentent d'autres exemples de typologies de matériaux grossiers basées soit sur la nature chimique (Tableau 11) soit descriptives (Tableaux Tableau 12 Tableau 13).

Tableau 11. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Howard (2017).

Type	Exemples
Carboné	(e.g. bois, charbon de bois, charbon, coke, asphalte)
Calcaire	(e.g. béton, parpaing)
Siliceux	(e.g. scorie de charbon, cendres volantes, terres cuites, céramique, verre, scorie sidérurgique, schiste argileux brûlé)
Ferrugineux	(e.g. laitier ferrugineux, fer corrodé)
Divers	(e.g. plâtre, os)

Howard, 2017

Tableau 12. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Greinert et Kostecki (2019).

Type
Plâtre de finition
Béton cellulaire
Tuiles et briques de toiture
Brique de clinker (cheminée d'usine)
Planche de toiture en amiante-ciment
Scories
Sables et graviers de construction
Supports pour végétaux
Composts de déchets verts

Greinert et Kostecki, 2019

Tableau 13. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposée par Lenoir et al. (2019).

Type	Exemples
Béton et matériaux à liant hydraulique	(e.g. mortier, béton, éléments de maçonnerie)
Graviers non liés et pierres naturelles	-
Terre cuite	(e.g. briques et des tuiles et des bétons cellulaires non flottants)
Scories magnétiques	-
Scories non Magnétiques	(e.g. laitier ferrugineux, fer corrodé)
Composants gypseux	(e.g. plâtres)

(Lenoir et al., 2019)

2.2.4 Proposition d'une Typologie de matériaux grossiers entrant potentiellement dans la composition des sols naturels et très anthropisés

Dans le contexte de cette thèse la Typologie de matériaux grossiers entrant potentiellement dans la composition des sols naturels et très anthropisés que nous proposons est présentée Tableau 14. Cette typologie s'appuie sur celles proposées par Howard (2017) et El Khalil et al. (2008) et y apporte certaines modifications. En effet cette typologie possède 3 niveaux :

- Le premier niveau, très général discrimine les matériaux selon leur nature minérale, organique ou organominérale.
- le deuxième niveau définit un type de matériaux suffisamment discriminant pour couvrir la diversité des matériaux technogéniques mais suffisamment général pour que chaque niveau puisse être subdivisé par la suite,
- et enfin un 3^{ème} niveau permettant de décrire au mieux la diversité des matériaux rencontrés

Tableau 14. Typologie de matériaux grossiers potentiellement retrouvés dans les sols proposés dans le cadre de cette thèse.

Nature chimique	Type	Sous-catégorie	Exemples
Minérale	Roches	magmatiques	(e.g. granite)
		métamorphiques	(e.g. grès)
		sédimentaires	(e.g. calcaire, craie)
	Matériaux de construction	bétons	(e.g. gravats, mortiers, parpaing)
		terres cuites	(e.g. briques, tuiles, céramiques)
		plâtres	e.g. plaques de plâtre)
	Matériaux vitreux	verre sodocalcique	(e.g. bouteilles, vitrages)
		verre de quartz	-
		crystal	-
	Scories métallurgiques	ferrugineuses	(e.g. laitiers)
		non ferrugineuses	-
	Métaux	ferreux	(e.g. clous)
		non ferreux	(e.g. fils de cuivre)
Os	-	-	
Organique	Papiers & tissus	-	-
	Plastiques	-	(e.g. tuyaux, emballages)
	Litière	-	-
	Bois	traités	-
		souillé	-
		naturel	-
	Charbon de bois	de bois	-
	Charbon fossile	fossile	-
Coke	-	-	
Organominérale	Scories de charbon	-	-
	Mâchefers	-	-
	Asphalte	-	-

2.3 Dynamique temporelle des constituants grossiers des sols

2.3.1 Description des processus pédogénétiques impliqués dans l'évolution de la fraction grossière des sols

L'évolution dynamique des éléments grossiers dans le temps est soumise à des processus d'altérations physiques, chimiques et biologiques. Bien que les processus d'altération physique se poursuivent tout au long de l'évolution des sols, ceux de l'altération chimique et biologique jouent également un rôle prépondérant dans l'évolution de la fraction grossière.

L'altération chimique est le processus par lequel les minéraux primaires, sont transformés et remplacés par des minéraux secondaires plus stables et généralement associés à une nouvelle porosité, sous l'action de réactions biotiques et abiotiques dont les mécanismes réactionnels dynamiques sont dépendants de l'équilibre entre le sol et son environnement. Ces processus chimiques mettent en jeu un ou plusieurs agents d'altération tels que l'eau, l'oxygène, les acides minéraux et organiques, et sont caractérisés par les réactions suivantes : l'hydratation, la dissolution, l'oxydation, l'hydrolyse et les processus liés à l'activité biologique (Duchaufour et Souchier, 1983).

L'hydratation consiste en l'adjonction de molécules d'eau aux minéraux, provoquant ainsi une augmentation de volume et un ameublissement de la roche. La dissolution concerne les roches salines comme le gypse ou la calcite, et se trouve favorisée en présence de CO₂ dissous dans l'eau. L'hydrolyse est le processus le plus important et concerne la décomposition par l'eau, elle est activée par la présence à l'état dissous d'éléments actifs (acides minéraux et organiques) et est particulièrement intense avec l'augmentation de la température (Duchaufour, 1988).

L'altération chimique dépend de trois éléments décrits par Pedro (Pedro, 1964) et Robert (Robert, 1970) comme étant primordiaux :

- la nature du substrat de départ (*i.e.* conditions lithologiques),
- la nature des réactifs d'attaque : composition, état de dissociation ionique, pH, concentration (*i.e.* conditions physico-chimiques),
- la valeur des paramètres réglant l'équilibre thermodynamique : température, pression, vitesse de circulation des solutions (*i.e.* conditions thermohydrauliques).

Conditions lithologiques : elles correspondent à la nature des matériaux parents (*e.g.* substrat géologique dans le milieu naturel ; matériaux technogéniques dans les sols très anthropisés). Ces conditions sont dirigées par la composition des matériaux et donc de leur potentialité réactive avec le milieu (cf. §2.2.2 et §2.2.3).

Conditions physico-chimiques : il s'agit de la nature de la solution et de sa composition. Lors de sa progression dans le sol, la solution en déséquilibre provoque son rééquilibrage à travers les réactions décrites plus haut. Du fait de la présence, dans les sols très anthropisés, d'une diversité importante de matériaux

technogéniques y jouant le rôle de matériaux parents, le déséquilibre de la solution avec son milieu est d'autant plus important qu'il y a de matériaux technogéniques. Ces matériaux pouvant exprimer une réactivité importante, ils sont susceptibles de libérer une diversité d'éléments potentiellement fertiles ou toxiques dans le sol.

Conditions thermohydriques : il s'agit des conditions qui déterminent l'équilibre thermodynamique du système (*e.g.* température, pression, vitesse de circulation des solutions). Les conditions climatiques déterminent la température du milieu, la quantité, la fréquence et l'intensité des précipitations. L'hétérogénéité spatiale des sols très anthropisés intervient au niveau des conditions de pression et d'écoulement des solutions, offrant – aux deux extrêmes du spectre – une résistance à l'écoulement (*e.g.* compaction, scellement de surface) ou bien un passage rapide de la solution au sein de la matrice sol (*e.g.* présence d'éléments grossiers). Une vitesse d'écoulement élevée de la solution au sein d'une matrice aux surfaces d'échanges importantes favorisera ainsi la réactivité des matériaux en présence.

Le rôle des organismes du sols dans l'altération des matériaux parents et la formation des sols est reconnu depuis de nombreuses années (Polynov, 1945). Différents types d'actions sont à l'œuvre telles que l'adhésion aux surfaces, la pénétration au sein des roches ou des minéraux, la microdivision et la dissolution des principaux minéraux silicatés (micas, feldspaths, quartz) ou carbonatés (calcite, dolomite) par la mise en jeu de composés spécifiques comme des polymères (exopolysaccharides) ou des acides organiques simples (acide oxalique) et complexe (acide lichenique) (Robert et al., 1983). Il a en effet été montré l'importance jouée par les bactéries, champignons, algues et racines dans l'altération biologiques des roches suite à la sécrétion de polysaccharides acides à forte viscosité, d'acides citrique, cetogluconiques et oxaliques (Adamo, 2000; Chen et al., 2000; Koele et al., 2014, 2010; Robert et al., 1983; Robert et Berthelin, 1986; Uroz et al., 2009; Wilson, 2004). L'altération par les organismes du sol constitue un système spécifique à la fois par les produits, les conditions et les phénomènes impliqués (Robert et al., 1983).

2.4 Contribution de la fraction grossière à la fertilité des sols

2.4.1 Mobilisation d'éléments nutritifs : fertilité chimique

Lorsque des analyses sont conduites sur un sol, la fraction grossière est quasi systématiquement écartée car elle est considérée comme étant inerte et ne contribuant pas à court terme au potentiel nutritionnel du sol (Kohler et al., 2000; Ugolini et al., 2001). Bien que la fraction grossière soit fortement suspectée de participer à l'alimentation du pool d'éléments nutritifs du sol, assez peu d'auteurs se sont intéressés à son potentiel en termes de fertilité chimique. De plus, ces travaux ont été quasi exclusivement réalisés sur la fraction grossière naturelle.

Plusieurs études ont mis en évidence le rôle joué par la fraction grossière dans l'assimilation de cations échangeables tels que le Ca, Mg et K par les végétaux. Que ce soit depuis les horizons les plus profonds de sites développés sur paragneiss ou granite dans la Forêt Noire (Allemagne) (Heisner et al., 2004; Koele et Hildebrand, 2008; Kohler et al., 2000) ou bien depuis des sols Alpines dérivée de grès et de siltite, la fraction grossière peut constituer la source principale d'approvisionnement en cations essentiels à court terme (Kohler et al., 2000) ou fournir des quantités – sur une base volumique – de Ca, Mg et K échangeables dans des proportions égales à celles fournies par la terre fine voire même les dépasser, démontrant ainsi un potentiel de stockage et de mobilisation à court terme manifeste.

Il a été également démontré que l'herbe *Agrostis vulgaris* (Ugolini et al., 2001) et le conifère *Picea abies* (L.) Karst. (Koele et Hildebrand, 2008) sont capables d'assimiler depuis la fraction grossière (calcaire dans Ugolini et al. (2001); paragneiss et quartz dans Koele et Hildebrand (2008)) autant de Ca, Mg et de K (expérimentations en pots en conditions contrôlées) que depuis la terre fine provenant du même site, la mobilisation et l'assimilation des éléments nutritifs se faisant par des processus d'échanges depuis les fissures d'altération des fragments contenant de la terre fine (Koele et Hildebrand, 2008). Ces résultats ont été précisés (Koele et al., 2010) par la mise en évidence d'une « stonosphere » (*sic*) – à l'instar d'une rhizosphère – d'altération entourant les fragments rocheux déjà altérés et non présente autour de fragment pas ou très peu altérés. En effet, la contribution des fragments pas ou très peu altérés s'est révélée significative seulement durant les premiers temps de leurs essais.

Il a par ailleurs été montré sur des sols développés sur sol calcaire et accueillant de la viticulture que ce sont les travaux mécaniques de broyage et de mélange du sol qui peuvent être à l'origine de la libération par la fraction grossière des éléments Ca, Mg et K (Cuniglio et al., 2009). Le broyage des fragments de roche entraîne alors l'exposition de surfaces fraîches desquelles les cations sont libérés par des réactions d'hydrolyses et d'échanges. D'après les auteurs, l'alimentation en éléments nutritifs depuis la seule altération des fragments semble s'épuiser avec le temps du fait de rééquilibres entre les fragments rocheux, la solution et la terre fine du sol, les réactions d'hydrolyses diminuant avec l'arrêt des travaux mécaniques du sol. Les auteurs ont également mis en évidence que les fragments de roches calcaires étudiés, une fois réduits à une taille appropriée et laissés dans le sol, ont présenté un potentiel d'approvisionnement en nutriments semblable à celui de la terre fine, faisant d'eux une source importante de nutriments pour les végétaux.

Il est cependant nécessaire de mentionner que les essais mis en œuvre dans les travaux cités plus haut ne se sont intéressés qu'à la libération et/ou l'assimilation des cation Ca, Mg et K en conditions contrôlées et qu'une solution apportant *a minima* de l'N et du P était systématiquement mise en œuvre afin que les végétaux étudiés puissent se développer. Enfin, les ratios terre fine-éléments grossiers des mélanges constitués dans ces essais n'étaient pas forcément réalistes d'un point de vue pédologique (jusqu'à 100 % du volume d'éléments grossiers), ainsi la contribution des fractions grossières étudiées a pu être surestimée.

Les travaux de Korboulewsky et al. (2010) ont permis de mettre en évidence la contribution directe de cailloux calcaires sur le développement et la croissance de boutures de *Populus robusta*. Les auteurs ont constaté une croissance supérieure de 16 % des boutures cultivées dans un mélange terre fine-cailloux calcaire (80/20 v/v) en comparaison avec un mélange terre fine-cailloux de quartz (80/20 v/v). De la même manière des boutures cultivées sur un mélange sable-cailloux enrichis en nutriments (80/20 v/v) ont présenté une biomasse de 2,5 à 3 fois supérieure que des boutures cultivées sur du sable seul mettant en évidence que les plantes ont accédé aux nutriments directement depuis les cailloux. Les auteurs ont néanmoins mis en évidence qu'une concentration en cailloux supérieure à 40 % dans les mélanges inhibait la croissance des boutures quelles que soient les modalités considérées.

Enfin, on mentionnera tout particulièrement les travaux de Smaill et al. (2014a, 2014b) qui dans une démarche originale, ont mis en évidence la contribution majeure de la fraction grossière à la croissance, au développement et à la nutrition de deux espèces végétales (*Nothofagus solandri* var. *cliffortioides* et *Weinmannia racemosa*) lors d'essais en pots en conditions contrôlées de 9 mois. L'originalité de leur méthode repose dans la comparaison de deux modalités de sols reconstitués – l'une utilisant les fractions grossières originelles du sol (2 - 4 mm) et l'autre utilisant des éclats de verre inerte (2 - 4 mm) – avec la terre fine de sols de deux sites différents et mélangés dans des proportions équivalentes à ce qui avait été mesuré initialement dans les sols bruts. Leurs résultats mettent en évidence que les teneurs en Al, Cu, Fe, K, Mg, N et P sont significativement supérieures dans les parties aériennes des végétaux cultivés avec les fractions grossières naturelles en comparaison des modalités cultivées avec des éclats de verre inertes, quelle que soit l'espèce et le site considérés. De plus, leurs résultats indiquent que la fraction grossière du sol a également contribué proportionnellement beaucoup plus à l'assimilation des nutriments par les plantes que la terre fine sur une base massique.

En conclusion la fraction grossière naturelle du sol est chimiquement active, elle libère des éléments nutritifs et pourrait donc participer aux cycles biogéochimiques des éléments nutritifs.

2.4.2 Habitat pour la biodiversité : fertilité biologique

Du fait que l'altération biologique des fractions grossière représente une portion non négligeable de l'évolution pédogénétique des sols, la fraction grossière peut par conséquent jouer un rôle d'habitat pour les organismes du sol, et notamment les bactéries et les champignons (Uroz et al., 2009).

Les surfaces des fragments rocheux du sol peuvent ainsi être colonisés par des communautés bactériennes différentes de la terre fine environnante (Certini et al., 2004, 2003). De plus, il a été mis en évidence que la surface et l'intérieur des particules minérales du sol sont colonisées par des communautés différentes : sur roches calcaires, la communauté bactérienne endolithique (vivant à l'intérieur de la roche) apparaissait composée principalement d'acidobactéries et de bactéries à gram positif, alors que la population épilithique

(vivant à l'extérieur de la roche) était composée de 50 % de protéobactéries (McNamara et al., 2006). La composition minéralogique des constituants grossiers est de fait un facteur clé influençant les communautés bactériennes s'y développant. En effet, les éléments majeurs contenus par du granite, tels que l'aluminium, la silice et le calcium, semblent avoir un impact majeur sur les structures des communautés bactériennes (Gleeson et al., 2006). Ainsi, la colonisation des fractions grossières par des bactéries a pu être rapportée pour différentes roches telles que le granite, le grès, le calcaire, l'apatite, le plagioclase, et le quartz (Agnelli et al., 2001; Carson et al., 2007; Certini et al., 2004, 2003; Gleeson et al., 2006; McNamara et al., 2006).

Uroz et al. (2009) proposent en ce sens le concept de « minéralosphère » pour qualifier l'environnement direct des éléments grossiers au sein duquel les microorganismes sont sélectionnés pour leur capacité à utiliser préférentiellement les nutriments libérés par les éléments grossiers.

Concernant les champignons, il a été rapporté la colonisation de fragments de granite, quartz et d'apatite par des champignons ectomycorhiziens et mycorhiziens à arbuscules (Koele et al., 2014, 2011).

Par ailleurs, concernant les éléments grossiers technogéniques, Nehls et al. (2013) ont rapporté la croissance de racines autour, à la surface et au sein de certains pores de fragments de briques, dont certaines étaient accompagnées d'hyphes fongiques et de bactéries.

2.5 Contribution de la fraction grossière à la toxicité des sols

Nous avons pu mettre en évidence dans les parties précédentes que la fraction grossière des sols – principalement naturelle mais également anthropique – évoluait dans le temps. Cette dynamique évolutive qui se signale à travers des processus d'altération contribue donc à la formation des sols, c'est-à-dire la pédogenèse, mais également à la fertilité des sols en servant de réservoir d'éléments nutritifs et d'habitat pour les organismes du sol. Compte tenu de la réactivité de la fraction grossière, la situation sanitaire des sols très anthropisés peut s'avérer particulièrement problématique (Morel et al., 2015, 2014). En effet, et comme nous l'avons déjà mentionné, de nombreux processus anthropo-génétiques sont à l'origine de l'addition dans les sols de divers matériaux technogéniques exogènes dont les qualités physico-chimiques peuvent ne pas être compatibles avec le bon fonctionnement des écosystèmes. Certains de ces matériaux technogéniques peuvent ainsi être souillés par des pollutions (*e.g.* éléments trace, hydrocarbures) ou bien en être la source directe (*e.g.* scories et laitiers métallurgiques, coke) (Greinert et Kostecki, 2019; Joimel et al., 2016).

S'entend par polluant tout agent « biologique, physique ou chimique, qui au-delà d'un certain seuil, et parfois dans certaines conditions (potentialisation), développe des impacts négatifs sur tout ou partie d'un écosystème ou de l'environnement en général » (AFNOR, 2001). Comme nous l'avons déjà indiqué, l'introduction dans les sols de matériaux technogéniques exogènes peut potentiellement s'accompagner

d'une contamination par des éléments correspondant à la définition citée plus haut. La base de données BASOL indique au 17/01/2020 que parmi les 7244 sites et sols pollués recensés en France, 30,46 % d'entre eux présentent des pollutions par des éléments trace et 26,88 % présentent des pollutions organiques (dont 11,86 % par des hydrocarbures et 5,55 % par des hydrocarbures aromatiques polycycliques HAP).

2.5.1 Statut des polluants minéraux : réactivité, mobilité, (bio)disponibilité

Dans la catégorie des polluants d'origine minérale, les éléments traces occupent une place toute particulière. En effet, les éléments trace désignent les métaux et métalloïdes présents naturellement à l'état de trace dans les sols et l'environnement. Leurs concentrations environnementales résultent d'apports naturels (volcanisme et altération des minéraux primaires) mais également anthropiques (industries, transports...). Ils sont redistribués dans les profils du sol via la pédogenèse et la bioturbation, et leurs concentrations naturelles dans le sol sont dites « fond géochimique ». Selon les éléments et le contexte, ils sont plus ou moins biodisponibles et donc bioassimilables, et peuvent être concentrés dans la chaîne alimentaire. La biodisponibilité traduit l'aptitude d'un contaminant à être transféré d'un compartiment quelconque du sol vers une cible biologique (plante, animal, microorganisme). Certains métaux sont indispensables à faibles doses (oligoéléments) et d'autres hautement toxiques, c'est pourquoi certains font l'objet d'un suivi dans l'eau, l'air, les sols, l'alimentation, les boues d'épuration.

En termes de relations avec la fraction grossière, la littérature fait principalement mention des teneurs en éléments trace présentes soit dans la terre fine des sols étudiés, soit issues directement de matériaux technogéniques après tamisage à 2 mm et sans broyage (Bataillard et al., 2008; Baumgartl, 1998; Celardin, 1999; El Khalil et al., 2013; Greinert, 2015; Greinert et KostECKI, 2019; Howard et Olszewska, 2011; Liu et al., 2018; Qasim, 2015). Les auteurs font ainsi le lien entre teneurs en éléments trace dans la fraction fine et présence d'éléments technogéniques (fins et grossiers), mais en réalité, peu se sont intéressés au lien direct entre fraction grossière et teneur en éléments trace en analysant par exemple leur contenu ou leur dynamique évolutive de libération de ces derniers (Cabral Pinto et al., 2017; Dubé et al., 2014; El Khalil et al., 2016, 2008; Howard et Orlicki, 2015; Lenoir et al., 2019).

Concernant ce dernier point et s'agissant de la contribution directe des fractions grossière à la contamination en éléments trace, il a été montré le long d'un gradient d'anthropisation progressant de la périphérie au centre historique de la ville de Marrakech (El Khalil et al., 2008), que la contribution de la fraction fine à la proportion d'éléments traces extractibles à l'eau diminue en atteignant le centre de la ville, où la contribution de la fraction grossière technogénique est prédominante. Cette tendance étant corrélée positivement à la quantité de matériaux technogéniques retrouvée dans les sols le long du gradient. Les auteurs ont mis en évidence que la fraction grossière technogénique est dans ce cas la principale source de Cd et de Zn, atteignant 100 % du Cd extractible par l'eau et 100 % du Zn extractible par l'eau dans certains des sols les plus anthropisés. En comparaison, la fraction grossière naturelle était la principale contributrice à la

libération de cuivre, atteignant 100 % du Cu extractible par l'eau. Dans cet exemple les fraction grossières technogéniques les plus contributives à la proportion d'éléments trace extractibles étaient les Os > les Bois manufacturés > les Papiers et Tissus > les Plastiques > les Matériaux métalliques > les Matériaux de construction > et le Verre.

Ces résultats ont été confirmés par Dubé et al. (2014) lorsqu'ils ont mis en évidence que la fraction grossière (de 2 mm à 10 mm) de sols très anthropisés (de 40 à 63 % en masse dans le sol) contribuait aux concentrations totales de tous les éléments trace suivis (Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Zn) dans des proportions allant de 27 à 40 %. Par la suite, les auteurs ont également montré que le broyage de la fraction grossière augmentait la contribution moyenne de cette dernière à l'ensemble des concentrations totale en éléments traces à hauteur de 13 %. Cette augmentation est attribuée à l'augmentation des surfaces spécifiques des particules après le broyage, entraînant une meilleure efficacité d'extraction lors de la minéralisation à l'eau régale.

L'analyse chimique directe de matériaux technogéniques issus de sols très anthropisés de la ville de Détroit aux USA (Howard, 2017a) a montré que ces matériaux pouvait contenir une large variété d'éléments traces. En effet, des matériaux issus de la terre cuite (*e.g.* briques, tuiles) contiennent des concentrations de Pb, As, Zn, Ni, Cd, Mn, Cu et Ti élevées par rapport aux niveaux du fond géochimique local. Des matériaux tels que le mortier et le béton contiennent également un assemblage similaire d'éléments traces. Les laitiers métallurgiques contiennent des concentrations relativement élevées de Ni et de Cr ainsi que des quantités importantes de Ti et de S. Le charbon contient un peu de Pb, As, Ti et S, mais ses produits de combustion (*e.g.* scories, coke) se distinguent par la présence de Hg et des niveaux élevés de tous les éléments sauf le Cd.

Ainsi la présence d'éléments trace au sein des matériaux technogénique est une donnée importante car ces éléments peuvent par la suite être libérés par des processus d'altération. En effet, El Khalil et al. (2016) ont montré l'effet négatif de la présence de différents matériaux technogéniques altérés dans les substrats de culture (matériaux technogéniques en mélange avec du sable) sur la croissance de la laitue. La croissance était particulièrement affectée par les substrats mettant en œuvre soit des particules métalliques, du verre, du bois, ou des matériaux de construction. Ces résultats témoignent du potentiel toxique des fractions grossière technogéniques présentes dans les sols très anthropisés. Cependant, Howard et Olszewska (2011) ont montré que suite à l'altération accélérée de matériaux ferreux (*e.g.* clous) et de ciments dans le sol, il pouvait y avoir formation de carbonates et d'oxydes de fer dont les propriétés immobilisatrices sur les éléments traces pouvaient en réalité avoir des effets bénéfiques sur les sols très anthropisés. Les auteurs suggérant même de laisser dans les sols des matériaux technogéniques tels que les cloisons sèches, le plâtre, le ciment et des matériaux ferreux afin d'en améliorer les propriétés physico-chimiques.

2.5.2 Statut des polluants organiques : réactivité, mobilité, (bio)disponibilité

Les hydrocarbures sont des composés organiques exclusivement constitués d'atomes de carbone et d'hydrogène dont la formule brute est de la forme : C_nH_m . Sous forme de carbone fossile, ils constituent une ressource énergétique essentielle pour l'économie depuis la révolution industrielle, mais sont aussi source de gaz à effet de serre et de pollution des sols. Les hydrocarbures présents dans le sol sont généralement peu disponibles car ils interagissent fortement avec la matière organique du sol et restent généralement adsorbés dans la matrice sol (McIntosh et al., 2016; Ouvrard et al., 2014). Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) sont des molécules organiques, sous-famille des hydrocarbures aromatiques constitués d'au moins deux noyaux benzéniques. Ils peuvent avoir une origine pétrogénique, c'est-à-dire formés lors de la transformation géologique de la matière organique et sont présents dans les matières organiques fossiles (houille, pétrole) ou avoir une origine pyrolytique, c'est-à-dire produits par la combustion incomplète ou la pyrolyse de toute matière organique à haute température (Baek et al., 1991). Ce sont ces derniers qui forment la principale source de HAP dans l'environnement (Menzie et al., 1992). Parmi les plusieurs centaines de molécules qui forment le groupe des HAP, 16 ont été retenus en tant que polluants prioritaires pour leur étude et élimination dans l'environnement du fait de leur potentiel toxique, cancérigène et mutagène par l'Agence de Protection de l'Environnement des États-Unis (US-EPA). Les propriétés chimiques et physiques des HAP sont dépendantes du nombre de cycles aromatiques qui les composent ainsi que de l'arrangement de ces derniers.

Dans le cas plus particulier de la fraction grossière des sols et des liens qui l'unissent aux polluants organiques, il est assez prudent de penser que tout matériau technogénique grossier directement issu de l'industrie des énergies fossiles et placé dans un sol puisse présenter des risques de libération de contaminants de types hydrocarbure ou HAP suite à son altération et interaction avec les différents compartiments du sol (e.g. terre fine environnante, organismes, eau). Cependant, aucune littérature spécifique n'a pu être trouvée sur ce sujet précis. De nombreux articles ont traité de la problématique de la pollution organique dans les sols, de son origine aux méthodes et solutions de traitements, mais se sont seulement intéressés à la fraction fine (Gitipour et al., 2018; Kuppusamy et al., 2017, 2017; Menzie et al., 1992; Ortega-Calvo et al., 2013; Ouvrard et al., 2014, 2013). Néanmoins, en conservant l'idée qu'une partie de la fraction fine du sol provient de l'altération des matériaux technogéniques, il est alors raisonnable de penser que ces derniers lorsqu'ils sont à l'état grossier contribuent à la pollution organique par des processus analogues à ceux rencontrés lors des phénomènes d'altération et d'interaction avec les différents compartiments du sol.

Il convient de cependant de mentionner un article de Vischetti et al. (2010) traitant de la question à travers le prisme de l'adsorption et de la dégradation de pesticides (métabromuron et terbutylazine) dans les sols. En effet, leurs travaux suggèrent que la fraction grossière naturelle (2 – 10 mm) de deux sols dérivés de marnes calcaire et de grès a contribué à l'adsorption des deux pesticides à hauteur de 40 % et 20 % respectivement, de ce qu'a exhibé la fraction fine des deux sols. De plus, la fraction grossière a contribué

autant que la terre fine à la dégradation des pesticides étudiés. Les auteurs, s'appuyant sur des résultats antérieurs (Agnelli et al., 2001; Alberto Agnelli et al., 2002; Certini et al., 2004; Corti et al., 2002), ont attribué les capacités d'adsorption et de dégradation de la fraction grossière à la présence de carbone organique et d'une biomasse microbienne particulière au voisinage très rapproché de la fraction grossière.

3 Modes de gestion des fractions grossières des sols

3.1 Les « terres à cailloux » agricoles

De tout temps, les hommes des campagnes ont cherché à convertir des surfaces naturelles en surfaces agricoles afin de les mettre en culture. Ainsi, l'épierrage de ces terres était une pratique nécessaire consistant à débarrasser les parcelles, des pierres, cailloux ou blocs gênant la culture. Les témoignages de cette pratique se retrouvent sous la forme de constructions « en pierres sèches » dans le paysage agricole (*e.g.* cabanes, terrasses, murets, tas et andains) (Poujardieu et Auricoste, 2002).

Les raisons avancées afin de justifier ces travaux d'épierrages sont les suivantes (Gis Sol, 2020) : les éléments grossiers réduisent le volume de terre fine du sol, limitant la quantité d'éléments nutritifs et d'eau disponibles pour les plantes. Ainsi, pour une épaisseur de sol donnée, un sol caillouteux contient moins d'éléments nutritifs et retient moins d'eau qu'un sol non caillouteux. Les éléments grossiers sont aussi à l'origine de difficultés lors de la préparation du sol, du semis et de l'augmentation de l'usure du matériel. Ils gênent la germination et peuvent causer des lésions sur les plantes lorsqu'ils sont déplacés par les engins agricoles.

Cependant, nous avons vu que les éléments grossiers peuvent à court terme – c'est-à-dire sur la durée de développement végétal – contribuer significativement à l'assimilation d'éléments nutritifs essentiels par les végétaux (Kohler et al., 2000; Smaill et al., 2014a; Ugolini et al., 2001). De plus, les éléments grossiers poreux contribuent également à la capacité de réserve en eau du sol par le biais de leur humectation/dessiccation en relation avec la terre fine et les racines des plantes (Gras, 1994; Tetegan et al., 2015, 2011). Bien que les éléments grossiers puissent occasionner des lésions aux plantes annuelles lors de l'entretien du sol, ces conséquences ne sont pas aussi prononcées pour les plantes pérennes de petites tailles (*e.g.* systèmes prairiaux), et peuvent même être négligeables pour les plantes pérennes de grande taille, dont la présence d'éléments grossiers pour la culture peut être recherchée (*e.g.* vignobles bordelais des Graves, terrasses de la vallée du Rhône pour les vergers, vignobles de Côtes du Rhône) (Gras, 1994). La culture de plantes annuelles dont la récolte implique le ramassage des parties souterraines (*e.g.* pommes de terre) oblige en revanche à l'épierrage. Par ailleurs, la terre fine est généralement moins sensible au tassement en présence d'éléments grossiers, favorisant ainsi une répartition et une progression des racines dans le sol plus régulières et plus profondes, améliorant ainsi l'exploitation de la terre par le système racinaire (Gras, 1994).

Nous avons mentionné en début de cette partie que l'épierrage a pu contribuer à la confection d'ouvrages en pierres directement par les agriculteurs, mais les éléments grossiers ainsi récupérés peuvent également servir au secteur du BTP. L'exemple de l'île de la Réunion (France) est dans ce cas tout à fait intéressant. En effet, dans un contexte double de tension sur l'approvisionnement en matériaux pour le BTP, et de tension sur le foncier agricole contraint par l'extension urbaine, les pouvoirs publics à travers la préfecture de la Réunion ont mis en place un « *dispositif réglementaire facilité pour valoriser les matériaux excédentaires issus des travaux d'amélioration foncière agricole* » (Préfecture de la Réunion, 2016) Dans les faits simplifiés, des matériaux grossiers issus, par exemple de travaux d'épierrage, s'ils satisfont aux critères qualité des besoins du BTP, pourront être utilisés par ce secteur, tels quels ou après transformations (*e.g.* granulats) (PASQUET et CRUCHET, 2002; Préfecture de la Réunion, 2016).

3.2 Les sols associés aux infrastructures du génie civil

Le génie civil se définit comme l'ensemble des techniques mises en œuvre pour la réalisation d'ouvrages de construction et d'infrastructures, couvrant ainsi les domaines des travaux publics, et du bâtiment (Scheurer et Barakat, 2011). Les types d'ouvrages concernés sont de natures variées (Scheurer et Barakat, 2011):

- bâtiments notamment industriels (*e.g.* usines, entrepôts et autres unités de stockage)
- ouvrages d'art (*e.g.* ponts, viaducs, tunnels)
- infrastructures de transport (*e.g.* routes, voies ferrées, pistes d'aéroports)
- voiries (*e.g.* parkings)
- réseaux divers de canalisations enterrées (*e.g.* eau potable, eaux usées ou pluviales, gaz, électricité, téléphone)

Au sens géotechnique, la définition du sol est avant tout mécanique. Ainsi, « le sol comprend tous les matériaux de la couche terrestre dont les particules solides sont faiblement liées entre elles et peuvent être séparées par agitation dans l'eau ». En géotechnique, une formation géologique de roche meuble est considérée comme un sol et la profondeur du sol correspond à la profondeur d'apparition du premier substrat consolidé, élargissant considérablement la définition du sol au sens pédologique (Scheurer et Barakat, 2011).

Les études géotechniques s'intéressent à la capacité des sols à remplir les fonctions des usages qui leur sont destinés :

- fondations
- terrassements et constructions en terre (*e.g.* remblais et couches de forme routières)
- canalisations enterrées

Afin de juger des capacités géotechniques des sols pour ces usages, plusieurs indicateurs sont mesurés :

- composition granulométrique
- limites d'Atterberg : *i.e.* limites de plasticité (w_p) et de liquidité (w_L) pour le calcul de l'Indice de plasticité (I_p) afin de prévoir le comportement argileux du sol ($I_p = w_L - w_p$)

- Optimum Proctor : *i.e.* teneur en eau permettant d'obtenir la densité maximale du matériau sous l'effet d'un compactage.
- comportement mécanique : *i.e.* compressibilité, résistance au cisaillement, résistance au trafic et risque de fragmentation (matériaux granulaires)
- teneur en eau naturelle : *i.e.* évaluation du comportement mécanique d'un matériau et prévision de sa capacité à être utilisé comme remblai ou couche de forme

La détermination de ces indicateurs est indispensable à la bonne définition des propriétés des sols et matériaux qui seront utilisés dans les ouvrages.

Dans les travaux de terrassements, remblaiement et couches de forme, il est courant que des granulats entrent dans la composition des ouvrages. Un granulats est un matériau minéral, d'une dimension maximale de 125 mm, entrant dans la composition des matériaux destinés à la fabrication d'ouvrages de travaux publics, de génie civil et de bâtiments (NF P18-545). Leur intérêt réside dans l'économie de l'utilisation de liant dans la fabrication des bétons et dans leur capacité à limiter les variations dimensionnelles qui s'exercent sur les bétons. On en distingue trois types :

- naturel : *i.e.* d'origine minérale et n'ayant subi aucune transformation autre que mécanique (*e.g.* granite, basalte, calcaire).
- artificiels : *i.e.* provenant de la transformation thermique de matériaux minéraux à la suite de procédés industriels (*e.g.* laitier sidérurgiques, schistes et argiles expansés)
- recyclés : *i.e.* provenant du recyclage de matériaux de construction ayant subi une transformation mécanique ou non (*e.g.* bétons, enrobés, briques) (CEREMA, 2014, 2011).

La classification granulométrique les qualifiant est définie par la norme NF P18-545 :

Tableau 15. Classification granulométrique des granulats de construction (NF P18-545)

Familles	Dimensions	Caractéristiques
Sable	0/D	$d = 0 ; D \leq 4$ ou 6 mm (selon usage)
Gravillon	d/D	$d \geq 4$ mm ; $D \leq 12$ mm
Grave	0/D	$d = 0 ; D \leq 14$ ou 20 31,5 ou 63 ou 80 ou 150 mm (selon usage)

On constate donc que les matériaux grossiers entrent dans la composition des ouvrages du génie civil et qu'ils y remplissent des rôles bien définis. Ces matériaux sont *a priori* destinés à rester au cœur de ces ouvrages et dans les sols tant que l'usage que l'on en fait se maintient.

3.3 Les fractions grossières des sols de friches industrielles

Conformément à la Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués (Ministère de l'Environnement, de l'Énergie et de la Mer, 2017a) et selon les prestations définies dans la norme NF X 31-620, tout site sur lequel une pollution est avérée doit faire l'objet de mesures de gestion des risques suivant l'usage des milieux. Ainsi, la priorité est donnée à la détermination des modalités de suppression des pollutions si cela est possible, et à défaut à l'établissement d'un bilan « coûts – avantages » permettant de garantir que les impacts des pollutions résiduelles sont maîtrisées et acceptables tant pour les population que pour l'environnement (Ministère de l'Environnement, de l'Énergie et de la Mer, 2017b).

Dans le cadre de cette méthodologie, les terres excavées à la suite de travaux de dépollution, de terrassement ou d'aménagement peuvent être utilisées directement sur site si elles satisfont aux exigences de qualité sanitaires et techniques pour les usages prévus, mais elles peuvent également être valorisées « hors site ». Dans ce cas, elles prennent le statut de déchet conformément à l'Ordonnance n°201-1579 du 17/12/2010. Elles peuvent donc être réutilisées et valorisées selon les modalités de traçabilité et de responsabilité applicables aux déchets, si elles satisfont également aux exigences de qualité sanitaires et techniques des usages prévus et qu'elles n'impactent pas les milieux des sites d'accueil. Ces dispositions ont été déclinées dans le *Guide de valorisation hors site des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués dans des projets d'aménagement* du Ministère de la Transition écologique et solidaire de novembre 2017 (Ministère de la Transition Écologique et Solidaire, 2017).

Dans le cadre de la valorisation en techniques routières des déchets de déconstruction (CEREMA, 2014) les terres excavées (polluées ou non) ne sont pas considérées, pourtant, les fractions grossières qu'elles contiennent peuvent présenter un intérêt significatif, notamment pour des usages en techniques routières, mais le guide de valorisation hors site des terres excavées ne s'applique pas à la gestion des fractions grossières et présente une méthodologie s'appuyant sur l'analyse de la fraction fine (2 ou 10 mm selon les normes). Dans ce contexte le projet VALTEX a cherché à développer une démarche de valorisation de la fraction grossière en technique routière en s'appuyant sur le guide du CEREMA.

Les résultats du projet VALTEX ont permis d'émettre les préconisations suivantes :

- Les déchets caractérisés comme dangereux selon l'article R541-8 du Code de l'Environnement, les terres contenant des substances radioactives, les terres présentant une pollution pyrotechnique, les terres amiantifères ainsi que les terres ayant fait l'objet d'un traitement de stabilisation ne peuvent pas être valorisés techniques routières selon les préconisations du guide du CEREMA (2014).
- Si des fractions grossières issues de terres excavées potentiellement polluées sont utilisées pour élaborer des matériaux alternatifs, ces derniers devront respecter les conditions suivantes : être destinée à des usages de type I (ouvrages routiers revêtus) et II (recouverts), respecter les seuils environnementaux définis par le guide du CEREMA (2014) pour ces deux usages et enfin respecter les seuils environnementaux et sanitaires définis spécifiquement pour les composés organo-halogénés volatils (COHV).

3.4 Les constituants grossiers en génie pédologique

Dans le contexte de l'étalement urbain, de nombreuses surfaces agricoles se retrouvent décapées fournissant ainsi de la terre végétale pour les projets d'aménagement paysagers. Du fait de la non renouvelabilité de ces terres, des coûts économiques et environnementaux croissants, et des politiques d'urbanismes visant à limiter l'étalement urbain, des démarches de génie pédologique – c'est-à-dire de construction de sols – se développent. Ces démarches visent la mise au point de procédés de construction de sols en substitution de la terre végétale.

Afin que les sols construits atteignent un niveau de fonctionnalité optimal, leur conception doit s'appuyer sur la structure des sols naturels (*e.g.* horizons différenciés, fertilité physico-chimique).

Schématiquement, des profils de sols idéaux doivent être définis afin que l'usage attendu du sol construit puisse être atteint. Il s'agira alors de définir, le nombre d'horizons, leurs dimensions, leur position et leurs caractéristiques. En effet, les caractéristiques d'un horizon accueillant le développement racinaire ne seront pas les mêmes que celles d'un horizon assurant la portance et l'écoulement de l'eau dans le profil. On considèrera alors qu'un horizon de croissance se situera au voisinage direct des racines et qu'un horizon technique se situera en soutien de ce dernier et sera en appui sur le substrat sous-jacent. C'est au sein de l'horizon technique que des matériaux grossiers pourront jouer un rôle tout à fait pertinent grâce à leurs propriétés physico-chimiques, par ailleurs déjà décrites dans la partie 2 de cet état de l'art.

A titre d'exemple, le projet SITERRE (ADEME, 2015) visait à démontrer la possibilité d'utilisation de déchets dans une optique de construction de sols fertiles tout à fait adaptés aux usages en projets d'aménagements paysagers auxquels ils étaient destinés. La démarche globale du projet s'est attachée à établir une typologie des différents matériaux susceptibles de rentrer dans la composition des sols construits, d'en caractériser les propriétés en lien avec la fertilité et les contraintes géotechniques et de définir des mélanges compatibles avec les usages visés. Enfin, l'évolution des sols construits a été suivie et les aspects création de filière ont été évalués.

Les matériaux sélectionnés dans le projet ont été caractérisés pour les 15 critères suivants :

Physique/mécanique	Agronomique/chimique	Salinité/toxicité
portance	pH eau	conductivité
densité apparente	capacité d'échange cationique (CEC)	pH sur éluat
perméabilité à l'eau	carbone organique	disponibilité des polluants
structure	phosphore assimilable	concentration totale en polluants
granulométrie	azote total	
	carbonate total	

Enfin, la sélection finale de matériaux est la suivante (Tableau 16) :

Tableau 16. Liste des 11 matériaux modèles sélectionnés dans le projet SITERRE.

Matériaux minéraux et inertes	Matériaux organiques ou organominéraux
écarts de fabrication de briques	déchets verts broyés
béton concassé	déchets de balayage de rues
ballast usagées de chemins de fers	boues papetières
déchets de déconstruction de bâtiments en mélange	boues de stations d'épuration
terres de déblais excavées non contaminées acides	compost de déchets verts et boues de STEP
terres de déblais excavées non contaminées alcalines	

On constate donc que la sélection de matériaux grossiers (e.g. béton concassé, briques, matériaux de déconstruction) a été effectuée dans l'objectif de constituer des horizons techniques venant en support d'horizons de croissance.

3.5 A chaque usage des sols sa vision et ses modes de gestion des éléments grossiers

Comme nous avons pu le voir, chaque secteur d'activité lorsqu'il est confronté aux éléments grossiers, possède sa propre vision de leur utilité. Qu'ils soient retirés des sols en agriculture, utilisés pour former des couches de formes en géotechnique, excavés et valorisés hors sites en sites et sols pollués, ou bien de nouveau ajoutés dans les matrices des sols construits, les éléments grossiers semblent destinés à toujours retourner dans les sols. Mais tout au long de leur chemin ils semblent perdre leurs caractéristiques fertiles – au sens chimique du terme – au profit de leur propriétés géotechniques.

4 Conclusion

La problématique des sols très anthropisés représente un enjeu majeur de gestion. Vue à travers le prisme des éléments grossiers, elle s'épaissit et se complexifie. Bien que les éléments grossiers aient démontré leurs intérêts agronomiques en contexte naturel, il apparaît que leurs rôles dans le contexte des sols très anthropisés ne soient pas bien compris.

Nous avons vu que les typologies utilisées pour catégoriser les éléments grossiers, notamment technogéniques, sont multiples. Elles sont fortement orientées par le contexte à partir duquel elles sont décrites. Différentes bases typologiques sont utilisées, définies, et il devient par la suite compliqué de réaliser des comparaisons entre différentes études. Cela s'avère particulièrement difficile lorsque l'on s'intéresse aux propriétés physico-chimiques des éléments grossiers technogéniques et leur évolution temporelle dans les sols. Il semble donc nécessaire de construire une typologie qui permette de poser clairement les bases de leur étude. Une typologie a été proposée dans cet état de l'art et sera confrontée à l'expérience et la mise à l'épreuve.

Des données existent sur les effets des éléments grossiers dans les sols naturels – principalement en sols forestiers – notamment en termes de fertilité chimique et physique. Qu’en est-il de l’existence de ces effets dans les sols très anthropisés ? Par ailleurs, la question de la contribution des éléments grossiers à la dynamique de la pollution dans les sols très anthropisés se pose également. En effet, la plupart des auteurs relie la présence de pollutions à la présence d’éléments grossiers technogéniques, sans pour autant réellement s’être intéressés à la contribution directe des éléments grossiers – naturels et/ou technogéniques – à ces pollutions. La question de leur réactivité et dynamique temporelle émerge alors. Comment la caractériser ? Quelle est le rôle joué par la taille des particules ? Ainsi, de quoi dépendent la fertilité et la toxicité des fractions granulométriques grossières ?

Enfin, dans un contexte de renaturation des sols très anthropisés, quelle place doivent occuper les fractions grossières au regard de leur contribution à la fertilité physico-chimique des sols et à leur toxicité en relation avec les végétaux ? Quel est leur niveau de contribution au fonctionnement des sols très anthropisés ?

Voici donc les questionnements qui se posent à nous à l’issue de l’état de l’art, que nous résumons ici en trois grandes questions scientifiques associées de leurs hypothèses :

1. Comment appréhender et quelle est la réalité des constituants de la fraction granulométrique grossière des sols très anthropisés ?

Hypothèse : La diversité des constituants de la fraction grossière des sols très anthropisés est caractéristique des usages et conditions pédo-géologiques du site duquel elle est issue.

2. Comment évaluer et quantifier la réactivité des fractions granulométriques grossières à l’origine de l’expression de leur fertilité et toxicité ?

Hypothèse : La réactivité des fractions granulométriques grossières peut-être évaluée à l’aide de méthodes d’analyses standardisées.

3. Dans quelle mesure les fractions granulométriques grossières contribuent-elles au fonctionnement des sols très anthropisés en termes de fertilité, de toxicité et de fonctionnement hydrique ?

Hypothèse : Les fractions grossières jouent un rôle actif dans le fonctionnement des sols très anthropisés.

Ils nous permettent ainsi de structurer la thèse autour de quatre grandes parties principales dont les objectifs seront d’apporter des réponses à ces questionnements :

- la première partie (Chapitre I et II) est consacrée à l’état de l’art des connaissances sur les différents sujets abordés et à la présentation des matériels et méthodes mis en œuvre dans ces travaux de thèse. Les réflexions conduites dans ce cadre visent à élaborer une méthodologie expérimentale à concrétiser dans la suite des travaux. Elles abordent tout d’abord la place des sols très anthropisés et leur définition au sein de la couverture pédologique ; leurs caractéristiques, les fonctions qu’ils remplissent et les services écosystémiques qu’ils rendent sont décrits afin d’aborder les contextes dans lesquels sont retrouvés les matériaux grossiers. La question granulométrique des sols est abordée par un historique des méthodes de classification et des techniques qui ont conduit à leur

développement ainsi que par une revue des différentes méthodes aujourd'hui disponibles. Les matériaux grossiers et leur influence sur le fonctionnement des sols très anthropisés sont décrits à travers les processus pédogénétiques conduisant à leur formation ainsi que par les typologies qui sont rencontrées. Leur évolution temporelle de même que leur contribution croisée à la fertilité et à la toxicité des sols sont également détaillées. Enfin, les méthodes de gestion des matériaux grossiers sont abordées par le prisme des secteurs d'activités qui sont confrontés à ces objets (*i.e.* agriculture, génie civil, sites et sols pollués, génie pédologique) et des usages visés.

- La deuxième partie (Chapitres III et IV) explore la réalité des matériaux grossiers à travers l'étude d'un matériau terreux issu d'une friche industrielle et de matériaux modèles. Le chapitre III s'intéresse spécifiquement à l'identification, la description et la caractérisation des matériaux constitutifs de la fraction grossière d'un matériau terreux dans un esprit d'étude de cas à travers la mise en œuvre de la typologie proposée dans le cadre de l'état de l'art. Ces premiers résultats servent de base à la sélection de matériaux modèles au sein de la diversité des matériaux grossiers (naturels et technogéniques) afin de constituer un stock de matériaux calibrés (granulométrie, homogénéité, pureté) permettant de poursuivre plus avant la compréhension du rôle de ces derniers dans le fonctionnement des sols très anthropisés. Le chapitre IV poursuit le travail de caractérisation des fractions grossières des matériaux modèles, notamment de leur réactivité, et présente un processus d'adaptation des méthodes standardisées d'analyse du sol à des particules dont les dimensions sont supérieures à deux millimètres.
- La troisième partie (Chapitre V) présente des travaux expérimentaux mettant en œuvre des végétaux cultivés sur des substrats originaux. Afin d'apprécier plus avant le rôle des fractions grossières dans les sols très anthropisés, des végétaux sont cultivés dans des conditions particulières de substrats associant fractions grossières, fractions fines et matériaux inertes en conditions contrôlées en laboratoire et en lysimètres à l'échelle pilote de terrain. Les effets directs et indirects de la présence de fractions grossières sont ainsi évalués à l'aide de végétaux servant d'indicateurs de la capacité de ces substrats à assurer la fonction de support de végétation.
- Enfin, la dernière partie de la thèse (Chapitre VI) présente les différents résultats synthétisés et discutés et présente les apports de la thèse à une meilleure prise en compte des fractions grossières dans les stratégies de gestion des sols très anthropisés. A l'issue de la conclusion générale du manuscrit, des pistes de réflexions et des perspectives des travaux à réaliser sont proposées.

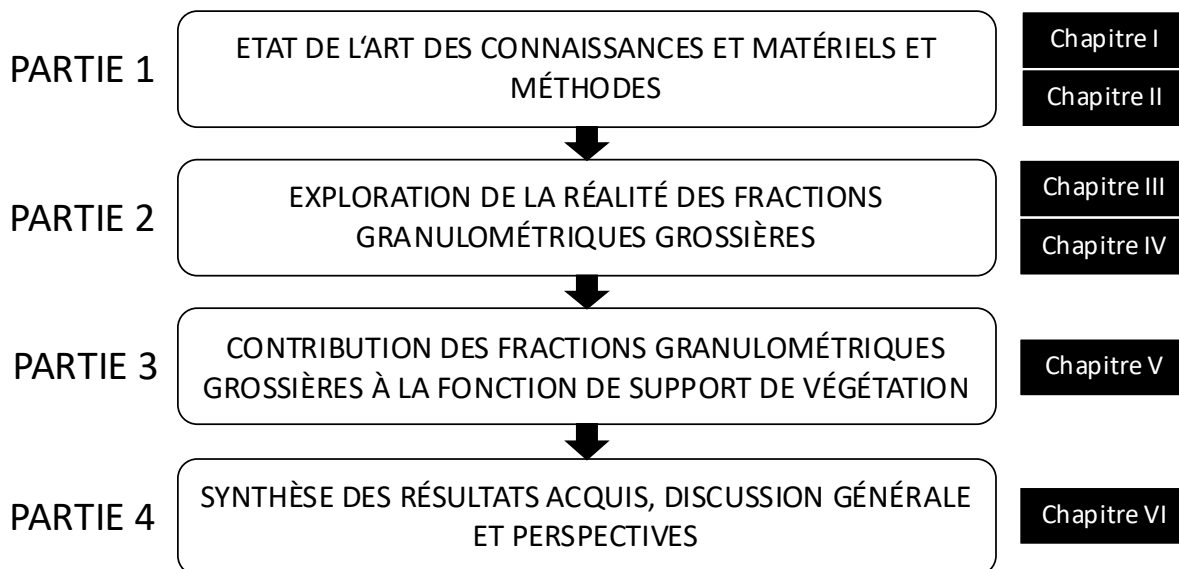


Figure 2. Organisation des différentes parties développées dans le manuscrit de thèse.

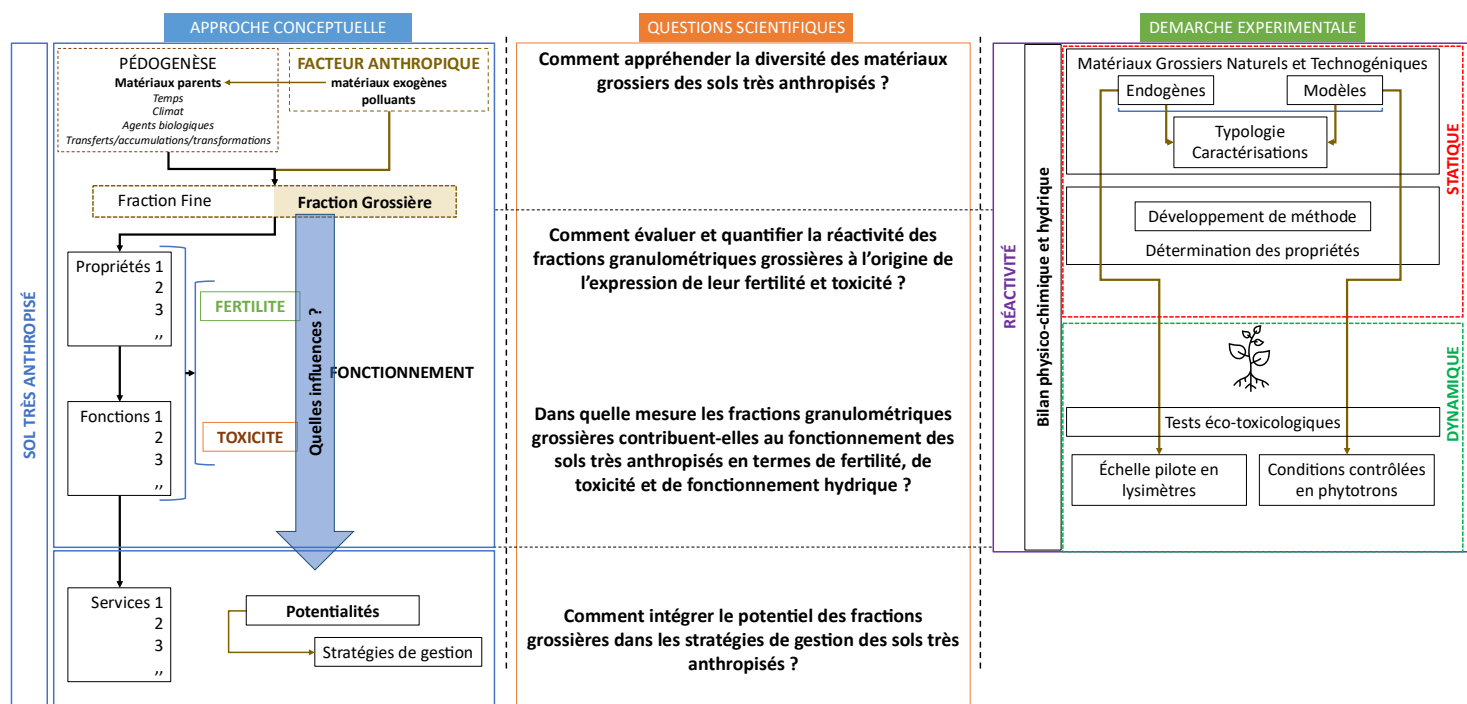


Figure 3. Approche conceptuelle, questions scientifiques et démarche expérimentale mise en œuvre dans la thèse.

CHAPITRE II – Matériels et méthodes

1 Matériaux et substrats de culture

1.1 Matériau terreux (MT) issu d'une friche industrielle

1.1.1 Contexte

Le principal substrat pédologique utilisé dans cette étude provient de la friche industrielle d'un ancien site métallurgique situé dans la banlieue de Caen historiquement exploité par la Société Métallurgique de Normandie (SMN) sur la commune de Colombelles (14). Le site a connu une activité métallurgique de 1912 à 1994. L'activité industrielle regroupait 6 grandes unités :

- une cokerie : elle fabriquait à partir de charbon, le coke nécessaire au fonctionnement des hauts fourneaux ;
- une unité d'agglomération : elle consistait à préparer le minerai de fer avant son enfournement dans les hauts fourneaux ;
- trois hauts fourneaux ;
- une aciérie,
- des ateliers laminoirs,
- une station centrale destinée à la valorisation des gaz produits par la cokerie et les hauts fourneaux, et la production de courant électrique.

Le site de la SMN est resté à l'état de terrain vague après le démantèlement des bâtiments et avant que son réaménagement ne soit amorcé. Le sol du site, dont les bâtiments ont été démolis en 1995, est entièrement remanié et la friche est en cours de réhabilitation. L'ensemble des installations de l'usine sont aujourd'hui démantelées à l'exception d'une tour réfrigérante et du bâtiment des ateliers électriques conservés comme témoignages du passé industriel du site. L'emprise du site s'étend sur une surface d'environ 150 ha, avec de multiples résidus de démolition et pollutions du sol (hydrocarbures totaux C10-C40, hydrocarbures aromatiques polycycliques, éléments traces métalliques) générant de fortes contraintes agronomiques et environnementales pour la végétalisation et les futurs usages (Figure 4).

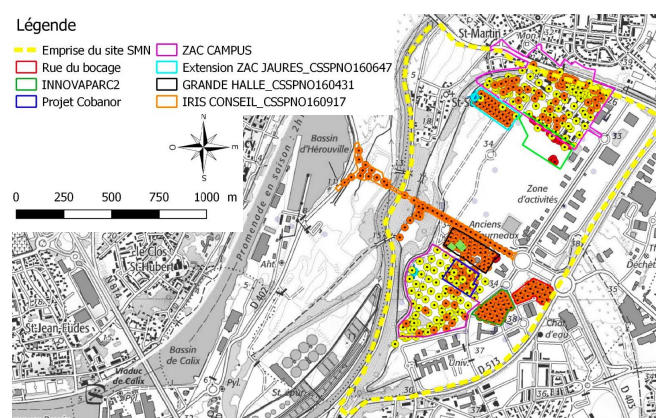


Figure 4. Carte des emprises des activités actuelles ou envisagées après réhabilitation du site de la SMN.

Le contexte géologique du site se divise en une moitié Est composée principalement de limons, avec des sols limoneux épais et peu caillouteux, et une moitié Ouest composée principalement de calcaire de Ranville, associée à des sols caillouteux moins profonds et plus calcaires recouverts de remblais anthropiques hétérogènes, présents localement entre 0 et 1,5 m de profondeur (sable caillouteux, graviers, ferrailles, calcaire, béton, briques, ardoise

1.1.2 Origine du matériel terreux

Le matériau terreux (MT) utilisé dans cette étude provient d'un andain de terres dégradées excavées issues de travaux d'aménagements sur le site. Cet andain est historiquement désigné « **tas 8** ».



Figure 5. Zone de stockage initiale (1) de l'andain « tas 8 » (A) et emplacement de stockage de l'andain « tas 8 » (B)

En avril 2019, 10 big-bags d'1 m³ de MT ont été transportés pour stockage sur la station du Groupement d'Intérêt Scientifique sur les Friches Industrielles (GISFI) à Homécourt (54310).

Les propriétés physico-chimiques initiales de la terre fine du MT en place (tas 8) sont résumées dans le Tableau 17.

Tableau 17. Propriétés physico-chimiques initiales du matériau terreux en place sur le site de la friche industrielle de la Société Métallurgique de Normandie (Colombelles – mars 2018). (CEC) capacité d'échange cationique ; (HCT) hydrocarbures totaux (fractions C10-C40) ; (HAP) hydrocarbures aromatiques polycycliques.

pH	C/N	N _{total}	C _{org}	CEC	argiles	limons	sables	P ₂ O ₅ Olsen	HCT	Σ16 HAP	Cd	Cu	Ni	Pb	Zn
-	-	g kg ⁻¹	g kg ⁻¹	cmol+ kg ⁻¹	%			mg kg ⁻¹							
8,30	31,6	2,00	63,1	8,53	27,6	33,5	38,9	95,0	414	92,3	1,10	55,4	23,9	49,4	191

Ce MT présente des teneurs modérées (quelques centaines de mg kg⁻¹) en hydrocarbures totaux (HCT C10-C40) et en hydrocarbures aromatiques polycycliques (Σ16 HAP EPA) et des teneurs faibles à modérées en éléments en traces (teneurs en dessous des valeurs seuils admises pour l'épandage de boues urbaines sur sol agricole selon la norme NF-U44-551). En termes agronomiques le MT présente un pH alcalin, une CEC relativement faible, ainsi que des teneurs en azote et P_{Olsen} plutôt faibles.

1.2 Matériaux modèles naturels et anthropiques

Les premiers travaux de description des constituants de la fraction grossière du MT ont fait émerger la nécessité de travailler sur des matériaux dits « modèles » dont les critères de qualité (pureté, homogénéité) doivent permettre d'une part le développement d'une méthode de caractérisation de particules de taille supérieures à 2 mm, et d'autre part leur utilisation en essais de laboratoire en conditions contrôlées.

1.2.1 Calcaire Pierre de Briey

Il s'agit d'une roche sédimentaire minérale d'origine naturelle appartenant à la famille des roches carbonatées utilisé majoritairement en techniques routières. En juin 2020, environ 200 kg de matériau ont été acquis auprès de la société Eurogranulats (Hauconcourt 57280) dans une granulométrie 0-120 mm puis stockés sur la station du GISFI.

1.2.2 Brique pleine rouge

Il s'agit d'un matériau minéral d'origine anthropique issu de la cuisson (autour de 900 °C) d'un mélange sec d'argiles rouges et vertes (90 – 10 % usuellement) (Kornmann, 2009, 2005) quasi exclusivement utilisé en construction de bâtiments et d'ouvrages. Ces briques sont produites par la société Wienerberger à Flines-lez-Raches (59148) pour sa gamme Valbrique. En juin 2020, 40 briques pleines rouges de dimensions 54x105x220 mm (environ 93 kg) ont été acquises auprès du distributeur Bricomarché (Écrouves 54200) puis stockés sur la station du GISFI.

1.2.3 Laitier de haut-fourneau

Il s'agit d'un matériau minéral d'origine anthropique. Il correspond à la roche liquide (mélange du minerai et de chaux) en fusion surnageant au-dessus de la fonte (alliage de fer et de carbone) dans le haut-fourneau. En juin 2020, environ 200 kg de matériau ont été acquis auprès de la société Eurogranulats (Hauconcourt 57280) dans une granulométrie 0-120 mm puis stockés sur la station du GISFI. Ces laitiers proviennent du haut-fourneau de Blénod-Lès-Pont-À-Mousson (54079) exploité par la société Saint-Gobain.

1.2.4 Anthracite

L'anthracite est une roche sédimentaire organique d'origine naturelle appartenant à la famille des roches carbonées. En juin 2020, environ 50 kg d'anthracite de granulométrie 20-50 mm ont été acquis auprès de la société Ets Gardel à Ceintrey (54134) puis stockés sur la station du GISFI.

1.2.5 Coke de pétrole

Le coke de pétrole est un matériau organique d'origine anthropique. C'est un coproduit des raffineries de pétrole produit par un procédé d'amélioration des coupes très lourdes *via* la cokéfaction. En juin 2020, environ 50 kg de coke de pétrole de granulométrie 30-60 mm ont été acquis auprès de la société Ets Gardel à Ceintrey (54134) puis stockés sur la station du GISFI.

1.3 Matériaux inertes (MI)

1.3.1 Le verre pillé

Le verre pilé a été choisi comme matériau inerte (**MI**) dans le cadre de ces travaux de thèse. Le verre est considéré comme étant inerte physiquement et chimiquement sur les échelles de temps de leur utilisation prévue. En novembre 2020, environ 1550 kg de verre pilé de granulométrie 0-20 mm et 350 kg de verre pilé de granulométrie > 20 mm ont été acquis auprès de la société Fibre Verte (Fabrègues 34690) puis stockés sur la station du GISFI.

1.3.2 Sable de quartz à silice libre 5 %

A l'instar du verre pilé, le sable de quartz est inerte physiquement et chimiquement sur les échelles de temps de leur utilisation prévue. Il a été exclusivement utilisé dans le cadre des essais de croissance de végétaux en conditions contrôlées au laboratoire. Il s'agit de sable de quartz à silice libre 5 % de granulométrie 0,4-0,8 mm acquis auprès de la société Sibelco.

1.3.3 Sables et graviers de filtration

Ces sables et graviers sont inertes physiquement et chimiquement. Ils sont conformes à la norme NF 12-904 relative aux « *Produits utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine : Sable et gravier de Quartz* ». En mars 2021, 1500 kg de sables de granulométrie 0,1-0,6 mm, 750 kg de sables de granulométrie 0,75-1,25 mm et 750 kg de graviers de granulométrie 2-5 mm ont été acquis auprès de la société Eqiom Granulats (Saint-Eloi 58000) puis stockés sur la station du GISFI.

2 Préparation des matériaux et substrats de culture

2.1 Préparations spécifiques aux matériaux modèles

Les matériaux modèles dont les granulométries ne s'étendent pas sur une large échelle (brique, coke et anthracite) sont fragmentés à l'aide d'une masse et d'un broyeur à mâchoire jusqu'à ce que les quantités obtenues pour chaque classe granulométrique soient suffisantes pour la poursuite des travaux.

2.2 Séparations granulométriques au laboratoire

Les matériaux (MT, MI et modèles) sont tamisés aux mailles 2, 4, 8, 16, 31,5 et 63 mm en quantités suffisantes afin de pouvoir mener à bien les différentes caractérisations physico-chimiques et expérimentations de laboratoire prévues dans le cadre des travaux de thèse.

Plus spécifiquement, le MT fait l'objet d'une préparation supplémentaire afin de permettre le tri et l'identification des constituants de sa fraction grossière

Succinctement, les étapes permettant la préparation des échantillons sont les suivantes :

- prélèvement d'un échantillon de matériau terreux brut de 100 kg et séchage à l'aire libre durant 1 semaine,
- criblage aux mailles 2, 4, 8, 16, 31,5 et 63 mm,
- criblage par voie humide de chacune des fractions séparées afin d'en éliminer la terre fine adhérente aux mailles 2, 4, 8, 16, 31,5 et 63 mm.

2.3 Séparations granulométriques sur la plateforme STEVAL

Après prélèvement des quantités nécessaires à la réalisation des caractérisations physico-chimiques et expérimentations de laboratoire les MT et MI subissent plusieurs travaux de criblage réalisés en partenariat avec la plateforme STEVAL (STation Expérimentale de VALorisation des matières premières et des substances résiduelles) du Laboratoire GeoRessources UMR 7359.

2.3.1 Criblage du matériau terreux

Succinctement, les différentes étapes qui conduisent à la séparation du MT en 6 classes granulométriques (<2, 2-4, 4-8, 8-16, 16-30 et > 30 mm) sont les suivantes :

- mélange et séchage à l'air libre durant 2 semaines, avec passages réguliers pour retourner, aérer et émousser le matériau (Figure 6).
- Criblage à la main du matériau terreux sur grille de maille 30 mm (Figure 8 A), puis criblage aux mailles inférieures sur le tamiseur vibrant automatique de la plateforme STEVAL (Figure 8 B et C).
- récupération des fractions passantes (Figure 9 B) et refus à la maille (Figure 9C) en bas de l'installation (Figure 9 A).
- stockage en big-bags des différentes fractions correspondant à chaque classe granulométrique après criblage (Figure 10)
- formation d'un échantillon de 10 kg de matériau au sein de chaque classe granulométrique afin de réaliser une vérification de l'efficacité du criblage.



Figure 6. Séchage du matériau terreux.



Figure 7. A : trémies d'alimentation ; B : alimentation du cribleur à partir des trémies.

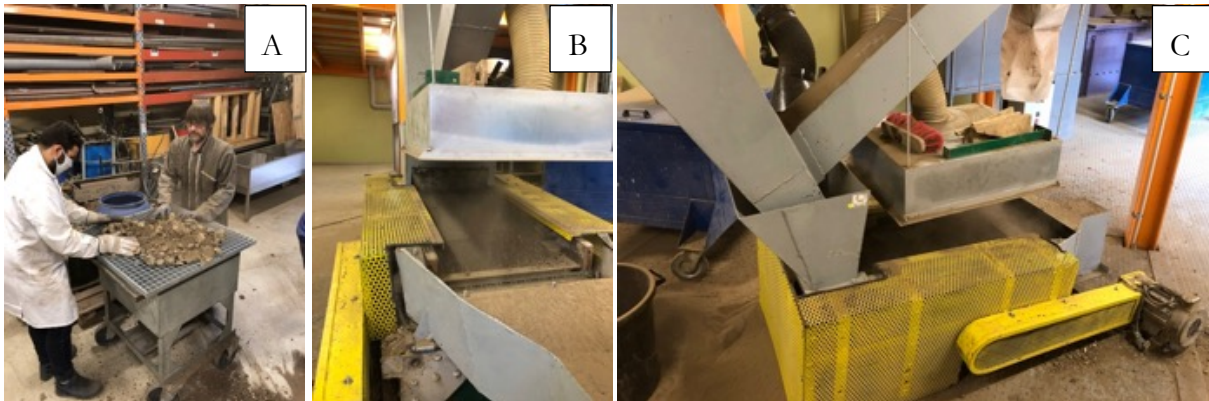


Figure 8. Étapes de criblage. A : criblage à la main sur grille à la maille 30 mm ; B et C : Cribleur vibrant automatique (dimensions 1000 x 500 mm).

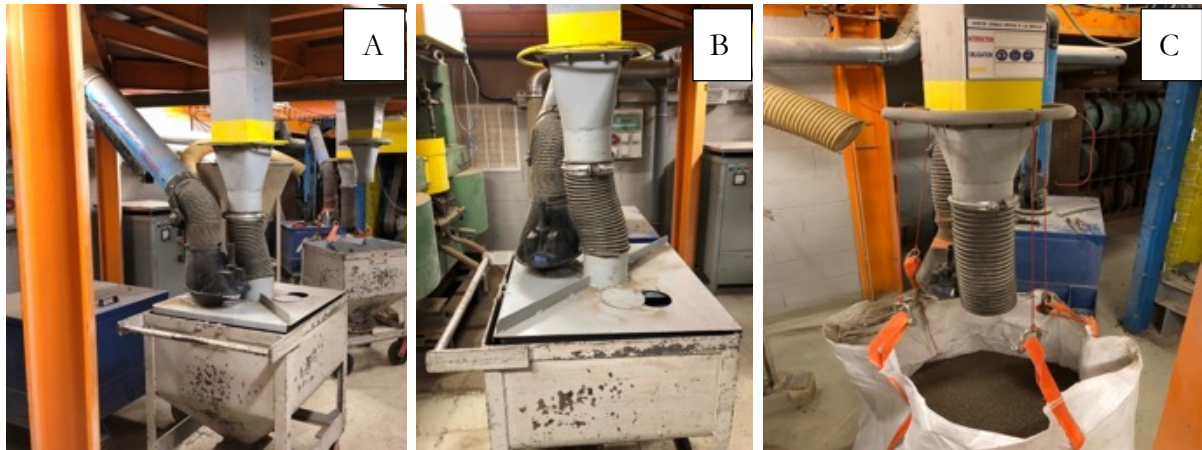


Figure 9. Salle de récupération des produits de criblage (A). Dispositifs de récupération des fractions passantes (B) et des refus de criblage (C).



Figure 10. Stockage en big-bags des différentes classes granulométriques séparées après criblage du matériau terreux.

2.3.2 Criblage du matériau inerte

Le MI est tamisé par voie humide sur une tamiseuse vibrante dans les locaux de la plateforme STEVAL et les mêmes mailles de tamis que celles utilisées pour le criblage du matériau terreux sont utilisées (<2, 2-4, 4-8, 8-16, 16-30 et > 30 mm).



Figure 11. Cribleur vibrant utilisé pour le criblage du matériau inerte (verre).

3 Expérimentations en enceintes phytotroniques et dispositifs lysimétriques

3.1 Essai de croissance de végétaux sur la fraction fine de matériaux modèles naturels et technogéniques

3.1.1 Objectif et principe de l'essai

Ces expériences visent à évaluer l'influence de la fraction fine (assimilée au produit d'altération de la fraction grossière) – considérée comme étant la plus réactive – de matériaux naturels et technogéniques sur l'émergence et le développement de plantules de laitues (*Lactuca sativa* Reine de mai). La germination est suivie durant deux semaines, puis à l'issue de l'essai, les paramètres physiologiques des végétaux de même que leurs caractéristiques physico-chimiques sont déterminés afin d'évaluer l'effet global des matériaux sur leur développement (cf. 4.4).

3.1.2 Préparation des matériaux et formulation

Six modalités de matériaux (sable, calcaire, brique, laitier de haut fourneau, anthracite et coke) sont mises en œuvre dans des pots de 40 ml remplis aux trois quarts. La modalité contrôle correspond au sable. Dix graines de laitue sont semées par pot. Au 15^{ème} jour les plantules sont retirées de sorte à ne conserver que les quatre les mieux développées. L'essai est conduit durant 4 semaines en conditions contrôlées en enceinte phytotronique (Plate-forme expérimentale phytotronique de Lorraine, PEPLor, Université de Lorraine). Le dispositif expérimental de l'essai est composé de 5 répétitions de 6 matériaux réparties aléatoirement dans 5 blocs en ligne. Une rotation des pots de culture au sein de chaque bloc est effectuée quotidiennement et la position de chaque bloc est changée hebdomadairement afin de minimiser l'influence de la position sur la croissance des plantules (Figure 12).



Figure 12. Dispositif de culture en enceinte phytotronique au 6^{ème} jour d'expérimentation.

3.2 Essai de croissance de végétaux sur différentes fractions granulométriques de matériaux modèles naturels et technogéniques en mélange avec du sable

3.2.1 Objectif et principe de l'essai

Cet essai vise à évaluer l'influence de la nature et de la taille des particules de matériaux naturels et technogéniques sur l'émergence et le développement de plantules de laitues (*Lactuca sativa* Reine de mai). La germination est suivie durant deux semaines, puis à l'issue de l'essai, les paramètres physiologiques des végétaux de même que leurs caractéristiques physico-chimiques sont déterminés afin d'évaluer l'effet global des matériaux et de la granulométrie de ces derniers sur leur développement (cf. 4.4).

3.2.2 Préparation des matériaux et formulation des mélanges

Six modalités de matériaux (inerte, calcaire, brique, laitier de haut fourneau, anthracite et coke) à cinq granulométries différentes (<2, 2-4, 4-8, 8-16, 16-31,5 mm) en mélange avec du sable (ratio 1/1 m/m) sont mises en œuvre dans des pots de 1 L (Tableau 18). La modalité contrôle correspond au mélange sable/matériau inerte. Dix graines de laitues sont semées par pot. L'essai est conduit durant 10 semaines en conditions contrôlées en enceinte phytotronique (Plate-forme expérimentale phytotronique de Lorraine, PEPLor, Université de Lorraine). Le dispositif expérimental composé de 4 répétitions de 6 matériaux à 5 granulométries réparties aléatoirement dans 4 blocs en lignes sur 5 étagères. Une rotation des pots de culture au sein de chaque bloc est effectuée quotidiennement, la position de chaque bloc est changée tous les 3 jours et les positions des étagères dans l'enceinte sont changées hebdomadairement afin de minimiser l'influence de la position sur la croissance des plantules (Figure 13).

Tableau 18. Masses des constituants des mélanges pour chaque matériau quelle que soit la granulométrie.

Matériaux	Masse de matériau (quelle que soit la granulométrie) (g)	Masse de sable (g)
calcaire	550	550
laitier de haut fourneau	500	500
brique	500	500
anthracite	350	350
coke de pétrole	300	300
inerte (verre)	550	550



Figure 13. Dispositif de culture en enceinte phytotronique à j0.

3.3 Itinéraire technique commun aux deux essais en enceintes phytotroniques

La teneur en eau des substrats est maintenue à 80 % de la capacité de rétention en eau par pesée quotidienne des pots et ajout d'eau déminéralisée. Concernant les conditions de culture, l'hygrométrie est maintenue à 70 %, la photopériode est de 16 h jour et 8 h nuit, et la température est fixée à 23 °C jour et 18 °C nuit. Une supplémentation hebdomadaire par ajout de solution nutritive est réalisée à partir du 8^{ème} jour à raison de 3 ml par pot d'après El Khalil et al. (2016) (cf. Tableau 19).

Tableau 19. Composition de la solution nutritive (d'après El Khalil et al. (2016))

Éléments chimiques	Concentration (mM)
Ca(NO ₃) ₂ , 4H ₂ O	1
Ca(H ₂ PO ₄) ₂	0,5
K ₂ SO ₄	0,5
MgSO ₄ , 7H ₂ O	1
NH ₄ NO ₃	1,5
H ₃ BO ₃	0,046
KCl	0,02
NaMoO ₄ , 2H ₂ O	0,0008

3.4 Essai de cultures en lysimètres

3.4.1 Objectif et principe de l'essai

Deux dispositifs lysimétriques sont mis en œuvre sur la station expérimentale du GISFI afin d'évaluer le rôle joué par la fraction grossière sur les propriétés fertiles et toxiques des sols très anthropisés. Ce double dispositif original consiste en deux modalités de sols se différenciant uniquement par la nature de leur fraction grossière. Ils sont constitués d'un mélange d'une terre fine issue d'un même sol industriel de distribution granulométrique identique, et pour l'un, d'une fraction grossière « endogène », composée de matériaux d'origines naturelles et technogéniques, issue d'un sol industriel (MT – FGE), et pour l'autre de fractions grossières physiquement et chimiquement « inertes » (MI – FGI).

- **modalité 1** – fractions grossières endogènes **FGE** issues du MT
- **modalité 2** – fractions grossières inertes **FGI** issues du MI

L'instrumentation installée sur les lysimètres doit permettre d'évaluer la contribution à la rétention en eau et à la charge en éléments fertiles et toxiques des fractions grossières des sols très anthropisés (Figure 14). L'instrumentation est placée à -50, -100 et -200 cm le long du profil. L'acquisition des données est réalisée toutes les heures.

- A -50 cm
 - Sonde TDR (humidimètre) : mesure l'humidité moyenne (teneur en eau) du volume situé entre les tiges de la sonde (%)
 - Équitensiomètres : potentiel hydrique (potentiel matriciel) (kPa)
- A -100 cm
 - Sonde TDR (%)
 - Tensiomètre : tension de l'eau dans le sol (s'apparente à la disponibilité en eau pour la plante) (kPa)
- A -200 cm
 - Système de pesée : suivi de la masse des lysimètres (kg)
 - Compteur à auget : quantité d'eau percolée (L)

La solution du sol est prélevée à l'aide de deux bougies poreuses à -50 et -100 cm. Les eaux de percolation sont prélevées à la sortie du compteur à auget situé dans le fond du lysimètre à -200 cm.

Les données météorologiques sont enregistrées depuis une station météo située à une cinquantaine de mètres de la localisation des lysimètres. Les données d'intérêt concernent spécifiquement les précipitations (mm) et la température (°C). L'acquisition des données est réalisée toutes les heures.

Les deux modalités étudiées sont végétalisées avec de la luzerne (*Medicago sativa*) et de la phacélie (*Phacelia tanacetifolia*) et l'analyse des biomasses aériennes produites doit permettre d'évaluer le rôle joué par les fractions grossières sur la nutrition des végétaux cultivés.

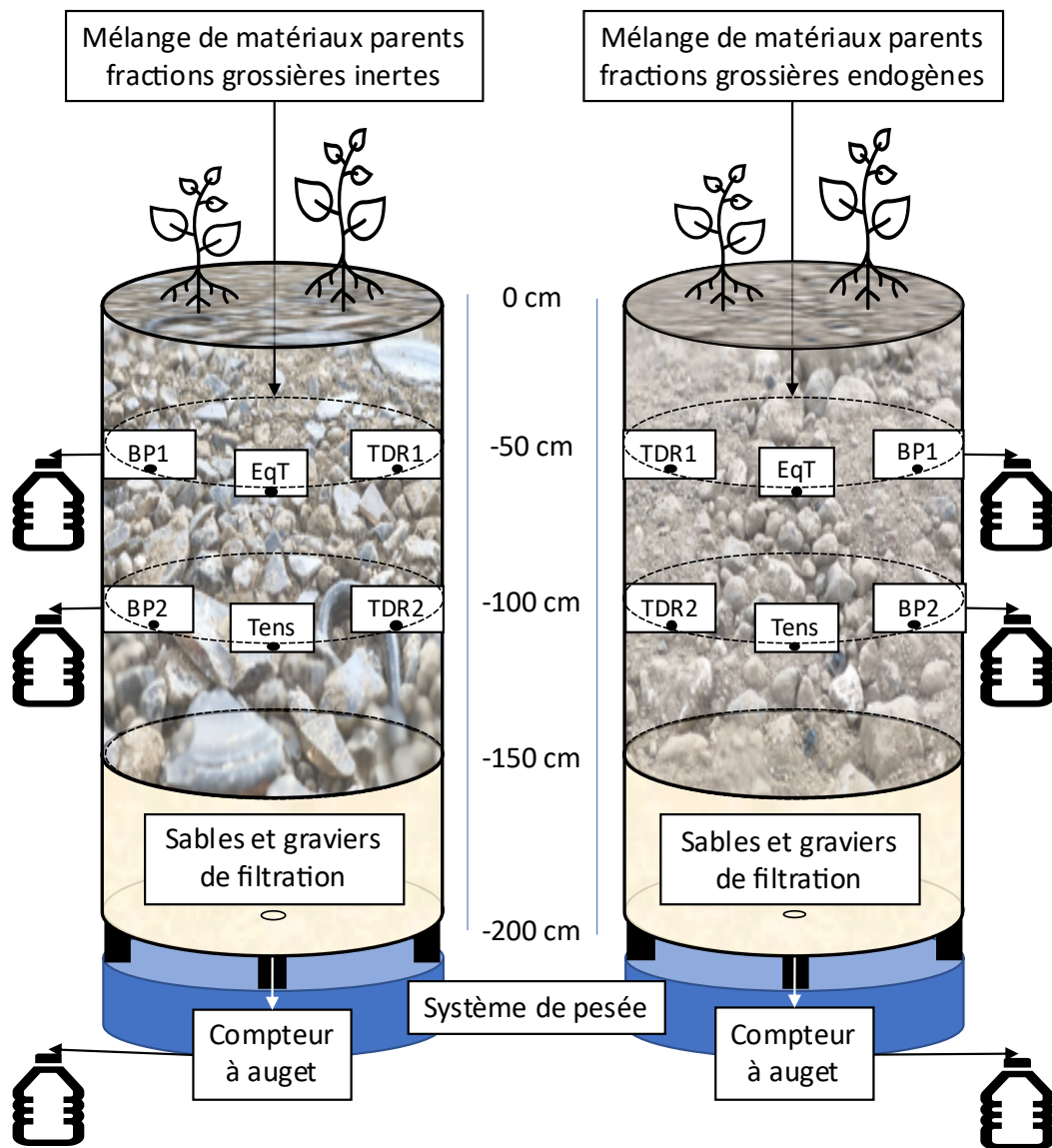


Figure 14. Schéma des dispositifs lysimétriques avec leur instrumentation. (BP) bougie poreuse ; (EqT) équitensiomètre ; (TDR) sonde TDR ; (1) niveau à -50 cm ; (2) niveau à -100 cm

3.4.2 Formulation des mélanges de matériaux parents

A l'issue des travaux de criblage sur la plateforme STEVAL, sept classes granulométriques sont constituées pour chaque matériau (4349 kg total pour MT et 1818 kg total pour MI) (Tableau 20).

Tableau 20. Quantités de matériaux (kg) récupérés au sein de chaque classe granulométrique après criblage sur la plateforme STEVAL. (MT) matériau terreux ; (MI) matériau inerte.

Classe granulométrique (mm)	MT	MI
< 2	1305	-
2-4	482	102
4-8	639	561
8-16	675	804
16-30	821	351
> 30	428	-
Masse totale	4349	1818

Sur ce type de machine la qualité du criblage ne peut pas être parfaite. Compte tenu des quantités de matériau tamisé ainsi que du débit important en alimentation dans la machine, une quantité non négligeable de fraction censée traverser le tamis se retrouve écartée avec le refus. Ceci est particulièrement visible pour les classes 2-4 et 8-16 mm pour lesquelles seulement 58 et 59 % – respectivement – en masse correspondent à la composition granulométrique attendue (Tableau 21).

La séparation des fractions du MI par criblage par voie humide a une efficacité proche de 100 %.

Tableau 21. Efficacité du criblage pour chaque classe granulométrique issue du matériau terreux.

% de classes granulométriques inférieures retenues (déclassées) (mm)	% d'efficacité du criblage selon les classes granulométriques			
	2-4	4-8	8-16	16-30
< 2	42	6	11	5
2-4	58	27	4	2
4-8		67	26	3
6-16			59	20
16-30				71

Les facteurs limitants pour la formulation des mélanges sont :

- la quantité de terre fine disponible,
- les classes 2-4 et 16-30 mm de MI : les quantités de FGE correspondantes ne peuvent respectivement excéder 102 et 351 kg,
- l'« impureté » des FGE séparées : le fait que pour une classe granulométrique donnée (de fraction grossière endogène), une partie de la masse disponible est constituée – dans des proportions variées – par une partie des classes granulométriques de taille inférieure.

Les formulations proposées réalisent un compromis entre quantités de MI disponibles dans les classes 2-4 mm et 16-30 mm et les capacités maximales d'utilisation des classes granulométriques du MT du fait de leur impureté en termes de « contamination » par des classes granulométriques de taille inférieure. Les formulations et quantités de matériaux apportées au sein de chaque modalité sont présentées dans les Tableau 22 et Tableau 23. Pour le mélange FGE, la formulation a ainsi tenu compte des quantités de classes granulométriques parasites apportées par l'ajout successif des fraction grossières comme en témoignent les colonnes « masses ajoutées » et « masse réelles » du Tableau 23.

Tableau 22. Formulation du mélange pour la modalité FGI (fraction grossière inerte). (TF) terre fine.

Type de matériau	Classe granulométrique (mm)	Masse volumique apparente (kg m ³)	Volume (m ³)	Masse ajoutée (kg)	Masse réelle (kg)	Répartition TF/FG
TF	<2	1600	0,44	709,5	709,5	35 %
	2-4	1450	0,07	102	102	5 %
FGI	4-8	1450	0,25	360	360	18 %
	8-16	1450	0,34	497	497	25 %
	16-30	1450	0,24	351	351	17 %
total			1,35	2019,5	2019,5	100 %
	Taux de remplissage lysimètre sans sable		67%			

Tableau 23. Formulation du mélange pour la modalité FGE (fraction grossière endogène). (TF) terre fine.

Type de matériau	Classe granulométrique (mm)	Masse volumique apparente (kg m ³)	Volume (m ³)	Masse ajoutée (kg)	Masse réelle (kg)	Répartition TF/FG
TF	<2	1600	0,44	595,5	709,5	35 %
	2-4	1600	0,06	0	102	5 %
FGE	4-8	1600	0,23	256	360	18 %
	8-16	1600	0,31	675	497	25 %
	16-30	1600	0,22	493	351	17 %
total			1,26	2019,5	2019,5	100 %
Taux de remplissage lysimètre sans sable			63%			

Vu les quantités de matériaux disponibles (MI et MT), et, vu la « pureté » des classes granulométriques isolées du matériau terreux, il n'est pas possible de remplir entièrement les lysimètres avec les matériaux à disposition. Les volumes manquant permettant le remplissage complet des lysimètres sont ainsi comblés par l'utilisation de sables de filtration en 3 granulométries (0,1-0,6 mm, 0,75-1,25 mm et 2-5 mm). En l'occurrence 0,65 m³ (1040 kg) de sables pour la modalité FGI et 0,74 m³ (1184 kg) de sables pour la modalité FGE.

3.4.3 Réalisation des mélanges de matériaux et remplissage des lysimètres

Les mélanges des matériaux et le remplissage des lysimètres ont été réalisés en mars 2021. Plus spécifiquement, les mélanges ont été réalisés à la pelle mécanique en quatre phases :

- dépôt en tas des quantités définies de matériaux (MT ou MI) de la classe granulométrique la plus grossière à la plus fine ,
- mélange par retournements successifs du tas,
- quartage en 4 tas par pelletées successives,
- formation d'un nouveau tas par pelletées successives à partir des 4 tas quartés,
- mélange final par retournements du tas

Chaque lysimètre est en premier lieu rempli par la quantité de sable définie en 3.2.2, puis la masse attendue vérifiée par le système de pesée du lysimètre. Des brouettes sont ensuite remplies avec du mélange puis déversées dans le lysimètre. Environ tous les 10 cm, une personne tasse le mélange qui vient d'y être déposé à l'aide de l'outil adapté. Cette opération est toujours réalisée par la même personne dans un souci de répétabilité entre les deux modalités. L'opération est ensuite répétée autant de fois que nécessaire jusqu'à ce que l'objectif de masse de mélange dans le lysimètre soit atteint. Une attention particulière est portée sur l'installation des différentes sondes équipant chaque lysimètre. Brièvement, lors de l'installation d'une sonde cette dernière est protégée par l'ajout dans son environnement direct d'un volume de terre fine d'environ 10 dm³.



Figure 15. Préparation des mélanges pour le remplissage des lysimètres.



Figure 16. Remplissage des lysimètres : couche de sables et graviers de filtration.



Figure 17. Lysimètre contenant la fraction grossière endogène et zoom sur la fraction grossière – FGE.



Figure 18. Lysimètre contenant la fraction grossière inerte et zoom sur la fraction grossière – FGI.

3.4.4 Itinéraire technique

Après leur mise en place le 04/03/2021, les deux lysimètres sont laissés nus, sans végétation, afin de favoriser leur stabilisation ainsi que la percolation d'eau dans les profils. Deux arrosages hebdomadaires d'environ 15 l d'eau sont réalisés jusqu'à ce que la percolation soit constatée sur les deux modalités (mi-avril 2021) correspondant à un apport total d'eau d'environ 300 L. Un arrosage final est apporté sur la modalité FGI afin d'égaliser les apports totaux d'eau le 15/04/2021. Lorsque la percolation est constatée sur les deux modalités, de la luzerne (*Medicago sativa*) et de la phacélie (*Phacelia tanacetifolia*) sont semées à des densités respectives de 30 kg ha⁻¹ et 10 kg ha⁻¹. Par ailleurs, le temps laissé à la stabilisation permet d'éviter des phénomènes de gel tardif néfastes à l'émergence de ces espèces. Des désherbages manuels sont effectués à plusieurs reprises afin d'éliminer toute végétation spontanée non désirée et cette dernière laissée en place pour assurer une restitution des éléments prélevés. La biomasse produite est récoltée en fin de saison (fin août 2021), après une coupe des tiges effectuée à 5 cm de la surface du sol. Les matériaux végétaux frais sont pesés pour la détermination de la biomasse fraîche puis sont séchés à l'étuve à 60 °C pendant 72 h jusqu'à un poids constant puis à nouveau pesés pour la détermination de la biomasse sèche et de la teneur en eau pondérale. Après la récolte, des désherbages manuels sont à nouveau effectués afin d'éliminer toute végétation spontanée non désirée et cette dernière laissée en place pour assurer une restitution des éléments prélevés.

4 Analyses

4.1 Matrices solides

4.1.1 Tri et identifications des fractions grossières

Les constituants des classes granulométriques formant la fraction grossière du MT sont triés et identifiés par observations à l'œil nu et à l'aide d'une loupe sur des bases colorimétriques et morphologiques. Les particules métalliques ou contenant du fer sont séparées à l'aide d'un aimant. Des quantités croissantes de matériau avec la taille des particules sont triées pour conserver un nombre de particules observées significatif au sein de chaque classe granulométrique, soit :

- environ 8000 g pour la classe 31,5-63 mm ; environ 100 particules,
- environ 11000 g pour la classe 16-31,5 mm ; environ 600 particules,
- environ 1550 g pour la classe 8-16 mm ; environ 800 particules,
- environ 550 g pour la classe 4-8 mm ; environ 2300 particules,
- environ 250 g pour la classe 2-4 mm ; environ 6600 particules

4.1.2 Humidités caractéristiques

La mesure consiste à mesurer l'humidité pondérale d'un échantillon de matériaux frais et tamisés à 2 mm saturé en eau et soumis à une pression déterminée dans une chambre fermée d'où l'eau peut être évacuée par une membrane poreuse. Les humidités caractéristiques (%) sont mesurées à pF 2 (capacité au champ, 0,10 bars) et pF 4,2 (point de flétrissement permanent, 15 bars).

4.1.3 Teneur en eau pondérale

La teneur en eau pondérale (%) des matériaux est déterminée par différence de masse avant et après un passage de 24 heures à l'étuve à 105 °C.

4.1.4 Masse volumique réelle

Les mesures de la masse volumique (g cm^{-3}) des constituants solides des différents matériaux étudiés sont réalisées au moyen d'un pycnomètre à hélium (ULTRAPYC 1220^e, Quantachrome Instruments). Brièvement, une prise d'essai de masse M_p est placée dans une cellule en acier dont le volume ($V_{c\ vide}$) est préalablement calibré. Le volume de la prise d'essai (V_p) est calculé par différence entre le volume à vide ($V_{c\ vide}$) et le volume de vide restant avec la prise d'essai (V_{c+p}) : $V_p = V_{c\ vide} - (V_{c+p})$. La masse volumique réelle (ρ_p) de la prise d'essai se calcule avec la formule suivante $\rho_p = \frac{M_p}{V_p}$.

4.1.5 pH à l'eau (MO-LSE-20)

Une prise d'essai de matériau tamisé à 2 mm d'un volume de 5 ml est placée dans 5 fois son volume d'eau déionisée (25 ml) (rapport d'extraction 1:5 V/V) agitée durant 1 h puis laissée au repos durant 1 h. Le pH de la suspension est mesuré à l'aide d'une sonde pH préalablement étalonnée (HQ440d, HACH) (NF ISO 10390).

4.1.6 Conductivité électrique spécifique (MO-LSE-22)

Une prise d'essai de matériau tamisé à 2 mm de 5 g est placée dans 25 ml d'eau déionisée (rapport d'extraction 1:5 m/V), agitée durant 30 minutes puis filtrée à 0,45 μm . La conductivité électrique spécifique ($\mu\text{S cm}^2$) est mesurée dans l'extrait filtré à l'aide d'un conductimètre préalablement étalonné (HQ440d, HACH) (NF ISO 111265).

4.1.7 Phosphore assimilable P_2O_5 (P_{Olsen}) (MO-LSE-031)

Une prise d'essai de matériau tamisé à 2 mm de 2,5 g est placée dans 50 ml d'une solution d'hydrogencarbonate de sodium (rapport d'extraction 1:20 m/V), agitée durant 30 minutes puis filtrée à 0,45 μm . La teneur en phosphate (P_2O_5) est mesurée dans l'extrait par spectrométrie à 825 nm (NF ISO 11263).

4.1.8 Capacité d'échange cationique (CEC) (MO-LSE-015/16)

Une prise d'essai de matériau tamisé à 2 mm de 10 g est placée dans 50 ml d'une solution de trichlorure de cobaltihexamine (rapport d'extraction 1:5 m/V), agitée durant 1 heure puis filtrée. Les cations retenus par un échantillon sont échangés avec les ions cobaltihexamine. La CEC est obtenue par différence entre la quantité initiale de cobaltihexamine dans la solution et la quantité résiduelle mesurée dans l'extrait par la réaction d'échange. La CEC est mesurée par spectrométrie à 380 nm et 475 nm (NF ISO 23470). Les teneurs en cations échangeables calcium, magnésium, potassium et sodium sont dosés dans les extraits dilués au $10^{\text{ème}}$ par ICP/OES (iCAP 6300 Duo, Thermo Scientific).

4.1.9 Teneurs en azote total et carbone (total et organique) (MO-LSE-14)

Les teneurs en azote total (N_{total}), carbone total (C_{total}) et carbone organique (C_{org}) (NF ISO13878 et NF ISO 10694) sont respectivement obtenues par combustion sèche d'une prise d'essai d'environ 30 mg de matériel broyé à 250 μm (Vario MICRO CUBE, Elementar).

4.1.10 Teneurs en éléments majeurs et en traces (MO-ISE-12/13)

Les teneurs pseudo-totales en éléments en traces et en éléments majeurs sont dosées par ICP-OES (iCAP 6300 Duo, Thermo Scientific) après minéralisation à l'eau-régale d'une prise d'essai de 5 g de matériel broyé à 250 µm en utilisant le système SCP Science (*DigiPREP MS*) (NF ISO 11446 et NF ISO 22036).

4.1.11 Éléments majeurs et en traces extractibles au CaCl₂

Une prise d'essai de matériau tamisé à 2 mm de 5 g est placée dans 50 ml d'une solution de CaCl₂ 0,01 M (rapport d'extraction 1:10 m/V), agitée durant 3 heures puis filtrée à 0,45 µm. Les éléments sont dosés dans l'extrait dilué au 10^{ème} par ICP/OES (iCAP 6300 Duo, Thermo Scientific).

4.2 Évolutions méthodologiques pour la caractérisation des fractions grossières des matériaux.

Les protocoles présentés ci-dessus ont été développés et validés pour la fraction fine de matériaux terreux, définie comme étant inférieure à 2 mm. Afin d'estimer les propriétés de fractions grossières sans altérer physiquement les matériaux, c'est-à-dire en conservant la taille des particules, il semble essentiel de revisiter ces protocoles afin de définir, si cela s'avère pertinent, des modalités de mise en œuvre adaptées à la taille des matériaux.

4.2.1 Principe

La plupart des méthodes décrites ci-dessus sont utilisées en agronomie pour évaluer la fertilité des sols. Nombre d'entre elles quantifient des échanges de solutés entre la phase solide et la solution du sol : proton pour le pH, charges pour la conductivité, bases échangeables pour la CEC. Ces processus d'échanges font intervenir la réactivité de surface des particules, usuellement inférieures à 2 mm, et permettent la mise en solution des éléments solubles à l'eau, l'échange de cation ou encore l'accès à la somme des éléments solubles, échangeables et/ou adsorbés.

Pour transposer les protocoles à des fractions grossières, il importe de conserver un échange entre surface du solide et solution du sol de même ampleur. Concrètement, l'objectif recherché consiste à maintenir constant le ratio entre la surface d'échange totale présentée par une prise d'essai et le volume de la solution d'extraction en contact avec cette dernière, quelle que soit la taille des particules de la prise d'essai, le matériau considéré et l'analyse à réaliser.

Usuellement, les analyses chimiques cherchant à évaluer la réactivité de particules de taille maximales de 2 mm utilisent un ratio **masse d'échantillon/volume de solution d'extraction** noté $R_{m/V}$. Ce ratio correspond en réalité à la mise en contact d'une surface d'échange portée par les particules d'une prise d'essai avec une

solution d'extraction, donc à un ratio **surface d'échange/volume de solution d'extraction** noté $R_{S/V}$ **dépendant de la forme et de la masse volumique** des particules.

Chaque méthode analytique possède ainsi un $R_{m/V}$, c'est-à-dire un $R_{S/V}$ qui lui est propre et qui a donc été défini pour une taille maximale de particule égale à 2 mm.

Tableau 24. Ratios masse/volume initiaux des 5 analyses adaptées pour la caractérisation des fractions grossières.

Analyse	Prise d'essai (g)	Volume de solution d'extraction (ml)	$R_{m/V}$
pH _{eau}	5 ml*	25	0,20 ($R_{V/V}$)
Conductivité ($\mu S cm^{-1}$)	5	25	0,20
P _{Olsen} P ₂ O ₅ ($mg kg^{-1}$)	2,5	50	0,05
CEC ($cmol+ kg^{-1}$)	10	50	0,20
Éléments extractibles au CaCl ₂ ($mg kg^{-1}$)	5	50	0,10

* la mesure du pH est basée sur une relation Ve/Vs à la différence des autres analyses pour lesquelles les mesures sont basées sur une relation Me/Vs .

4.2.2 Hypothèses

Le principe de la méthodologie est de **maintenir constant** le $R_{S/V}$ défini pour une méthode analytique **quelle que soit la taille maximale** des **particules** d'une prise d'essai.

A cet effet, plusieurs hypothèses sont formulées :

- toutes les particules d'une prise d'essai sont **considérées** comme étant **faites d'un seul et même matériau** et donc parfaitement **homogènes**; *i.e.* ayant une même masse volumique apparente
- toutes les particules d'une prise d'essai sont **assimilées à des sphères** ;
- toutes les particules d'une prise d'essai sont **considérées** comme ayant **la même taille**, égale à la borne supérieure de la classe granulométrique considérée.

L'Équation 1 permet de déterminer le $R_{S/V}$ correspondant à une analyse quel que soit le matériau connaissant sa masse volumique réelle ρ_p , son diamètre d et le $R_{m/V}$ initial (fonction du matériau) de l'analyse à réaliser.

$$R_{S/V} = \frac{6 \cdot R_{m/V}}{\rho_p \cdot d} \quad \text{Équation 1}$$

Il est cependant nécessaire de fixer arbitrairement une masse de prise d'essai (Me) qui soit adaptée à l'analyse envisagée et de déterminer un nombre de particule (Np) correspondant afin d'en déduire la surface de la prise d'essai (Se). Le volume de la solution d'extraction (Vs) est ensuite déduit par le ratio $Vs =$

$S_e/R_{s/v}$. Il s'agit ensuite de décliner dans un tableau ces calculs pour différentes tailles de particules, différents types de matériaux et différents types d'analyses.

4.2.3 Mise en œuvre de la méthode

La méthodologie d'adaptation est mise en œuvre afin de pouvoir caractériser des matériaux modèles d'intérêt ainsi que des matériaux issus de la fraction grossière du MT à des granulométries supérieures à 2 mm pour chacune des méthodes analytiques suivantes :

- Détermination du pH à l'eau,
- Détermination de la conductivité électrique spécifique,
- Détermination de la teneur en phosphore assimilable par la méthode Olsen,
- Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) effective à l'aide d'une solution de trichlorure de cobaltihexamine,
- Disponibilité potentielle des éléments majeurs et en traces (extraction par une solution de CaCl_2),

4.3 Matrices liquides

Les matrices liquides sont toutes issues des échantillonnages réalisées sur les dispositifs lysimétriques.

4.3.1 pH, conductivité et COD

Ces analyses sont réalisées par le laboratoire Eurofins Analyses pour l'environnement. Le pH est mesuré par potentiométrie selon la norme NF EN ISO 10523. La conductivité est mesurée par potentiométrie selon la norme NF EN 27888. Le carbone organique dissous (COD) est mesuré par spectrophotométrie et oxydation à chaud en milieu acide/Détection infrarouge selon la norme NF EN 184.

4.3.2 Teneurs en éléments en traces dissous

Ces analyses sont réalisées par le laboratoire Eurofins Analyses pour l'environnement. Les éléments en traces sont dosés par ICP/AES selon la norme NF EN ISO 17294-2.

4.3.3 Teneurs en polluants organiques

Ces analyses sont réalisées par le laboratoire Eurofins Analyses pour l'environnement.

Les hydrocarbures totaux (HCT indice C10-C40) sont dosés par GC/FID (extraction liquide/liquide sur prise d'essai réduite) selon la norme NF EN ISO 9377-2.

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (16 HAP EPA) sont dosés par GC/MS/MS (extraction liquide/liquide) selon une méthode interne au laboratoire.

4.4 Matrices végétales

4.4.1 Teneur en eau pondérale et biomasse végétale issus des essais en enceintes phytotroniques.

Après la récolte, les parties aériennes et les racines des plantes sont séparées. Les parties racinaires sont lavées délicatement avec de l'eau du robinet puis avec de l'eau déionisée pour éliminer les particules de sol adhérentes et l'excès d'eau est épongé avec du papier absorbant. Les matériaux végétaux frais sont pesés pour la détermination de la biomasse fraîche puis sont séchés à l'étuve à 60 °C pendant 72 h jusqu'à un poids constant puis à nouveau pesés pour la détermination de la biomasse sèche et de la teneur en eau pondérale.

4.4.2 Teneurs en azote total et carbone organique

Les teneurs en azote total (N_{total}) et en carbone organique (C_{org}) (NF ISO13878 et NF ISO 10694) sont obtenues par combustion sèche d'une prise d'essai d'environ 7 mg de matériel végétal broyé à 250 μm (Vario MICRO CUBE, Elementar).

4.4.3 Teneurs en éléments majeurs et en traces dans les plantes

Les teneurs en éléments en traces et en éléments majeurs sont dosées par ICP-OES (iCAP 6300 Duo, Thermo Scientific) après digestion dans une solution de 2,5 ml d'acide nitrique (14,65 M) et 5 ml de peroxyde d'hydrogène (12,7 M) d'une prise d'essai de 50 mg de matériel végétal broyé à 250 μm en utilisant le système SCP Science (*DigiPREP MS*) (NF ISO 11446 et NF ISO 22036).

5 Traitements de données et analyses statistiques

Les données sont présentées sous forme de moyenne \pm écart-type. Les analyses statistiques ont été effectuées à l'aide d'un test T de Student ou d'une ANOVA suivie d'un test post hoc Tukey Honest Significant Difference (HSD) à un niveau de significativité de 0,05 lorsque les hypothèses paramétriques étaient respectées. Le test de Wilcoxon ou le test de Kruskal-Wallis à un niveau de significativité de 0,05 ont été utilisés lorsque les hypothèses paramétriques n'étaient pas satisfaites.

La visualisation de données par composante principales (ACP) et classification ascendante hiérarchique a été réalisée à l'aide des packages *FactoMineR* et *factoextra* (Lê et al., 2008; Wickham, 2016).

Les traitements statistiques ont été effectués à l'aide du logiciel RStudio (RStudio Team, 2020).

CHAPITRE III – Caractéristiques physico-chimiques des fractions grossières de sols très anthropisés : *proposition d'une typologie*

1 Introduction

Si les problématiques de connaissance et de gestion des sols très anthropisés sont clairement un enjeu, elles se complexifient encore au prisme des éléments grossiers. Bien que la démonstration de l'intérêt agronomique de la fraction grossière des sols ait été faite, il apparaît que son rôle dans le contexte très particulier des sols très anthropisés ne soient pas assez décrits et compris.

Nous avons vu dans l'état de l'art que les typologies utilisées pour catégoriser les éléments grossiers – notamment technogéniques – sont multiples et qu'elles sont fortement orientées par le contexte à partir duquel elles sont construites. Différentes bases typologiques sont ainsi proposées et il devient de ce fait compliqué de réaliser des comparaisons entre différentes études. Cela s'avère particulièrement difficile lorsque l'on s'intéresse aux propriétés des éléments grossiers technogéniques et à leur évolution temporelle dans les sols. Il s'avère alors nécessaire de construire une typologie *a priori* qui permette de poser clairement les bases de leur étude.

Dans ce chapitre, la viabilité et la pertinence de la typologie proposée seront testées et des propositions d'amendement seront apportées par confrontation avec l'expérience. A cet effet, les constituants de la fraction grossière d'un matériau terreux sélectionné dans un esprit d'étude de cas seront identifiés, décrits et caractérisés. Ces caractérisations s'appuieront sur des mesures de concentrations totales impliquant le broyage complet de l'échantillon (analyses élémentaires) et n'apportant pas d'informations sur la disponibilité à plus ou moins court terme des composés dosés.

Sur la base de ces premiers résultats, et par souci de généralité, des matériaux modèles seront sélectionnés au sein de la diversité des matériaux grossiers (naturels et technogéniques), puis décrits et caractérisés, afin de constituer un stock de matériaux calibrés (granulométrie, homogénéité, pureté) permettant de poursuivre plus avant la compréhension du rôle de ces derniers dans le fonctionnement des sols très anthropisés (Chapitre IV).

2 Étude de cas : fraction grossière issue d'un sol de friche industrielle

2.1 Nature et origine des constituants

Afin d'identifier les différents constituants de la fraction grossière (FG) du matériau terreux (MT) étudié, cette dernière a été lavée pour en retirer la terre fine adhérente (TFA). La distribution granulométrique du MT avant et après lavage a été déterminée ainsi que la proportion relative de TFA au sein de chaque classe granulométrique, à l'état initial et après lavage (Figure 19). A l'état initial, l'échantillon de MT a une masse de 87,4 kg (poids sec) et les proportions de terre fine (TF) et fraction grossière (FG) sont de respectivement 41,3 % et 58,6 %. Au sein de la FG, la classe granulométrique la plus représentée est la classe 16-31,5 mm (15,05 %) et la moins représentée est la classe 2-4 mm (9,21 %) ($16-31,5 > 8-16 > 4-8 > 31,5-63 > 2-4$). Après lavage de la FG, la TFA représente 11,9 % de la masse totale du MT ce qui correspondait initialement à 20,3 % de la masse initiale de la FG. Au sein de la FG, la proportion de TFA augmente avec la diminution en taille des classes granulométriques. Par ailleurs, l'ordre de représentation des classes granulométriques de la FG est légèrement modifié, les classes 4-8 et 31,5-63 mm échangeant leurs places. Finalement les proportions respectives de TF et de FG s'équilibrent à 53,3 % et 46,7 % après lavage.

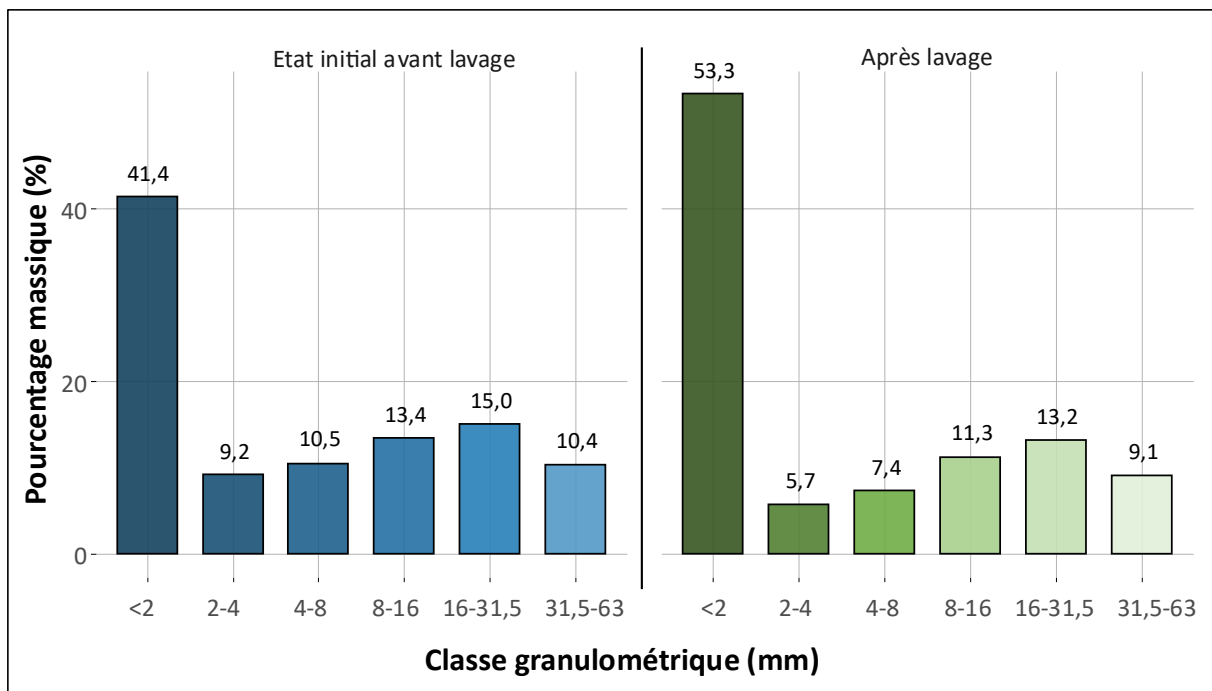


Figure 19. Distribution granulométrique des constituants de la fraction grossière du matériau terreux à l'état initial (partie gauche du graphique) et après lavage (partie droite du graphique).

Après retrait de la TFA, l'observation de la FG et l'identification de ses constituants sont facilitées. Sans considération des classes granulométriques ni des catégories de matériaux, la quasi-totalité (95,1 %) de la masse de la FG est minérale, les parties organiques (3,3 %) et organominérales (1,6 %) représentent le complément (Figure 20).

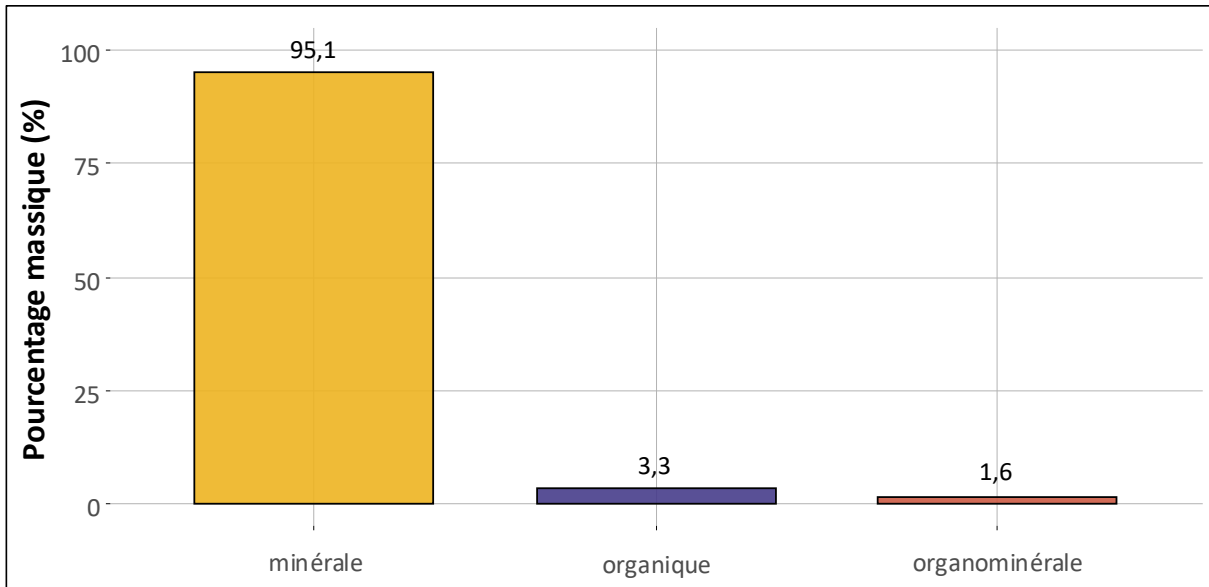


Figure 20. Répartition massique des constituants de la fraction grossière du matériau terreux selon leur nature minérale, organique ou organominérale.

La proportion de constituants minéraux diminue avec la taille des classes granulométriques (- 13,4 %) au profit d'une augmentation marquée des constituants organiques et organominéraux (x 5,6 et x 3 respectivement), indiquant alors une propension accrue à l'altération de ces derniers par rapport à ceux de nature minérale (Figure 21).

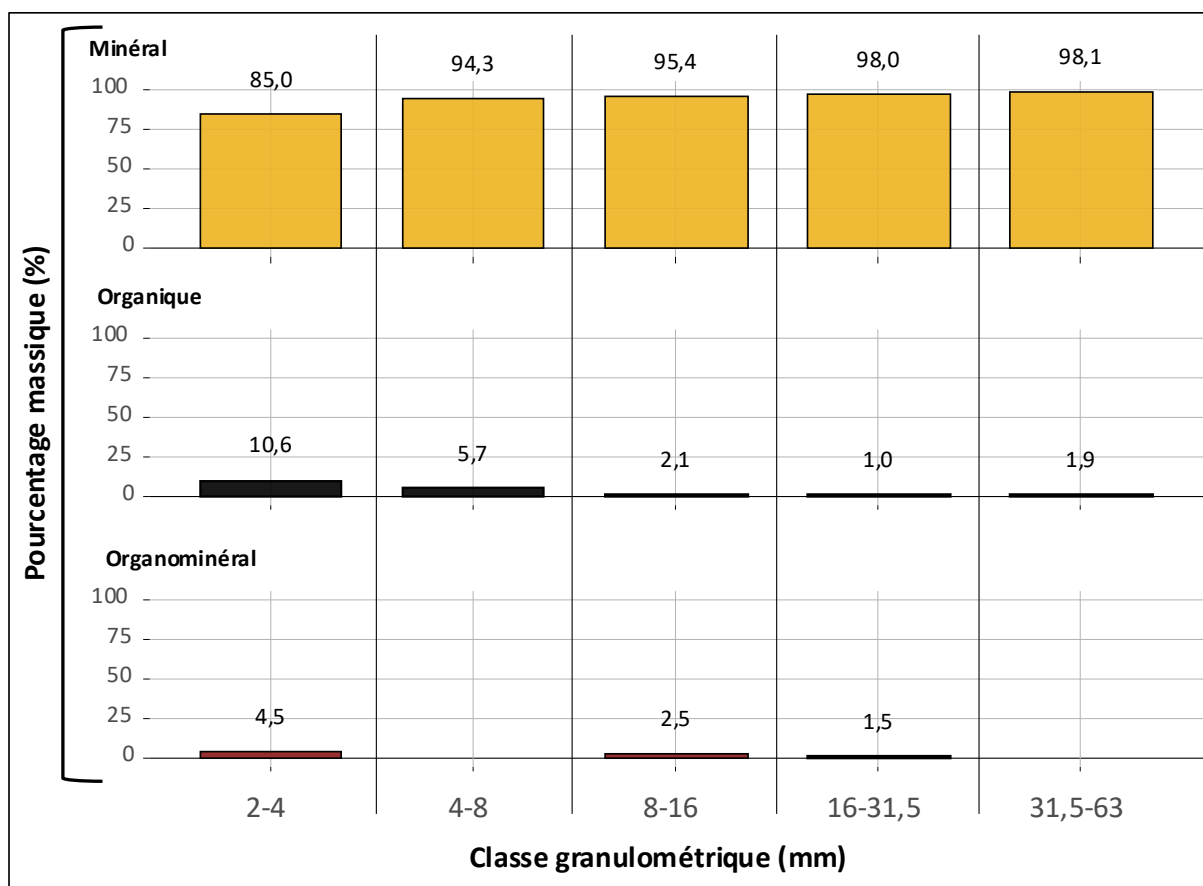


Figure 21. Répartition massique des constituants au sein des classes granulométriques de la fraction grossière du matériau terreux selon leur nature minérale, organique ou organominérale.

Selon la WRB, un sol présentant au moins 20 % d'artefacts – au sens d'objets manufacturés ou naturels fortement transformés ou déplacés par l'Homme – dans le premier mètre de sa profondeur, peut-être décrit comme appartenant au groupe de référence des Technosols (IUSS Working Group WRB, 2015; Schad, 2018). Le choix a été fait de séparer matériaux « anthropiques » et « technogéniques » dans les représentations graphiques, bien que ces deux types de matériaux soient tous les deux des artefacts. L'objectif est ici de séparer au sein de tous les matériaux identifiés les objets qui ont :

- une origine naturelle, *i.e.* leur mode de formation et leur présence dans le MT est le résultat de processus naturels ; il s'agit de matériaux naturels endogènes,
- une origine anthropique, *i.e.* leur mode de formation est le résultat de processus naturels, mais leur présence dans le MT est le résultat de processus anthropogéniques ; il s'agit de matériaux naturels exogènes (ou artefacts),
- une origine technogénique, *i.e.* leur mode de formation et leur présence dans le MT est le résultat de processus anthropogéniques ; il s'agit de matériaux technogéniques manufacturés en lien avec l'activité industrielle passée (ou artefacts).

Ici, 38,2 % de la masse de la FG est d'origine anthropique et technogénique, et 60,9 % d'origine naturelle (Figure 22).

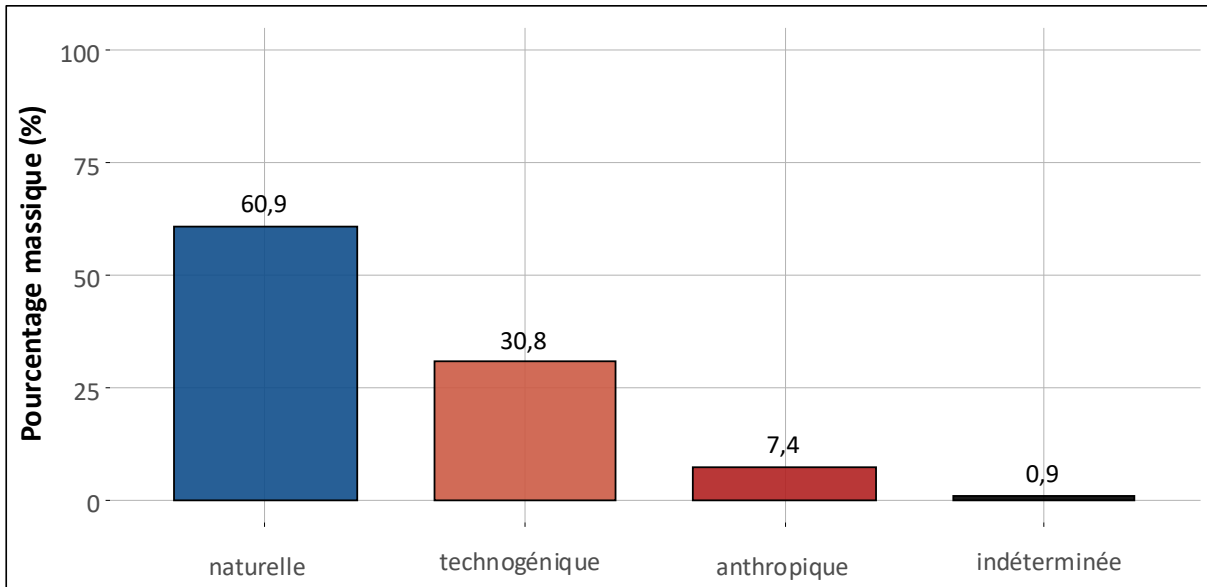


Figure 22. Répartition massique des constituants de la fraction grossière du matériau terreux selon leur origine naturelle, technogénique, anthropique ou indéterminée.

Les proportions de constituants d'origine technogénique sont les plus élevées dans les fractions 8-16, 4-8 et 16-31,5 mm où ils représentent plus de 30 % de la masse du MT (37,6 % > 32,6 % > 32,1 % respectivement) (Figure 23). On notera également que la proportion de constituants d'origine anthropique augmente avec la diminution de la taille des particules, cela indiquerait alors que ces matériaux ont une propension à l'altération plus élevée ou alors que leur taille était déjà réduite au moment de leur insertion dans le sol.

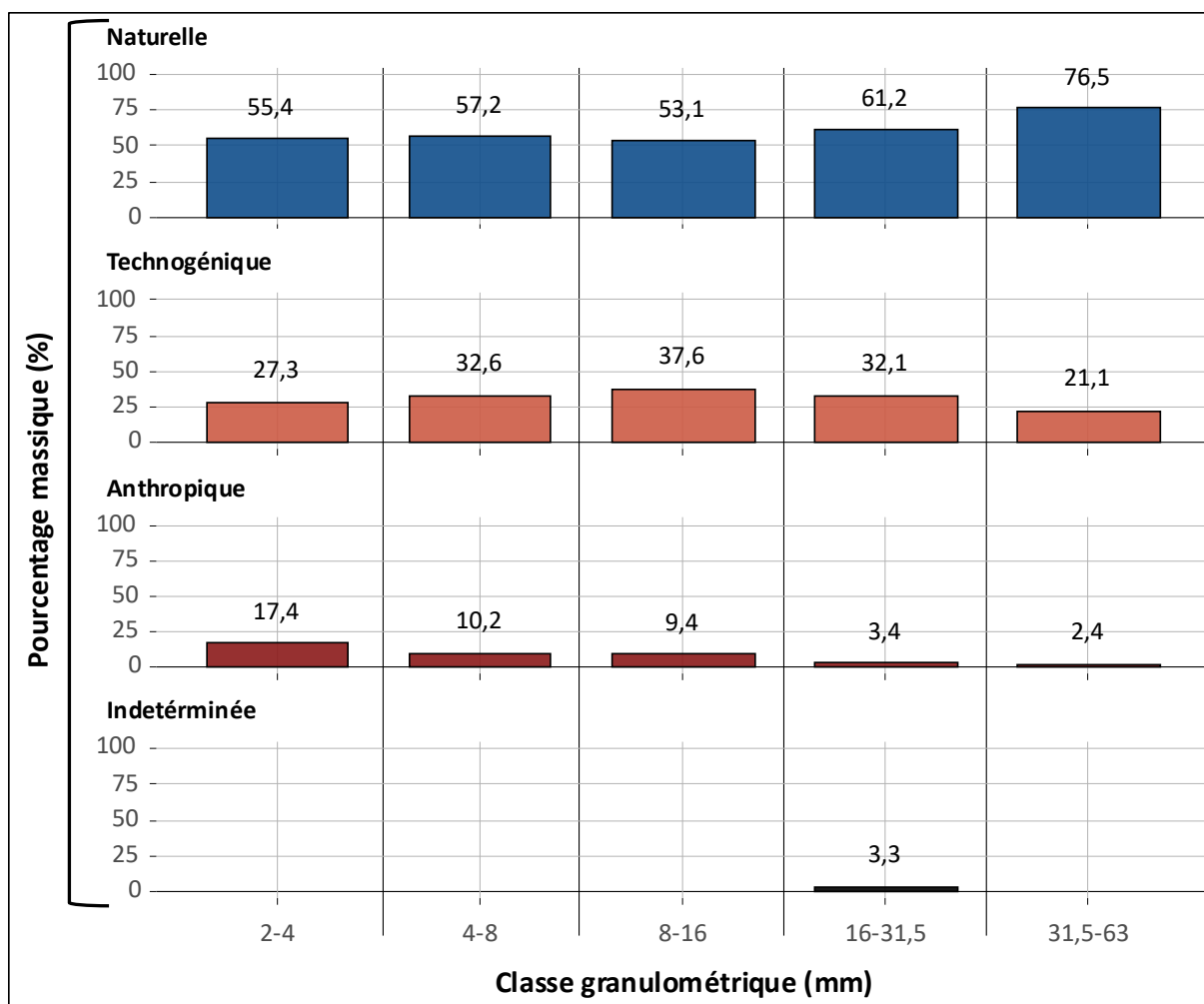


Figure 23. Répartition des éléments au sein des classes granulométriques de la fraction grossière du matériau terreux selon leur origine naturelle, technogénique, anthropique ou indéterminée.

2.2 Nature des fractions grossières et contribution aux différentes classes granulométriques

Les catégories de matériaux les plus représentées en masse au sein de la FG sont le calcaire (59,8 %) et le laitier (23,8 %) (Figure 24) et représentent à eux deux respectivement 98,3 % de la masse des constituants d'origine naturelle et 77,5 % de la masse des constituants d'origine technogénique.

Au sein des constituants minéraux :

- les éléments granitiques (3,2 %) et les minerais de fer (ou magnétite) (2,1 %) sont d'origine anthropique,
- le métal (3,5 %) et les matériaux de constructions (bétons 0,5 % ; terres cuites 0,1 % ; verre 0,001 %) sont d'origine technogénique,
- les os et fossiles (1 %) sont d'origine naturelle,
- enfin 0,9 % sont d'origine indéterminée.

Parmi, les constituants organiques :

- le coke (1,2 %) et les plastiques (0,009 %) sont d'origine technogénique,

- le charbon fossile (2,1 %) est d'origine anthropique,
- le bois (0,006 %) est d'origine naturelle.

Enfin, les scories (1,6 %) – de nature organominérale (éléments minéraux souillés, ou présentant des inclusions organiques) – sont d'origine technogénique.

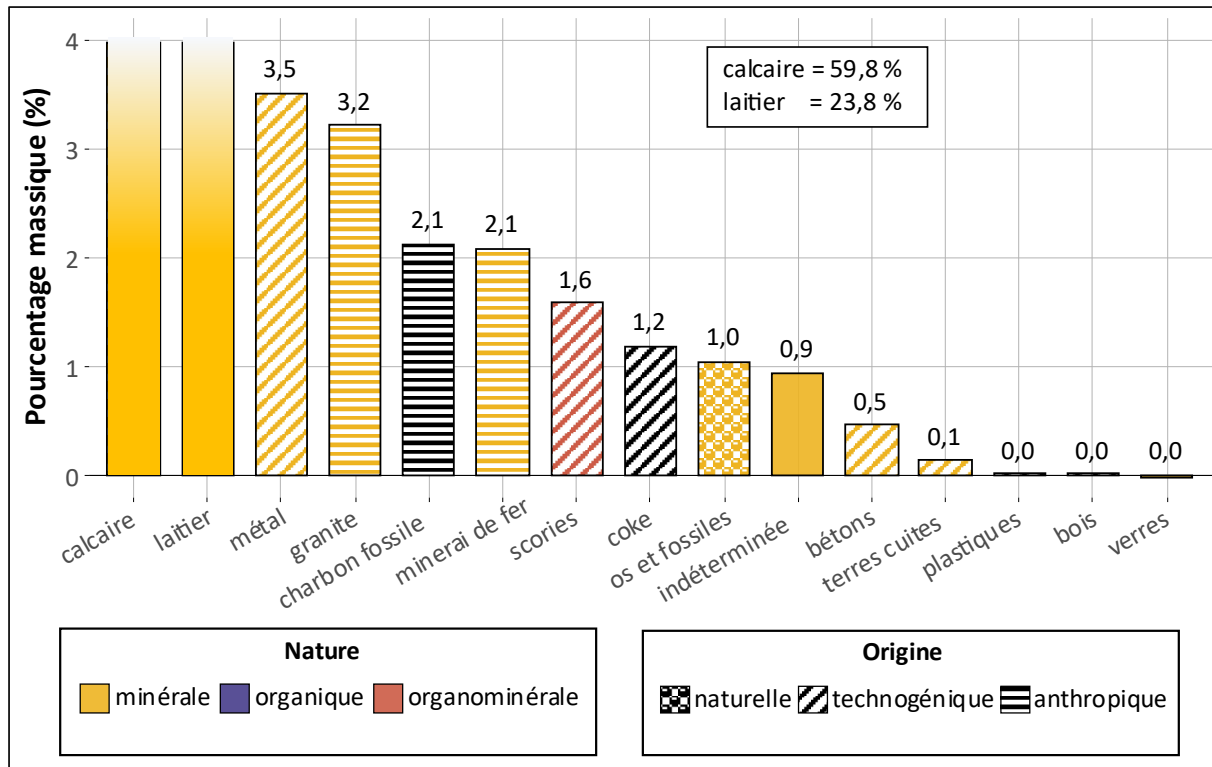


Figure 24. Proportions massique (%) des constituants de la fraction grossière du matériau terreux en fonction de leur nature et de leur origine. L'axe des ordonnées est coupé afin de faciliter la visualisation de la figure.

Les catégories de matériaux telles que le calcaire, le laitier, les éléments granitiques, le minerai de fer et le coke sont présentes dans toutes les classes granulométriques, alors que certaines ne sont retrouvées que dans une seule classe granulométrique (Figure 25).

C'est le cas par exemple pour les bétons (1,9 %) présents uniquement au sein de la classe 8-16 mm, et les verres (0,01 %), plastiques (0,1 %) et le bois (0,1 %) présents uniquement au sein de la classe 2-4 mm. Les constituants métalliques sont présents dans toutes les classes à l'exception de la plus grande (31,5-63 mm). Les os & fossiles, les terres cuites ainsi que le charbon fossile sont présents au sein des 3 premières classes granulométriques (2-16 mm) et les proportions de ces deux derniers augmentent avec la diminution de la taille des particules. Les scories n'ont pu être identifiées qu'au sein des classes 2-4, 8-16 et 16-31,5 mm. Les proportions de calcaire diminuent avec la taille des classes granulométriques (-26,7 %) et celles du laitier sont les plus élevées dans les classes 4-8 et 16-31,5 mm.

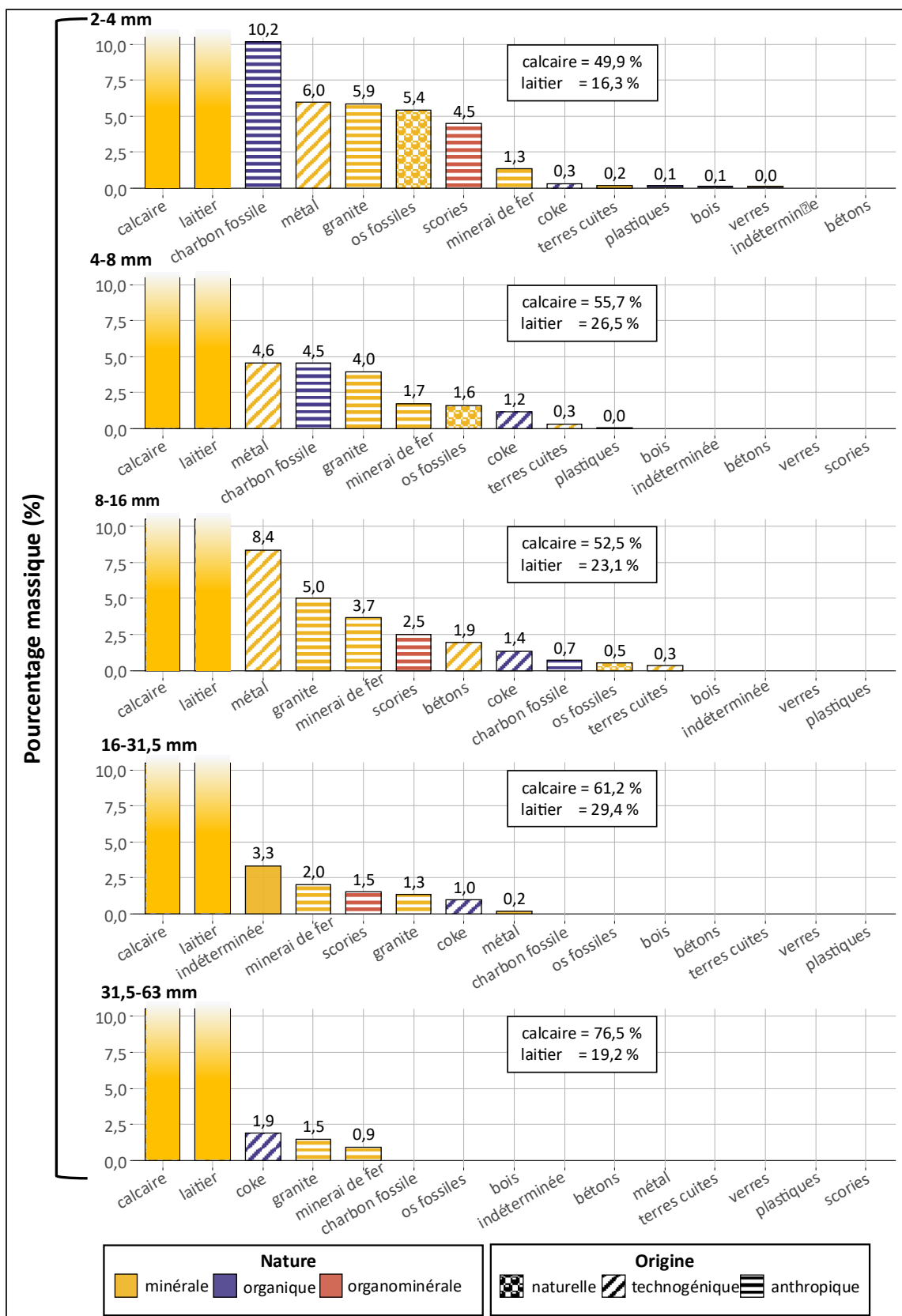


Figure 25. Proportion massique (%) des constituants de la fraction grossière du matériau terreux répartis au sein des classes granulométriques en fonction de leur nature et de leur origine. L'axe des ordonnées est coupé afin de faciliter la visualisation de la figure.


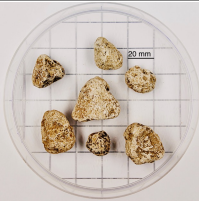
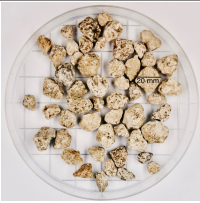


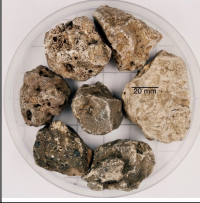
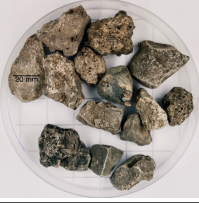



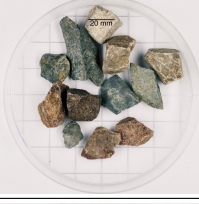




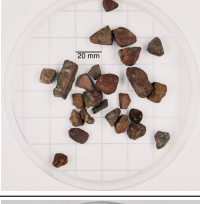
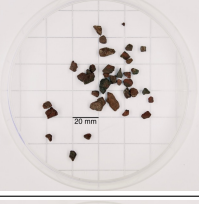
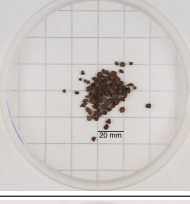
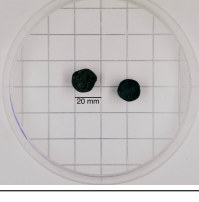
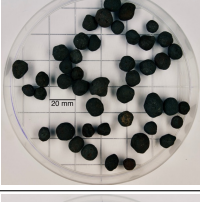
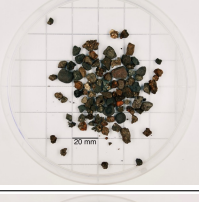

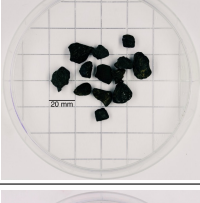




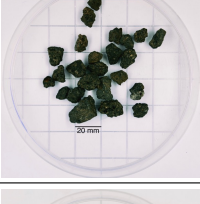
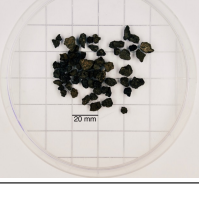
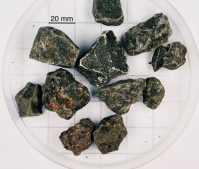
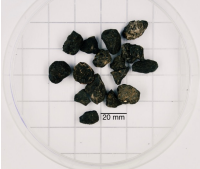
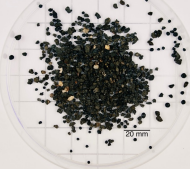
Catégories de matériaux	31,5-63 mm	16-31,5 mm	8-16 mm	4-8 mm	2-4 mm
calcaire					
laitier					
éléments granitiques					
minerais de fer					
éléments métalliques					
charbon fossile					
coke					
scories					

Figure 26. Clichés des huit principales catégories de matériaux identifiées au sein de la fraction grossière du matériau terreux organisées par classes granulométriques. Les quantités de matériaux dans les boîtes de pétri ne sont pas proportionnelles à leur occurrence au sein du matériau terreux. Fraction grossière « Calcaire ».

Le calcaire est un matériau minéral naturel appartenant à la classe des roches sédimentaires dont les fragments anguleux de couleur jaune/ocre présentent des faciès et cortex d'altération marqués (zones blanchâtres au niveau des arrêtes et des faces). Il s'agit d'une classe de matériau dont les constituants présentent des caractéristiques morphologiques très homogènes en fonction la taille des particules, rendant ainsi leur identification assez aisée (Figure 26). Les fragments ne présentent pas de macroporosité et leur masse volumique n'évolue pas avec la taille des particules (Tableau 25).

Tableau 25. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « calcaire » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique ($g\ cm^{-3}$)
2-4	2,77 \pm 0,00 a
4-8	2,77 \pm 0,00 a
8-16	2,77 \pm 0,01 a
16-31,5	2,79 \pm 0,01 a
31,5-63	2,77 \pm 0,03 a

2.2.1 Fraction grossière « Laitier »

Le laitier est un matériau de nature minérale et d'origine technogénique appartenant à la classe des scories métallurgiques. Le terme laitier désigne donc des scories métallurgiques qui peuvent être regroupées en trois catégories selon leur mode de formation (laitier de haut fourneau, laitier d'aciérie électrique, laitier d'aciérie de conversion). Ces types de laitiers présentent des compositions *a priori* différentes en lien avec leur mode de formation (Monsérié, 2009). Dans le cas présent, les constituants identifiés comme « laitier » pourraient appartenir à l'une des trois catégories mentionnées plus haut du fait de la conduite passée de ces trois activités métallurgiques sur le site de la SMN. Les seuls critères morphologiques ne permettant pas de discriminer à un tel niveau de détail les constituants de cette classe, une hétérogénéité morphologique et de composition est attendue. Les laitiers sont des objets dont la morphologie ne laisse qu'assez peu de doute quant à leur origine technogénique, rendant ainsi leur identification assez aisée. En termes morphologiques, les fragments sont majoritairement anguleux et présentent une hétérogénéité marquée de forme, d'aspect, de porosité et de couleur (multiples teintes de gris et de rouille) (Figure 26). La masse volumique des fragments oscille entre $2,49\ g\ cm^{-3}$ (classe 31,5-63 mm) et $3,08\ g\ cm^{-3}$ (classe 2-4 mm) ce qui concorde avec les observations d'hétérogénéité des fragments notamment en termes de porosité (Tableau 26).

Tableau 26. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « laitier » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique ($g\ cm^{-3}$)
2-4	3,08 \pm 0,04 a
4-8	2,88 \pm 0,01 bc
8-16	3,02 \pm 0,01 ab
16-31,5	2,87 \pm 0,00 cd
31,5-63	2,49 \pm 0,01 d

2.2.2 Fraction grossière « Éléments granitiques »

Les éléments granitiques sont des matériaux minéraux naturels issus de roches magmatiques. Leur origine est supposée anthropique en raison de leur hétérogénéité et du contexte géologique calcaire du site de la SMN. De couleur majoritairement foncée, du gris au grenat, les fragments sont anguleux à arêtes vives et les faces présentent une texture grenue caractéristique (inclusions de quartz, peu altérés) (Figure 26). Ils ne présentent pas de macroporosité et leur hétérogénéité de couleur témoigne de leurs différences minéralogiques et justifie leur regroupement sous l'intitulé « éléments granitiques ». Leur masse volumique n'est pas constante entre classes granulométriques allant de 2,73 $g\ cm^{-3}$ pour la classe 4-8 mm à 3,22 $g\ cm^{-3}$ pour la classe 2-4 mm (Tableau 27). Ce résultat traduit l'hétérogénéité des constituants regroupés sous cet intitulé. Par ailleurs, il est également possible que des éléments n'appartenant pas à cette classe de matériau y aient été assignés par erreur, notamment pour la classe granulométrique 2-4 mm au sein de laquelle la taille rend l'identification difficile. Il est donc attendu une hétérogénéité de composition des éléments au sein de cette classe.

Tableau 27. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « éléments de type granitique » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique ($g\ cm^{-3}$)
2-4	3,22 \pm 0,05 c
4-8	2,73 \pm 0,02 a
8-16	2,86 \pm 0,02 b
16-31,5	2,78 \pm 0,00 a
31,5-63	2,93 \pm 0,01 b

2.2.3 Fraction grossière « Minerai de fer »

Le minerai de fer est une roche minérale d'origine naturelle. Les éléments en présence pourraient être de la magnétite. Son origine est anthropique en raison de la nécessité d'excavation et de transport de ce matériau, ainsi que du contexte géologique calcaire du site de la SMN. Les fragments sont très homogènes morphologiquement et en termes de couleur (rouge foncé) entre classes granulométriques. Ils sont par ailleurs tous attirés par le passage d'un aimant (Figure 26). Ils présentent pour la plupart des cortex d'altération marqués et leur masse volumique est relativement constante entre les classes 4 à 63 mm et

particulièrement élevé dans la classe 2-4 mm (Tableau 28). Cette différence pourrait s'expliquer par une richesse en fer élevée au sein de cette classe (masse volumique du fer = 7,874 g cm³) ou à l'inclusion dans cette catégorie de matériaux métalliques plus denses dont la morphologie ne permet pas la discrimination.

Tableau 28. Masse volumique (g cm⁻³) de la fraction grossière « minerai de fer » en fonction des classes granulométriques (moyenne ± écart-type ; n = 3). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p-value < 0,05).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique (g cm ⁻³)
2-4	8,17 ± 5,41 a
4-8	4,95 ± 0,19 a
8-16	4,12 ± 0,03 a
16-31,5	3,98 ± 0,00 a
31,5-63	4,23 ± 0,02 a

2.2.4 Fraction grossière « Éléments métalliques »

Les éléments regroupés sous la classe « éléments métalliques » sont de nature minérale et d'origine technogénique. De couleur gris foncé, les éléments sont sphéroïdes au sein des classes 8 à 31,5 mm puis sont à l'état fragmenté dans les classes 2 à 8 mm. La morphologie particulière des éléments au sein des classes 8 à 31,5 mm rappelle celle des boulettes sidérurgiques qui sont un conditionnement sphérique de minerai de fer enrichi. Dans les deux plus petites classes granulométriques, les fragments ont un aspect altéré et leur forme rappelle celle des fragments des classes supérieures (Figure 26). Des tâches de rouille sont présentes au sein de toutes les classes et particulièrement dans les deux plus petites. Par ailleurs, tous les fragments retrouvés sont fortement attirés lors du passage d'un aimant et ne présentent pas de macroporosité. La masse volumique de ces éléments varie entre 4,16 g cm⁻³ (classe 4-8 mm) et 6,7 g cm⁻³ (classe 16-31,5 mm) (Tableau 29). Il semble y avoir une tendance à la diminution de la masse volumique avec la diminution de la taille, bien que cela ne soit pas observé pour la classe la plus petite (2-4 mm). Cette diminution pourrait être liée à l'apparition d'une microporosité non visible à l'œil nu et mise au jour à la suite de l'altération des fragments. Par ailleurs, il est possible que des éléments n'appartenant pas à cette classe de matériau et non directement issus de la fragmentation des éléments des classes granulométriques supérieures y aient été attribués par erreur.

Tableau 29. Masse volumique (g cm⁻³) de la fraction grossière « éléments métalliques » en fonction des classes granulométriques (moyenne ± écart-type ; n = 3). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p-value < 0,05).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique (g cm ⁻³)
2-4	4,68 ± 0,10 a
4-8	4,16 ± 0,04 b
8-16	5,12 ± 0,01 c
16-31,5	6,7 ± 0,21 d
31,5-63	absence

2.2.5 Fraction grossière « Charbon fossile »

Le charbon fossile est un matériau organique naturel appartenant à la classe des roches sédimentaires carbonées dont la présence traduit l'origine anthropique. Les éléments regroupés sous cette classe peuvent être de l'antracite, de la houille ou bien du lignite par exemple, dont les caractéristiques morphologiques semblables ne permettent pas leur distinction précise. Il est donc possible d'observer une hétérogénéité de composition. Les fragments anguleux de couleur noire et non friables présentent des arêtes vives et des faces brillantes (Figure 26). Les fragments ne présentent pas de macroporosité et leur morphologie est très homogène entre les 5 classes granulométriques. La masse volumique des éléments varie peu entre les classes granulométriques (Tableau 30).

Tableau 30. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « charbon fossile » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique ($g\ cm^{-3}$)
2-4	1,44 \pm 0,03 ab
4-8	1,42 \pm 0,05 a
8-16	1,53 \pm 0,01 b
16-31,5	absence
31,5-63	absence

2.2.6 Fraction grossière « Coke »

Le coke est un matériau organique d'origine technogénique issu de la pyrolyse du charbon et dont la présence dans le MT est en cohérence avec l'activité métallurgique passée du site. Les fragments sont homogènes entre classes granulométriques en termes de morphologie et de couleur (gris foncé/noir) et présentent une forte macroporosité (Figure 26). La masse volumique des fragments varie entre 2,94 $g\ cm^{-3}$ (classe 2-4 mm) et 1,71 $g\ cm^{-3}$ (classe 16-31,5 mm) (Tableau 31).

Tableau 31. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « coke » en fonction des classes (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique ($g\ cm^{-3}$)
2-4	2,94 ($n = 1$)
4-8	1,93 \pm 0,02 bc
8-16	2,01 \pm 0,03 ab
16-31,5	1,71 \pm 0,01 c
31,5-63	2,02 \pm 0,01 a

2.2.7 Fraction grossière « Scories »

Les éléments regroupés sous la classe des « scories » semblent être de nature organominérale et d'origine très probablement technogénique. Si ces scories présentent des caractéristiques morphologiques similaires à celles du laitier (hétérogénéité morphologique, de couleur, d'aspect et de porosité), elles présentent en plus des inclusions d'éléments noir brillant s'apparentant à du goudron (Figure 26). Leur masse volumique

varie modérément et de manière analogue à ce qui est observé avec le laitier (hétérogénéité de porosité), ce qui était attendu (Tableau 32).

Tableau 32. Masse volumique ($g\ cm^{-3}$) de la fraction grossière « scories » en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Classe granulométrique (mm)	Masse volumique ($g\ cm^{-3}$)
2-4	3,43 \pm 0,21 a
4-8	2,79 \pm 0,05 b
8-16	absence
16-31,5	2,57 \pm 0,00 c
31,5-63	absence

2.2.8 Bilan

Le MT étudié provient d'un andain formé par l'assemblage de terres excavées lors de multiples travaux de réhabilitation du site de la SMN. Il constitue alors un matériau composite représentatif de la réalité des sols de ce site. La typologie proposée *a priori* dans le cadre de l'état de l'art a été mise en œuvre et a su prouver son efficacité pour identifier les constituants de la FG de ce MT, à l'exception d'un pourcentage assez faible de matériaux de nature minérale dont l'origine n'a pas pu être déterminée (0,9 %). Elle permet ainsi de regrouper les fractions observées au sein de classes morphologiquement assez homogènes en prenant en compte la quasi-totalité des matériaux.

L'information majeure à retenir de ce travail repose dans le fait que les origines des constituants de la FG sont fortement liées au type d'activité industrielle conduite et aux conditions géologiques du site de la SMN. La présence de calcaire concorde avec le fait qu'il s'agit de la roche mère des sols du site, et la présence de minerai de fer, de coke, de charbon fossile et de laitier est le résultat de la conduite d'une activité métallurgique durant plusieurs années. La très faible présence de matériaux tels que le verre, le plastique et les matières végétales (bois) témoigne de l'activité industrielle du site de la SMN quasiment non affectée par l'activité urbaine voisine. De plus, la très faible présence de matériaux de construction pourrait s'expliquer par leur évacuation lors des travaux de déconstruction sur le site, et/ou une origine assez profonde des matériaux excavés.

2.3 Composition des constituants principaux de la fraction grossière

Compte tenu des quantités de matériaux effectivement récupérés au sein des différentes classes granulométriques, seule une sélection de ces derniers a pu être soumise à un jeu de caractérisations physico-chimiques. Ainsi, seule la masse volumique a été déterminée pour la totalité des catégories de matériaux identifiés.

Parmi toutes les catégories de matériaux à disposition, seuls la terre fine, la terre fine adhérente, le calcaire, le laitier, les éléments granitiques, le minerai de fer, le métal, le charbon fossile, le coke et les scories ont pu être soumis aux caractérisations suivantes :

- détermination des teneurs pseudo-totales en éléments majeurs et en traces par minéralisation à l'eau régale.
- détermination des teneurs totales en azote, carbone et carbone organique par combustion sèche.

Les teneurs en éléments ont été mesurées sur la TF, la TFA et les cinq classes granulométriques (lorsque disponibles) des huit catégories principales de matériaux de la FG (Tableau 52). Bien qu'il ne s'agisse pas d'analyses minéralogiques, ces teneurs peuvent donner une bonne approximation de la composition des constituants de la FG. Le dosage de ces éléments au sein des différentes classes granulométriques de chaque matériau doit permettre d'apprécier la qualité du tri effectué, mais aussi d'identifier les facteurs de variabilité pouvant être à l'origine des hétérogénéités observées. Au-delà, ces données peuvent être utilisées pour proposer une nouvelle classification, non pas basée sur la morphologie des constituants mais sur leur composition chimique.

2.3.1 Constitution de groupes de matériaux – Analyse en composantes principales

Une analyse en composantes principales (ACP) permet d'appréhender les ressemblances/dissembances entre les individus d'un jeu de données. Par ailleurs, la catégorisation à l'aide de variables qualitatives illustratives permet également de visualiser la variabilité portée par les huit constituants principaux de la FG du matériau terreux (Figure 27). Le jeu de données testé contient 36 individus et 9 variables quantitatives et 4 variables qualitatives illustratives (matériau, nature, origine et classe granulométrique).

Les 2 premiers axes de l'ACP expliquent **62,9 %** de la variabilité totale du jeu de données. La probabilité critique du test de Wilks indique que la variable qualitative **matériau** est celle dont les modalités séparent au mieux les individus dans le plan (p -value = $3,26e^{-11}$).

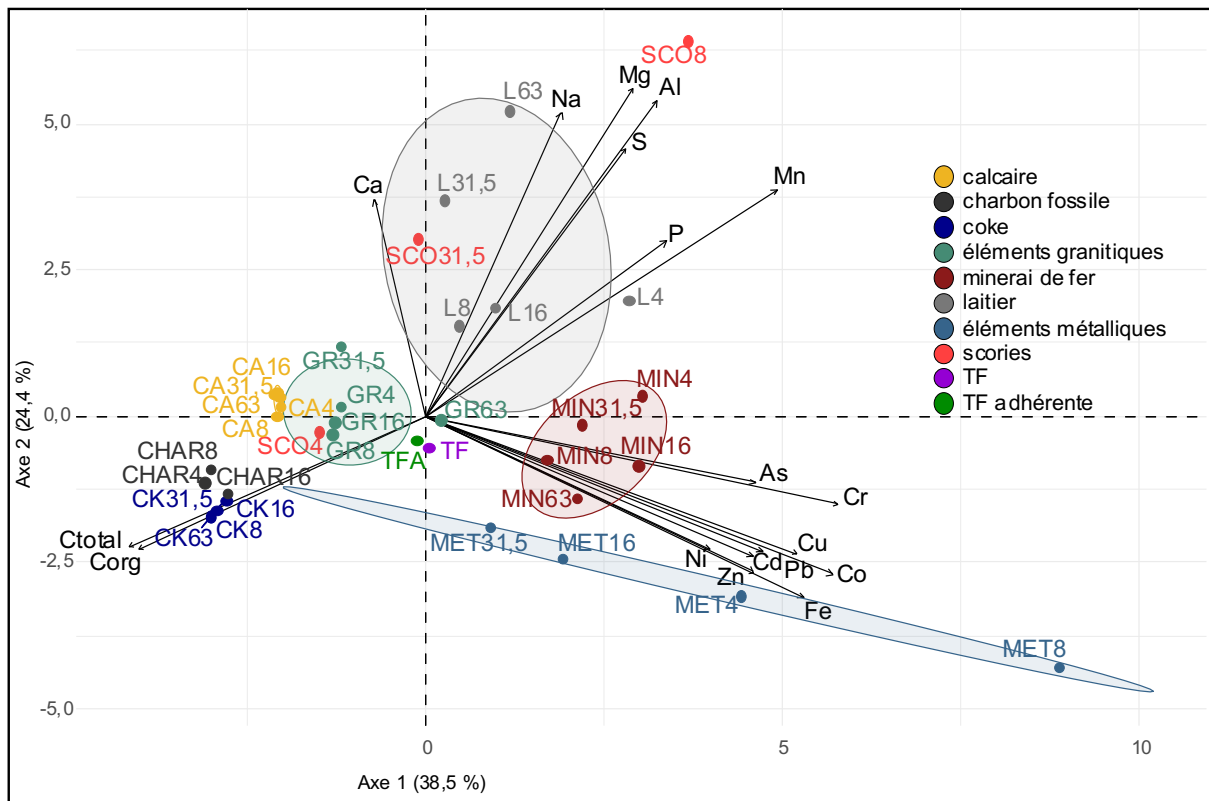


Figure 27. Analyse en composantes principales. Projections des individus et des variables dans le plan de l'ACP. Les axes 1 et 2 expliquent respectivement 38,5 et 24,4 % de la variance du jeu de données. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minerai de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente. Le nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm.

Le long de l'axe 2 le **laitier** forme un groupe assez étalé sur le haut du graphique qui traduit une variabilité prononcée entre classes granulométriques 2-4 mm, 8 à 16 mm et 16 à 63 mm. Sur la gauche du graphique, le **charbon fossile** et le **coke** présentent une faible variabilité pour les paramètres testés et se démarquent surtout par leur teneur en carbone très élevée. Le **calcaire** forme un groupe très homogène caractérisé notamment par des teneurs en Ca élevées. Les **éléments métalliques** et le **minerai de fer** forment deux groupes distincts mais relativement proches, caractérisés notamment par leurs teneurs élevées en Fe et en éléments en traces. Les **éléments métalliques** forment un groupe très étalé le long de l'axe 1 indiquant une grande variabilité pour ce groupe. Le **minerai de fer** qui présentait a priori une homogénéité de morphologie présente ici une certaine hétérogénéité de composition. Les **éléments granitiques** forment un groupe légèrement étalé au centre du graphique indiquant une hétérogénéité de composition pour les deux fractions granulométriques les plus grandes (16-31,5 et 31,6-63 mm). Enfin, les **scories** sont dispersées dans le plan, ce qui indique une forte hétérogénéité probablement due à des différences en termes de nature de constituants. En effet, les scories 2-4 mm sont fortement corrélées à des teneurs élevées en carbone ce que ne sont pas les deux autres classes 4-8 et 16-31,5 mm, qui sont plutôt corrélées à des teneurs élevées en Al, Mg, P et S.

2.3.2 Constitution de groupes de matériaux – Classification ascendante hiérarchique

Une classification ascendante hiérarchique (CAH) est réalisée sur le résultat de l'ACP afin de former des groupes d'individus semblables sur la base de leurs caractéristiques chimiques (Figure 28). Il s'agit d'une méthode de classification itérative dont le principe est basé sur le calcul de dissimilarité entre individus. Par exemple, la distance entre individus disposés dans un plan euclidien dans le cadre d'une ACP. A chaque itération, les individus ou classes d'individus les plus proches – dont la dissimilarité est minimale – sont agrégés en une classe. Le processus est répété jusqu'à ce qu'une seule classe contienne l'ensemble des individus à la racine. La CAH entraîne la production d'un arbre binaire appelé dendrogramme représentant une hiérarchie de partitions en classes. Le dendrogramme est alors coupé au niveau de partitions minimisant la perte d'inertie, c'est-à-dire conservant au maximum la quantité d'information contenue par le jeu de données.

Dans le cas présent (Figure 28), la partition automatique du dendrogramme en 6 classes correspond à une conservation optimale de l'information présente dans le jeu de données. La CAH permet de définir pour chaque partition – c'est-à-dire à chaque embranchement – les variables caractéristiques des classes formées. Chaque classe est ainsi caractérisée par des variables dont les moyennes intraclasse sont statistiquement différentes des moyennes de ces mêmes variables dans l'ensemble du jeu de données. Par exemple, le premier embranchement à la racine (en haut du dendrogramme) sépare les classes 1 et 2 des classes 3, 4, 5 et 6. Cette première partition renseigne sur le fait que les individus regroupés dans les classes 1 et 2 présentent pour C_{org} , C_{total} et Ca des moyennes significativement supérieures aux moyennes de ces variables dans le jeu de données global. A l'opposé, les individus regroupés dans les groupes 3, 4, 5 et 6 présentent pour C_{org} , C_{total} et Ca des moyennes significativement inférieures aux moyennes de ces variables dans le jeu de données. Toujours à ce niveau de partition, le raisonnement inverse est appliqué pour les teneurs en Mg, Fe, Zn et P. Enfin, la CAH permet également de définir pour chaque classe un **parangon** – c'est-à-dire l'individu le plus proche du barycentre de la classe, donc le plus représentatif de la classe – et un **individu caractéristique** – c'est-à-dire l'individu le plus éloigné du barycentre de toutes les autres classes, donc le plus typique de la classe.

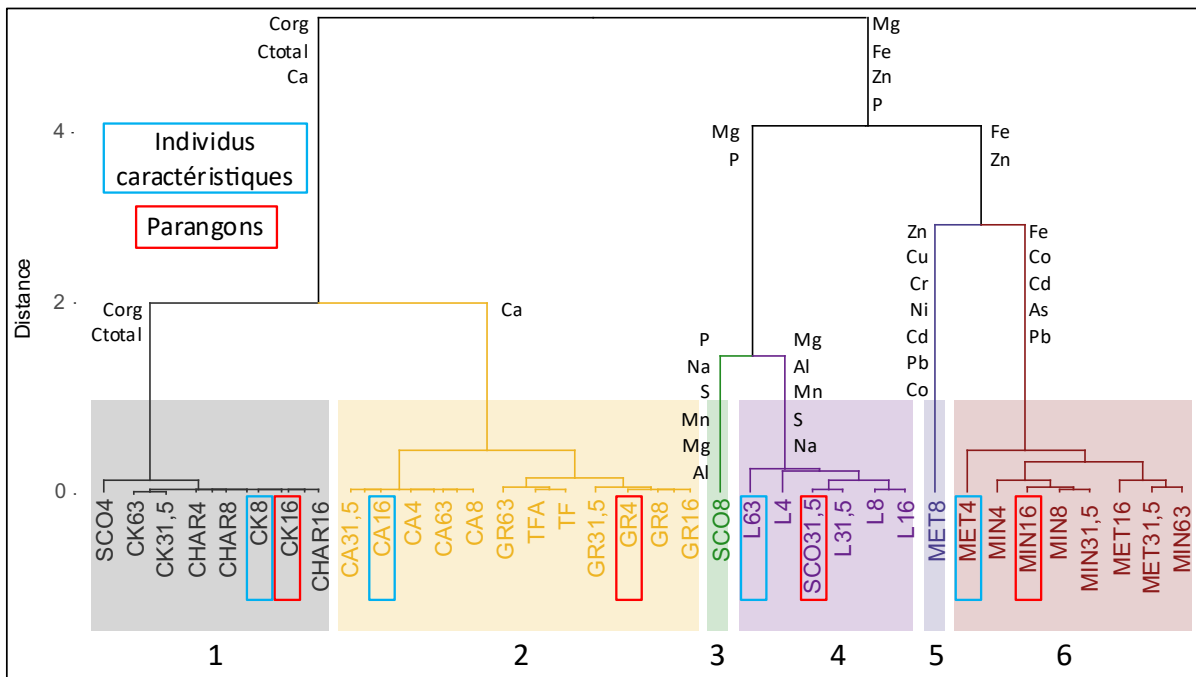


Figure 28. Classification ascendante hiérarchique : dendrogramme des clusters formés à partir des résultats de sortie de l'ACP. Les individus parangons sont entourés de rouge et les individus caractéristiques des classes sont entourés de bleu. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minéral de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente. Le nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm.

Les six classes suivantes peuvent être formées :

- **Classe 1** : formée par des constituants de nature majoritairement **organique** tels que le **coke** et **charbon fossile** ainsi que la classe 2-4 mm des **scories**. Elle est caractérisée par des teneurs élevées en C_{org} et C_{total} et des teneurs faibles en Mg, Al, Mn, Ca, Fe, Cd et Co.
Le parangon de cette classe correspond à la classe 8-16 mm du coke (CK16) et l'individu caractéristique à la classe 4-8 mm du coke (CK8).
- **Classe 2** : formée par des constituants de nature **minérale** et de formation majoritairement **naturelle** tels que le **calcaire**, les **éléments granitiques** et les **terres fines**. Elle est caractérisée par des teneurs élevées en Ca et des teneurs faibles en Mg, Al, Mn, S et Na.
Le parangon de cette classe correspond à la classe 2-4 mm des éléments granitiques (GR4) et l'individu caractéristique à la classe 8-16 du calcaire (CA16).
- **Classe 3** : formée par une seule fraction, la classe 4-8 mm des **scories** (SCO8). Elle se distingue par des teneurs élevées en P, Na, S, Mn, Mg et Al.
- **Classe 4** : formée par des constituants principalement **minéraux** et d'origine **technogénique** tels que le **laitier** et la classe 16-31,5 mm des **scories**. Elle est caractérisée par des teneurs élevées en Mg, Al, Mn, S et Na.
Le parangon de cette classe correspond à la classe 16-31,5 mm du laitier (L31,5) et l'individu caractéristique à la classe 31,5-63 mm du laitier (L63).

- **Classe 5** : formée par une seule fraction, la classe 4-8 mm des **éléments métalliques**. Elle est par conséquent caractérisée par des teneurs élevées en Zn, Cu, Cr, Ni, Cd, Pb et Co.
- **Classe 6** : formée par des constituants de nature **minérale** et d'origine **anthropique** et **technogénique** tels que le **minerai de fer** et les classes 2-4 et 8 à 16 mm des **éléments métalliques**. Elle est caractérisée par des teneurs élevées en Fe, Co, Cd, As et Pb, et des teneurs faibles en Ca, C_{total} et Na.
Le parangon de cette classe correspond à la classe 8-16 mm du minerai de fer (MIN16) et l'individu caractéristique à la classe 2-4 des éléments métalliques (MET4).

Il faut noter que la CAH forme des classes analogues à celles initialement proposées dans la typologie tout en effectuant également des regroupements d'individus semblables. Ainsi le coke, le charbon fossile et les scories 2-4 forme une classe « organique » (1). Le calcaire, les éléments granitiques forment une classe « minérale », de formation « naturelle » (2). Les scories 4-8 et 16-31,5 et le laitier forment deux classes « minérale technogénique » (3 et 4). Les éléments métalliques et le minerai de fer forment deux classes « minérale métallique » (5 et 6). Ces analyses ne mettent pas évidence la présence de matériaux de nature organominérale au sein des constituants grossiers. L'intitulé initial de *scories organominérales* ne traduit pas convenablement la réalité des objets qui ont été attribués à cette classe de matériaux. Les scories – à l'exception des scories 2-4 – et le laitier apparaissent finalement très semblables puisque la classe 31,5-63 mm des scories est intégrée à la classe 4 contenant le laitier. Par ailleurs, au niveau supérieur, les classes 3 (scories 4-8 mm) et 4 sont réunies en une classe unique. En d'autres termes, les scories 2-4 s'apparentent plus à des matériaux de nature organique analogues au charbon et au coke, et les scories 4-8 et 16-31,5 s'apparentent à des scories métallurgiques de nature minérale analogues au laitier.

Sur cette base, des profils types de composition chimique globale des classes néoformées peuvent être déduits (Figure 29).

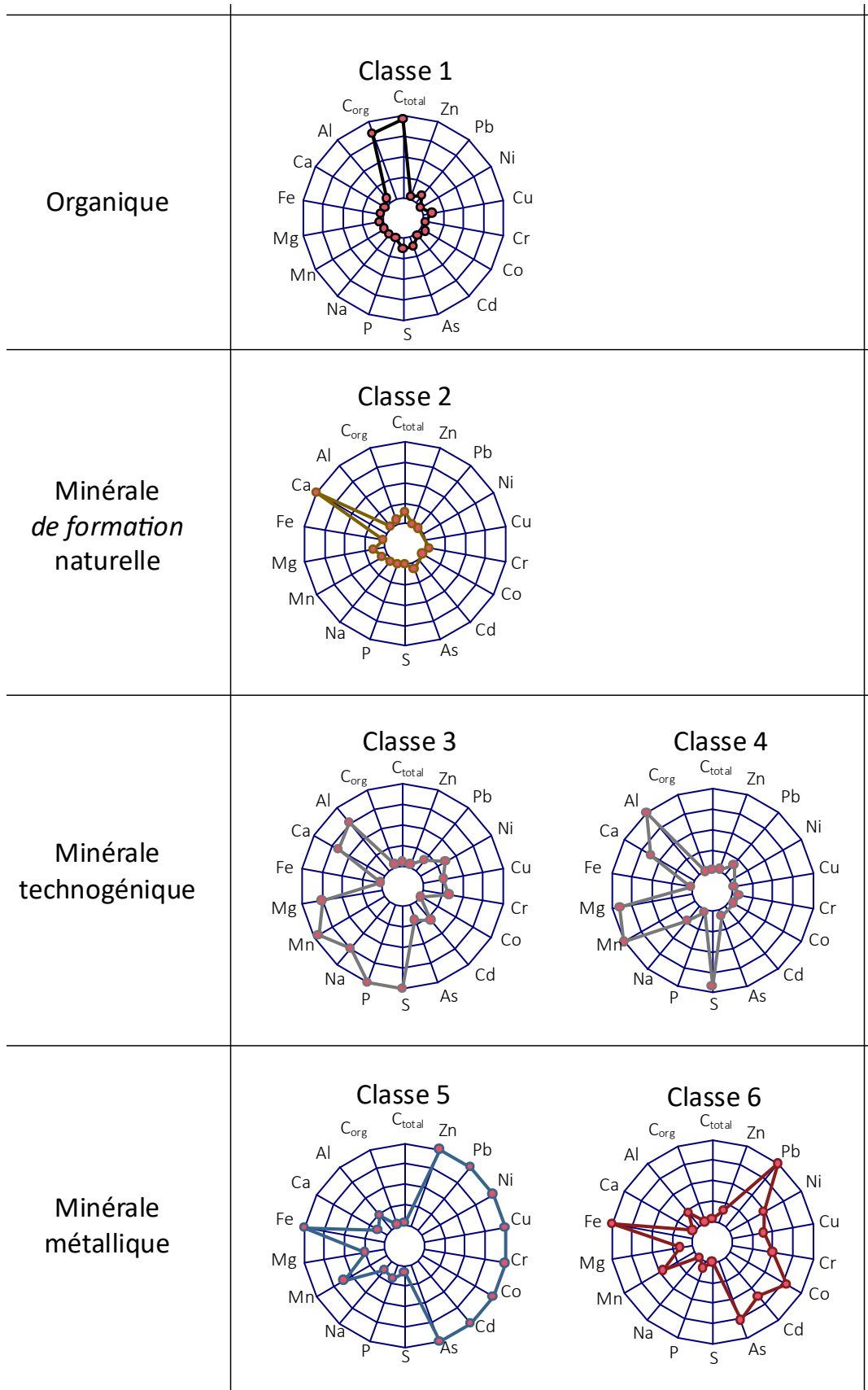


Figure 29. Profils caractéristiques des classes formées en sortie de classification hiérarchique ascendante. Les valeurs sont centrées-réduites afin de faciliter la visualisation.

Une nouvelle typologie – spécifique du MT et ne contenant que les matériaux effectivement caractérisés – est proposée (Tableau 33). La colonne « nature » n’est pas modifiée, en revanche les entrées de la colonne « type » sont modifiées de même que certaines entrées de la colonne exemple. Par ailleurs, les classes définies par la CAH sont ajoutées de même que les variables caractéristiques qui y sont associées.

Tableau 33. Nouvelle typologie des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux amendées par les nouvelles classes définies et leurs variables caractéristiques correspondantes.

Nature	Type	Sous-catégorie	Exemples	Classes	Variables caractéristiques
MINÉRALE	roche	magmatique	éléments granitiques	Classe 2	Ca
		sédimentaire	calcaire		
		indéterminée	minerais de fer	Classe 6	Fe, Co, Cd, As, Pb
	métaux	ferreux	éléments métalliques	Classe 5	Fe, Zn, Cu, Cr, Ni, Cd, Pb, Co
	scories métallurgiques	laitier	laitiers sidérurgiques	Classe 4	Mg, Al, Mn S, Na
		scories	scories	Classe 3	P, Na, S, Mn, Mg, Al
ORGANIQUE	roche	sédimentaire charbon fossile	anthracite/houille/lignite	Classe 1	C _{total} , C _{org}
	combustible	coke	coke		

2.3.3 Teneurs en éléments et facteurs de variabilité des matériaux

De manière générale, les éléments constitutifs attendus des catégories de matériaux identifiées sont bien retrouvés dans ces analyses. Richesse en Ca du **calcaire**, teneurs élevées en carbone pour le **coke** et le **charbon fossile**, teneurs élevées en Fe du **minerai de fer** et des **éléments métalliques**, ou encore présence de concentrations élevées en Al, Ca, Mg, Mn P et S dans le **laitier**.

Les matériaux tels que le calcaire, les éléments granitiques, le charbon fossile et le coke, présentent des teneurs faibles à modérées en éléments traces, ce qui pouvait être *a priori* attendu du fait de leur mode de formation naturel – à l’exception du coke (ANNEXES p194 Tableau 55). Tous ces matériaux présentent des teneurs contenues dans les plages de valeurs correspondant aux « sols ordinaires » définies dans le cadre du programme ASPITET (Baize, 2000) à l’exception de la classe 31,5-63 mm des éléments granitiques pour le Cu.

Le laitier présente des dépassements des valeurs ASPITET pour le Cd au sein des classes granulométriques 2 à 16 mm, pour le Cu au sein des classes 2 à 8 mm et pour l’As et Zn au sein de la classe 2-4 mm.

Les scories présentent également des dépassements des valeurs pour le Cd au sein des classes 2-8 m, et pour le Cu au sein de la classe 4-8 mm.

Les TF présentent des dépassements modérés pour l’As (TFA uniquement), le Cd, le Cu et le Zn.

Le minerai de fer et les éléments métalliques présentent en revanche des teneurs élevées dépassant les valeurs ASPITET pour un certain nombre d'éléments en traces. Pour ces deux classes, les teneurs en Cd sont entre 10 et 20 fois supérieures aux valeurs ASPITET. Concernant le minerai de fer, les teneurs en As sont dépassées dans toutes les classes granulométriques à l'exception de la classe 16-31,5 mm, les teneurs en Cu sont dépassées au sein des classes 2-4 et 8-16 mm, et les teneurs en Zn dépassées au sein de la classe 4-8 mm. Concernant les éléments métalliques, les teneurs en As, Cr, Cu, Pb et Zn sont dépassées au sein des classes 2 à 8 mm et les teneurs en Ni dépassées au sein de la classe 8-16 mm. D'après ces informations, les éléments métalliques et le minerai de fer pourraient représenter un risque de toxicité vers le compartiment biologique du sol.

Ces premières informations pointent en direction d'une capacité de la méthode de tri morphologique visuel à discriminer finement les catégories de matériaux en termes de composition. Néanmoins, l'ACP a mis en évidence une certaine hétérogénéité au sein de certaines catégories de matériaux. En effet, des différences significatives de teneurs – d'intensités modérées à très prononcées – sont observées entre classes granulométriques pour la quasi-totalité des éléments dosés, et ce, quel que soit le type de matériau (ANNEXES p192 Tableau 54). Les paragraphes suivants proposent alors une réflexion sur l'origine de la variabilité observée basée sur le constat que certaines catégories de matériaux sont constituées d'objets aux réalités multiples

Afin d'évaluer l'hétérogénéité associée aux caractérisations conduites sur les huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux, les coefficients de variation associées aux teneurs en éléments majeurs (Tableau 34) et en éléments en traces (Tableau 35) ont été calculés. La variabilité moyenne de chaque matériau a été déterminée en faisant la moyenne des coefficients de variation associés aux teneurs en éléments majeurs et en traces respectivement (dernière ligne des tableaux). Ces variabilités moyennes permettent alors de classer les catégories matériaux selon leur hétérogénéité intrinsèque. Ainsi, que l'on considère les teneurs en éléments majeurs ou en traces, l'arrangement des matériaux selon une échelle croissante d'hétérogénéité est la suivante : calcaire, coke, charbon fossile, minerai de fer, éléments granitiques, laitier, éléments métalliques et scories.

Tableau 34. Coefficients de variations associés aux mesures de teneurs en éléments des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux toutes classes granulométriques confondues (%).

Paramètres analytiques	calcaire	éléments granitiques	laitier	minerai de fer	éléments métalliques	charbon fossile	coke	scories
C _{total}	1,4	97,3	88,3	89,6	93,6	1,0	4,8	122,0
C _{org}	27,0	21,5	92,3	65,8	34,6	5,3	4,7	130,4
N _{total}	7,3	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Al	18,2	22,0	28,0	28,2	81,5	24,5	43,9	48,3
Ca	26,9	117,0	38,7	35,3	75,1	24,2	24,6	58,5
Fe	22,8	79,2	77,1	11,3	19,0	107,6	31,7	59,5
K	3,1	31,9	31,5	3,1	3,3	nd	nd	43,7
Mg	10,1	39,9	25,7	28,7	30,8	22,0	59,0	52,5
Mn	24,4	72,1	34,7	13,1	53,5	38,7	35,0	52,8
Na	12,8	65,8	18,4	39,6	81,9	34,1	9,3	84,3
P	17,5	29,8	72,7	63,6	112,5	15,1	30,6	134,0
S	45,2	71,5	46,2	87,4	94,1	63,1	30,0	45,7
Moyenne	18,0	58,9	50,3	42,3	61,8	33,5	27,4	75,6

Tableau 35. Coefficients de variation associés aux mesures de teneurs en éléments en traces des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux toutes classes granulométriques confondues (%).

Paramètres analytiques	calcaire	éléments granitiques	laitier	minerai de fer	éléments métalliques	charbon fossile	coke	scories
As	29,2	87,3	135,4	46,7	14,2	39,7	35,2	24,2
B	nd	23,0	25,7	nd	nd	34,1	nd	34,5
Cd	8,5	49,2	46,2	11,4	24,3	4,3	2,1	78,9
Co	35,4	76,7	70,1	15,8	10,3	2,4	19,0	53,0
Cr	15,6	20,8	48,4	20,7	78,4	14,3	24,2	58,6
Cu	6,7	69,7	79,8	64,8	112,3	11,6	31,3	82,2
Ni	nd	57,6	33,2	24,0	46,7	48,8	20,5	62,3
Pb	18,6	31,4	23,9	45,1	84,2	34,2	68,6	26,1
Zn	64,6	32,1	93,2	34,5	145,1	84,2	37,5	52,9
Moyenne	25,5	49,8	61,8	32,9	64,4	30,4	29,8	52,5

Ces observations, permette d'émettre l'hypothèse de la manifestation de deux types d'hétérogénéité au sein des constituants de la fraction grossières du matériau terreux :

- une hétérogénéité constitutive du matériau
- une hétérogénéité constitutive de la catégorie de matériau

L'hétérogénéité constitutive du matériau a à voir avec la constitution d'un matériau en phases de compositions plus ou moins différentes, dont les tailles peuvent influencer sur la présence dans les différentes classes granulométriques. En effet, il est tout à fait possible d'imaginer que selon le mode de formation d'un matériau, des phases minéralogiques différentes, exhibant des propensions à l'altération différentes,

puissent jouer un rôle sur la distribution granulométrique du matériau d'une part et entraînent une hétérogénéité de composition d'autre part (Howard, 2017a, 2017b). Cette hétérogénéité sera plus ou moins limitée dans son ampleur pour un matériau donné si l'hétérogénéité constitutive de catégorie est faible, par exemple la catégorie « **calcaire** » en opposition à la catégorie « **laitier** ».

- Pour un matériau naturel donné, il est en effet peu probable d'observer une homogénéité parfaite des constituants entre classes granulométriques. Les matériaux concernés par cette situation sont des matériaux dont l'intitulé désigne précisément ce qu'ils sont (**calcaire** ou **minerai de fer**).

L'**hétérogénéité constitutive de catégorie** a à voir avec le fait qu'une catégorie de matériau peut contenir des matériaux aux réalités multiples, de compositions différentes et présentant déjà par ailleurs une hétérogénéité constitutive de matériau. Elle est donc fortement liée à la capacité de la typologie d'identifier suffisamment précisément certains types de matériaux.

- La catégorie « **charbon** » rassemble des constituants pour lesquels des différences mineures sont observées pour tous les éléments à l'exception des teneurs en carbone, ce qui indique ici qu'une classe telle que celle-ci – qui peut regrouper des matériaux tels que la houille, l'antracite ou le lignite – contient de fait une certaine hétérogénéité constitutive de catégorie qui reste néanmoins limitée par le fait que ces 3 matériaux sont tous composés à plus de 80 % de carbone.
- La catégorie « **éléments granitiques** » rassemble des constituants qui ont été rassemblés sous cet intitulé à cause de leurs caractéristiques morphologiques semblables mais présentaient néanmoins des différences notamment en termes de couleur. Ici, les différences relativement prononcées entre classes granulométriques pourraient traduire des différences minéralogiques entre constituants.
- La catégorie « **laitiers** » par exemple, dont les objets la constituant sont des scories métallurgiques dont les morphologies homologues ne permettent pas la différenciation entre les différents modes de formation (*i.e.* laitiers de haut fourneau, d'aciérie électrique ou de convertisseurs à oxygènes) qui peuvent se traduire par des différences en termes de composition chimique. Par exemple, les teneurs en éléments mesurées au sein des classes 16-31,5 et 31,5-63 mm du laitier sont quasi-systématiquement différentes des autres classes granulométriques quel que soit l'élément considéré (à l'exception du Fe, Na et P).
- La catégorie « **éléments métalliques** » dont les constituants ont été rassemblés sous cet intitulé grâce à leur nature magnétique très prononcée et leurs caractéristiques morphologiques semblables. Bien qu'ils soient caractérisés par des teneurs élevées en Fe, il est fort probable que cette classe rassemble une large diversité de constituants ne partageant majoritairement que cette caractéristique : être principalement composé de fer. Il peut ainsi s'agir de différents alliages de fer, d'aciers et autres éléments, dont la présence dans le sol d'une ancienne usine métallurgique n'a rien de surprenant.
- La catégorie « **scories** » présentent des différences significatives entre classes granulométriques pour tous les éléments à l'exception du Fe, bien que pour ce dernier la non-significativité soit plutôt due à une très forte variabilité intraclasse comme en témoignent les écart-types associées aux mesures. Les différences d'ordres de grandeur des teneurs en éléments pour les scories indiquent donc assez clairement que la nature des constituants regroupés sous cette classe n'est en réalité pas la même entre classes granulométriques. En particulier les teneurs en C_{org} qui sont un indicateur fort de cette hétérogénéité de catégorie ($C_{org_sco4} = 521 \text{ g kg}^{-1}$; $C_{org_sco8} = 35 \text{ g kg}^{-1}$ et $C_{org_sco31,5} = 15 \text{ g kg}^{-1}$).

2.3.4 Bilan

Les résultats de description et de caractérisation des constituants de la FG d'un MT issu d'une friche industrielle apportent de premières indications concernant l'efficacité de la méthode de tri pour en discriminer finement et identifier les constituants. Ils permettent de rendre compte du niveau de précision des intitulés choisis pour désigner les différentes catégories de matériaux potentiellement retrouvés dans la FG.

Une réflexion a été conduite sur l'hétérogénéité et la variabilité mises en évidence par les analyses afin d'avoir un regard critique sur les intitulés choisis et les niveaux d'information apportés par la typologie proposée dans l'état de l'art. Succinctement, ces réflexions ont conduit à identifier deux types d'hétérogénéité s'exprimant à deux niveaux :

- une hétérogénéité constitutive du matériau
- une hétérogénéité constitutive de la catégorie de matériau, qui s'ajoute à la précédente

Ainsi, pour certaines catégories de matériau :

- (i) le périmètre d'identification est bien défini et les constituants présentent des caractéristiques morphologiques homogènes et exhibent une variabilité intrinsèque se traduisant par des différences peu marquées pour un nombre limité d'éléments à l'instar du calcaire ;
- (ii) le périmètre d'identification est un peu plus large et les constituants présentent des caractéristiques morphologiques hétérogènes, et exhibent alors une hétérogénéité inhérente à leur nature se traduisant par des différences relativement marquées pour un certain nombre d'éléments à l'instar du laitier, ou des éléments granitiques ;
- (iii) le périmètre d'identification est large et peu précis, les constituants exhibent mécaniquement une hétérogénéité prononcée se traduisant par des différences marquées pour un grand nombre d'éléments, à l'instar des éléments métalliques ou des scories.

Bien qu'une hétérogénéité soit présente au sein des catégories de matériaux, la réalisation d'une CAH a permis de montrer que des matériaux tels que le charbon fossile et le coke d'une part, ou alors, certaines scories et le laitier d'autre part, sont finalement semblables et présentent des caractéristiques chimiques communes. Ce qui ressort également de la CAH, est que les caractéristiques chimiques prononcées de certains matériaux apparaissent comme exprimées au niveau de leur morphologie. Ainsi, ce sont les teneurs élevées en carbone du charbon fossile et du coke à l'origine de leur couleur gris foncé à noir qui permet leur identification au sein des constituants de la FG. De même, ce sont les teneurs élevées en Fe qui permettent l'identification du minerai de fer et des éléments métalliques grâce à leur couleur rouge et leur magnétisme prononcé.

Enfin, bien que la connaissance de la composition des constituants de la FG revête un intérêt particulièrement fort dans le cadre de la constitution d'une typologie, elle n'apporte pas d'indication sur leur réactivité lorsqu'ils sont présents dans un sol. Les analyses élémentaires totales ne permettent pas d'accéder au potentiel fertile et toxique de ces matériaux. Usuellement, ce potentiel n'est accessible qu'à partir de

techniques d'analyses non destructives standardisées sur des échantillons tamisés à 2 mm. Elles permettent ainsi de rendre compte notamment de la capacité d'un sol à exprimer sa fonction de support de végétation. Néanmoins, ces méthodes ne sont pas destinées à être utilisées directement sur des objets dont les dimensions sont strictement supérieures à 2 mm comme c'est le cas pour les constituants de la FG et doivent donc évoluer.

Cependant, l'un des problèmes à travailler directement sur un objet réel – le MT – réside dans le fait que certaines catégories de matériaux identifiées n'ont pas pu être analysées en raison de leur trop faible occurrence au sein de la FG. Par ailleurs, les conclusions tirées de ces premières caractérisations indiquent qu'une hétérogénéité d'intensité variable est présente au sein de ces constituants. L'utilisation directe de ces matériaux « endogènes » à la FG du MT, ne satisfait donc pas au processus de développement à mettre en œuvre pour faire évoluer les méthodes d'analyses permettant d'accéder à la réactivité des matériaux grossiers.

D'autre part, l'évaluation de la contribution des fractions grossières à la fonction de support de végétation des sols très anthropisés, implique l'utilisation de matériaux grossiers en quantité importante et de qualité satisfaisante (homogènes, calibrés et purs) lors d'essais de croissance de végétaux en conditions contrôlées au laboratoire.

Dès lors, il apparaît nécessaire de sélectionner parmi la diversité des constituants de la FG, des **matériaux modèles représentatifs**, calibrés, et disponibles en quantité suffisante

3 Un besoin de matériaux modèles représentatifs

Les premiers travaux de description des constituants de la FG du MT ont fait émerger la nécessité de travailler sur des matériaux représentatifs « modèles » dont les critères de qualité (pureté, homogénéité) doivent permettre d'une part le développement d'une méthode de caractérisation de particules de taille supérieure à 2 mm, et d'autre part leur utilisation en essais de croissance de végétaux en conditions contrôlées. Dans cette partie, les matériaux grossiers modèles sélectionnés sont décrits et caractérisés et leur représentativité évaluée au regard de leur positionnement par rapport aux matériaux grossiers endogènes issus de la FG du MT.

3.1 Description des matériaux modèles

3.1.1 Calcaire pierre de Briey

Il s'agit d'une roche sédimentaire minérale d'origine naturelle appartenant à la famille des roches carbonatées utilisées majoritairement en techniques routières. Plus spécifiquement, ce calcaire est issu d'une formation géologique d'oolithe de Jaumont/oolithe miliare inférieure, marnes de Longwy, calcaires siliceux de l'Orne du Bajocien supérieur. Les fragments sont de couleur jaune/ocre, de forme anguleuse à tendance plate et à l'aspect altéré et peu friable (Figure 30).



Figure 30. Cliché - Calcaire pierre de Briey.

3.1.2 Brique pleine rouge

Il s'agit d'un matériau minéral d'origine anthropique issu de la cuisson (autour de 900 °C) d'un mélange sec d'argiles rouges et vertes (90 – 10 % usuellement) (Kornmann, 2009, 2005) quasi exclusivement utilisé en construction de bâtiments et d'ouvrages. Les fragments sont de couleur rouge/ocre, de forme anguleuse à tendance plate et/ou pyramidale et à l'aspect non altéré et non friable. Une macroporosité est distinguée sur certains fragments de même que la présence de plusieurs inclusions de matériaux et minéraux non déterminés (Figure 31).

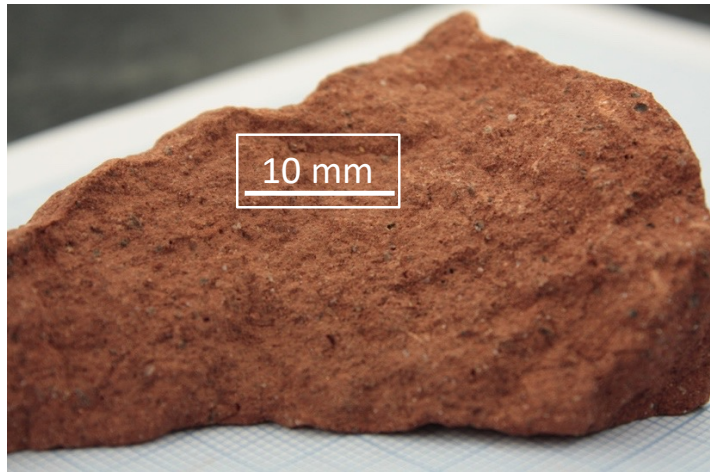


Figure 31. Cliché - Brique pleine rouge.

3.1.3 Laitier de haut-fourneau

Il s'agit d'un matériau minéral d'origine technogénique. Il correspond à la roche liquide (mélange du minerai et de chaux) en fusion surnageant au-dessus de la fonte (alliage de fer et de carbone) dans le haut-fourneau. Après soutirage du haut-fourneau, il est cristallisé et subitement refroidi par aspersion d'eau pour en accélérer la fragmentation en granulats. Ce matériau est donc un sous-produit de l'industrie sidérurgique qui est valorisé en tant que granulat et peut rentrer dans la composition de différents types de produits (*e.g.*, granulats pour bétons, pour enrobés bitumineux, graves traitées au liant hydraulique, ballast). Le laitier est par ailleurs couvert par les normes « granulats » françaises et européennes (AFNOR, 1991). Les principaux composants chimiques de ces laitiers sont par ordre d'importance la chaux (CaO), la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃) et la magnésie (MgO) (Monsérié, 2009). Les fragments présentent une forte hétérogénéité de forme, d'aspect, de couleur et de porosité. De manière générale, les fragments sont de couleur grise et ne semblent pas altérés et ne sont pas friables bien qu'assez poussiéreux. Une forte macroporosité est visible sur certains fragments rappelant ainsi l'aspect de pierre ponce (Figure 32).

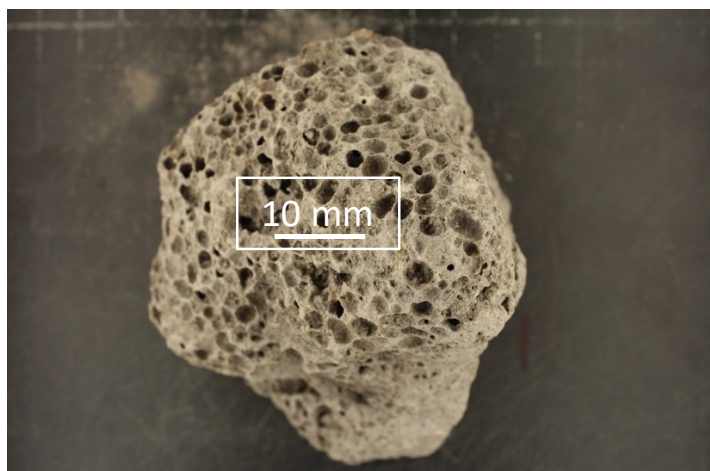
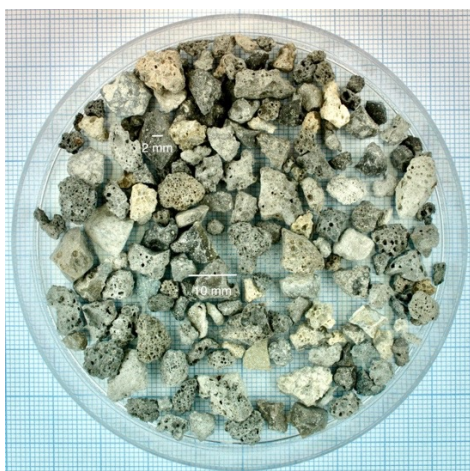


Figure 32. Cliché - Laitier de haut fourneau.

3.1.4 Anthracite

L'anthracite est une roche sédimentaire organique d'origine naturelle appartenant à la famille des roches carbonées. Contenant usuellement plus de 90 % de carbone, il s'agit du stade le plus achevé de l'houillification dans le processus géologique naturel de formation du charbon. L'anthracite a notamment été utilisée en sidérurgie au cours du XIX^{ème} siècle. Les fragments sont de couleur noire et ne semblent pas altérés ni friables. Leur forme est anguleuse avec des arêtes saillantes et leur aspect est mat en surface et brillant au niveau des cassures (Figure 33).

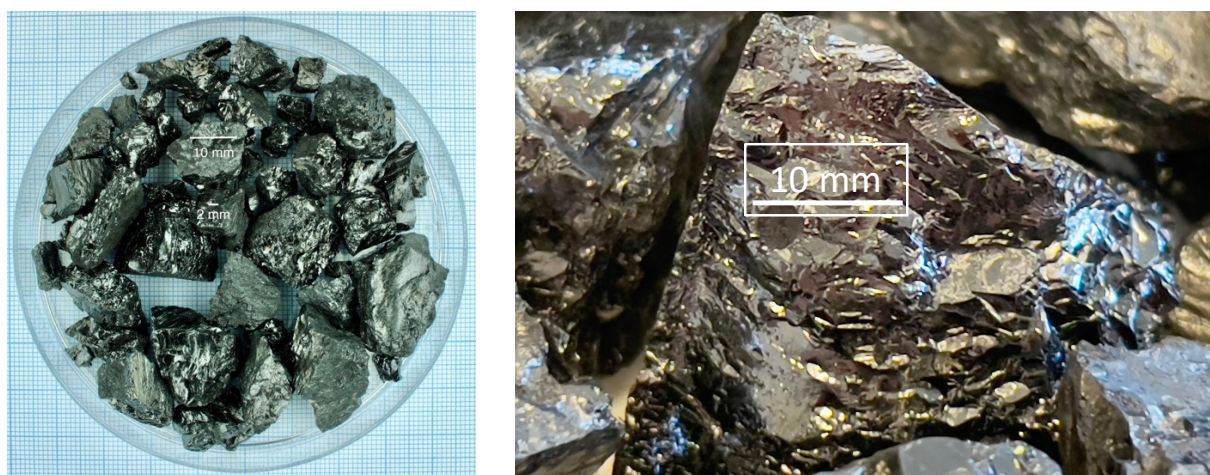


Figure 33. Cliché - Anthracite.

3.1.5 Coke de pétrole

Le coke de pétrole est un matériau organique d'origine technogénique. C'est un coproduit des raffineries de pétrole produit par un procédé d'amélioration des coupes très lourdes via la cokéfaction. Il est majoritairement utilisé en tant que combustible solide dans les centrales thermiques et les cimenteries. Les fragments sont de couleur noire, sont friables et génèrent une poussière épaisse au toucher, leur forme est plutôt anguleuse avec des arêtes émoussées et leur aspect est mat en surface et brillant au niveau des cassures et ils présentent une forte macroporosité (Figure 34).

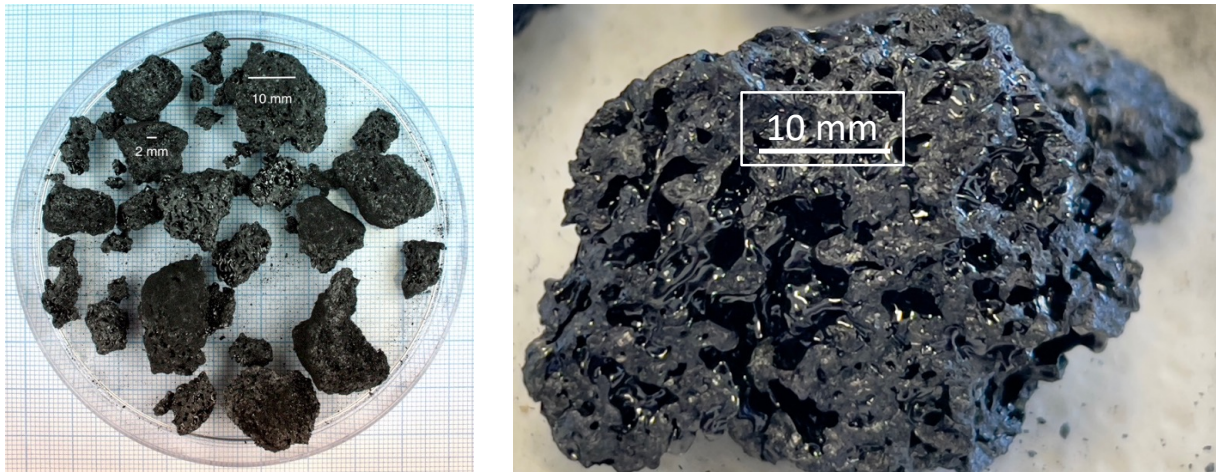


Figure 34. Cliché - Coke de pétrole.

3.2 Quelle représentativité des matériaux modèles ?

Les mesures des teneurs en éléments majeurs et en traces ainsi que de carbone et azote ont été réalisées sur des échantillons broyés des matériaux modèles sous couvert du postulat de leur homogénéité (produits commerciaux normés ou répondant à des critères de qualité assurant leur pureté/homogénéité).

Concernant les teneurs en éléments majeurs (Tableau 36), le **laitier** est le matériau le plus riche en Al, Ca et Mg – ce qui correspond à la composition attendue – mais également en K, Mn, Na et S. Les fortes teneurs en Ca du laitier de haut fourneau peuvent s’expliquer par l’ajout de chaux comme fondant lors de la fabrication de la fonte (Monsérié, 2009). Les teneurs des autres éléments dépendent elles très probablement de la nature du ou des minerais de fer utilisés qui ne sont pas connus ici. On notera la faible teneur en P en dessous des limites de quantification. Comme attendu, la teneur en Ca du **calcaire** est particulièrement élevée, et présente une teneur en Fe relativement haute, qui participe à donner à ce matériau sa couleur jaune ocre, couleur due à la présence d’oxydes de Fe (Lathuilière et al., 2003). De manière analogue au calcaire, le **brique** présente une teneur relativement haute en Fe qui peut expliquer notamment la couleur rouge de ce matériau. Le **coke** et l’**anthracite** présentent des concentrations en éléments majeurs très faibles, témoignant ainsi de leur nature très fortement organique.

Tableau 36. Teneurs en éléments majeurs, carbone et azote des matériaux modèles ($g\ kg^{-1}$). (nd : non déterminé)

Paramètres analytiques	calcaire	Brique	Laitier de haut fourneau	Anthracite	Coke de pétrole
C _{total}	84 ± 0,1	1,0 ± 0,5	9,6 ± 0,4	nd	nd
C _{org}	0,5 ± 0,2	0,4 ± 0,1	0,5 ± 0,1	859 (n=1)	884 (n=1)
N _{total}	0,6 ± 0,3	0,6 ± 0,2	0,4 ± 0,04	17 (n=1)	0,1 (n=1)
Al	8,2 ± 0,1	11,1 ± 0,06	32 ± 0,5	1,2 ± 0,04	<0,16
Ca	284 ± 3,4	10,8 ± 0,03	287 ± 3,6	1,8 ± 0,15	<327,9
Fe	15,7 ± 0,2	12,6 ± 0,4	7,5 ± 0,1	2,0 ± 0,5	0,09
K	2,9 ± 0,03	0,8 ± 0,02	4,9 ± 0,05	<0,66	<0,66
Mg	3,4 ± 0,03	3,6 ± 0,3	23,7 ± 0,3	0,2 ± 0,06	<0,07
Mn	0,4 ± 0,004	0,3 ± 0,008	2,2 ± 0,05	0,02 ± 0,08	<0,01
Na	0,2 ± 0,004	1,6 ± 0,02	3,0 ± 0,03	<0,08	141
P	0,1 ± 0,007	0,3 ± 0,005	<0,05	0,8 ± 0,03	<0,05
S	0,4 ± 0,004	0,2 ± 0,005	4,2 ± 0,02	0,8 ± 0,1	2628

Il ne semble pas y avoir de problématique ETM avec ces matériaux (Tableau 37). On note en effet que toutes les teneurs en ETM se situent dans les plages de valeurs correspondant aux « sols ordinaires » définies dans le cadre du programme ASPITET (Baize, 2000).

Tableau 37. Teneurs en éléments en traces des matériaux modèles ($mg\ kg^{-1}$).

Paramètres analytiques	Calcaire	Brique	Laitier de haut fourneau	Anthracite	Coke de pétrole	ASPITET (Baize, 2000)
As	21,4 ± 0,4	7,5 ± 0,02	0,9 ± 0,02	2,2 ± 0,2	<0,8	1 – 25
B	9,3 ± 0,3	<7,0	19,5 ± 0,4	<7,0	<7,0	
Cd	1,2 ± 0,01	1,2 ± 0,04	0,6 ± 0,02	0,2 ± 0,04	<0,2	0,05 – 0,45
Cr	22,1 ± 0,5	23,9 ± 2,4	109 ± 7,9	12,8 ± 4,7	<0,8	
Co	2,5 ± 0,02	5,9 ± 0,2	1,8 ± 0,01	2,5 ± 0,3	1,23	10 – 90
Cu	<2,4	4,6 ± 0,3	<2,4	18,9 ± 0,4	<2,4	2 – 20
Ni	9,4 ± 0,1	14,9 ± 1,6	8,6 ± 0,2	9,6 ± 3,1	26,2	2 – 60
Pb	11,5 ± 0,3	11,2 ± 0,3	4,5 ± 0,2	7,3 ± 0,3	5,12	9 – 50
Zn	25 ± 0,1	14,6 ± 0,6	9,4 ± 1,1	7,5 ± 0,2	23,7	10 – 100

3.3 Positionnement des matériaux modèles vis-à-vis des matériaux endogènes – Analyse en composantes principales

Une ACP est à nouveau réalisée afin d'apprécier le positionnement des matériaux modèles sélectionnées par rapport aux matériaux grossiers endogènes précédemment décrits (Figure 35). Le jeu de données testé contient 39 individus et 18 variables quantitatives et 4 variables qualitatives illustratives (matériau, nature, origine et classe granulométrique).

Les 2 premiers axes de l'ACP expliquent **62,5 %** de la variabilité totale du jeu de données de manière analogue à ce qui est observé avec les matériaux endogènes de la FG seuls. La variable qualitative **matériau** est toujours celle qui explique le mieux la séparation des individus dans le plan (p -value = $4,6e^{-14}$).

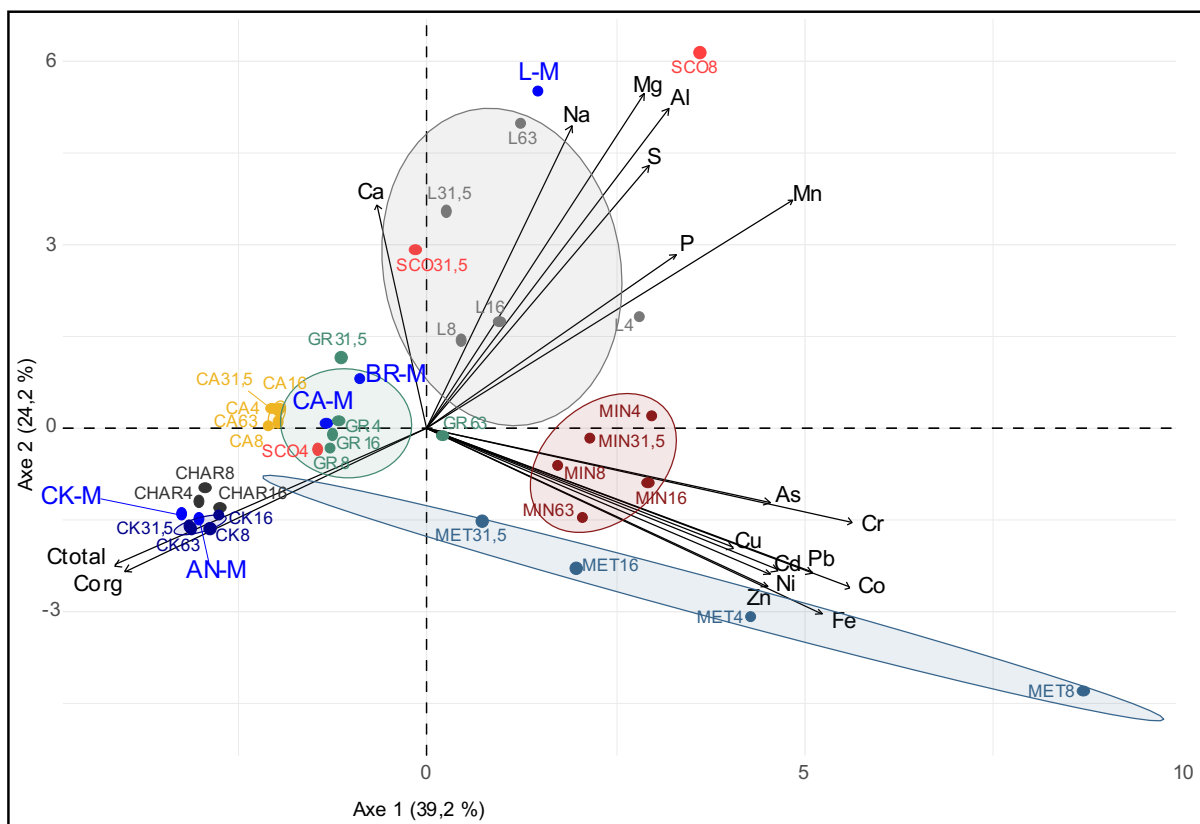


Figure 35. Analyse en composantes principales. Projections des matériaux modèles (en bleu) en fonction des paramètres représentant leur composition. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minerai de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente ; (AN-M) anthracite ; (BR-M) brique ; (CA-M) calcaire ; (CK-M) coke modèle ; (L-M) laitier modèle. Le nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm.

Les positions relatives des matériaux issus du MT ne sont pas changées par l'intégration des matériaux modèles dans l'analyse. Les matériaux modèles se superposent à proximité des groupes de matériaux endogènes correspondants dans le plan de l'ACP. Le **coke de pétrole** et l'**anthracite** sont intégrés au groupe formé par le **coke** et le **charbon fossile endogènes** et sont corrélés à des teneurs élevées en carbone. Le **calcaire de Briey** et la **brique** sont proches et se situent à droite du groupe formé par le **calcaire endogène**,

et respectivement au centre et en haut du groupe formé par les **éléments granitiques**. Enfin, le **laitier de haut fourneau** se situe en haut du groupe formé par le **laitier endogène** et à proximité de la classe 4-8 mm des **scories** et est corrélé à des teneurs élevées en Ca, Mg, Al et Na.

3.3.1 Positionnement des matériaux modèles vis-à-vis des matériaux endogènes – Classification ascendante hiérarchique

La réalisation d'une CAH permet d'inclure les matériaux modèles à la classification des matériaux endogènes (Figure 36). Il en ressort – tel qu'observé au niveau de l'ACP – que les matériaux modèles se positionnent dans les catégories de matériaux attendues.

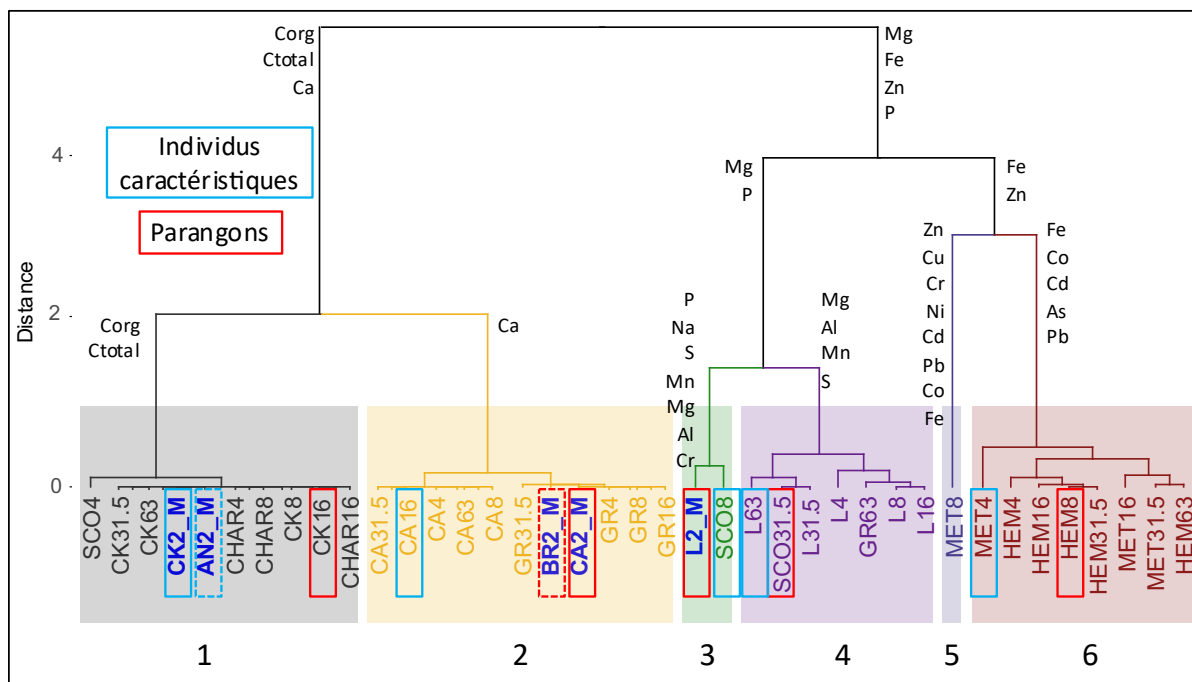


Figure 36. Classification ascendante hiérarchique : dendrogramme des clusters formés à partir des résultats de sortie de l'ACP et ajout des matériaux modèles dans la classification. Les matériaux modèles sont indiqués en bleu. Les individus parangons sont entourés de rouge et les individus caractéristiques des classes sont entourés de bleu. (CA) calcaire ; (CHAR) charbon fossile ; (CK) coke ; (GR) éléments granitiques ; (MIN) minerai de fer ; (L) laitier ; (MET) éléments métalliques ; (SCO) scories ; (TF) terre fine ; (TFA) terre fine adhérente ; (AN-M) anthracite ; (BR-M) brique ; (CA-M) calcaire ; (CK-M) coke modèle ; (L-M) laitier modèle. Le nombre associé à chaque individu correspond à la maille supérieure de la classe granulométrique : (4) 2-4 mm ; (8) 4-8 mm ; (16) 8-16 mm ; (31,5) 16-31,5 mm ; (63) 31,5-63 mm.

Les variables caractéristiques des classes formées restent inchangées après introduction des matériaux modèles dans l'analyse. Par ailleurs, certains matériaux modèles se retrouvent parangons ou individus caractéristiques des classes formées. Le **calcaire de Briey** (suivi de la **brique rouge**) est ainsi le **parangon** de la classe 2 (calcaire endogène et éléments granitiques). Le **coke de pétrole** et **l'anthracite** sont respectivement les premier et second **individus caractéristiques** de la classe 1 (charbon fossile et coke). Le **laitier de haut fourneau** est quant à lui le **parangon** de la classe 3 (scories 4-8 mm), très liée à la classe 4 (laitier endogène).

La sélection des matériaux modèles ayant été faite sur la base d'une représentativité de la diversité des constituants de la FG, leur positionnement au sein des groupes correspondant permet de valider cette démarche.

Les profils caractéristiques des matériaux modèles montrent une grande similarité avec les individus caractéristiques des classes 1, 2 et 3 initialement définies lors de la caractérisation des matériaux endogènes de la FG (Figure 37).

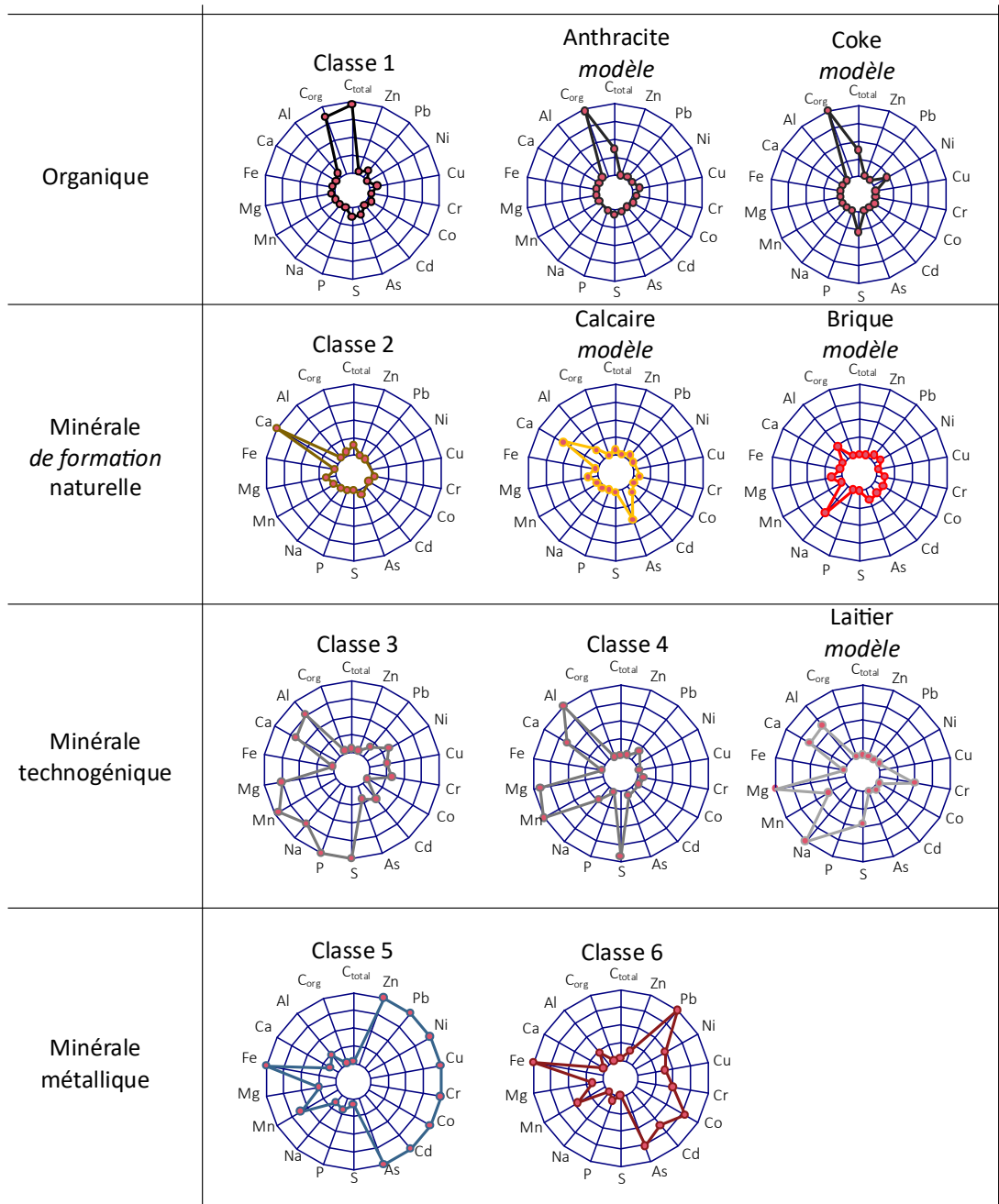


Figure 37. Profils caractéristiques des classes formées en sortie de classification hiérarchique ascendante des matériaux endogènes et profils des matériaux modèles. Les valeurs sont centrées-réduites afin de faciliter la visualisation.

3.3.2 Bilan

L'intérêt de la sélection de matériaux modèles repose notamment dans leur utilisation dans le cadre (i) du développement d'une méthode de caractérisation de la réactivité chimique des éléments grossiers, et (ii) de leur mise en œuvre dans des essais de croissance de végétaux en conditions contrôlées. Ces deux approches nécessitent donc de mobiliser de fortes quantités de matériaux dont les critères de qualité satisfassent à la conduite de ces travaux. Il s'agissait alors de confirmer la qualité et la représentativité de ces matériaux modèles en les comparant aux matériaux grossiers endogènes issus du MT. Les caractérisations ainsi que les analyses statistiques ont permis de confirmer que les matériaux modèles sélectionnés sont effectivement représentatifs de la réalité des matériaux potentiellement rencontrés dans les fractions grossières des sols très anthropisés. L'utilisation de matériaux modèles fait donc sens pour appréhender le rôle des matériaux grossiers dans le fonctionnement et l'évolution des sols très anthropisés. On nuancera néanmoins cette conclusion en mentionnant la sélection de briques parmi les matériaux modèles et la non-sélection des éléments métalliques. En effet, la présence de briques était marginale dans les matériaux terreux. Ce choix a néanmoins été justifié par la grande représentativité des terres cuites dans les fractions grossières des sols urbains (El Khalil et al., 2008; Howard, 2017a; Nehls et al., 2013) notamment et par notre volonté d'apporter une généralité forte aux données à produire. Concernant les éléments métalliques, ces matériaux, bien qu'ayant un potentiel de réactivité élevé (notamment à travers des processus d'oxydation) sont particulièrement divers et bénéficient d'un potentiel de généralité limité.

4 Conclusion partielle

Les objectifs de ce chapitre étaient de (i) tester la pertinence de la typologie des matériaux grossiers proposée dans le cadre de l'état de l'art et d'y apporter des amendements et (ii) valider la sélection des matériaux modèles.

La mise en œuvre d'une typologie *a priori* a été évaluée et a permis de tirer de nombreux enseignements sur la réalité de la FG étudiée. L'origine des constituants de la FG est fortement liée au contexte géologique – et par conséquent pédologique – et aux activités industrielles passées du site de prélèvement. En effet, une grande majorité de la FG est constituée de calcaire qui est le socle géologique sous-jacent de l'implantation du site de la SMN. L'activité industrielle métallurgique implique l'utilisation de minerai de fer, de combustibles fossiles (coke et charbon) et produit en plus de la fonte et de l'acier des coproduits tels que les scories métallurgiques (laitiers). Tous ces matériaux ont été retrouvés dans des proportions variables au sein de la FG. La typologie proposée a permis d'identifier correctement la plupart de ces matériaux et les analyses chimiques conduites ont permis de confirmer la réalité de ces derniers. De plus, les paramètres clés (éléments chimiques) qui différencient les matériaux constitutifs de la FG entre eux ont pu être identifiés et la typologie a donc pu s'enrichir de ces informations.

Ces travaux ont néanmoins mis en évidence la présence d'une hétérogénéité au sein des matériaux de la FG, incompatible avec la poursuite des activités expérimentales à conduire dans la thèse. A donc émerger le besoin de disposer d'objets qui puissent satisfaire aux exigences de la poursuite des travaux. Ces objets, désignés *a priori* comme étant des matériaux modèles, sont d'origines naturelle et anthropique (au sens large). Leur sélection s'est appuyée sur un critère objectif de représentativité, notamment en termes de correspondance avec la réalité des constituants potentiellement retrouvés dans les fractions grossières des sols très anthropisés. Il s'est alors s'agit de vérifier et de confirmer que les matériaux sélectionnés étaient bien des modèles adéquats des constituants des fractions grossières. Les résultats obtenus ont montré très clairement que c'était bien le cas étant donné leur positionnement optimal parmi la diversité des constituants identifiés au sein de l'objet réel que constitue le MT.

Chapitre IV – La réactivité des fractions grossières : *un problème de taille*

1 Introduction

Le chapitre III a permis d'évaluer la pertinence de la typologie des matériaux grossiers des sols très anthropisés et d'appréhender la réalité des constituants qu'elle cherche à décrire. Après avoir défini les paramètres qui caractérisent la composition des matériaux grossiers, une sélection de matériaux dits « modèles » représentatifs de ces derniers a été effectuée. Ces matériaux modèles doivent permettre d'aller plus loin dans la description du rôle des constituants grossiers dans le fonctionnement des sols très anthropisés, notamment en termes de réactivité en lien à la fois avec leur fertilité et leur toxicité. Les effets « type de matériaux » et « taille des particules » doivent être explorés dans le contexte de la mobilisation d'éléments fertiles et/ou toxiques au cours du temps.

Si des données existent sur les effets des matériaux grossiers dans les sols naturels – principalement en sols forestiers – assez peu de données sont disponibles notamment en termes de fertilité chimique et physique dans le contexte des sols très anthropisés. Une contribution à l'assimilation d'éléments nutritifs essentiels par les végétaux a été mise en évidence. Qu'en est-il alors de l'existence de ces effets dans les sols très anthropisés ? D'un côté, les éléments grossiers naturels y conservent-ils leurs propriétés fertiles ? Et d'un autre côté, les éléments grossiers technogéniques peuvent-ils assurer cette même fonction d'échange de nutriments ?

La question de la contribution des éléments grossiers à la dynamique de la pollution dans les sols très anthropisés se pose également. En effet, la plupart des auteurs relie la présence de pollutions à la présence d'éléments grossiers technogéniques, sans pour autant s'être réellement intéressés à la contribution directe de ces derniers.

A cette étape des travaux de thèse nous cherchons donc à caractériser les matériaux grossiers pour leur contribution à la fertilité et à la toxicité des sols. Nous proposons dans un premier temps une adaptation des méthodes de caractérisation de la fraction fine du sol, à des particules de classes granulométriques supérieures à 2 mm à travers l'utilisation de matériaux modèles.

2 Développement et validation d'une méthode permettant d'accéder à la réactivité des fractions grossières

2.1 Principes de la méthode, choix et limites

2.1.1 Principe de conservation du ratio surface/volume

Pour rappel, les méthodes analytiques communément utilisées en agronomie afin d'évaluer la fertilité/toxicité des sols ont été développées pour des particules de sol dont les dimensions maximales ne dépassent pas 2 mm. Il est alors nécessaire de les adapter aux fractions grossières. Ces méthodes impliquent schématiquement la mise en contact d'une certaine quantité de matériau – usuellement du sol – avec un certain volume d'une solution d'extraction durant une certaine durée en appliquant ou non une agitation. Elles renseignent alors sur des processus d'échanges faisant intervenir la réactivité de surface des particules et permettent la mise en solution des éléments solubles à l'eau, l'échange de cations ou encore l'accès à la somme des éléments solubles, échangeables et adsorbés. Le principe d'évolution de ces méthodes est basé sur la conservation d'un échange entre surface du solide et solution du sol de même ampleur. Concrètement, l'objectif recherché consiste à maintenir constant le ratio entre la surface d'échange totale associée à une prise d'essai et le volume de la solution d'extraction en contact avec cette dernière, quelle que soit la taille des particules constitutives de la prise d'essai et le matériau considéré.

Plusieurs hypothèses sont ainsi formulées pour développer l'approche de caractérisation des fractions grossières :

- toutes les particules d'une prise d'essai sont **considérées** comme étant **faites d'un seul et même matériau** et donc parfaitement **homogènes** ; *i.e.* ayant une même masse volumique
- toutes les particules d'une prise d'essai sont **assimilées à des sphères** ;
- toutes les particules d'une prise d'essai sont **considérées** comme ayant **la même taille**, égale à la borne supérieure de la classe granulométrique considérée.

L'équation 2 permet de déterminer le ratio surface/volume d'une prise d'essai, $R_{S/V}$ ($\text{cm}^2 \text{cm}^{-3}$), correspondant à une analyse quel que soit le matériau connaissant sa masse volumique réelle, ρ_p (g cm^{-3}), le diamètre d (cm) de la borne supérieure de la classe granulométrique et le ratio masse échantillon/volume de solution d'extraction, $R_{m/V}$ (g cm^{-3}) utilisé pour l'analyse :

$$R_{S/V} = \frac{6 \cdot R_{m/V}}{\rho_p \cdot d} \quad \text{Équation 2}$$

Il est cependant nécessaire de fixer arbitrairement une masse de prise d'essai (Me) qui soit adaptée à l'analyse envisagée et de calculer un nombre de particules (Np) correspondant, afin d'en déduire la surface de la prise d'essai (Se). Il est également possible de définir la surface d'un échantillon Se en multipliant la

surface spécifique $S_{spé}$ associée à une classe granulométrique et à un matériau par la masse de l'échantillon à analyser. La surface spécifique correspond au ratio entre la surface réelle d'un objet et la quantité de matière de ce dernier. Elle est aisément calculable pour des objets de mêmes formes (sphère), de mêmes dimensions et de même masse volumique.

La surface spécifique $S_{spé}$ ($\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$) d'une particule sphérique de diamètre d est calculée selon l'équation 3 :

$$S_{spé} = \frac{6}{\rho \cdot d} \quad \text{Équation 3}$$

Le volume de la solution d'extraction (V_s) est calculé en divisant la surface de l'échantillon par le $R_{s/v}$ de l'analyse ($V_s = S_e/R_{s/v}$). Il s'agit ensuite de décliner dans un tableau ces calculs pour différentes tailles de particules, différents types de matériaux et différents types d'analyses.

Ainsi, pour une analyse donnée, le $R_{s/v}$ variera en fonction de la masse volumique du matériau à caractériser.

Pour rappel le Tableau 38 présente pour cinq types d'analyse les $R_{m/v}$ correspondants ainsi que les valeurs de $R_{s/v}$ déduites en fonction de matériaux différents (calcaire et anthracite).

Tableau 38. Ratios masse/volume initiaux des 5 analyses adaptées pour la caractérisation des fractions grossières : calcaire et anthracite.

Analyse	Prise d'essai (g)	Volume de solution d'extraction (ml)	$R_{m/v}$	$R_{s/v}$ Calcaire	$R_{s/v}$ Anthracite
pH _{eau}	5 ml*	25	0,20 ($R_{v/v}$)	6,00*	6,00*
Conductivité ($\mu\text{S cm}^{-1}$)	5	25	0,20	2,18	4,26
P _{Olsen} P ₂ O ₅ (mg kg^{-1})	2,5	50	0,05	0,55	1,06
CEC (cmol+ kg^{-1})	10	50	0,20	2,18	4,26
Éléments extractibles au CaCl ₂ (mg kg^{-1})	5	50	0,10	1,09	2,13

* la mesure du pH est basée sur une relation $\mathbf{Ve/Vs}$ à la différence des autres analyses pour lesquelles les mesures sont basées sur une relation $\mathbf{Me/Vs}$.

2.1.2 Limites de la méthode

Les limites suivantes sont identifiées :

- l'assimilation des particules à des sphères apporte un premier **biais d'approximation de la surface réelle** des particules d'une prise d'essai.
- la considération d'une seule taille – égale à la borne supérieure de la classe granulométrique – présentée par toutes les particules, apporte à nouveau un **biais d'approximation de la surface réelle** de la prise d'essai. Cette approximation est **d'autant plus importante que la taille des particules**

augmente et que la dispersion granulométrique des particules au sein de la classe granulométrique est importante.

- le fait que tous les calculs soient basés sur la détermination du $R_{S/V}$ à partir de la **dimension 2 mm à laquelle la surface qui est associée est sous-estimée** pour les raisons évoquées ci-dessus.

Par ailleurs, une autre limite apparaît, pratique celle-ci, qui est liée à l'évolution à la hausse du ratio $R_{m/V}$ avec l'augmentation de la taille des particules. En effet, plus la taille des particules augmente, plus la masse de celles-ci augmente et plus leur surface spécifique diminue. Le principe reposant sur le maintien constant du ratio $R_{S/V}$ implique alors une diminution du volume de solution d'extraction avec l'augmentation de la taille des particules et donc une augmentation du ratio $R_{m/V}$. Ainsi, le volume d'une prise d'essai peut, en fonction de la masse volumique et de la taille des particules, être en excès par rapport au volume de solution d'extraction, ce qui peut potentiellement impacter la qualité de l'extraction. Cet effet est observé quelle que soit la masse de la prise d'essai, et, est dépendant de la taille des particules ; et du $R_{m/V}$ initial, c'est-à-dire du type d'analyse.

L'équation 4 montre bien que le ratio $R_{m/V}$ ne peut qu'augmenter avec l'augmentation de la taille des particules (d au numérateur).

$$R_{m/V} = \frac{\rho_p \cdot d \cdot R_{m/V}}{6} \quad \text{Équation 4}$$

2.1.3 Taille de la prise d'essai

Le principe de conservation du ratio d'échange surface/volume entre les conditions de référence et les conditions adaptées aux fractions grossières ne contraint pas la taille de la prise d'essai. Conserver la masse d'échantillon constante aboutirait, pour les fractions les plus grosses, à réaliser les mesures sur un nombre de particules trop faible n'assurant pas une bonne représentativité de la prise d'essai. Afin de définir une taille d'échantillon minimale, en termes de nombre de particules dans la prise d'essai, une analyse simple et peu contraignante telle que la **conductivité électrique spécifique** a été conduite en faisant varier le nombre de particules composant la prise d'essai.

Ainsi, des modalités à **200**, **100** et **50** particules ont été testées pour la classe granulométrique 2-4 mm sur tous les matériaux modèles. Les particules ont été comptées pour chaque modalité et leur masse déterminée, et enfin le volume de solution d'extraction ajusté afin d'atteindre la valeur requise du $R_{S/V}$ pour le matériau correspondant et ce type d'analyse.

Les valeurs moyennes de conductivité électrique mesurées pour chacune des modalités permettent de juger du caractère « essentiel » du nombre de particules composant la prise d'essai dans l'expression du paramètre mesuré (Figure 38).

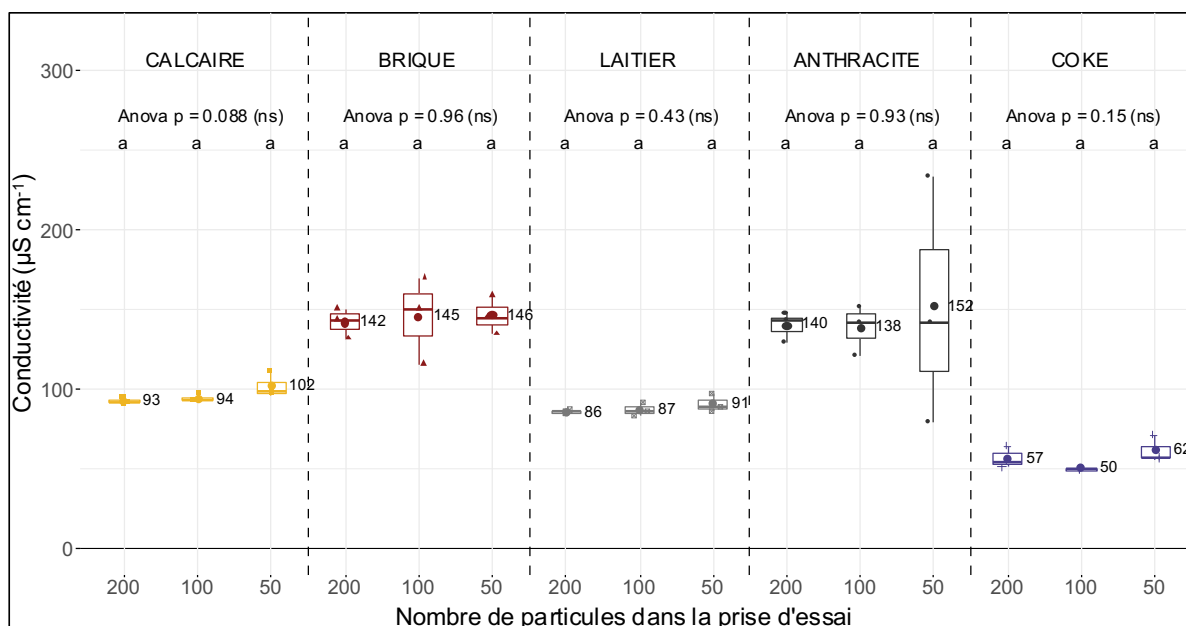


Figure 38. Vérification de l'influence du nombre de particules sur l'expression de la conductivité électrique spécifiques ($\mu\text{S cm}^{-1}$) pour des particules de classe granulométriques 2-4 mm de calcaire, brique, laitier de haut fourneau, anthracite et coke de pétrole (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$)

Au-delà du résultat montrant que pour chaque matériau la conductivité électrique spécifique est différente – ce qui était attendu – aucune différence significative entre modalités n'a pu être mise en évidence. Il est alors possible de conclure que le nombre de particules n'influence pas le niveau d'expression du paramètre mesuré. La variabilité de la mesure semble toutefois être augmentée pour certains matériaux lorsque la taille de la prise d'essai diminue en-deçà de 100 particules (anthracite). Ces conclusions ne concernent à ce stade qu'une seule classe granulométrique et un seul type d'analyse.

Le choix du nombre de particules a été fixé par défaut à **50** pour la réalisation de tous les essais. Nous suggérons néanmoins, que par défaut, ce type de vérification soit mis en œuvre systématique pour plusieurs classes granulométriques et types d'analyses.

3 Évaluation de la réactivité des fractions fines et grossières des matériaux modèles

L'intérêt d'accéder à la réactivité des fractions grossières repose sur une meilleure compréhension de leur rôle dans le fonctionnement des sols très anthropisés, notamment en termes de fertilité et de toxicité. Afin d'accéder à cette réactivité, certains paramètres caractéristiques de ce fonctionnement (pH, conductivité électrique spécifique, capacité d'échange cationique, phosphore assimilable P_2O_5 (méthode Olsen) et disponibilité des éléments majeurs et en traces extraits au CaCl_2) sont mesurés sur six classes granulométriques de cinq matériaux modèles (calcaire, brique, laitier, anthracite et coke de pétrole) grâce à l'adaptation des méthodes d'analyses standardisées. Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus sur la fraction fine, en mettant en œuvre les méthodes traditionnelles, et présentés ci-après.

3.1 Réactivité de la fraction fine des matériaux modèles

3.1.1 Aspects de fertilité

Les résultats de caractérisation des matériaux modèles permettent d'apporter de premiers éléments de description, notamment de la fraction fine considérée comme étant la plus réactive (Annexes p196 – Tableau 56).

En termes de pH, trois catégories de matériaux se distinguent, (i) le calcaire, la brique et le laitier sont alcalins (8,2, 9,4 et 9,5 respectivement), (ii) le coke de pétrole est neutre (7,3) et (iii) l'anhracite est acide (3,9).

La CEC mesurée est très faible pour tous les matériaux ($<1 \text{ cmol}^+ \text{ kg}^{-1}$) à l'exception du calcaire ($7,42 \text{ cmol}^+ \text{ kg}^{-1}$) bien que la valeur se situe en dessous de ce qui serait considéré comme étant une valeur associée à une fertilité faible d'un sol ($10 \text{ cmol}^+ \text{ kg}^{-1}$, Doucet, 2006). La valeur de CEC de la brique, particulièrement faible, n'est pas en accord avec ce qui a été mesuré par Nehls et al. (2013) avec une valeur de $6 \text{ cmol}^+ \text{ kg}^{-1}$, mais qui avait été obtenue après broyage et analyse de la fraction $<0,063 \mu\text{m}$.

La conductivité apporte une information globale sur la quantité d'éléments en solution et peut permettre de qualifier sommairement la qualité d'un support de culture (Tableau 39).

Tableau 39. Niveaux de salinité affectant la croissance des végétaux (British Columbia Ministry of Agriculture, 2015).

Conductivité ($\mu\text{S cm}^{-1}$)	Niveaux de salinité affectant la croissance de végétaux
<120	salinité très faible et insatisfaisante pour la croissance de végétaux
120 - 350	salinité faible mais acceptable pour la croissance de végétaux sensibles
360 - 650	salinité normale pour la plupart des végétaux
>660	salinité élevée – réductions de vigueur et de croissance sont attendues.

Sur cette base seule, le calcaire et le coke ne seraient pas de bons supports de cultures (91 et $110 \mu\text{S cm}^{-1}$ respectivement), la brique, le laitier et l'anhracite seraient acceptables (176 , 209 , et $521 \mu\text{S cm}^{-1}$ respectivement). Cette approche seule, n'est évidemment pas suffisante pour qualifier la qualité des matériaux modèles, en revanche, la conductivité pourrait permettre d'avoir une première idée de leur capacité à libérer des éléments.

Les teneurs en P assimilable sont toutes faibles et très en dessous des valeurs rapportées par le Réseau de Mesure de la Qualité des Sols ($37,3 \text{ mg kg}^{-1}$) (Lemercier et al., 2008). La brique a la teneur la plus élevée en P assimilable ($3,2 \text{ mg kg}^{-1}$) suivie de l'anhracite et du calcaire ($2,2$ et $1,7 \text{ mg kg}^{-1}$ respectivement). Le laitier et le coke ($0,58$ et $0,26 \text{ mg kg}^{-1}$ respectivement) présentent les valeurs les plus faibles.

3.1.2 Éléments extraits au CaCl₂

L'objectif de l'extraction d'éléments au CaCl₂ (0,01 M) est d'obtenir les concentrations en éléments échangeables et facilement disponibles dans la solution du sol. La force ionique de la solution de CaCl₂ est comparable à celle de la solution du sol, ainsi les teneurs en éléments sont à rapprocher des fractions potentiellement disponibles pour les végétaux (Lebourg et al., 1996). Les données relatives à ces résultats sont présentées en Annexes p196 Tableau 56 et p197 Tableau 57. On mentionnera néanmoins que l'utilisation de cet extractant empêche le dosage du Ca dans les extraits et que d'autres types de solutions pourraient être utilisées telles que celles basées sur du Mg ou du Na.

L'antracite est le matériau libérant le plus d'éléments en nombre et en quantité (13/16 et ≈ 330 cmol kg⁻¹), notamment du Fe, Mg et Pb (92, 22 et 3,5 mg kg⁻¹ respectivement).

La brique est le matériau qui libère la plus grande diversité d'éléments après l'antracite (10/16 et ≈ 135 cmol kg⁻¹) mais c'est le coke qui en libère le plus quantitativement après l'antracite (5/15 et ≈ 308 cmol kg⁻¹) notamment du Na (62 mg kg⁻¹).

Le calcaire libère des quantités d'éléments (4/16 et ≈ 149 cmol kg⁻¹) équivalentes à celles de la brique (notamment 26 et 14 mg kg⁻¹ de K et Mg respectivement) mais pas d'Al, de Fe, ni aucun élément en traces.

Enfin le laitier est le matériau qui libère le moins d'éléments (4/16 et ≈ 92 cmol kg⁻¹), notamment pas d'Al, de Fe ni aucun élément en traces.

L'expression des teneurs en éléments extraits au CaCl₂ en pourcentage de leurs teneurs totales renseigne sur la réactivité de la fraction fine des matériaux modèles. Les disponibilités en éléments sont de manière générale assez faibles, inférieures à 1 % dans plus de la moitié des cas. On notera cependant la disponibilité non négligeable de l'As pour la brique (4,7 %) ainsi que les disponibilités en éléments globalement significatives pour l'antracite et le coke de pétrole, en particulier Na et Co pour le coke (44 et 12 % respectivement), et Co, Ni, Pb et Zn pour l'antracite (42, 14, 48 et 20 % respectivement).

Tableau 40. Pourcentage de disponibilité par rapport aux teneurs totales des éléments extraits au CaCl₂.

Matériau	Al	Fe	K	Mg	Mn	Na	As %	Cd	Co	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
calcaire		0,9	0,4	0,0	2,5									
brique	0,0		1,2	0,5	0,0	0,6	4,7			0,1	0,4	0,2		
laitier			0,3	0,0	0,0	0,3								
anthracite	0,2	4,5			9,8			5,8	42,0		8,20	14,0	48,0	20,0
coke					2,1	44,0			12,0					

3.1.3 Évaluation de la fertilité des matériaux modèles

En considérant la réactivité de la fraction fine comme étant dominante du point de vue de sa contribution à la fertilité globale d'un matériau, il apparaît alors raisonnable de qualifier la qualité des matériaux modèles sur la base de la caractérisation de cette fraction.

Globalement, les résultats d'analyses indiquent que les fractions fines respectives des matériaux modèles ne semblent *a priori* pas constituer des supports de culture efficaces en elles-mêmes.

La littérature est relativement pauvre en information concernant des caractérisations de ces types de matériaux, seuls quelques paramètres globaux tels que le pH ou la conductivité ont pu être recensés. Par ailleurs les techniques d'analyses utilisées ne sont pas les mêmes entre études, ni avec celles mises en œuvre dans ces travaux.

Pour le calcaire, on mentionnera des valeurs de pH équivalentes à celles mesurées dans ces travaux, comprises entre 8,1 et 8,4 obtenues à partir de calcaires issus de collines toscanes (Italie) par Cuniglio et al. (2009).

Pour la brique, on mentionnera des valeurs de pH inférieures et de conductivité équivalentes de 8,4 et 107-203 $\mu\text{S cm}^{-1}$ respectivement par Nehls et al. (2013). On citera également les travaux de Deutschmann et Ludwig (2000) qui ont mis en évidence des valeurs de pH inférieures de 7,6-8,2 et de conductivité plus de dix fois plus élevées à 2300-3000 $\mu\text{S cm}^{-1}$ (méthode 1:2 m/V).

Enfin, pour le laitier, on mentionnera des valeurs de pH équivalentes de 8,7-9,2 et de conductivité presque cents fois supérieures à 7000-9000 $\mu\text{S cm}^{-1}$ (Deutschmann and Ludwig, 2000).

Pris isolément, les matériaux modèles ne semblent pas en effet constituer des substrats optimaux, notamment lorsqu'ils sont considérés sous l'angle de la croissance et du développement végétal. Des pH alcalins ou acides, des valeurs de conductivité élevées ou faibles, des teneurs en P assimilable et valeurs de CEC faibles forment des combinaisons traduisant une fertilité faible à médiocre.

3.2 Réactivité des fractions grossières des matériaux modèles

En ce qui concerne les fractions grossières, les premières observations indiquent que de manière générale l'expression d'un paramètre diminue avec l'augmentation de la taille – à l'exception du pH et de la conductivité – en accord avec le postulat d'une fraction fine plus réactive que les fractions grossières, lorsque les concentrations sont exprimées par unité de masse.

3.2.1 Aspects liés à la fertilité

Concernant le pH, une légère tendance à la hausse statistiquement significative (Annexes p196 Tableau 56) semble apparaître avec l'augmentation de la taille pour tous les matériaux à l'exception de l'antracite pour lequel les valeurs fluctuent fortement sans explication particulière (Figure 39 A). Le pH est construit sur une échelle logarithmique, par conséquent, des variations – même minimales – peuvent entraîner une très forte variation de la concentration en ions H_3O^+ .

Concernant la conductivité électrique spécifique (Figure 39 B et Annexes p196 Tableau 56), un motif particulier d'évolution avec la taille des particules peut être mis en évidence. En effet, la conductivité diminue dans un premier temps (entre les classes <2 et 2-4 mm) pour augmenter par la suite pour le laitier, l'antracite, la brique et le coke. Néanmoins pour la brique et le coke, la conductivité diminue à nouveau au niveau de la classe granulométrique la plus grande (31,5-63 mm). Enfin, la conductivité reste constante avec l'augmentation de la taille pour le calcaire.

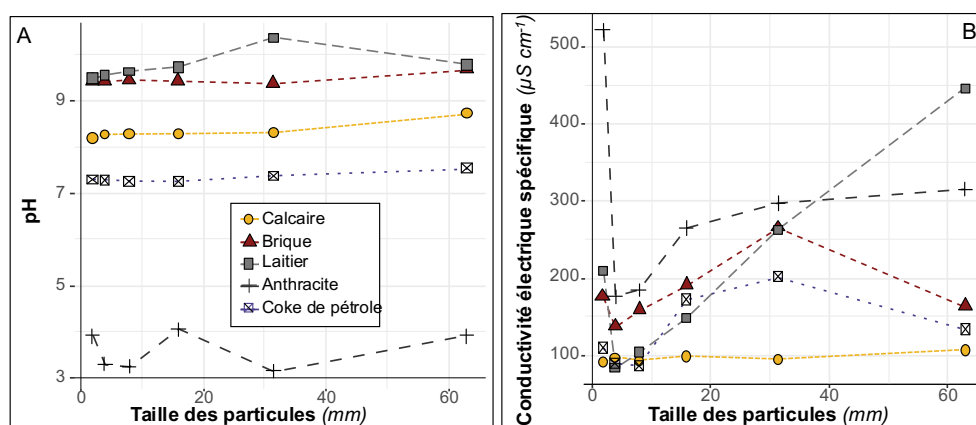


Figure 39. Évolution des paramètres mesurés en fonction de la taille des particules pour les cinq matériaux modèles. A : pH ; B : Conductivité électrique spécifique ($\mu S cm^{-1}$).

La CEC et le P assimilable diminuent avec l'augmentation de la taille pour tous les matériaux modèles (Figure 40 C & D et Annexes p196 Tableau 56). Pour ces deux paramètres la fraction fine des matériaux modèles est systématiquement la classe granulométrique présentant les valeurs les plus élevées et les tendances à la baisse pour les classes granulométriques supérieures sont toutes statistiquement significatives.

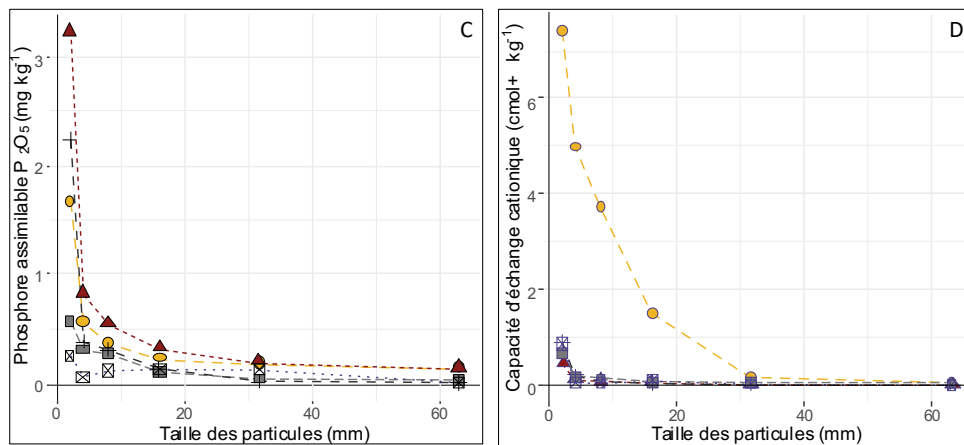


Figure 40. Évolution des paramètres mesurés en fonction de la taille des particules pour les cinq matériaux modèles. C : Phosphore assimilable (P₂O₅ méthode Olsen mg kg⁻¹) ; D : Capacité d'échange cationique (cmol+ kg⁻¹).

3.2.2 Éléments extraits au CaCl₂

Les concentrations en éléments mesurées sur la fraction fine des matériaux modèles sont systématiquement plus élevées que celles mesurées sur les fractions grossières. De manière générale, les concentrations en éléments les plus faibles sont mesurées pour la classe granulométrique la plus grande (31,5-63 mm).

Les éléments tels que K, Mg, Na et dans une moindre mesure Mn, sont libérés par tous les matériaux modèles (Figure 41 et Annexes p196 Tableau 56) au sein de toutes les classes granulométriques. L'anthracite continue à libérer tous les éléments majeurs et en traces recherchés avec l'augmentation de la taille des particules, à l'exception de P, As et Cr (respectivement les 4 premières, 3 premières et toutes classes granulométriques).

Pour certains matériaux tels que la brique et l'anthracite, on observe ponctuellement une augmentation des concentrations de certains éléments non statistiquement significative : Al, Ba, Cd, Zn et Fe, Mn pour l'anthracite dans les classes 16-31,5 et 4-8 mm respectivement ; Cr pour la brique dans la classe 2-4 mm. Ces deux matériaux sont ceux libérant la plus grande diversité d'éléments.

L'anthracite en libère globalement les plus grandes quantités pour les trois premières classes granulométriques (319, 115 et 138 cmol kg⁻¹ respectivement de <2 à 8 mm) et le coke en libère les plus grandes quantités pour les trois dernières classes granulométriques (58, 53 et 42 cmol kg⁻¹ respectivement de 8 à 63 mm). Le laitier est le matériau qui fournit globalement le moins de quantité d'éléments au sein de chaque classe granulométrique. La brique et le calcaire présentent des profils similaires sur ces points, bien que la diversité d'éléments libérés par le calcaire soit plus faible.

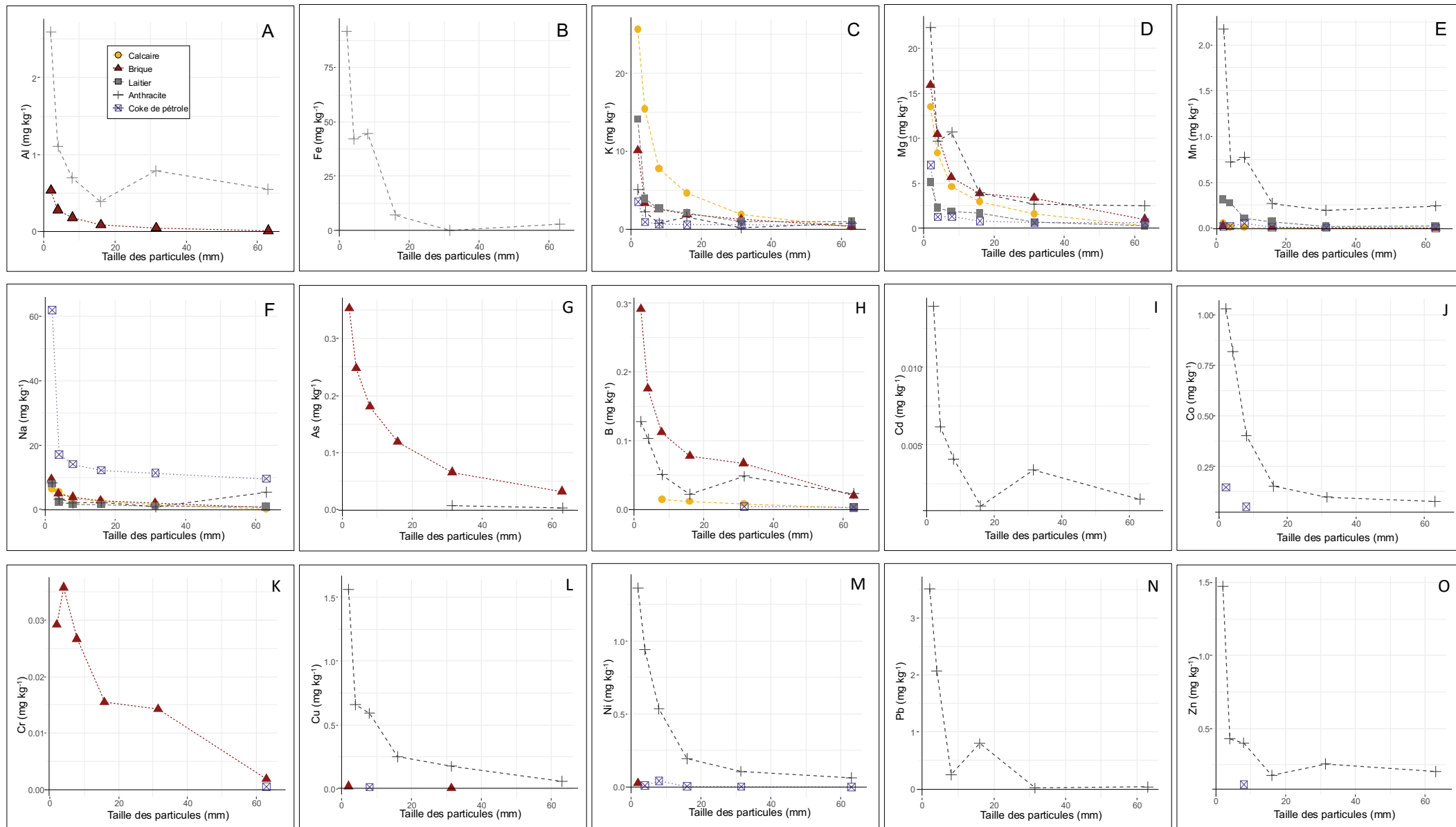


Figure 41. Concentrations massiques en éléments majeurs et en traces extraits au CaCl_2 en fonction de la taille des particules. A : aluminium, B : fer, C : potassium, D : magnésium, E : manganèse, F : sodium, G : arsenic, H : baryum, I : cadmium, J : cobalt, K : chrome, L : cuivre, M : nickel, N : plomb et O : zinc.

4 Dans quelle mesure la réactivité des fractions grossières est-elle similaire à celle des fractions fines ?

4.1 Quelle influence de l'unité choisie pour exprimer la réactivité ?

En dehors des mesures de pH et de conductivité, tous les paramètres mesurés sont rapportés à la masse d'échantillon utilisée pour effectuer la mesure. Comme évoqué précédemment, le principe retenu pour extrapoler les méthodes de caractérisation a été de conserver le ratio surface d'échange développée par le solide par rapport au volume de solution d'extraction ($R_{s/v}$). Ce choix amène alors à une évolution du ratio massique solide/liquide ($R_{m/v}$) qui est proportionnelle au ratio des diamètres de la classe testée par rapport à la classe de référence (ici 2 mm) (cf. Équation 1 p65). Tous les essais ayant été conduits sur des classes granulométriques supérieures à 2 mm, ce facteur est systématiquement supérieur à 1 et $R_{m/v}$ croît proportionnellement avec la taille des particules comme illustré au §2.1.2. Dès lors, si le résultat de la mesure reste exprimé par unité de masse, même si la réactivité de surface du matériau reste identique sa valeur rapportée à la masse d'échantillon décroîtra de manière inversement proportionnelle à la taille des particules.

A des fins de comparaison, il semble alors opportun d'exprimer les résultats par unité de surface d'échange. Pour chaque matériau et chaque classe granulométrique, la concentration surfacique C_S est calculée en faisant le rapport entre concentration massique, C_m (mg kg^{-1}), et surface spécifique, $S_{spé}$ ($\text{m}^2 \text{kg}^{-1}$), de l'échantillon :

$$C_S = \frac{C_m}{S_{spé}} \quad \text{Équation 5}$$

Le Tableau 41 précise la surface spécifique, calculée à partir des tailles de particules et masses volumiques, associée à chaque classe granulométrique.

Tableau 41. Surfaces spécifiques ($\text{m}^2 \text{kg}^{-1}$) associées aux classes granulométriques de chaque matériau modèle.

	calcaire	brique	laitier	anthracite	coke	
Masse volumique (g cm^{-3})	2,75	2,7	2,7	1,45	1,41	
Classe granulométrique (mm)	<2	1,09	1,11	1,11	2,07	2,13
	2-4	0,55	0,56	0,56	1,03	1,06
	4-8	0,27	0,28	0,28	0,52	0,53
	8-16	0,14	0,14	0,14	0,26	0,27
	16-31,5	0,07	0,07	0,07	0,13	0,14
	31,5-63	0,03	0,04	0,04	0,07	0,07

La transformation des concentrations massique en concentration surfacique semble indiquer – en tendance – qu'à surface égale, la réactivité augmente avec la taille des particules (Figure 42 & Figure 43). Cette tendance est observée sur tous les matériaux et éléments dosés. Elle n'est cependant pas constante et ne semble pas suivre de logique apparente. Quatre schémas d'évolution en fonction de la taille des particules peuvent être identifiés :

1. pas d'évolution,
2. augmentation progressive avec l'augmentation de la taille des particules,
3. diminution suivie d'une augmentation,
4. augmentation progressive puis diminution
5. de manière anecdotique des variations mineures de chacun de ces schémas peuvent apparaître.

Néanmoins, dans bien des cas, les évolutions observées ne se traduisent pas par des différences significatives entre classes granulométriques (Annexes p198 Tableau 59 et p199 Tableau 60).

Par exemple :

- **l'anthracite** est le matériau pour lequel on observe le plus de variations entre classes granulométriques ainsi qu'entre paramètres analysés. Pour autant, parmi les 17 paramètres pour lesquels une réponse est mesurée, seulement 3, la somme des cations échangeables, le P assimilable et le Mn présentent effectivement des différences significatives entre classes granulométriques.
- **le laitier** ne présente pas de différences significatives entre classes granulométriques pour les paramètres suivants : CEC, P₂O₅, K et Mn, soit 4 sur 7 paramètres.
- **le calcaire** ne présente pas de différences significatives entre classes granulométriques pour les paramètres suivants : Ba et Mn, soit 2 sur 8 paramètres.
- **la brique** ne présente pas de différences significatives entre classes granulométriques pour les paramètres suivants : somme des cations échangeables, Al, Cu, Mg et Mn, soit 5 sur 12 paramètres.
- **le coke** ne présente pas de différences significatives entre classes granulométriques pour les paramètres suivants : P₂O₅, Ba, Co, et Ni, soit 4 sur 10 paramètres.

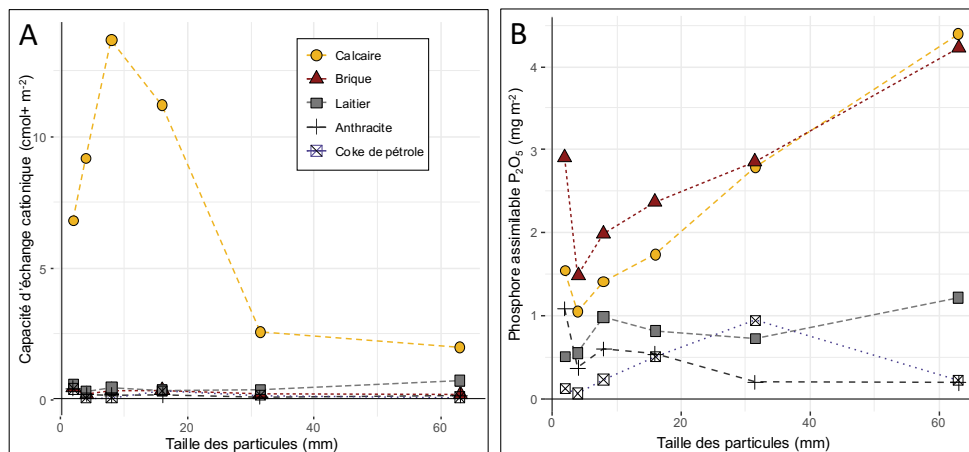


Figure 42. Évolution des paramètres mesurés en fonction de la taille des particules pour les cinq matériaux modèles. Concentration surfaciques : (A) Phosphore assimilable (P_2O_5 méthode Olsen $mg\ m^{-2}$) ; (B) Capacité d'échange cationique ($cmol+ m^{-2}$).

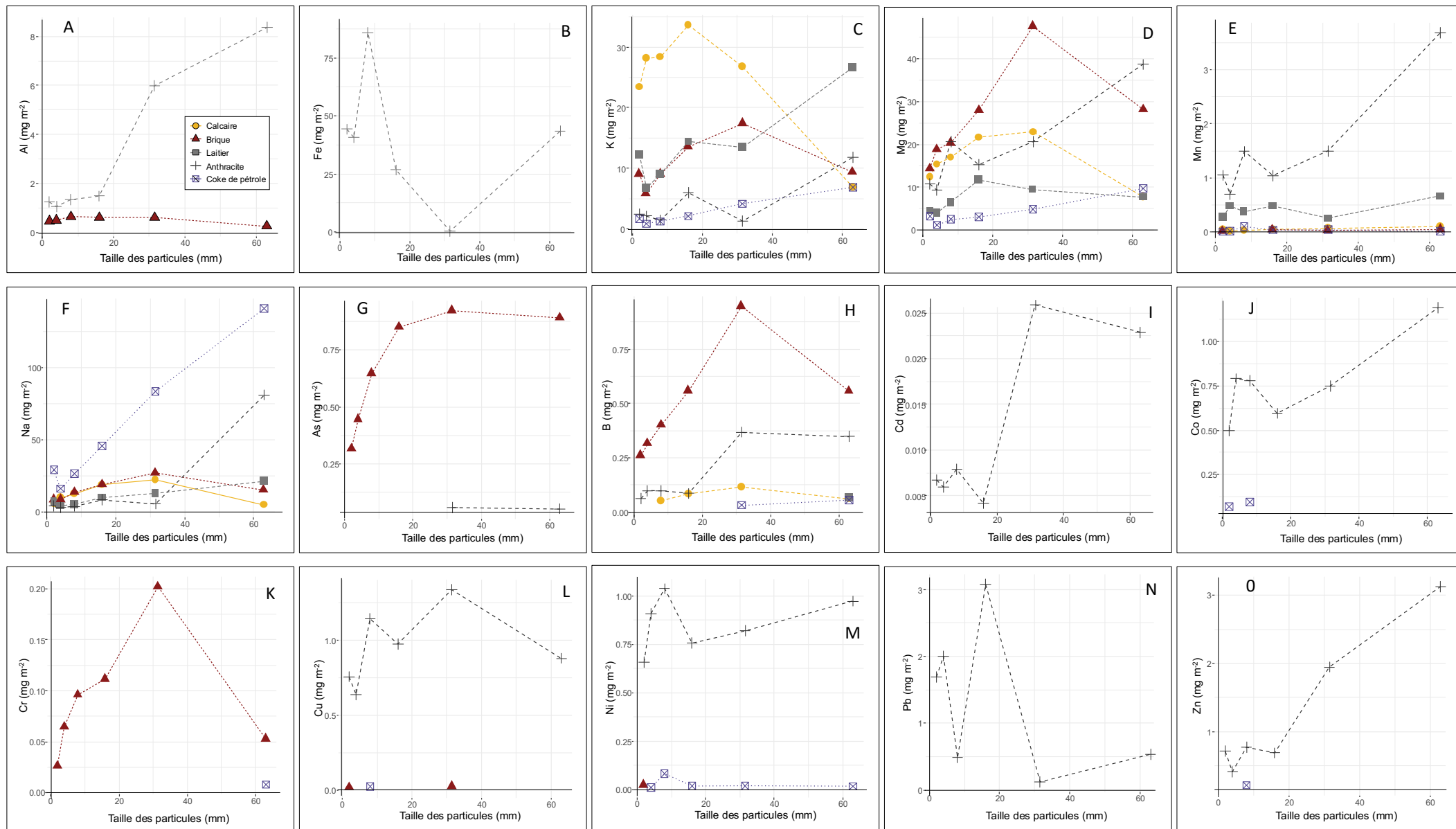


Figure 43. Concentrations surfaciques en éléments majeurs et en traces extraits au CaCl_2 (mg m^{-2}) en fonction de la taille des particules pour les 5 matériaux modèles. (A) aluminium, (B) fer, (C) potassium, (D) magnésium, (E) manganèse, (F) sodium, (G) arsenic, (H) baryum, (I) cadmium, (J) cobalt, (K) chrome, (L) cuivre, (M) nickel, (N) plomb et (O) zinc.

4.2 Quelle contribution des fractions grossières à la réactivité comparativement aux fractions fines ?

Comme cela pouvait être attendu, la baisse d'intensité de réactivité entre matériaux modèles n'évolue pas de la même manière avec l'augmentation de la taille des particules. Afin d'évaluer la réactivité globale des fractions grossières des matériaux modèles, les réactivités résiduelles, RX (%), associées à chaque classe granulométrique et chaque paramètre X ont été calculées pour chaque matériau. Il s'agit de calculer pour chaque classe granulométrique et pour un paramètre donné, le rapport entre la valeur obtenue pour cette classe granulométrique :

- d'un point de vue massique : $[MX]_{classe\ granulo}$ ($mg\ kg^{-1}$), et celle obtenue pour la classe de référence <2 mm, $[XM]_{2mm}$ ($mg\ kg^{-1}$) :

$$RMX_{classe\ granulo}(\%) = \frac{[MX]_{classe\ granulo}}{[MX]_{2mm}} \times 100 \quad \text{Équation 6}$$

et,

- d'un point de vue surfacique : $[SX]_{classe\ granulo}$ ($mg\ m^{-2}$), et celle obtenue pour la classe de référence <2 mm, $[SX]_{2mm}$ ($mg\ m^{-2}$) :

$$RSX_{classe\ granulo}(\%) = \frac{[SX]_{classe\ granulo}}{[SX]_{2mm}} \times 100 \quad \text{Équation 7}$$

La réactivité globale associée à une classe granulométrique d'un matériau peut être exprimée comme étant la moyenne des réactivités résiduelles de cette classe granulométrique pour plusieurs paramètres. Les paramètres qui ont été sélectionnés pour exprimer la réactivité globale des fractions grossières sont ceux dont l'expression initiale peut être ramenée à la masse ou à la surface de l'échantillon : P_2O_5 , CEC, somme des éléments majeurs et somme des éléments en traces.

4.1.1 Réactivité massique globale des fractions grossières

Le Tableau 42 et la Figure 44 présentent pour chaque matériau l'évolution de la réactivité massique globale de leurs fractions grossières par rapport à celle de leur fraction fine considérée comme étant maximale à cette taille de particule. Les réactivités massiques globales des matériaux présentent une tendance à la diminution très marquée avec l'augmentation de la taille des particules.

Le calcaire conserve plus de 50 % de sa réactivité au sein de la classe granulométrique 2-4 mm, la brique 43 %, le laitier 37 %, l'anhracite 33 % et le coke seulement 17 %.

Au sein de la classe 4-8 mm le calcaire et le coke conservent une réactivité similaire autour de 35 %. L'augmentation surprenante de la réactivité du coke s'explique par l'augmentation de la teneur en P_2O_5 au niveau de cette classe granulométrique. La brique et le laitier forment un groupe intermédiaire avec une

réactivité globale résiduelle de 30 %. Enfin l’anthracite présente la réactivité la plus faible pour cette classe granulométrique (25 %).

Les réactivités du calcaire, de la brique et du coke sont similaires autour de 20 % au sein de la classe granulométrique 8-16 mm. La réactivité du laitier est un peu basse à environ 16 % et celle de l’anthracite à 10 % pour cette classe granulométrique.

Au sein de la classe 16-31,5 mm le coke conserve une réactivité globale élevée (18 %) en comparaison avec les autres matériaux (12 % pour la brique, environ 8 % pour le calcaire et le laitier et 4% pour l’anthracite).

Enfin, les réactivités globales des matériaux s’établissent autour de 5 % au sein de la classe granulométrique la plus grande. On constate ainsi que l’évolution de la réactivité massique globale des fractions grossières est non seulement fonction de la taille des particules mais également de la nature des matériaux.

Tableau 42. Réactivités moyennes des fractions grossières des matériaux modèles rapportées à la fraction fine (%).

Classe granulométrique mm	calcaire	brique	laitier	anthracite	coke
<2	100	100	100	100	100
2-4	59	42	37	29	20
4-8	40	29	28	22	33
8-16	20	18	15	10	19
16-31,5	7	11	8	5	17
31,5-63	3	5	6	5	7

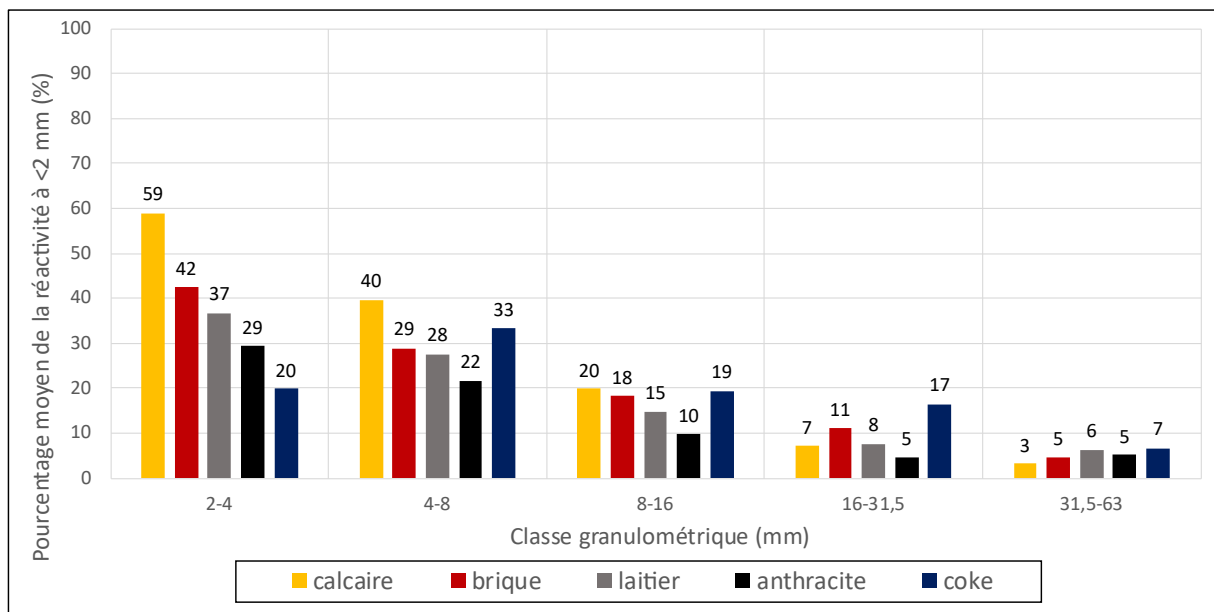


Figure 44. Pourcentage moyen d'expression de la réactivité des classes granulométriques des matériaux modèles en fonction des valeurs mesurées à 2 mm.

4.1.1 Réactivité surfacique globale des fractions grossières

Le Tableau 43 et la Figure 45 présentent pour chaque matériau l'évolution de la réactivité massique globale de leurs fractions grossières par rapport à celle de leur fraction fine.

Les réactivités surfaciques globales des matériaux présentent une tendance à l'augmentation avec l'augmentation de la taille des particules.

Pour la brique, la réactivité surfacique globale augmente de la classe 2-4 mm (138 %) à la classe 16-31,5 mm (253 %) avant de diminuer jusqu'à 189 % au sein de la classe 31,5-63 mm.

Pour le calcaire, la réactivité surfacique globale augmente de la classe 2-4 mm (128 %) jusqu'à la classe 8-16 mm (163 %) avant de diminuer à 84 % au sein de la classe 31,5-63 mm.

Pour le laitier, la réactivité surfacique globale diminue dans un premier temps jusqu'à 46 % au sein de la classe 2-4 mm, puis augmente jusqu'à 135 % au sein de la classe 31,5-63 mm.

Pour l'antracite, la réactivité surfacique globale diminue dans un premier temps jusqu'à 72 % au sein de la classe 2-4 mm, puis augmente jusqu'à 214 % au sein de la classe 31,5-63 mm.

Pour le coke, la réactivité surfacique globale diminue dans un premier temps jusqu'à 22 % au sein de la classe 2-4 mm, puis augmente jusqu'à 124 % au sein de la classe 31,5-63 mm.

On constate encore que l'évolution de la réactivité surfacique globale des fractions grossières est dépendante du type de matériau considéré. Les incertitudes liées à l'expression des concentrations par unité de surface demeurent élevées malgré tout et sont discutées dans le paragraphe §4.3 suivant.

Tableau 43. Réactivités moyennes des fractions grossières des matériaux modèles rapportées à la fraction fine (%).

Classe granulométrique <i>mm</i>	calcaire	brique	laitier %	anthracite	coke
<2	100	100	100	100	100
2-4	128	135	46	72	22
4-8	156	145	56	98	67
8-16	163	182	71	111	59
16-31,5	118	253	75	157	102
31,5-63	84	189	135	214	124

Le maintien d'une réactivité globale non négligeable au sein des fractions grossières des différents matériaux témoigne de leur nature non-inerte. Bien que ces matériaux ne fournissent pas des quantités très élevées d'éléments, ni n'expriment des valeurs de paramètres de fertilité élevée, leurs fractions grossières constituent un réservoir d'éléments qui peuvent être mobilisables à court terme. Ils peuvent ainsi participer favorablement à la fonction de support de végétation du sol dans lequel ils sont présents.

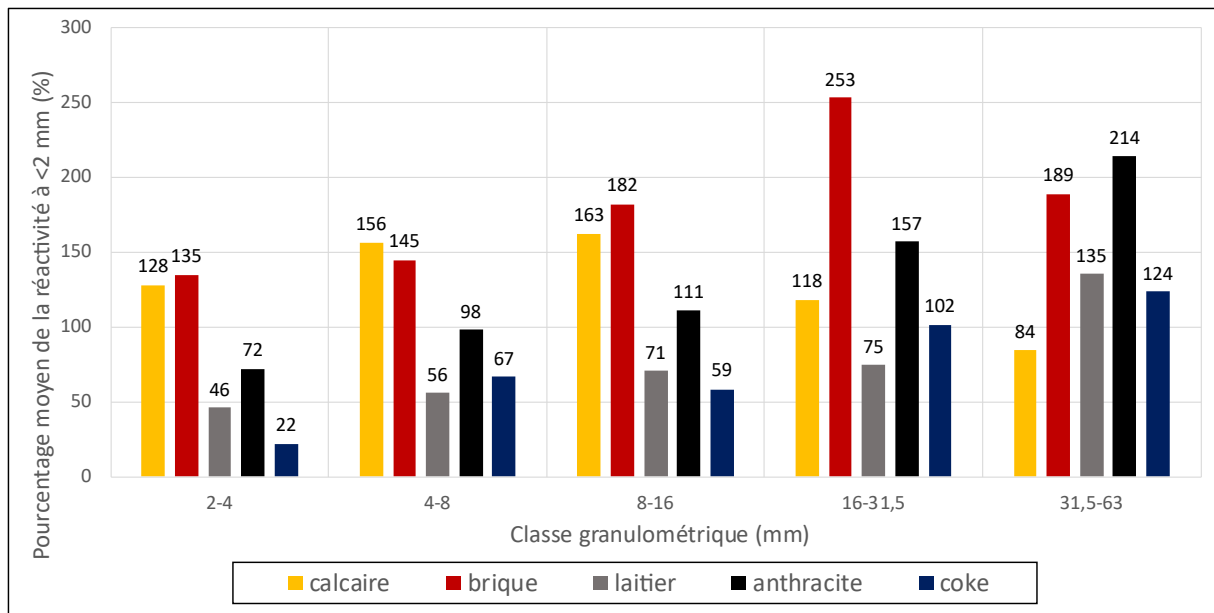


Figure 45. Pourcentage moyen d'expression de la réactivité des classes granulométriques des matériaux modèles en fonction des valeurs mesurées à 2 mm.

Le maintien d'une réactivité globale non négligeable au sein des fractions grossières des différents matériaux témoigne de leur nature non-inerte. Bien que ces matériaux ne fournissent pas des quantités très élevées d'éléments par unité de masse, ni n'expriment des valeurs de paramètres de fertilité élevée, leurs fractions grossières constituent un réservoir d'éléments qui peuvent être mobilisables à court terme. Ils peuvent ainsi participer favorablement à la fonction de support de végétation du sol dans lequel ils sont présents.

4.3 Évaluation et propositions d'amélioration de la méthode d'estimation de la réactivité des fractions grossières

Le développement de la méthode d'adaptation d'analyses de sol standardisées, a permis la première caractérisation non destructive et qualification de la réactivité des fractions grossières de différents matériaux modèles naturels et technogéniques. Aussi intéressants que soient les résultats obtenus, la simple mise en œuvre de cette méthode sans regard critique ni évaluation n'apparaît cependant pas acceptable. En effet, comme cela a été mentionné en début de chapitre, la méthode d'adaptation proposée est construite autour d'hypothèses qui permettent sa mise en œuvre, mais dont le respect introduit des biais dont l'influence sur les résultats obtenus doivent être discutés. Au-delà, la méthode a vocation à évoluer afin de tenir compte des effets négatifs inhérents à sa mise en œuvre et de renforcer la confiance dans les données qu'elle permet d'obtenir.

L'hypothèse associée à la transformation des concentrations massiques en concentrations surfaciques suggère que ces dernières ne devraient pas évoluer lorsqu'elles sont exprimées par unité de surface. En effet, si la méthode permet effectivement de maintenir le ratio $R_{s/v}$ constant, cela correspond donc à l'extraction d'une même quantité d'éléments par unité de surface.

Cependant, si les évolutions à la hausse des concentrations surfaciques sont réelles, elles devraient alors être la cause de l'un des deux processus suivants.

Soit :

1. La libération d'éléments, donc la réactivité des fractions grossières, augmente effectivement avec la taille des particules. Ce qui semble *a priori* impossible compte tenu de l'uniformité des matériaux modèles au sein de chaque classe granulométrique. En effet, le seul paramètre changeant pour chacun des matériaux est la taille des particules, leur nature ne changeant pas avec la taille.

Soit,

2. La surface réelle présentée par une prise d'essai est en réalité plus grande que la surface théorique calculée lors de la mise en œuvre de la méthode.

Deux éléments non exclusifs pourraient en être la cause :

- a. La présence d'une porosité élevée – non prise en compte dans le calcul – augmente la surface totale réelle de la prise d'essai, engendrant ainsi une sous-estimation de cette dernière par le calcul et une surestimation des quantités de matériaux à analyser (cf. laitier Figure 32 et coke Figure 34).
- b. Les biais de la méthode apportés par les hypothèses nécessaires à sa mise en œuvre (forme géométrique inadaptée, dimension unique au sein d'une classe granulométrique) entraînent une sous-estimation de la surface théorique des prises d'essai.

En effet, le calcul de la surface théorique correspond bien à une sous-estimation de la surface réelle présentée par la prise d'essai pour deux raisons :

1. La sous-estimation de la surface réelle est d'autant plus marquée que la taille des particules augmente, car le calcul est réalisé à partir de la borne supérieure de la classe granulométrique considérée. La relation entre surface spécifique d'une particule est inversement proportionnelle à la taille de cette dernière.
2. Plus les classes granulométriques sont grandes et plus la dispersion granulométrique des particules qui les constituent sont grandes, multipliant ainsi l'incertitude associée au calcul de la surface théorique. Par ailleurs, la distribution granulométrique des matériaux au sein de chaque classe peut varier, selon les matériaux mais également entre classes granulométriques.

Dès lors, les quantités de matériaux analysés pour une classe granulométriques sont en réalité plus importantes qu'elles ne devraient l'être, le volume de solution est alors inadapté, et l'extraction des éléments s'en trouve impactée. Ces différents biais, liés à l'estimation de la surface de la prise d'essai, et dont les effets négatifs sont dépendants des matériaux (porosité et forme géométrique) et de leur distribution granulométrique, ne s'expriment alors pas de manière constante et peuvent expliquer la forme des courbes et les variations des concentrations surfaciques.

Une manière de lever le biais lié à une mésestimation de la surface des échantillons serait de déterminer la surface spécifique réelle de chacune des classes granulométriques d'un matériau, et dans un second temps de déterminer précisément pour chaque analyse le ratio $R_{s/V}$, et par conséquent, de définir précisément les masses d'échantillon et les volumes de solution d'extraction à mettre en jeu.

La technologie de la mesure de la surface spécifique par la méthode Brunauer, Emmett et Teller (BET) (Brunauer et al., 1938) permet de déterminer très précisément la surface réelle d'un objet ou de matériaux granulaires. Elle repose sur la détermination de la surface occupée par une monocouche de gaz adsorbée à la surface d'un échantillon. La mesure de surface spécifique par la méthode BET est non destructrice, c'est-à-dire qu'un échantillon de matériau (*e.g.*, pur, en mélange, sol) dont la classe granulométrique et la masse volumique seraient connues pourrait être directement caractérisé selon la méthode d'adaptation proposée dans ces travaux sans risque de sur- ou sous-estimer la valeur du paramètre que l'on cherche à caractériser.

Par ailleurs, au-delà de la simple caractérisation chimique, une mesure de ce type permettrait de bancariser au sein d'une base de données les valeurs de surface spécifiques d'une grande variété de matériaux purs ou en mélange, ce qui serait d'une grande utilité pour de futurs travaux visant à décrire, caractériser et qualifier la qualité de ces derniers.

5 Conclusion partielle

Pour la première fois, les fractions grossières de matériaux naturels et technogéniques ont été caractérisées en adaptant des méthodes d'analyses de sols. Les travaux menés ont notamment permis (i) de valider le principe d'adaptation des méthodes d'analyses, (ii) de qualifier la qualité des matériaux, et (iii) de qualifier l'évolution de la réactivité des fractions grossières avec la taille de ces dernières.

La méthode d'adaptation a montré ses limites, notamment dans sa capacité à estimer la surface réelle de l'échantillon que l'on cherche à caractériser. Ces limites sont dues aux hypothèses initialement formulées pour le développement de la méthode. Une solution crédible reposant sur la mesure de la surface spécifique à l'aide d'un appareillage dédié a été proposée.

Malgré ses limites, la méthode d'adaptation a permis l'obtention des premiers résultats de caractérisation de différentes fractions de matériaux naturels et technogéniques. Comme cela pouvait être attendu, les matériaux purs ne sont pas *a priori* des supports de cultures de choix. Leurs caractéristiques agronomiques traduisent une fertilité faible et une toxicité peu prononcée voire inexistante. Leur intérêt repose donc plutôt dans la potentielle contribution qu'ils pourraient avoir lorsqu'ils se retrouvent incorporés dans les sols. Toutes granulométries confondues, les réactivités spécifiques de chaque matériau sont différentes et se répartissent de la plus élevée à la plus faible de la manière suivante (pour les paramètres pris en compte) : anthracite, coke, calcaire, brique et laitier. Pour chaque matériau nous avons mesuré la libération majoritaire des mêmes éléments mis en évidence par les caractérisations physico-chimiques totales (par exemple Ca et K pour le calcaire, K et Mg pour le laitier, Cu, Ni, Pb et Zn pour l'anthracite).

Considérant les incertitudes qui pèsent sur les résultats obtenus, il a malgré tout été possible de confirmer que d'un point de vue massique la réactivité la plus forte est obtenue au sein de la fraction fine, mais que celle des fractions grossières n'est pas inexistante. Cette dernière évolue significativement à la baisse d'un point de vue massique avec l'augmentation de la taille des particules et est fonction du type de matériau.

La connaissance de la réactivité des fractions grossières est ainsi un pas supplémentaire vers une meilleure compréhension du fonctionnement des sols très anthropisés. Les matériaux grossiers font partie du sol et contribuent aux stocks d'éléments et à la fourniture de ces derniers par les processus d'altération mis en jeu par la pédogenèse. La fraction fine n'est-elle finalement pas formée en partie par les produits de l'altération de ces divers matériaux ?

Cette connaissance n'est cependant pas suffisante pour évaluer la contribution directe des fractions grossières à la fonction de support de végétation des sols. Des questions en lien avec l'alimentation en éléments de la solution du sol, la nutrition des végétaux et la contribution des fractions au fonctionnement hydrique des sols très anthropisés se font jour et sont explorées dans le chapitre suivant du manuscrit.

Chapitre V – Interactions plantes – fractions grossières des sols

1 Introduction

Le chapitre IV a permis d'évaluer la réactivité et de qualifier la qualité de différentes fractions granulométriques issues de matériaux naturels et technogéniques présents dans des sols très anthropisés. Ces résultats éclairent un peu plus notre compréhension du rôle potentiellement joué par les fractions grossières dans le fonctionnement de ces sols. Ces fractions granulométriques, qui ne sont pas inertes, libèrent des éléments nutritifs et dans une moindre mesure quelques éléments toxiques. Le processus d'altération mis en jeu lors de la pédogenèse conduit à terme à la transformation des fractions les plus grossières en des fractions plus fines. Ce faisant, les fractions grossières participent à l'alimentation de la solution du sol en divers éléments potentiellement disponibles pour les végétaux. Ainsi, le fonctionnement hydrique des sols est un moteur majeur de la mobilisation d'éléments issus des constituants des différentes fractions granulométriques du sol. C'est pourquoi la fonction de support de végétation des sols sous influence des fractions granulométriques doit être évaluée à travers deux proxy que sont la qualité des végétaux (rendements en biomasse, teneurs en éléments) et l'état hydrique des sols (qualité des eaux, humidité et capacité de rétention en eau des substrats).

Afin d'apprécier plus avant le rôle des fractions grossières dans les sols très anthropisés, des végétaux sont cultivés dans des conditions particulières de substrats associant fractions grossières, fractions fines et matériaux inertes en conditions contrôlées de laboratoire et à l'échelle pilote de terrain.

Les effets directs et indirects de la présence de fractions grossières sont évalués à l'aide de végétaux servant d'indicateurs de la capacité de ces substrats à assurer la fonction de support de végétation.

2 Évaluation du rôle des fractions granulométriques des sols sur la croissance des végétaux

Dans cette partie, nous présentons les résultats d'essai de croissance de laitues (*Lactuca sativa* Reine de mai) cultivées sur différentes fractions granulométriques des matériaux modèles, seules ou en mélange avec du sable, ici choisi comme fraction fine inerte. Les effets des fractions granulométriques sur le développement des plantules sont évalués à travers la caractérisation des paramètres physiologiques et de qualité des biomasses produites.

2.1 Impact de la fraction fine des matériaux modèles sur l'émergence et le développement de plantules de laitues

Les résultats du chapitre précédant ont permis de confirmer la réactivité plus importante de la fraction fine par rapport à celle de la fraction grossière des sols. D'un point de vue massique, la fraction fine offre le plus de surfaces d'échanges, et peut donc potentiellement contribuer majoritairement à la nutrition des végétaux. Ses effets sur la croissance et le développement des plantules de laitues sont donc attendus comme étant les plus significatifs.

Dans les paragraphes suivants, les taux de germination, les quantités, les teneurs en eau ainsi que la qualité des biomasses produites après la culture de plantules de laitues sur la fraction fine des matériaux modèles (calcaire, brique, laitier, anthracite et coke) et sur du sable durant 28 jours, sont présentés. Par ailleurs, une évaluation de la contribution des matériaux modèles à la nutrition des plantules de laitue est réalisée à travers une analyse en minéralomasse.

2.1.1 Paramètres physiologiques des végétaux

2.1.1.1 Taux de germination

Au 14^{ème} jour de culture, la germination des graines de laitue n'est pas impactée par les différents matériaux modèles (Figure 46). La germination des graines sur le coke est néanmoins la plus rapide et se différencie de celle sur les autres matériaux à partir du 2^{ème} jour et reste la plus élevée jusqu'au 6^{ème} jour. La germination des graines sur l'anthracite et le témoin est retardée par rapport à celle sur les autres matériaux les 2^{èmes} et 3^{èmes} jours. Au 6^{ème} jour, la germination des graines sur le témoin est toujours inférieure à celle sur le coke. Enfin, la germination n'est plus statistiquement différente entre matériaux à partir du 7^{ème} jour.

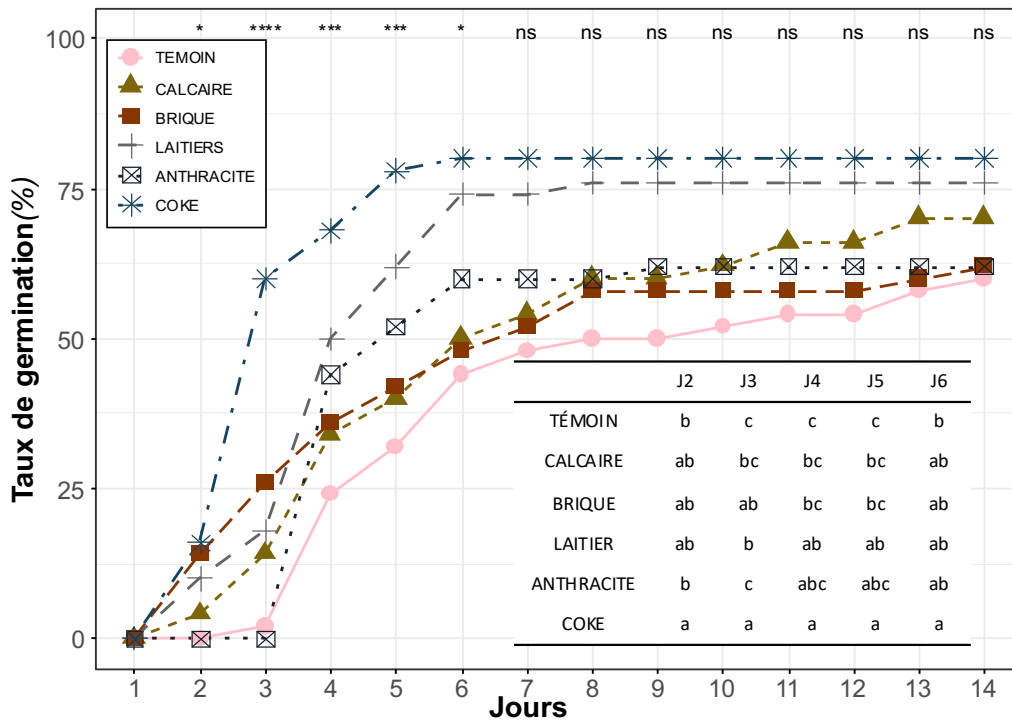


Figure 46. Taux de germination (%) au cours des 14 premiers jours de culture (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Les taux de germination se situent entre 77 % (coke) et 62 % (témoin) au 14^{ème} jour. D’après un document technique (Chambre d’agriculture Rhône-Alpes), les graines standards de laitues présentent des taux de germination de l’ordre de 75 % ce qui correspond aux taux de germination obtenus ici.

Extraits au CaCl_2

2.1.1.2 Production et teneurs en eau des biomasses

Les quantités de biomasses sèches totales (aériennes + racinaires $\approx 50 \text{ mg pot}^{-1}$) produites sont équivalentes entre matériaux à la fin de l’essai (28 jours), à l’exception de l’anthracite sur lequel la réduction de biomasse par rapport au témoin est de l’ordre de 78 % (Tableau 44). Les quantités de biomasses racinaires mesurées sur les matériaux ne sont pas statistiquement différentes de celles mesurées sur le témoin – à l’exception de l’anthracite – mais semblent impactées différemment suivant les matériaux, avec les quantités les plus élevées mesurées sur le laitier (24 mg pot^{-1}) et le calcaire, et les plus faibles sur l’anthracite ($2,4 \text{ mg pot}^{-1}$).

Pour des aspects très qualitatifs – les longueurs et diamètres racinaires n’ayant pas été déterminés – on remarque que la morphologie des plantules est semblable lorsque que ces dernières ont été cultivées sur le témoin (sable), le calcaire et le coke, traduisant une exploration complète du substrat (Figure 47). En revanche, les parties racinaires semblent avoir une longueur réduite lorsque les laitues ont été cultivées sur la brique et le laitier, traduisant une capacité impactée à explorer le substrat en profondeur. Par ailleurs, les biomasses racinaires les plus élevées ont été mesurées chez les plantules cultivées sur le laitier. Compte tenu

de leur morphologie (longueur réduite), il semble raisonnable de supposer un diamètre racinaire plus élevé chez les plantules cultivées sur ce matériau. Cela pourrait indiquer des difficultés d'accès à l'eau pour ces plantules, le diamètre racinaire et la résistance à la sécheresse étant positivement corrélés (Pérez-Harguindeguy et al., 2013).

Enfin, la teneur en eau des végétaux peut être un indicateur de la capacité des végétaux à puiser l'eau disponible dans le substrat. D'après Kramer (1983), la laitue est une espèce dont la teneur en eau normale est de 95 % lorsque son développement est compatible avec sa commercialisation. Ici, les teneurs en eau mesurées semblent indiquer une accessibilité à l'eau impactée pour toutes les plantules cultivées sur tous les matériaux à l'exception de celles cultivées sur l'antracite. On notera notamment les teneurs en eau relativement faibles des plantules cultivées sur le laitier (76 %), la brique (78 %) et le calcaire (80 %). Par ailleurs, bien que les plantules cultivées sur le laitier présentent une teneur en eau en accord avec les données de la littérature, leur production de biomasse a néanmoins été fortement impactée par ce matériau.

Tableau 44. Principaux paramètres physiologiques des plantules à l'issue de l'essai (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

		Témoin	Calcaire	Brique	Laitier	Anthracite	Coke
Biomasse sèche ($mg\ pot^{-1}$)	<i>aérienne</i>	32 a	32 a	33 a	34 a	8,1 b	30 a
	<i>racinaire</i>	18 ab	21 ab	16 b	24 a	2,4 c	14 b
	<i>plante entière</i>	50 a	53 a	49 a	58 a	11,0 b	44 a
Teneur en eau ($\% pot^{-1}$)	<i>aérienne</i>	86 a	80 bc	80 abc	79 c	82 abc	85 ab
	<i>racinaire</i>	84 c	74 c	77 b	71 c	98 a	87 ab
	<i>plante entière</i>	85 b	78 c	80 c	76 c	94 a	86 b

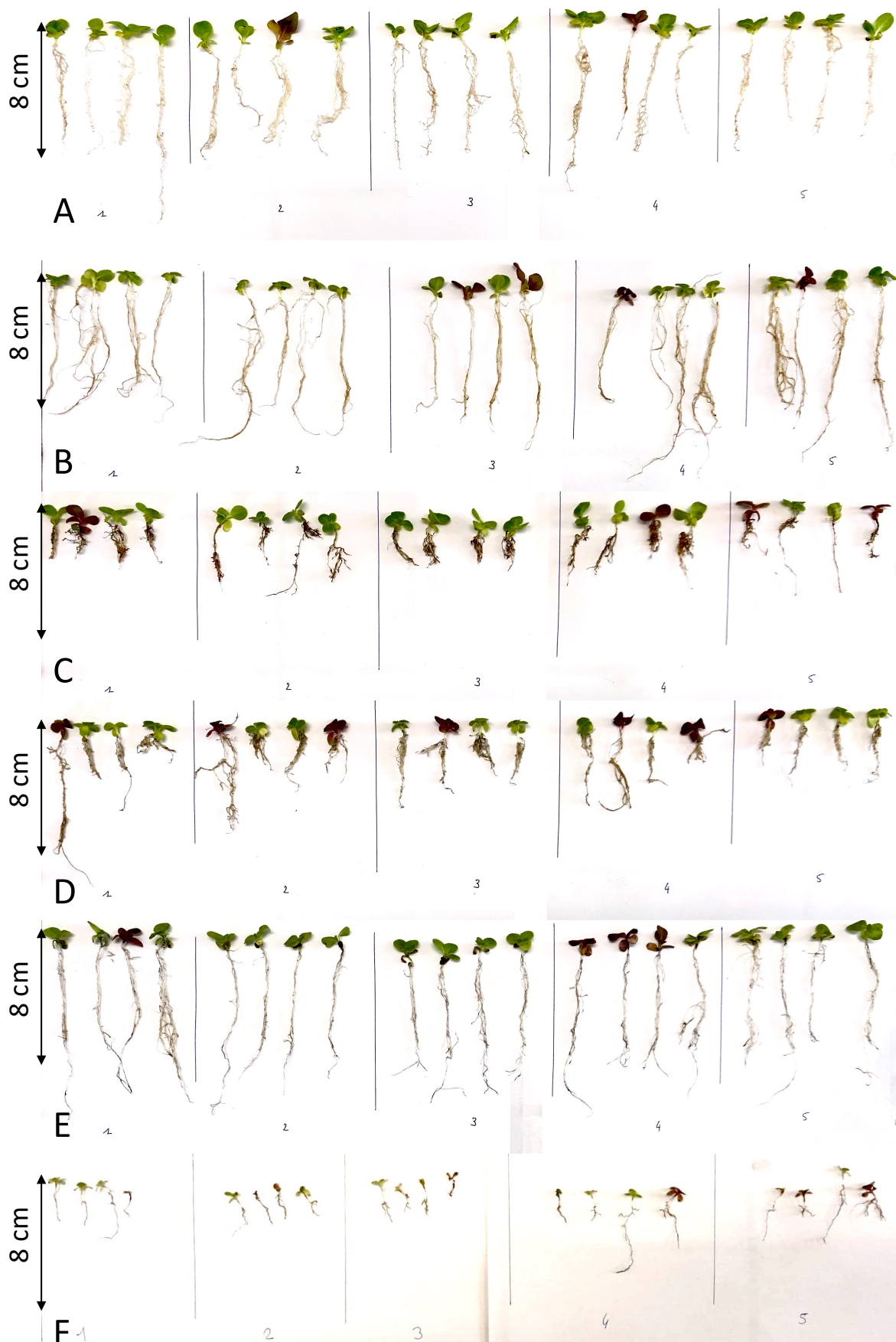


Figure 47. Aspect des plantules de laitue après 28 jours de culture. A) témoin ; B) calcaire ; C) brique ; D) laitier ; E) coke et F) anthracite.

2.1.2 Qualité de la biomasse

Les éléments majeurs et en traces ont été extraits par digestion à l'eau-régale et dosés dans les parties aériennes des plantules uniquement, faute de quantités suffisantes de biomasses racinaires à analyser. Plusieurs éléments majeurs d'intérêt ont été dosés dans les parties aériennes des laitues, notamment N, P, K et Mg (Tableau 45). Des éléments tels que le N_{total} , S, Ca, K, Mg, Na, P et B ont été apportés en concentrations diverses par la solution nutritive et sont bien retrouvés dans les parties aériennes des laitues. Les plantules cultivées sur l'antracite présentent les teneurs les plus élevées en N ($2,1 \text{ g kg}^{-1}$), S ($1,9 \text{ g kg}^{-1}$), Mg (8663 mg kg^{-1}) et Mn (925 mg kg^{-1}), soit respectivement environ 2, 9, 5 et au moins 10 fois plus que les plantules cultivées sur le témoin. On rappellera ici que l'antracite présentait les concentrations en N_{total} (17 g kg^{-1}), en Mg (22 mg kg^{-1}) et Mn ($2,2 \text{ mg kg}^{-1}$) extractibles au CaCl_2 les plus élevées parmi les matériaux modèles (cf. chapitre III p99 et chapitre IV p115). Les concentrations de ces éléments plus élevées que dans les autres traitements pourraient suggérer une probable contribution de ce matériau à la nutrition minérale des plantules. Néanmoins, les biomasses des laitues cultivées sur ce matériau étant très faibles, un effet de surconcentration des éléments dans la biomasse n'est pas à exclure. Les éléments tels que Al et Fe, dont la libération a été mise en évidence par extraction au CaCl_2 sur la brique (Al) et l'antracite (Al et Fe), ne sont dosés que dans les plantules cultivées sur le calcaire (Al et Fe), le laitier (Al et Fe) et la brique (Fe). Les teneurs en K dans les plantules cultivées sur le calcaire (19677 mg kg^{-1}) sont significativement supérieures à celles mesurées dans les plantules cultivées sur tous les autres matériaux, et qui sont par ailleurs équivalentes ($[\text{K}]_{\text{témoin}} = 6319 \text{ mg kg}^{-1}$). Les teneurs en Ca sont statistiquement équivalentes dans toutes les plantules cultivées sur tous les matériaux à l'exception de celles cultivées sur la brique pour lesquelles les teneurs sont environ 72 % plus faibles que pour le témoin. Enfin, les plantules cultivées sur le coke, l'antracite et la brique présentent des teneurs particulièrement élevées en Na, respectivement environ 23, 6 et 5 fois plus que dans les plantules cultivées sur le témoin. Il s'agit de matériaux dont les concentrations en Na disponible extrait au CaCl_2 sont de 9, 8 et 62 mg kg^{-1} pour la brique, l'antracite et le coke respectivement.

Tableau 45. Qualité de la biomasse produite : teneurs en N_{total} et S par combustion sèche ($g\ kg^{-1}$) et éléments majeurs extraits à l'eau régale ($mg\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

	Témoin	Calcaire	Brique	Laitier	Anthracite	Coke
N_{total}	1,1 b	1,4 ab	1,4 ab	1,3 b	2,1 a	1,3 b
S	0,2 bc	0,2 c	0,3 ab	0,1 c	1,9 a	0,3 ab
Al	<163	373 a	<163	396 a	<163	<163
Ca	13700 a	14705 a	3772 b	11199 a	7362 a	4302 a
Fe	<50	1012 a	111 b	150 ab	<50	<50
K	6319 b	19677 a	6811 b	9344 b	<657	7650 b
Mg	1713 bc	1054 d	2268 ab	1627 c	8663 a	1545 cd
Mn	<9,6	109 b	<9,6	84 b	925 a	<9,6
Na	408 d	576 cd	1971 b	930 c	2418 ab	9248 a
P	1790 ab	704 de	1060 cd	517 e	1445 bc	2075 a

Une diversité assez faible d'ETM est dosée dans les parties aériennes des plantules (Tableau 46). On mentionnera en particulier les teneurs relativement élevées de B dans les plantules cultivées sur la brique, statistiquement supérieure à celles dosées dans les parties aériennes des laitues cultivées sur le témoin, le calcaire et le coke. As et Zn sont également dosés dans les plantules cultivées sur la brique. On notera par ailleurs les teneurs particulièrement élevées en Co et Ni au sein des parties aériennes des plantules cultivées sur l'anthracite. Néanmoins, les biomasses des laitues cultivées sur l'anthracite étant très faibles, un effet de surconcentration en Co et Ni dans la biomasse n'est pas à exclure. Par ailleurs, une toxicité de ces éléments ayant entraîné une réduction de la production de biomasse des plantules n'est pas non plus à exclure. En effet, les travaux de Priac (2014) et Priac et al. (2017) ont mis en évidence la toxicité du Ni en solution vis-à-vis de la laitue.

Tableau 46. Qualité de la biomasse produite : teneurs en éléments en traces extraits à l'eau régale ($mg\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

	Témoin	Calcaire	Brique	Laitier	Anthracite	Coke
As	<2,93	<2,93	7,7	<2,93	<2,93	<2,93
B	37 b	24 b	57 a	<13	<13	28 b
Cd	3,6	<0,66	<0,66	<0,66	<0,66	<0,66
Co	<0,64	<0,64	<0,64	<0,64	251	<0,64
Cr	<6,5	<6,5	<6,5	<6,5	<6,5	<6,5
Cu	<5,5	<5,5	<5,5	<5,5	<5,5	<5,5
Ni	<8,8	<8,8	<8,8	<8,8	148	<8,8
Pb	<2,6	<2,6	<2,6	<2,6	<2,6	<2,6
Zn	<22	<22	46	<22	<22	<22

2.1.3 Contribution des matériaux à la nutrition minérale des plantules

Afin d'évaluer la contribution des matériaux à la nutrition des plantes, une analyse en minéralomasse a été réalisée (Tableau 47). Les quantités d'éléments présents dans la plante entière ont été estimées en considérant que les concentrations de ces derniers dans la plante entière étaient équivalentes à celles mesurées dans les parties aériennes. Cette hypothèse, bien que discutable car non vérifiée dans de nombreux cas, ne peut pas permettre de mettre en évidence des processus fins mais peut néanmoins permettre une analyse globale des systèmes étudiés et ainsi permettre d'identifier les éventuels effets majeurs des matériaux anthropiques modèles sur la nutrition minérale des plantes étudiées.

Pour chaque élément détecté, la quantité présente dans la totalité de la biomasse produite par pot a été estimée par le calcul, et les quantités d'éléments apportés par la solution nutritive ont été déterminées. Ainsi, quantités d'éléments dans les plantes et quantités d'éléments apportés par la solution nutritive peuvent être comparées afin de mettre en évidence une potentielle contribution directe des matériaux à la nutrition des plantes.

Un exemple de contribution à la nutrition des plantes par un matériau est celui du K apporté par le calcaire. En effet, la teneur en K des laitues cultivées sur le calcaire est 3 fois plus élevée que celle mesurée sur le témoin. Par ailleurs, l'analyse en minéralomasse indique également trois fois plus de K dans les laitues cultivées sur le calcaire par rapport au témoin, et une quantité de K deux fois plus élevée que celle apportée par la solution nutritive. On notera également que bien que la teneur en K des laitues cultivées sur le laitier ne soit pas différente du témoin, la quantité de K correspondante se situe très légèrement au-dessus des quantités apportées par la solution nutritive, suggérant alors une potentielle contribution directe du laitier à la nutrition des plantules. Enfin, on mentionnera la contribution majeure du coke à la fourniture de Na aux plantules, au sein desquelles les quantités de Na sont 200 fois plus élevées que dans le témoin.

Tableau 47. Minéralomasse : Quantité de N_{total} et éléments majeurs apportés par la solution nutritive et présentes dans la biomasse totale par pot de culture ($mg\ pot^{-1}$) (moyenne \pm écart-type ; $n = 5$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

	Témoin	Calcaire	Brique	Laitier	Anthracite	Coke	Apports solution nutritive
N_{total}	0,56 c	0,75 ab	0,69 abc	0,75 a	0,21 d	0,56 bc	0,84
B	0,002 b	0,002 b	0,003 a	nd	nd	0,001 b	0,006
Ca	0,69 a	0,83 a	0,18 b	0,65 a	0,08 b	0,19 b	0,72
K	0,31 c	1,03 a	0,34 c	0,54 b	nd	0,33 c	0,48
Mg	0,09 ab	0,06 b	0,11 a	0,10 ab	0,08 b	0,07 ab	0,29
Na	0,02 c	0,03 c	0,1 b	0,05 c	0,03 c	0,40 a	0,0002
P	0,09 a	0,04 bc	0,05 b	0,03 bc	0,02 c	0,09 a	0,37
S	0,09 b	0,081 b	0,15 a	0,08 b	0,18 a	0,12 ab	0,58

2.1.4 Bilan

Ce premier essai de croissance de laitues sur la fraction fine de matériaux modèles a permis de montrer que les matériaux anthropiques sélectionnés n'ont pas d'effet significatif sur la germination des graines de laitues. La production de biomasse n'est pas non plus impactée par le type de matériaux sauf pour l'antracite. L'antracite amène à une réponse toxique de la laitue qui peut probablement être causée par son pH acide (3,9). On rappellera néanmoins ici les caractères alcalins du laitier (pH 9,48), de la brique (pH 9,42) et du calcaire (pH 8,21) qui n'offrent pas non plus des conditions optimales de croissance pour la laitue (pH = 6,8-7 (Chambre d'Agriculture Rhône-Alpes)) sans toutefois conduire à une réponse toxique significative, à ce stade précoce de croissance tout du moins. Il ne semble pas y avoir d'enjeux de toxicité vis-à-vis d'une contamination par les éléments en traces, à l'exception probable de l'antracite.

Globalement, les quantités de biomasses obtenues quel que soit le matériau, témoin compris, sont très en-dessous de ce qui pourrait être attendu pour des laitues cultivées dans des conditions optimales (300-600 g plante⁻¹ de matière fraîche (Chambre d'Agriculture Rhône-Alpes)). On rappellera cependant que l'objectif de l'essai était ici d'évaluer l'impact de substrats très particuliers – les matériaux modèles – en comparaison avec un matériau inerte (sable) – le témoin.

Bien qu'une fertilité intrinsèque de la fraction fine des matériaux modèles n'ait pas été démontrée, leur potentiel de contribution directe à la nutrition végétale à court terme l'a été, notamment pour le coke et la fourniture de Na, le calcaire et le Ca et le K, le laitier et le K.

2.2 Impacts de différentes fractions granulométriques sur l'émergence et le développement de plantules de laitues

L'impact de la taille des fractions granulométrique est étudié après avoir évalué celui de la fraction la plus réactive sur le développement de plantules de laitues. Ainsi, différentes granulométries de matériaux (verre inerte (témoin), calcaire, brique, laitier, anthracite et coke) en mélange avec du sable (1/1 m/m) sont mises en œuvre en tant que substrats pour la culture en conditions contrôlées de plantules de laitues pour une durée de 10 semaines. Les paramètres physiologiques ainsi que la qualité des biomasses produites ont été caractérisées afin d'évaluer à la fois l'influence des matériaux et la taille des fractions granulométriques sur la qualité des biomasses végétales produites.

2.2.1 Paramètres physiologiques des végétaux

2.2.1.1 Taux de germination et de survie

Les taux de germination ne sont pas significativement impactés par le type de matériau toutes classes granulométriques confondues en comparaison avec le témoin (Figure 48 A). Néanmoins, les taux de germination sont globalement relativement faibles, avec la valeur la plus élevée mesurée sur le laitier (70 %)

et la valeur la plus faible mesurée sur la brique (46 %) et en-dessous de ce qui pourrait être attendu (75 %) (Chambre d'Agriculture Rhône-Alpes)). En considérant la germination en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus, les taux sont plus élevés et varient entre 73 % pour la fraction <2 mm et 54 % pour la classe 16-31,5 mm (Figure 48 B). La germination semble ainsi favorisée sur les modalités de fractions fines. Quelle que soit la manière d'exprimer les taux de germination, on constate une forte variabilité pour chaque classe ou chaque type de matériaux concernant ce paramètre.

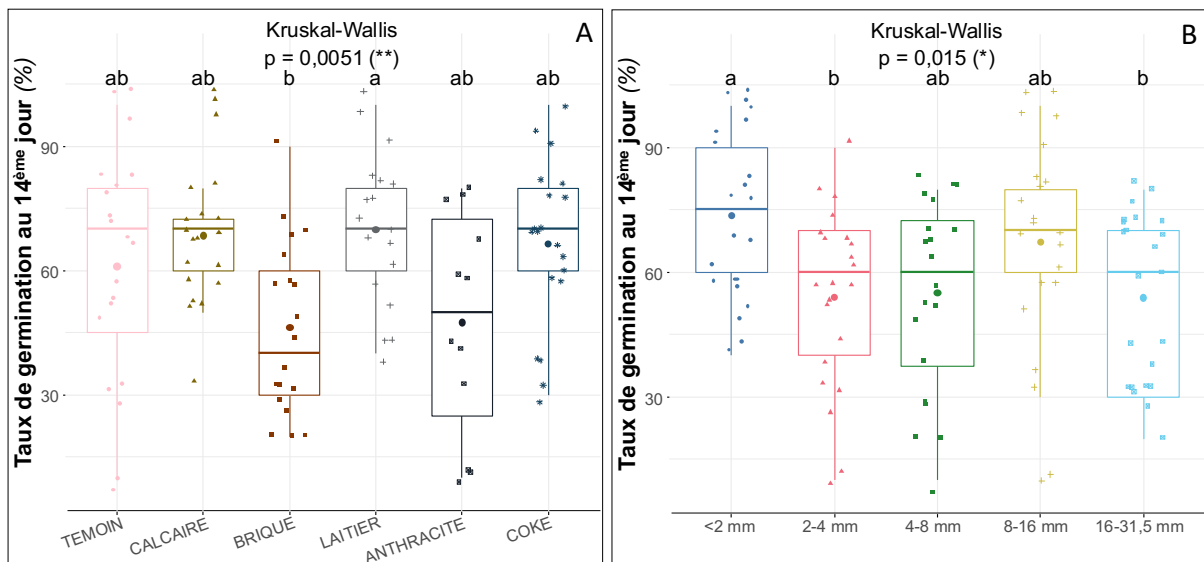


Figure 48. Évolution du taux de germination (%) des graines en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus (B) (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value < 0,05).

Toutes classes granulométriques confondues, la survie des plantules est fortement impactée lorsque ces dernières sont cultivées sur l'antracite (49 %) (Figure 49 A). Pour les autres modalités de substrats, les taux de survies varient entre 99 % pour les plantules cultivées sur le coke et 86 % pour celles cultivées sur le laitier. Tous matériaux confondus, la taille des particules ne semble pas impacter significativement la survie des plantules, dont les taux varient de 81 % pour la classe 4-8 mm à 92 % pour la classe 16-31,5 mm (Figure 49 B).

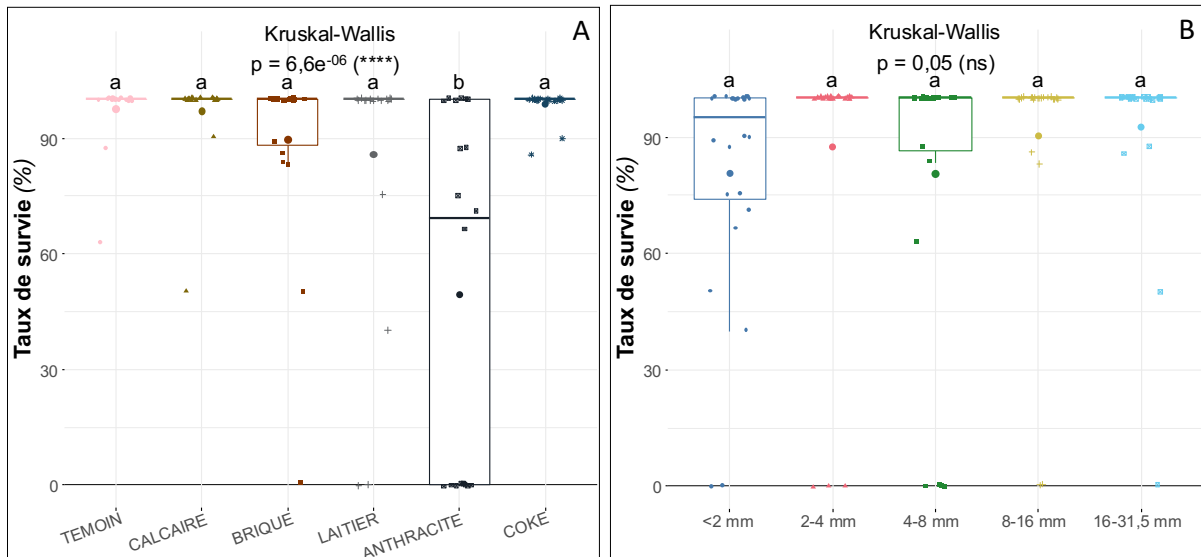


Figure 49. Évolution du taux de survie (%) des plantules en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondues (B) (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$).

2.2.1.2 Biomasse totale sèche

Les données présentées ici correspondent spécifiquement à la biomasse totale sèche divisée par le nombre de plantules par pot, soit la biomasse totale sèche moyenne d'une plante par pot ($\text{mg plante}^{-1} \text{ pot}^{-1}$) et traduisent ainsi la capacité directe des matériaux à soutenir la croissance des laitues.

Toutes classes granulométriques confondues, la production de biomasse est impactée sur la brique ($9,5 \text{ mg plante}^{-1}$) et l'anthracite ($19 \text{ mg plante}^{-1}$) avec une réduction par rapport au témoin ($56 \text{ mg plante}^{-1}$) de l'ordre de 83 % et 67 % respectivement (Figure 50 A). En moyenne, la production de biomasse est réduite de 54 % lorsque les plantules de laitues ne sont pas cultivées sur le témoin, traduisant un impact globalement négatif des matériaux sur la croissance des plantules.

Tous matériaux confondues, la taille des particules a un effet sur la production de biomasse avec une augmentation significative de 116 % avec l'augmentation de la taille des particules entre les classes <2 mm ($19 \text{ mg plante}^{-1}$) et 16-31,5 mm ($41 \text{ mg plante}^{-1}$) (Figure 50 B).

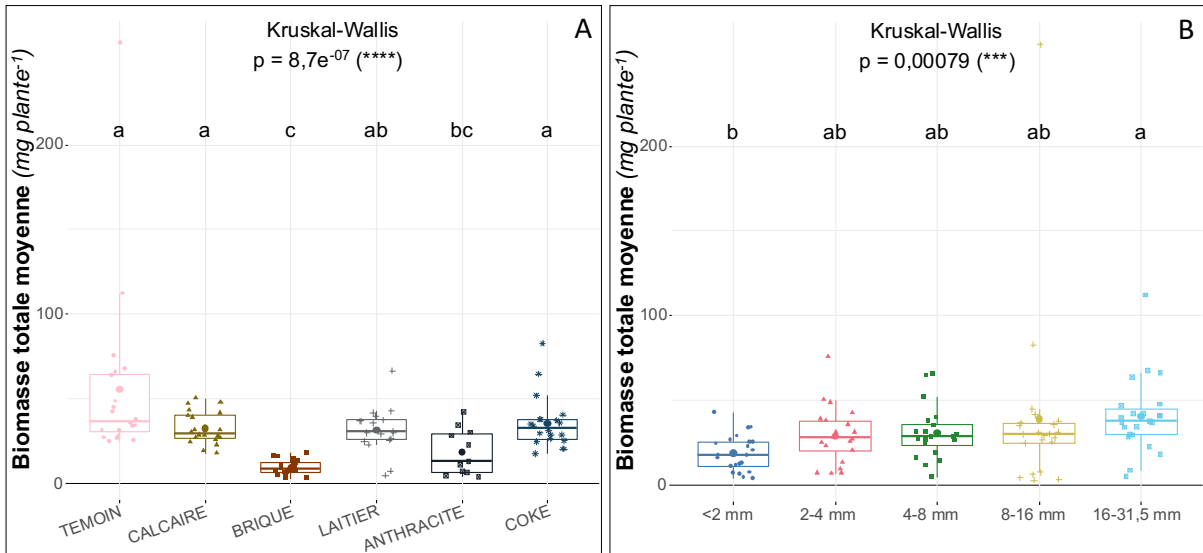


Figure 50. Évolution de la biomasse totale moyenne par plante ($mg\ plante^{-1}$) en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondu (B) (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$).

Lorsque l'on considère chaque matériau séparément, on constate que la production de biomasse totale n'est impactée qu'en tendance par la taille des particules (Figure 51). Dans les conditions imposées par l'expérimentation, l'augmentation de la taille des particules semble donc avoir un effet globalement positif sur le développement des plantules.

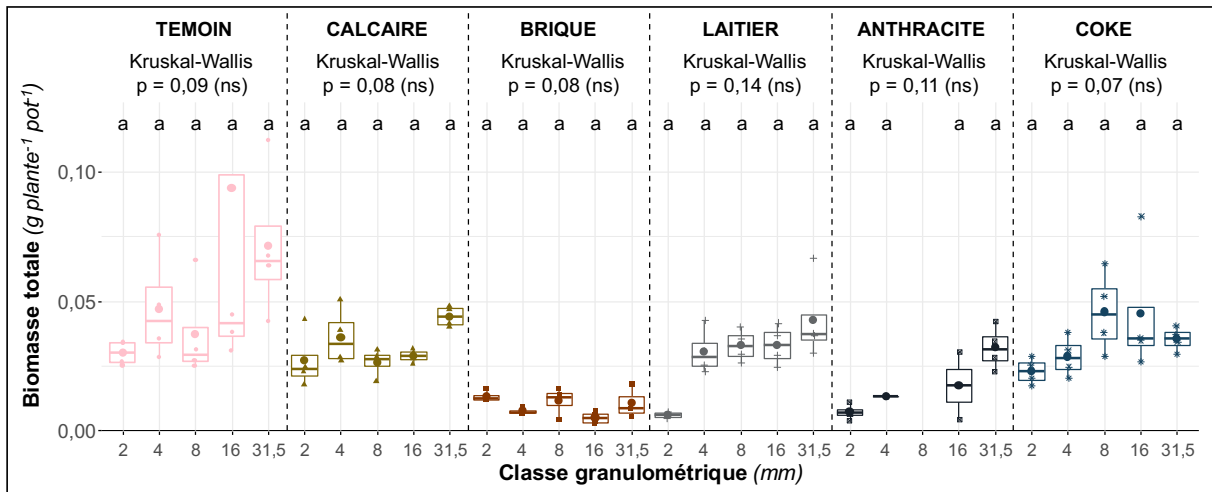


Figure 51. Évolution de la biomasse totale par plante et par pot ($g\ plante^{-1}\ pot^{-1}$) en fonction de la taille des particules pour chaque matériau (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$).

Une explication possible à ce phénomène pourrait reposer sur le fait que plus la taille des particules augmente, plus le sable et le matériau constitutif du substrat sont séparés. Les volumes de sables non mélangés aux particules et explorables par les racines sont d'autant plus importants que les particules sont grosses, diminuant de fait les obstacles potentiels rencontrés par les racines. Corollairement, plus les particules de matériau sont petites, plus elles sont mélangées de manière homogène avec le sable dans le substrat. Les effets physiques tels que la cimentation ou la compaction progressive du substrat par les apports répétés d'eau – notamment en absence de matière organique – peuvent alors engendrer une diminution de la porosité du milieu par exemple, dont les conséquences sur l'oxygénation, la circulation de l'eau (particulièrement dans le cas de systèmes contraints tels que des pots de culture) et la progression des racines peuvent s'avérer néfastes pour les végétaux (Baize et Jabiol, 2019 ; Massenet, 2012).

2.2.1.3 Longueurs racinaires spécifiques et diamètres racinaires moyens

La longueur racinaire spécifique (LRS) correspond à la longueur racinaire divisée par la biomasse sèche du système racinaire (m g^{-1}) (Figure 52 A). Les plantes avec une LRS élevée fabriquent usuellement des racines plus longues pour un même investissement de masse sèche et sont généralement considérées comme ayant des capacités d'absorption de nutriments et d'eau plus élevées, mais ayant des racines à la durée de vie plus courte (Pérez-Harguindeguy et al., 2013). On constate ici – toutes classes granulométriques confondues – que les LRS des plantules cultivées sur le coke (21 m g^{-1}), le témoin (20 m g^{-1}) et le calcaire (18 m g^{-1}) sont plus élevées que celles cultivées sur la brique (16 m g^{-1}), le laitier (15 m g^{-1}) et l'antracite (9 m g^{-1}), matériaux sur lesquels les réductions de LRS atteignent 21, 25 et 55 % respectivement par rapport au témoin.

Les LRS réduites sur la brique, le laitier et l'antracite pourraient ainsi traduire des difficultés de pénétration du substrat engendrant des problèmes d'accession à l'eau ou aux nutriments par les plantules. Tous matériaux confondus, la taille des particules n'a par ailleurs pas d'incidence sur la LRS, cette dernière variant de 15 m g^{-1} pour la classe 2-4 mm à 20 m g^{-1} pour la classe 8-16 mm (Figure 52 B).

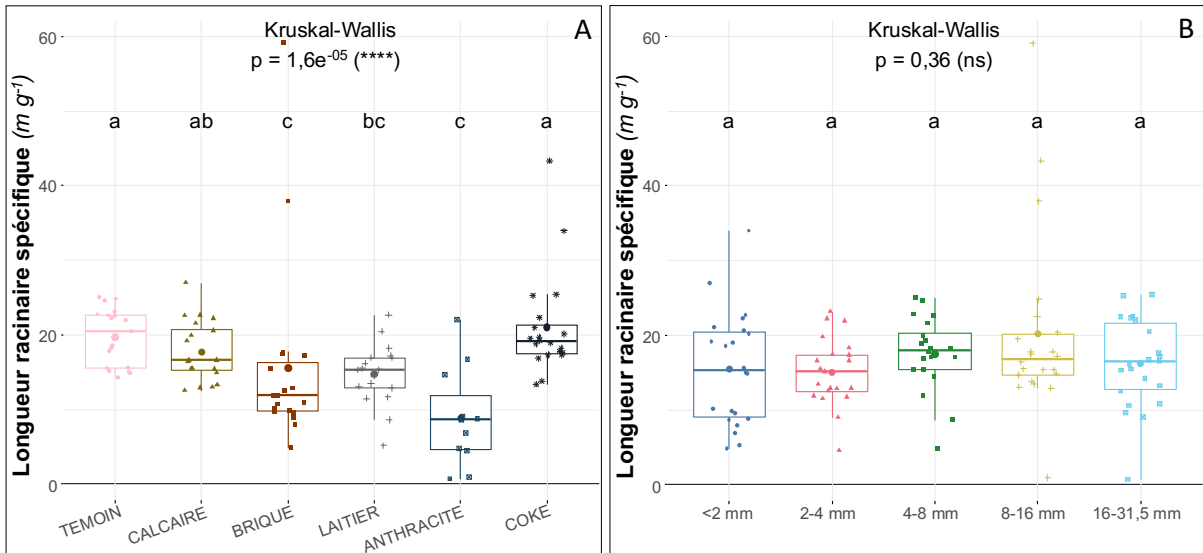


Figure 52. Évolution de la longueur racinaire spécifique ($m g^{-1}$) des plantules en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondues (B) (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$).

Plus précisément, la LRS n'évolue pas en fonction de la taille des particules, et ce quel que soit le substrat (Figure 53). La seule évolution significative à la hausse concerne les plantules cultivées sur la classe 8-16 mm de la brique.

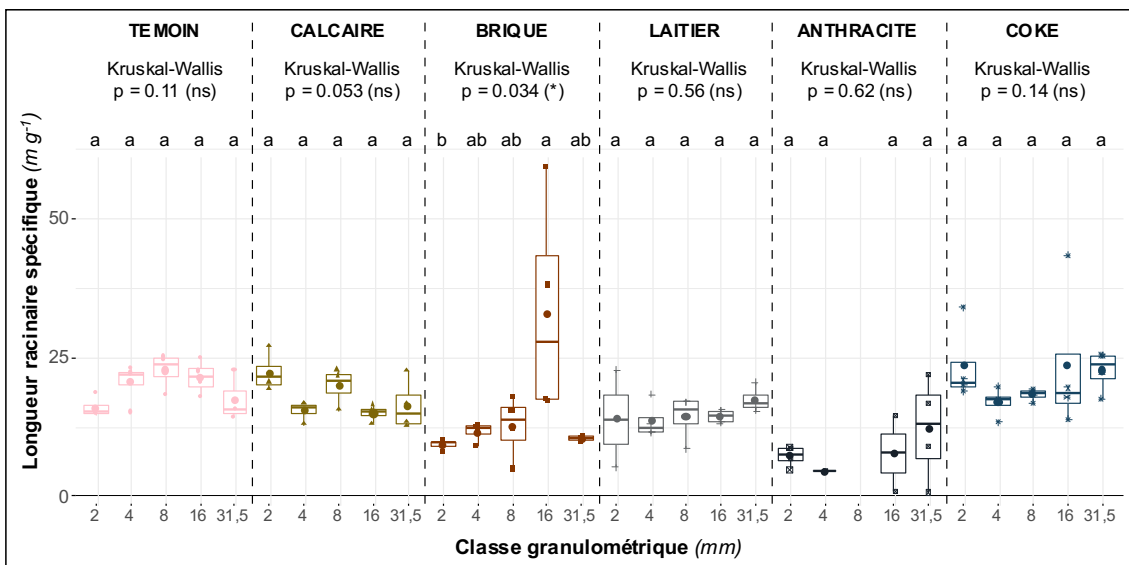


Figure 53. Évolution de la longueur racinaire spécifique ($m g^{-1}$) en fonction de la taille des particules pour chaque matériau (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p -value $< 0,05$).

Le diamètre des racines est négativement corrélé à la LRS et positivement corrélé à la longévité et à la résistance à la sécheresse (Pérez-Harguindeguy et al., 2013). On constate ici, une inversion des profils observés pour la LRS concernant les diamètres racinaires (Figure 54 A). Toutes classes granulométriques confondues, les diamètres racinaires les plus faibles sont ainsi retrouvés chez les plantules cultivées sur le

témoin (0,70 mm) et le coke (0,73 mm), et les plus élevés chez celles cultivées sur l’anthracite (0,83 mm), soit une augmentation du diamètre de 18 %. Les diamètres racinaires élevés des plantules cultivées sur l’anthracite pourraient ainsi traduire des difficultés d’accès à l’eau.

Tous matériaux confondus, la taille des particules n’a aucune incidence sur les diamètres racinaires des plantules, ces derniers variant de 0,74 mm pour la classe 4-8 mm à 0,77 m g⁻¹ pour la classe <2 mm (Figure 54 B).

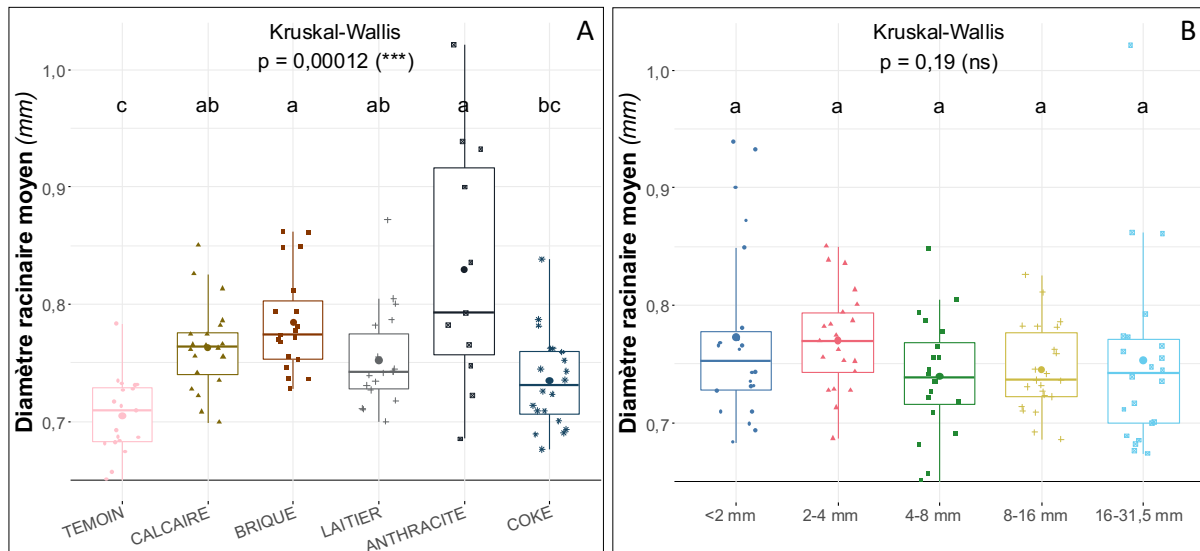


Figure 54. Évolution du diamètre racinaire (mm) des plantules en fonction des matériaux toutes classes granulométriques confondues (A) et en fonction de la taille des particules tous matériaux confondus (B) (moyenne \pm écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).

Enfin, de manière qualitative, on observe la progression des racines à travers la porosité de matériaux tels que le coke et le laitier (Figure 55). On peut supposer qu’une telle porosité peut offrir aux racines des poches d’eau facilement disponibles ainsi que la fourniture potentielle d’éléments nutritifs. Par ailleurs, la porosité pourrait également permettre un meilleur ancrage dans le substrat.

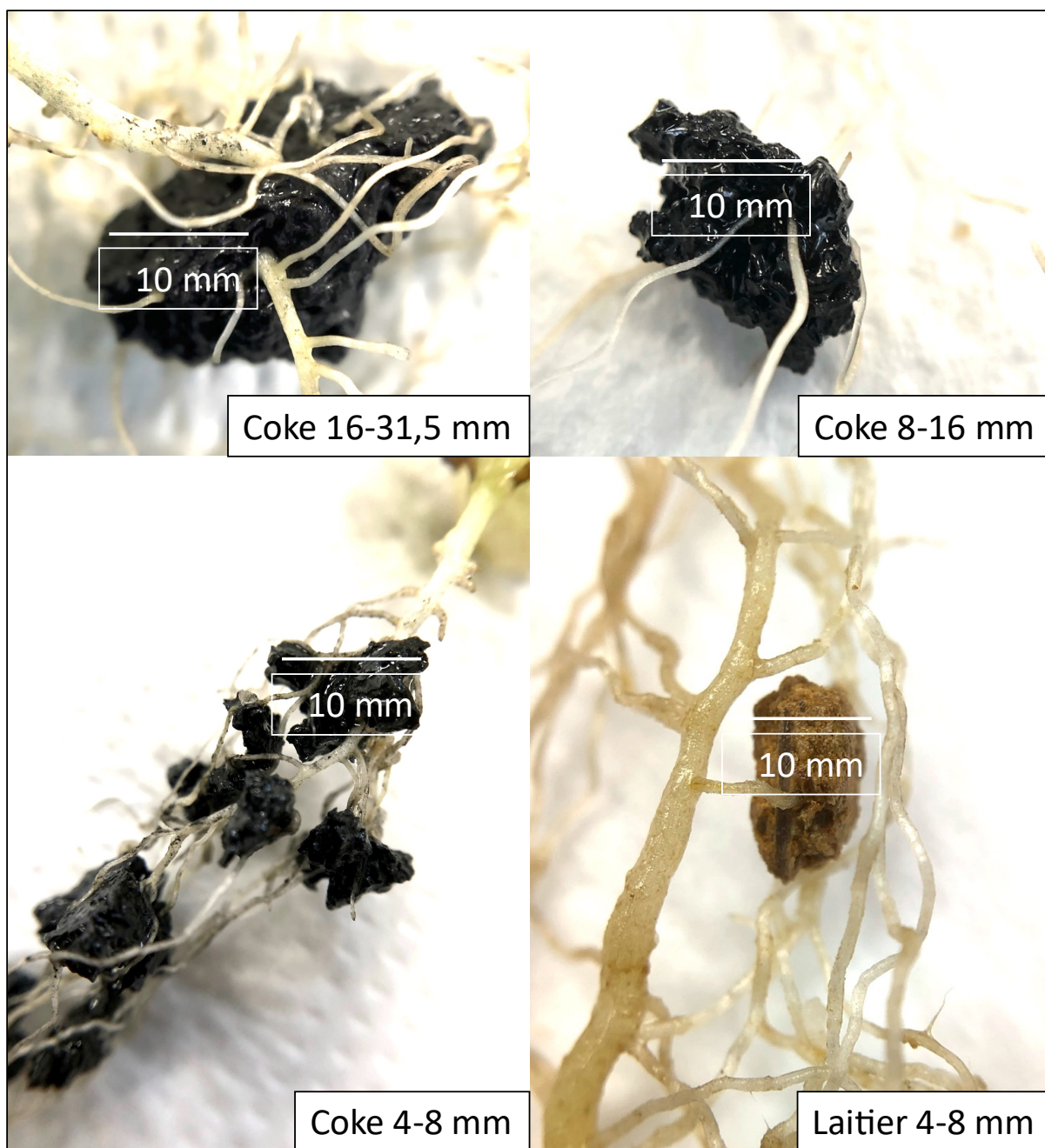


Figure 55. Progression des racines au sein de la porosité de différents matériaux (coke et laitier).

2.2.2 Qualité de la biomasse

Les concentrations en éléments ont été déterminées dans les parties aériennes et racinaires des plantules puis extrapolées à la totalité de la biomasse par calcul.

Les plantules présentent des profils de teneurs en éléments différents en fonction des matériaux sur lesquels elles ont été cultivées (Tableau 48) :

- Les plantules cultivées sur le calcaire sont notamment caractérisées par leurs teneurs élevées en Ca, Fe et K.
- Les plantules cultivées sur la brique sont caractérisées par leurs teneurs élevées en N, Mg et S et leurs teneurs relativement faibles en Ca, K, Mn et P.
- Les plantules cultivées sur le laitier sont caractérisées par leurs teneurs élevées en N, Ca, K et Mg et leurs teneurs relativement faibles en Fe et S.
- Les plantules cultivées sur l'anhracite sont caractérisées par leurs teneurs en N, Mg, Mn et S et leurs teneurs faibles en Ca, Fe et K.
- Les plantules cultivées sur le coke sont caractérisées par leurs teneurs élevées en Na et P et des teneurs faibles pour tous les autres éléments
- Les plantules cultivées sur le témoin sont caractérisées par des teneurs moyennes en P et des teneurs relativement faibles pour tous les autres éléments. On note néanmoins la présence dans les plantules d'éléments non apportés par la solution nutritive qui peuvent provenir soit des stocks initiaux des graines soit du matériau lui-même (sable), ce qui indiquerait que bien que l'essai ait été relativement court (10 semaines), le sable de quartz n'est pas totalement inerte chimiquement sur cette durée.

Tous les traitements ayant reçu les mêmes quantités d'éléments à travers l'ajout de la solution nutritive, les différents profils observés semblent être dus à des effets directs des matériaux sur l'absorption des éléments par les plantules. La somme des éléments majeurs renseigne par ailleurs assez bien sur les effets globaux des matériaux en termes de nutrition minérale des plantules et sur la qualité de ces dernières. Bien que les valeurs calculées ne soient pas statistiquement différentes, une tendance se dégage assez clairement. De la valeur la plus faible à la plus élevée, on retrouve les plantules cultivées sur la brique (4341 cmol kg⁻¹), puis sur le témoin (5152 cmol kg⁻¹), puis sur le coke (5289 cmol kg⁻¹), puis sur l'anhracite (5484 cmol kg⁻¹), puis sur le calcaire (7395 cmol kg⁻¹) et enfin sur le laitier (7484 cmol kg⁻¹). La valeur calculée pour les plantules cultivées sur le témoin, supérieure à celle calculée pour les plantules cultivées sur la brique, pourrait indiquer une potentielle action négative de cette dernière sur la disponibilité des éléments apportés par la solution nutritive.

Il ne semble pas y avoir de corrélation entre la somme des éléments majeurs disponibles extraits au CaCl_2 depuis les matériaux et teneurs totales en éléments dans les plantules cultivées sur ces mêmes matériaux (cf. chapitre IV p115). Pour rappel, les teneurs totales moyennes en éléments majeurs extraites au CaCl_2 pour toutes les classes granulométriques des matériaux se répartissent de la manière suivante : laitier ($2,9 \text{ cmol kg}^{-1}$), brique ($5,3 \text{ cmol kg}^{-1}$), calcaire ($5,9 \text{ cmol kg}^{-1}$), coke ($10,2 \text{ cmol kg}^{-1}$) et anthracite ($11,2 \text{ cmol kg}^{-1}$).

Tableau 48. Qualité de la biomasse produite : teneurs en N_{total} par combustion sèche (g kg^{-1}), teneurs en éléments majeurs extraits à l'eau régale (mg kg^{-1}) et somme des éléments majeurs (cmol kg^{-1}) dans la biomasse totale des plantules (moyenne \pm écart-type ; $n = 4$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher ($p\text{-value} < 0,05$).

Paramètre analytique	Témoïn	Calcaire	Brique	Laitier	Anthracite	Coke
N_{total}	4,5 c	5,0 ab	8,0 a	6,5 bc	7,8 ab	5,3 bc
Al	407	740	713	<41	<41	<41
Ca	5325 ab	12697 a	3555 c	11961 a	3576 bc	3649 c
Fe	129 ab	817 a	225	37 ab	97 ab	54
K	3249 c	5998 a	2967 c	4473 ab	3283 bc	3033 c
Mg	1015 b	909 b	1602 ab	2442 a	2178 a	1075 b
Mn	36 bc	44 bc	21	94 ab	217 a	16 c
Na	4626 abc	3785 c	4739 abc	4671 bc	5740 ab	5838 a
P	1286 abc	1016 c	1086 bc	1308 abc	1602 a	1435 ab
S	407 bc	380 c	1766 a	492 b	4139 a	488 bc
Somme des éléments majeurs	5152 a	7395 a	4341 a	7484 a	5484 a	5289 a

Plus spécifiquement, les teneurs en éléments dans les plantules cultivées sur le calcaire, la brique, le laitier et l'anthracite décroissent significativement avec la taille des particules (Figure 56). Cette décroissance est analogue à ce qui est observé avec les teneurs massiques en éléments extraits au CaCl_2 qui diminuent également avec l'augmentation de la taille des particules. Les teneurs en éléments dans la biomasse totale des plantules, en fonction de la taille des particules et des matériaux sont disponibles en Annexes p200 Tableau 60.

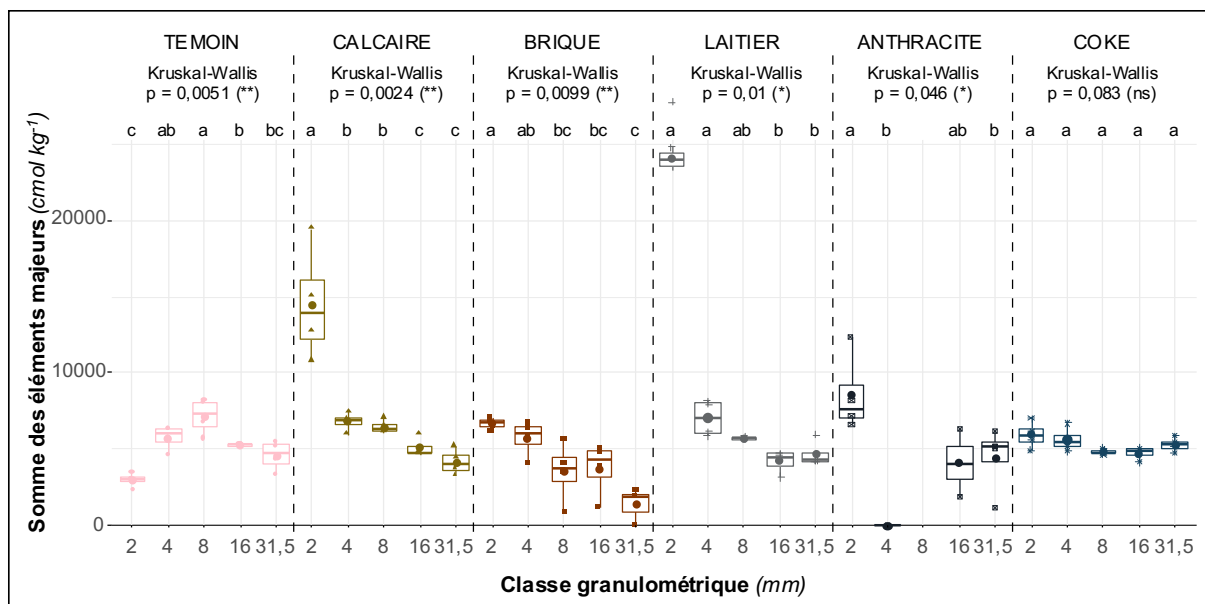


Figure 56. Évolution de la somme des éléments majeurs (cmol kg^{-1}) dans les plantules en fonction de la taille des particules et du type de matériau.

Concernant les teneurs en éléments en traces (Tableau 49), les plantules cultivées sur l'antracite présentent les teneurs les plus élevées en Cd, Co, Cu, Ni, Pb et Zn, en cohérence avec ce qui a été observé lors de l'essai de croissance sur la fraction fine des matériaux modèles. L'antracite est un matériau pour lequel ces six éléments avaient été dosés au sein de chaque classe granulométrique. Les teneurs totales en éléments traces retrouvés dans les plantules cultivées corréleraient d'ailleurs assez bien avec celles disponibles extraites au CaCl_2 sur ce matériau (cf. chapitre IV p115). La présence de ces éléments à de telles concentrations dans la biomasse des plantules pourrait en partie expliquer les taux de survies et les quantités de biomasses relativement faibles mesurées chez les plantules cultivées sur ce matériau.

Les plantules cultivées sur la brique présentent les teneurs les plus élevées en As et en B ce qui corrélerait assez bien avec les teneurs disponibles extraites au CaCl_2 de ces éléments sur ce matériau (cf. chapitre IV p115).

Les teneurs en éléments en traces dans les plantules cultivées sur le calcaire corréleraient plutôt bien avec les teneurs totales de ces éléments dans ce matériau plutôt qu'avec leurs teneurs disponibles extraites au CaCl_2 (cf. chapitre III p99)

Les plantules cultivées sur le laitier sont caractérisées par de faibles teneurs en éléments traces avec la détection de B et de Zn seulement (7/9 en dessous des limites de quantification), ce qui est en accord avec la quasi-absence d'éléments en traces disponibles dans ce matériau.

Le coke est un matériau dont les teneurs en éléments en traces disponibles étaient peu élevées mais on notera néanmoins la présence de Ni et de Zn à des concentrations non négligeables. Enfin, la présence d'éléments en traces tels que le Zn, l'As et Cu dans les plantules cultivées sur le témoin révèle à nouveau la non-inertie de ce substrat. Finalement, les sommes des éléments traces dans les plantules sont assez bien

corrélées avec les sommes des éléments en traces disponibles des matériaux extraits au CaCl₂ (cf. chapitre IV p115).

Tableau 49. Qualité de la biomasse produite : teneurs en éléments en traces extraits à l'eau régale (mg kg⁻¹) et somme des éléments en traces (cmol kg⁻¹) dans la biomasse totale des plantules (moyenne ± écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).

Paramètre analytique	Témoin	Calcaire	Brique	Laitier	Anthracite	Coke
As	2,9 a	10 a	17 a	<2,9	<2,9	<2,9
B	18 b	14 bc	40 a	12 c	11 c	14 bc
Cd	0,22	<0,66	<0,66	<0,66	1,4	0,52
Co	0,71 b	1,8 b	0,93 b	<0,64	117 a	1,9 b
Cr	<6,5	8,6	<6,5	<6,5	<6,5	<6,5
Cu	2,7 b	4,2 ab	<5,5	<5,5	279 a	<5,5
Ni	<8,8	<8,8	<8,8	<8,8	89 a	13 a
Pb	<2,6	2,8 ab	<2,6	<2,6	17 a	2,1 b
Zn	46 b	<22	<22	13 b	311 a	25 b
Somme des éléments en trace	4,3 b	1,8 bc	4,3 b	1,0 c	96 a	1,5 bc

2.2.3 Contribution des matériaux à la nutrition minérale des végétaux

De manière analogue à l'analyse proposée pour l'essai de croissance des laitues sur la fraction fine des matériaux modèles, les quantités d'éléments présentes dans la biomasse totale ont été déterminées et sont comparées aux quantités d'éléments apportées par la solution nutritive (Tableau 50). Étant donné que selon le traitement, les quantités de biomasses totales produites sont significativement différentes, les quantités en éléments ont été divisées par le nombre de plantes vivantes sur chaque pot à la fin de l'expérimentation. Les données présentées correspondent alors aux quantités moyennes d'éléments dans une plante par pot. Les quantités d'éléments apportées par la solution nutritive ont ainsi été divisées par 10, soit le nombre théorique maximale de plantes cultivées par pot.

Tableau 50. Minéralomasse : Quantité moyenne de N_{total} et éléments majeurs présentes dans la biomasse totale d'une plante par pot de culture (mg plante⁻¹ pot⁻¹) (moyenne ± écart-type ; n = 4). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon la procédure post-hoc de différence la moins significative de Fisher (p-value < 0,05).

Paramètre analytique	Témoin	Calcaire	Brique	Laitier	Anthracite	Coke	Apports solution nutritive
N _{total}	0,24 a	0,16 ab	0,07 c	0,16 ab	0,12 bc	0,18 a	0,19
B	0,001	0,0004	0,0004	0,0003	0,0005	0,0005	0,001
Ca	0,29 a	0,39 a	0,04 c	0,21a	0,06bc	0,13 b	0,16
K	0,18 abc	0,19 a	0,03 d	0,15 ab	0,08 cd	0,10 bc	0,11
Mg	0,06 a	0,03 b	0,01 c	0,04 ab	0,04 ab	0,04 ab	0,066
Na	0,27 a	0,12 b	0,05 c	0,14 ab	0,09 bc	0,20 a	0,0005
P	0,07 a	0,03 b	0,01 c	0,04 ab	0,02 bc	0,05 a	0,08
S	0,02	0,01	0,02	0,02	0,04	0,02	0,13

Les quantités de Na dans les plantules dépassent celles apportées par la solution nutritive dans toutes les modalités de substrat. Certains matériaux comme le coke et l'antracite présentent des teneurs en Na disponible extrait au CaCl_2 significatives, une contribution de leur part à l'absorption par les plantules de cet élément est à envisager. Néanmoins, le fait que les plantules cultivées sur le témoin présentent des quantités importantes de Na dans leur biomasse indique que la principale source de Na dans la biomasse des plantules est à rechercher du côté du sable présent en mélange au sein de chaque substrat.

De manière analogue à ce qui est observé dans l'essai de croissance sur la fraction fine seule, le calcaire et le laitier semblent contribuer à la fourniture de Ca et K aux plantules. Cependant, la mise en évidence d'une contribution du témoin à cette même nutrition, relativise les contributions respectives du calcaire et du laitier.

Les quantités d'éléments tels que le B, le Mg, le S, le P et dans une moindre mesure le N, apparaissent comme ayant été apportées « en excès » par rapport aux besoins des plantules, ou alors, des interactions négatives avec les substrats se sont manifestées. Le phosphore est un élément connu pour s'associer au Ca^{2+} à haut pH et aux oxydes de Fe et Al à bas pH, le rendant ainsi non-assimilable par les plantes (Devau et al., 2009 ; Tunesi et al., 1999). Le calcaire, la brique et le laitier étant des substrats alcalins et l'antracite un substrat acide, il est envisageable que l'état acido-basique de ces substrats ait pu impacter la disponibilité du phosphore. Au-delà, les pH alcalins et acides de ces quatre matériaux constituent un obstacle au bon développement des plantules de laitues, dont les conditions optimales de développement se situent dans la plage de pH 6,8-7 (Chambre d'Agriculture Rhône-Alpes).

2.2.4 Bilan

L'examen des résultats renseigne sur les rôles joués par la taille des particules et le type de matériaux sur la croissance et le développement de plantules de laitues.

Globalement, la taille des particules ne semble jouer qu'un rôle mineur sur la capacité des plantules à se développer dans les conditions imposées par l'expérimentation. En effet, la taille des particules n'a eu globalement aucun effet sur la survie des plantules, les longueurs racinaires spécifiques ou les diamètres racinaires. Un léger effet lié à l'augmentation de la taille des particules et défavorisant la germination a été mis en évidence. A l'inverse, une augmentation de la taille des particules a semblé jouer un rôle bénéfique pour le développement des plantules. Cet effet n'est cependant pas statistiquement mis en évidence lorsqu'il est observé spécifiquement pour chaque matériau, bien qu'une tendance à l'augmentation de la biomasse avec la taille des particules se dégage. Enfin, contre intuitivement avec l'observation précédente, l'augmentation de la taille des particules semble avoir un impact négatif sur la capacité des plantules à capter les éléments nutritifs présents dans les substrats et ceux apportés par la solution nutritive. Cette observation est en revanche en accord avec l'observation de la diminution de la réactivité des fraction grossières avec

l'augmentation de la taille. Pour rappel, pour un matériau donné les quantités de sables et de matériau dans un pot de culture étaient les mêmes quelles que soient les classes granulométriques considérées. Le potentiel de libération d'éléments était alors plus élevé dans les substrats formulés avec la fraction fine des matériaux qu'avec leur fraction grossière.

Dans l'ensemble, c'est le type de matériau qui a guidé les différences de développement observées entre traitements. En effet, le type de matériau a eu une incidence sur la germination des graines, les taux de survie, la morphologie racinaire des plantules, ainsi que sur la qualité et les quantités de biomasse produite. Ceci est en accord avec l'observation d'une réactivité globale différenciée entre les matériaux telle que mise en évidence dans chapitre IV (p123). En effet, la qualité des plantules semble assez bien refléter les caractéristiques chimiques de composition des matériaux sur lesquels elles se sont développées, bien que l'influence de la solution nutritive soit visible sur les teneurs en éléments majeurs. On retiendra alors que le calcaire et le laitier sont fournisseurs de Ca et de K et le coke de Na.

Sans bien sûr avancer que ces matériaux soient des supports de culture efficaces, s'ils devaient être classés du meilleur au moins adapté, le calcaire et le coke occuperaient les premières places, viendraient ensuite le laitier, puis la brique et enfin l'antracite. On rappellera ici encore que les conditions édaphiques portées par les substrats mis en œuvre dans cette expérimentation sont globalement très éloignées (*e.g.*, pH inadaptés, absence de matières organiques, qualité microbiologique non déterminée) des conditions optimales de culture des laitues, qui ont servi ici d'indicateur de la qualité intrinsèque des matériaux modèles étudiés.

3 Évaluation du fonctionnement hydrique sous l'influence des fractions grossières – dispositif lysimétrique

Deux dispositifs lysimétriques sont mis en œuvre sur la station expérimentale du GISFI afin d'évaluer le rôle joué par la fraction grossière sur les propriétés fertiles et toxiques des sols très anthropisés. Ce double dispositif original consiste en deux modalités de sols se différenciant uniquement par la nature de leur fraction grossière. Ils sont constitués d'un mélange d'une fraction fine issue d'un même sol industriel de distribution granulométrique identique, et pour l'un, d'une fraction grossière « endogène », composée de matériaux d'origines naturelles et technogéniques, issue d'un sol industriel (MT – FGE), et pour l'autre de fractions grossières physiquement et chimiquement « inertes » (verre pilé) (MI – FGI). Pour rappel la répartition entre fraction fine et fraction grossière est de 35 % et 65 % respectivement.

- **modalité FGE** – mélange fraction fine du matériau terreux + fractions grossières endogènes (FGE) constitutives du matériau terreux
- **modalité FGI** – mélange fraction fine d'un sol industriel + fractions grossières inertes (FGI) issues du MI (fragments de verre).



Figure 57. Aspect des modalités fractions grossières endogènes (FGE à gauche) et fractions grossières inertes (FGI à droite) lors de la mise en œuvre des dispositifs lysimétriques en mars 2021

L'instrumentation installée sur les lysimètres doit permettre d'évaluer la contribution à la rétention en eau et à la charge en éléments fertiles et toxiques des fractions grossières de sols très anthropisés.

Les deux modalités étudiées sont végétalisées avec de la luzerne (*Medicago sativa*) et de la phacélie (*Phacelia tanacetifolia*) et l'analyse des biomasses aériennes produites doit permettre d'évaluer le rôle joué par les fractions grossières sur la nutrition minérale des végétaux cultivés.

3.1 Fonctionnement hydrique

3.1.1 Évolution dans le temps de la quantité totale d'eau stockée dans les sols

La quantité totale d'eau stockée (ME) dans chaque lysimètre est obtenue à partir de la pesée continue de ces derniers et est tracée dans le temps (Figure 58). Trois cents litres d'eau ont été apportés entre le 04/03/21 et le 13/04/21 à raison d'une vingtaine d'arrosages d'une quinzaine de litres d'eau. Sur la période, ce sont donc environ 342 l d'eau (arrosage + précipitations) qui ont été apportés sur chaque lysimètre.

La première percolation a eu lieu sur la modalité FGI le 13/03/21, soit dix jours après le début de l'essai lorsque la masse critique d'eau (MCE) contenue dans le lysimètre a atteint 173 kg. Cette MCE_{FGI} correspond à 15 % de la masse initiale de terre fine contenue dans le lysimètre.

La première percolation au sein de la modalité FGE a eu lieu à l'atteinte d'une MCE_{FGE} de 280 kg le 13/04/21, soit trente jours après la percolation de la modalité FGI. Il s'agit d'une différence de 107 kg d'eau, soit 32 % des quantités totales d'eau apportées à cette date (335 l). Les masses de fractions fines étant identiques entre modalités, il semble raisonnable de supposer que les capacités de rétention en eau de ces dernières sont équivalentes. Ainsi, la fraction grossière endogène, qui représente environ 66 % du volume de substrat au sein de la modalité FGE pour une masse de 1310 kg, aurait alors retenu environ 8 % de sa masse en eau.

Sur la période du 13/03/21 au 01/07/21, ce sont en moyenne 50 kg d'eau supplémentaires (maximum : 80 kg) qui sont retenus au sein de la modalité FGE, soit 4 % de la masse de la fraction grossière de cette modalité, ou, 12 % des quantités totales d'eau apportées depuis le début de l'essai (421 l).

Sur la période du 13/03/21 au 31/05/21, les variations de quantité d'eau au sein des lysimètres sont majoritairement gouvernées par les précipitations et percolations, comme en témoignent les différentes valeurs de MCE pour chaque modalité. Sur cette période, les MCE moyennes s'établissent à 238 kg et à 164 kg pour la modalité FGE et FGI respectivement, soit une différence de 74 kg. Ces valeurs correspondent respectivement à environ 62 % et 42 % des apports totaux d'eau sur la période (387 l), témoignant ainsi de la contribution significative de la fraction grossière endogène à la rétention de l'eau dans les sols.

Les végétaux (luzerne et phacélie) ont été semés le 15/04/21 et leur contribution aux variations de quantité d'eau dans les lysimètres jusqu'au 31/05/21 à travers l'évapotranspiration reste négligeable sur la période. En revanche, à partir du 31/05/21, la conjonction de l'augmentation des températures et de la croissance

des végétaux indique que les variations des quantités d'eau dans les lysimètres sont en grande majorité gouvernées par l'évapotranspiration.

Sur la période du 31/05/21 au 01/07/21, la modalité FGE conserve de moins en moins d'eau en son sein, jusqu'à ce que les quantités d'eau contenues entre les deux modalités s'égalisent au 01/07/21. Cet effet témoignerait alors d'une contribution directe de la fraction grossière endogène à la fourniture d'eau aux végétaux.

Au cours de la période chaude de début juillet à fin septembre, les variations de quantité d'eau au sein des deux modalités sont équivalentes et suivent le même schéma d'évolution au cours du temps. Les variations sont toujours dominées par l'évapotranspiration, et des épisodes pluvieux intenses mi-juillet et début août entraînent la percolation de volumes d'eau significatifs pour les deux modalités. Les volumes percolés sont néanmoins plus importants et plus fréquents sur la modalité FGI sur cette période. Le maintien de schémas d'évolution équivalents entre les deux modalités malgré des percolations plus importantes sur la modalité FGI, témoignerait alors d'une évapotranspiration plus importante sur la modalité FGE qui compenserait en partie le stockage d'eau au sein de la fraction grossière. Les MCE des modalités FGE et FGI sont significativement plus faibles durant la période chaude, avec des moyennes respectives de 108 kg et 71 kg (Tableau 51).

Tableau 51. Différences saisonnières des masses critiques d'eau (MCE) déclenchant la percolation au sein des modalités fractions grossières endogènes (FGE) et fraction grossières inertes (FGI).

Modalité	Période	MCE (kg)	p-value = $2e^{-04}$ (Kruskal-Wallis)
FGE	froide	238 ± 21	a
FGE	chaude	108 ± 43	bc
FGI	froide	164 ± 10	ab
FGI	chaude	71 ± 50	c

La biomasse végétale a été récoltée fin août, mettant ainsi fin à la domination par l'évapotranspiration de la variation des quantités d'eau présentes au sein des lysimètres. Les quantités d'eau ont recommencé à augmenter à partir de la fin septembre au sein des deux modalités et ont toujours suivi la même évolution au cours du temps au rythme des épisodes de précipitation et de la baisse des températures. L'évolution conjointe des quantités d'eau témoigne par ailleurs d'un stockage de l'eau au sein des fractions fines des deux modalités seulement. La percolation redémarre au sein de la modalité FGI à partir du 20/12/21 à la différence de la modalité FGE au sein de laquelle aucune percolation n'a été enregistrée depuis la mi-juillet. Bien que les données présentées s'arrêtent au 31/12/2021, on constate une séparation des courbes entre modalités suggérant le début d'un stockage d'eau plus important au sein de la modalité FGE de manière analogue à ce qui était observé en début d'essai.

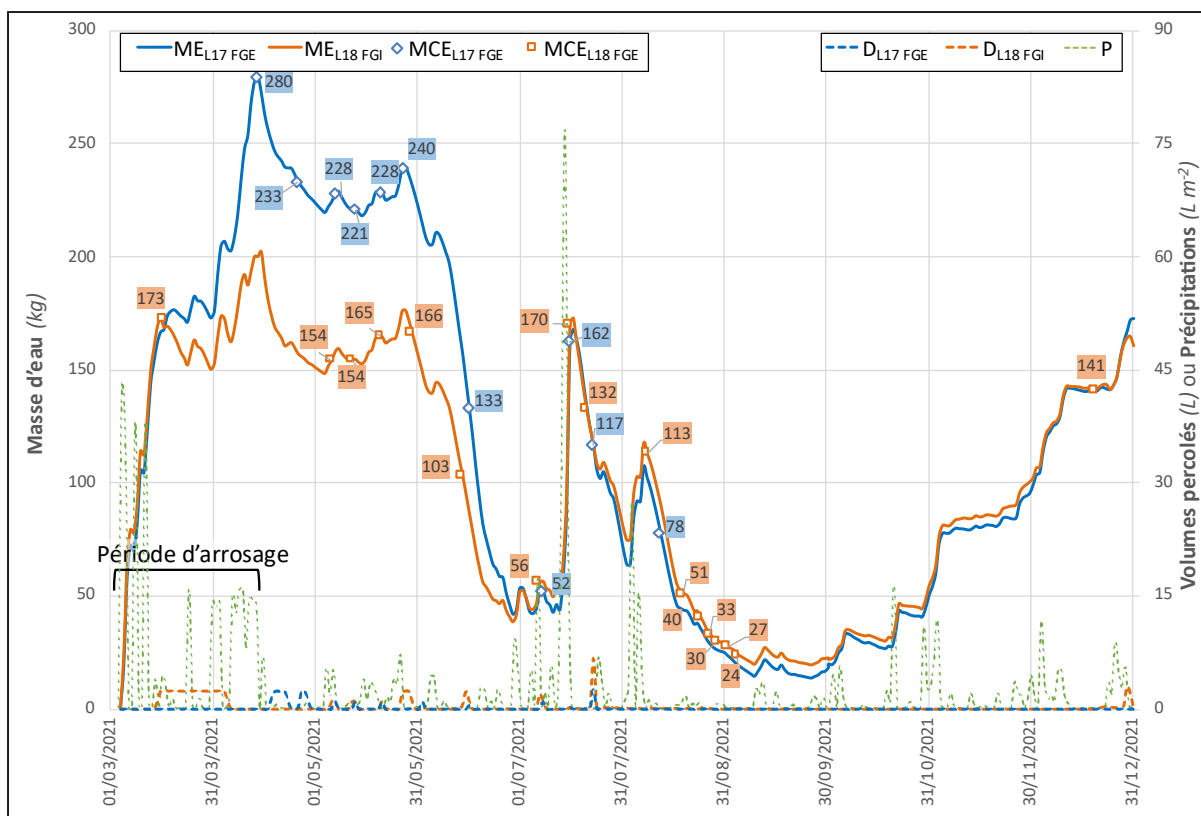


Figure 58. Évolution de la masse d'eau (kg) stockée dans les sols au cours du temps au sein des modalités fractions grossières endogènes ME_{L17FGE} (ligne bleue) et fractions grossières inertes ME_{L18FGI} (ligne orange). Évolution de la masse critique d'eau (kg) déclenchant la percolation au cours du temps : MCE_{L17FGE} (losanges bleus) et MCE_{L18FGI} (carrés oranges). Évolution des volumes d'eau percolés (L) au cours du temps au sein des modalités fractions grossières endogènes D_{L17FGE} (ligne hachée bleu clair) et fractions grossières inertes D_{L18FGI} (ligne hachée orange clair). Volumes de précipitations ($L m^{-2}$) au cours du temps P (ligne hachée verte). La surface de chaque dispositif faisant $1 m^2$, les volumes percolés et les précipitations sont alors directement comparables.

3.1.2 Équilibre hydrique

Concernant l'équilibre hydrique des systèmes (Figure 59) et plus spécifiquement l'évapotranspiration (ETR), on constate une augmentation significative de l'ETR due au développement des végétaux et à l'augmentation des températures vers la fin du mois de mai sur les deux modalités. L'ETR se stabilise ensuite vers la fin août notamment à cause de la récolte des végétaux et de la diminution progressive des températures. L'ETR augmente plus fortement sur la modalité FGE vers la mi-juin, probablement à cause d'une réserve en eau au sein de cette modalité plus importante que dans la modalité FGI. L'augmentation de l' ETR_{FGE} par rapport à l' ETR_{FGI} est plus modérée sur le reste de la période étudiée et pourrait être liée à une végétation légèrement plus développée sur cette modalité.

A la fin de l'année, les apports totaux d'eaux étaient de $811 L m^{-2}$. Pour la modalité FGE, 69 % de l'eau interceptée a été évapotranspirée ($557 L m^{-2}$) et 3,3 % a été percolée (27 L). Pour la modalité FGI, 60 % de l'eau interceptée a été évapotranspirée ($488 L m^{-2}$) et 11 % a été percolée (89 L). Ainsi, c'est presque 3,3 fois plus d'eau qui a été perdue par percolation dans la modalité FGI par rapport à la modalité FGE.

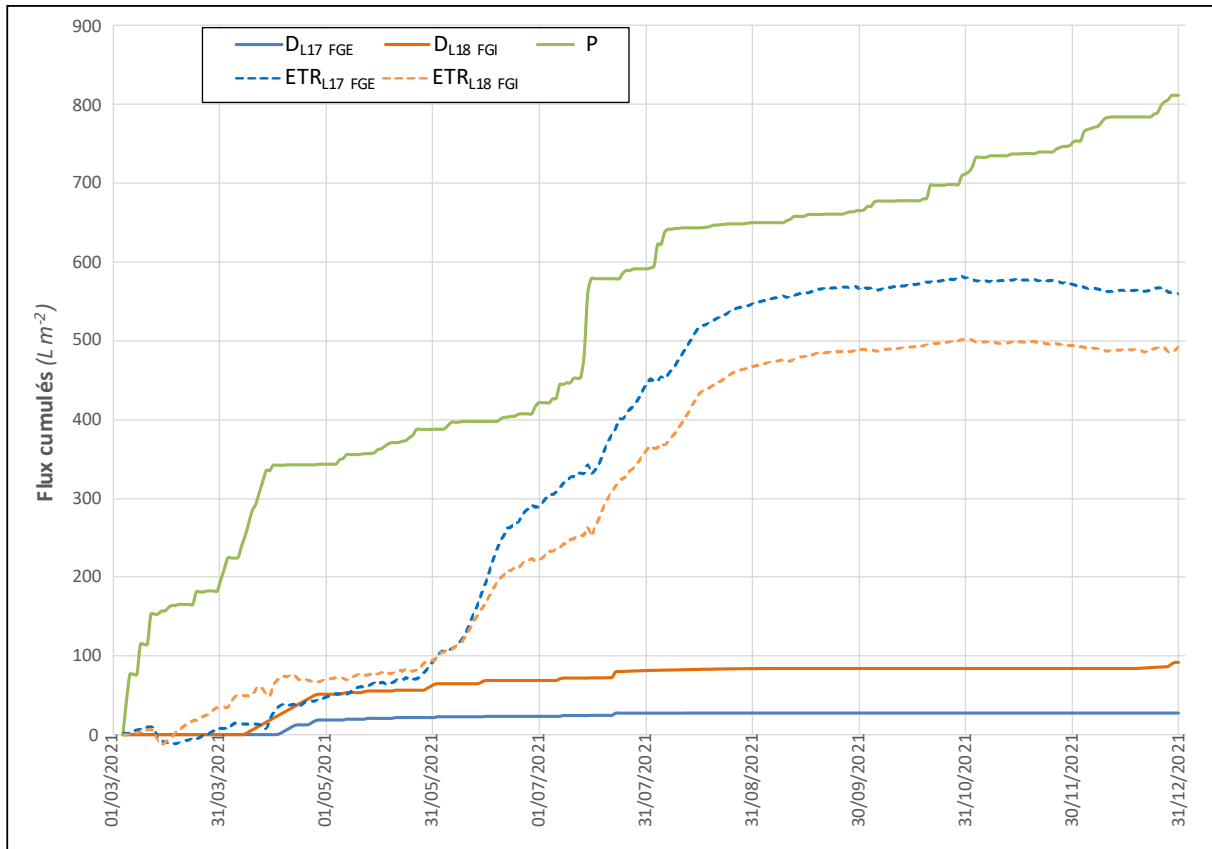


Figure 59. Évolution du bilan hydrique au cours du temps. Flux cumulés : précipitations P (ligne verte), $D_{L17\text{ FGE}}$ débits de la modalité fractions grossières endogènes (ligne bleue pleine), $D_{L18\text{ FGI}}$ débits de la modalité fractions grossières inertes (ligne orange pleine). $ETR_{L17\text{ FGE}}$ évapotranspiration de la modalité fractions grossières endogènes (ligne bleue hachée), $ETR_{L18\text{ FGI}}$ évapotranspiration de la modalité fractions grossières inertes (ligne orange hachée). La surface de chaque dispositif faisant 1 m^2 , les volumes percolés et les précipitations sont alors directement comparables.

3.1.3 Évolution dans le temps de l'humidité de la terre fine

Observée globalement, l'humidité de la terre fine est plus faible dans la modalité fraction grossière endogène constitutive du matériau terreux (FGE) par rapport à la modalité fraction grossière inerte constituée de fragments de verre (FGI) suggérant à nouveau une contribution de la fraction grossière à la rétention en eau du système (Figure 60).

Dès la mise en œuvre de l'essai, on constate une humidification plus rapide du profil de la modalité FGI. Au sein de la modalité FGI, l'humidité à -100 cm (environ 35%) reste plus élevée d'environ 5% par rapport à l'humidité à -50 cm (environ 30%) durant la période froide de mars à fin mai. Observation qui pourrait être expliquée par un compactage plus important à cette profondeur dans ce lysimètre. Toujours au cours de cette période, l'humidité progresse plus lentement le long du profil au sein de la modalité FGE. L'humidité à -100 cm (27%) s'y stabilise à un peu moins de 5% au-dessus de celle à -50 cm (23%).

A partir de la période chaude, l'humidité de la fraction fine diminue significativement au sein des sols des deux modalités jusqu'à atteindre environ 10% , notamment $H_{\text{FGI}-100\text{cm}}$ qui diminue à un rythme plus élevé.

A la mi-juillet, un épisode pluvieux intense restaure l'humidité de la terre fine de tout le profil de la modalité FGI, et seulement dans la première partie du profil de la modalité FGE. Ici encore, une contribution de la fraction grossière à la rétention de l'eau lors de sa progression dans le profil est à envisager. Cet effet se répète à la mi-août lors d'un nouvel épisode pluvieux intense, où H_{FGI-50} cm augmente fortement à la différence de H_{FGE-50} cm et H_{FGE-10} cm qui n'évoluent que très peu en réponse à cet événement.

L'humidité de la terre fine se stabilise ensuite à une dizaine de pourcent au sein des deux modalités à partir de la fin août après la récolte des végétaux, avant d'augmenter fortement à nouveau notamment au sein de la modalité FGI à la fin octobre. On constate d'ailleurs un décalage temporel important de $H_{FGE-100}$ cm d'environ un mois pour cette modalité. Ce décalage temporel est également présent au sein de la modalité FGE, mais il concerne les deux profondeurs dans le cas présent. H_{FGE-50} cm augmente à un niveau similaire à H_{FGI-50} cm avec un mois de retard, et $H_{FGE-100}$ cm augmente à nouveau avec un décalage temporel équivalent par rapport à $H_{FGI-100}$ cm. Là encore, ces décalages temporels et niveaux d'humidité différenciés entre modalités suggèrent une contribution significative des fractions grossières endogènes au fonctionnement hydrique du système.

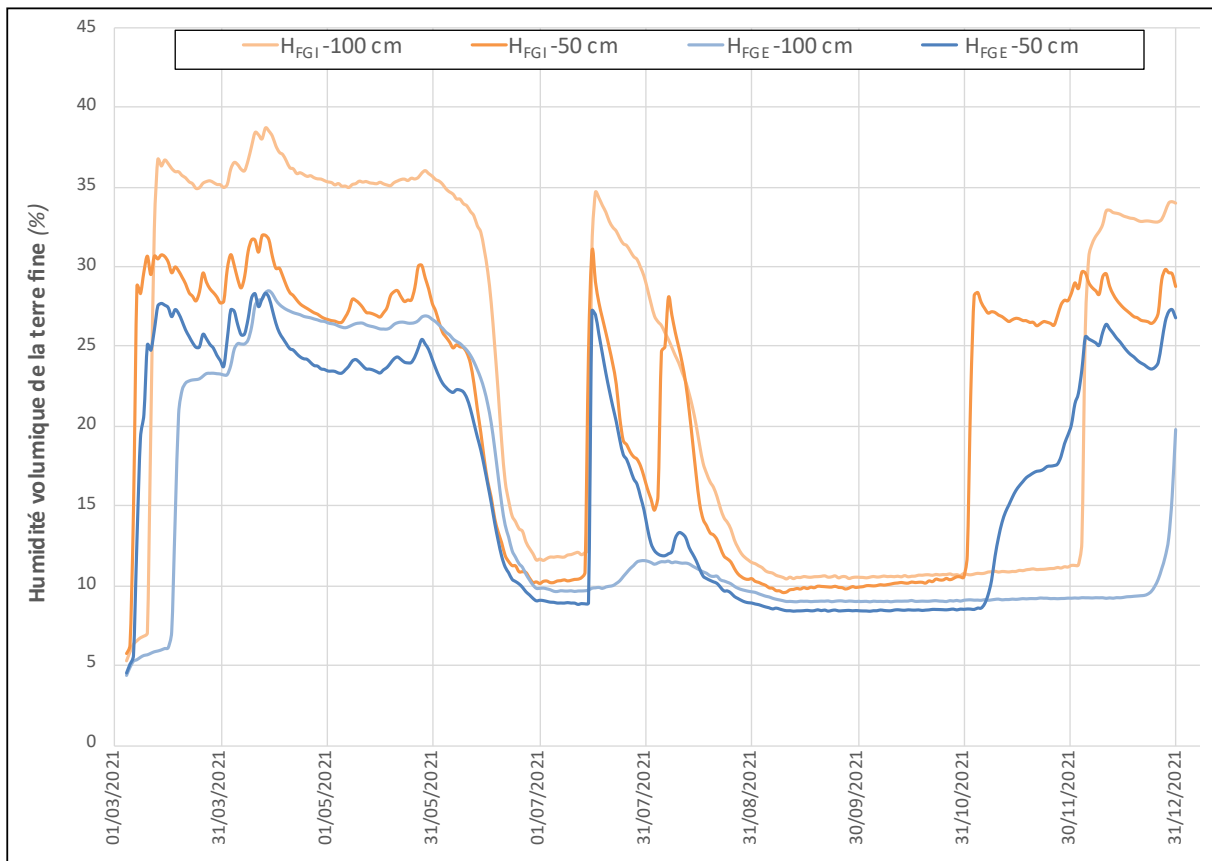


Figure 60. Évolution de l'humidité volumique de la terre fine (%) au cours du temps. Modalité fraction grossière endogène FGE : humidité volumique H_{FGE} -50cm (ligne bleu foncé) et humidité volumique H_{FGE} -100cm (ligne bleu clair) ; Modalité fraction grossière inerte FGI : humidité volumique H_{FGI} -50cm (ligne orange foncé) et humidité volumique H_{FGI} -100cm (ligne orange clair).

3.1.4 Bilan

L'examen des paramètres caractéristiques du fonctionnement hydrique des systèmes montrent une évolution saisonnière de la capacité de rétention en eau. Ces variations peuvent être expliquées par les précipitations et la variation des températures entre saisons chaude et froide, ainsi que par la présence de végétaux. En période froide, la modalité FGE a semblé conserver des quantités d'eau plus importantes dans le système, et la responsabilité des fractions grossières endogènes dans ce phénomène est fortement suspectée. Ces observations sont en accord avec les travaux de Danalatos et al. (1995) qui ont montré une conservation d'eau plus importante dans des sols contenant une fraction grossière par rapport à ceux n'en contenant pas lorsque le sol est humide, alors que lorsque les sols sont secs, les sols pierreux conservent moins d'eau. En période chaude, la modalité FGE ne semble pas conserver plus d'eau que la modalité FGI, en revanche cette dernière a connu des épisodes de percolation plus fréquents et plus abondants, suggérant malgré tout un effet protecteur de la fraction grossière vis-vis de la conservation de l'eau au sein de la modalité FGE, et donc un effet potentiellement bénéfique pour la végétation en période chaude. Les travaux de Tetegan et al. (2010) ont montré que des sols dépourvus de fraction grossière perdaient significativement plus vite leur eau que des sols en contenant. Les auteurs ont ainsi montré que lors de périodes intenses de

sécheresses, des transferts d'eau depuis la fraction grossière vers la terre fine prenaient place, suggérant ainsi un effet bénéfique pour les plantes. Par ailleurs, l'évolution à la baisse de la MCE lors des périodes chaude est un effet rapporté dans la littérature, due notamment à l'action des végétaux sur la macroporosité du sol (Tifafi et al., 2017). Les auteurs proposent alors que la MCE diminue et l'eau s'écoule plus rapidement car « *les racines occupent une partie de la porosité totale et diminuent ainsi la capacité de stockage de l'eau tout en créant des flux préférentiels à l'intérieur du pédon.* »

Enfin, le suivi de l'humidité de la terre fine dans les profils, indique très clairement une participation de la fraction grossière à l'interception et au stockage d'une partie de l'eau lors de son écoulement. Ce rôle de la fraction grossière a été démontré par Cerda (2001) et peut être relié notamment à la nature (porosité intrinsèque ??) et à l'état d'altération de ses constituants. La craie est un exemple connu de matériau pouvant retenir une quantité significative d'eau (20 % en masse), mais le calcaire peut également en retenir jusqu'à 9 % de sa masse (Tetegan et al., 2011). Le degré d'altération des constituants de la fraction grossière influence la microporosité de ces derniers ainsi que la macroporosité à l'interface entre constituants grossiers et terre fine (A. Agnelli et al., 2002), ce qui affecte les processus favorisant le stockage d'une part et l'écoulement de l'eau d'autre part (do Carmo et al., 2016). Dans notre essai, les compositions granulométriques des deux modalités sont identiques mais diffèrent par la nature des constituants des fractions grossières (35 % fraction fine – 65 % fraction grossière). Les constituants inertes physiquement (fragments de verre) de la modalité FGI contribuent ainsi à la facilitation de l'écoulement de l'eau dans le profil en augmentant la macroporosité mais ne contribuent pas à la rétention et au stockage de l'eau, à l'inverse de la fraction grossière endogène dont la diversité des classes de matériaux contribue significativement à ces processus.

3.2 Qualité des eaux de percolation

La qualité des eaux de percolation des deux modalités étudiées a été qualifiée à travers la caractérisation de paramètres d'acidité, de salinité et de teneurs en contaminants organiques et métalliques.

3.2.1 Acidité et salinité

Le pH des eaux de percolation des modalités FGE et FGI reste constant au cours du temps avec des moyennes respectives sur la période de suivi de $8,02 \pm 0,1$ et $8,07 \pm 0,1$ (Figure 61). Compte tenu des différences de nature de fraction grossière entre les modalités, la constance du pH suggère que l'évolution de ce paramètre est principalement gouvernée par la fraction fine.

La conductivité des eaux de percolation au sein de la modalité FGE ($3547 \pm 465 \mu\text{S cm}^{-1}$) est plus de deux fois supérieure à celle des eaux de percolation de la modalité FGI ($1367 \pm 283 \mu\text{S cm}^{-1}$) sur la période de suivi. Cette différence suggère alors la participation de la fraction grossière à la salinité des eaux de percolation.

Il y a à la fois plus d'eau et un temps de contact prolongé entre fraction grossière et l'eau au sein de cette modalité, favorisant ainsi la libération d'éléments.

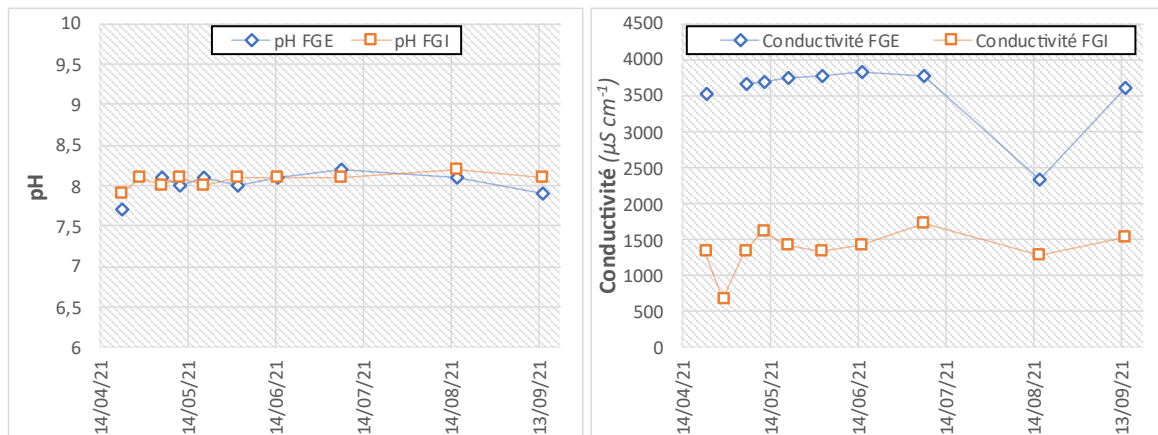


Figure 61. Évolution au cours du temps du pH (graphique de gauche) et de la conductivité (graphique de droite) dans les eaux de percolation des modalités fraction grossière endogène FGE (ligne bleue) et fraction grossière inerte FGI (ligne orange).

3.2.2 Contenu organique

Le carbone organique dissous est en moyenne plus élevé sur la période de suivi dans les eaux de percolation de la modalité FGE par rapport à la modalité FGI (28 ± 5 contre $13 \pm 0,7$ mg L⁻¹) (Figure 62). Le COD_{FGE} présente une tendance à la baisse au cours du temps alors que COD_{FGI} présente plutôt un profil stable. Les concentrations en HAP au sein des deux modalités sont très faibles avec $0,08 \pm 0,1$ µg L⁻¹ pour la modalité FGE et $0,63 \pm 1,5$ µg L⁻¹ pour la modalité FGI. On notera néanmoins deux épisodes durant lesquels des concentrations relativement importantes sont enregistrées pour la modalité FGI.

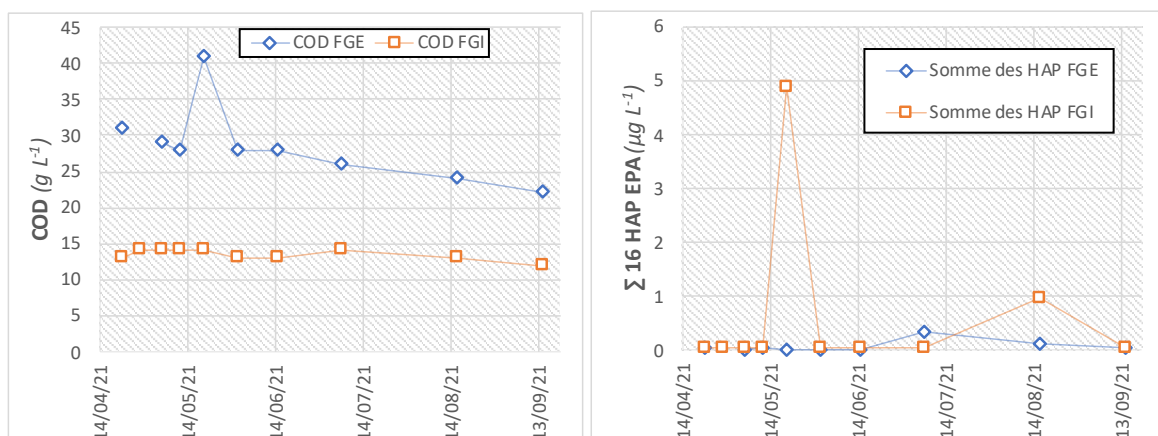


Figure 62. Évolution au cours du temps du carbone organique dissous (graphique de gauche) et de la somme des 16 HAP EPA (graphique de droite) dans les eaux de percolation des modalités fraction grossière endogène FGE (ligne bleue) et fraction grossière inerte FGI (ligne orange).

3.2.3 Contenu en éléments en traces

Concernant les éléments en traces dissous dans les eaux de percolation, on constate à nouveau des concentrations globalement plus élevées au sein de la modalité FGE, à l'exception notable de Cr pour lequel la situation est inversée (Figure 63).

Pour As, les concentrations moyennes sont relativement stables sur la période pour les deux modalités et s'établissent à $4,0 \pm 0,3 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGE) et $2,6 \pm 0,1 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGI).

Pour Cd, les concentrations moyennes fluctuent fortement pour la modalité FGE ($0,3 \pm 0,1 \mu\text{g L}^{-1}$) et sont en dessous des limites de quantification pour la modalité FGI ($<0,2 \mu\text{g L}^{-1}$).

Pour Cr, les concentrations moyennes suivent une tendance à la baisse sur la période pour les deux modalités et s'établissent à $1,0 \pm 0,6 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGE) et $2,5 \pm 1,4 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGI).

Pour Cu, les concentrations moyennes fluctuent légèrement et suivent les mêmes évolutions sur la période de suivi. Elles s'établissent à $13 \pm 1,6 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGE) et $9,7 \pm 1,0 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGI).

Pour Ni, les concentrations moyennes augmentent puis diminuent pour la modalité FGE ($15 \pm 4,6 \mu\text{g L}^{-1}$) et restent stables pour la modalité FGI ($3,4 \pm 0,5 \mu\text{g L}^{-1}$).

Pour Pb, les concentrations moyennes sont la plupart du temps en dessous des limites de quantification ($<0,5 \mu\text{g L}^{-1}$) pour les deux modalités, à l'exception de deux épisodes en début de suivi pour la modalité FGE où des concentrations de $1,6$ et $1,0 \mu\text{g L}^{-1}$ sont mesurées.

Pour Se, les concentrations moyennes sont relativement stables sur la période pour les deux modalités et s'établissent à $4,3 \pm 0,4 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGE) et $1,3 \pm 0,3 \mu\text{g L}^{-1}$ (FGI).

Enfin, pour Zn, les concentrations moyennes suivent une tendance à la hausse pour la modalité FGE ($35 \pm 0,1 \mu\text{g L}^{-1}$) et sont en dessous des limites de quantification pour la modalité FGI ($<5,0 \mu\text{g L}^{-1}$) à l'exception d'un épisode vers la fin de la période de suivi durant lequel une concentration de $22 \mu\text{g L}^{-1}$ est mesurée.

3.2.4 Bilan

De manière générale, la modalité FGE semble libérer plus d'éléments que la modalité FGI, ce qui laisse supposer une contribution de la fraction grossière endogène à l'alimentation de la solution du sol. On mentionnera néanmoins que les quantités d'eau percolées sont environ trois fois plus élevées dans la modalité FGI par rapport à la modalité FGE, ce qui n'exclut pas une potentielle dilution des éléments dans les eaux de percolation de la modalité FGI.

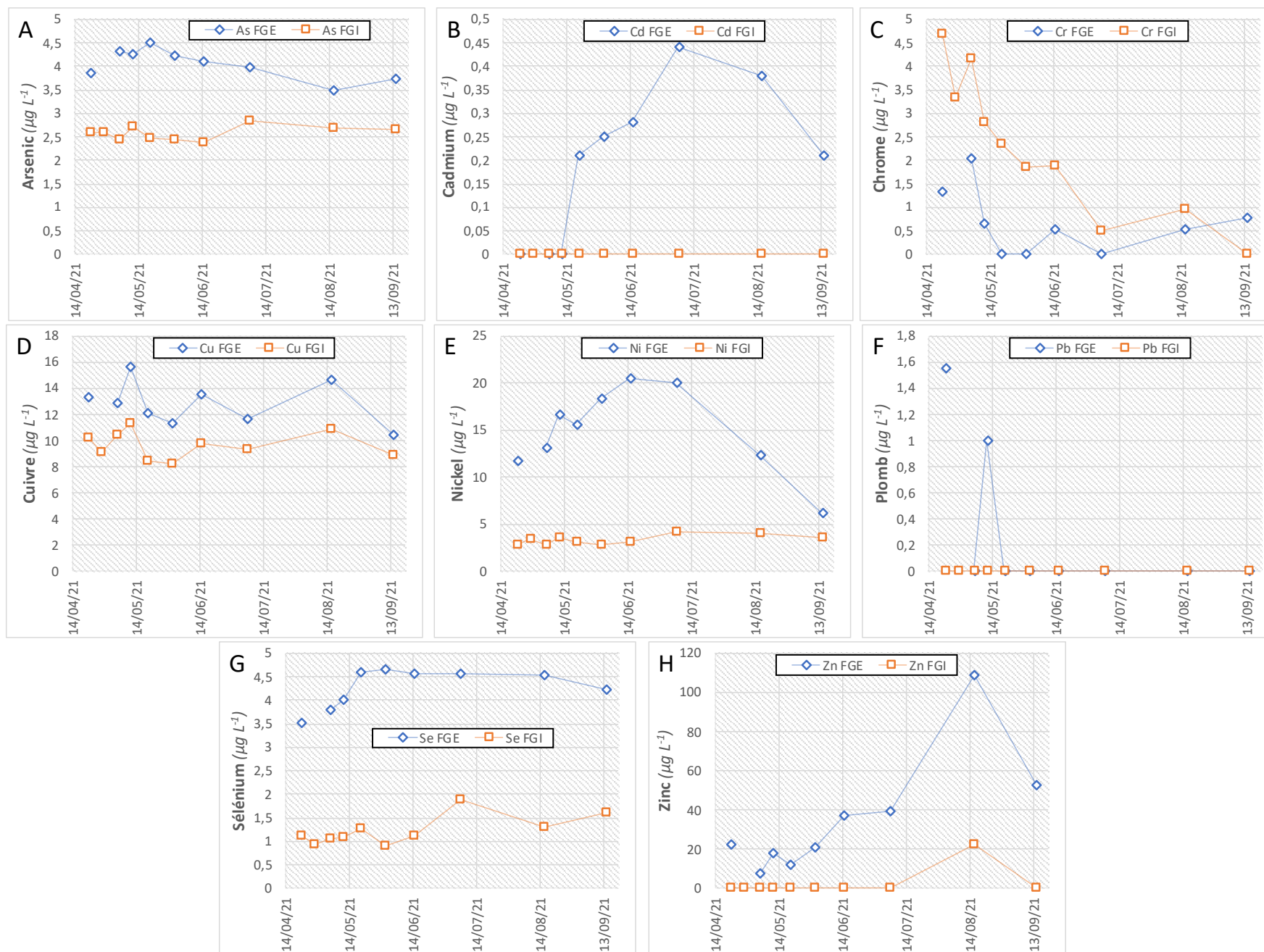


Figure 63. Évolution au cours du temps des teneurs en éléments traces dans les eaux de percolation des modalités fraction grossière endogène FGE (ligne bleu) et fraction grossière inerte FGI (ligne orange).

3.3 Évaluation de la fonction de support de végétation

Les deux modalités fraction grossière endogène (FGE) et fraction grossière inerte (FGI) ont été végétalisées avec de la luzerne et de la phacélie sur une période de quatre mois et demi entre le 15/04/21 et le 31/08/21. Les quantités ainsi que la qualité des biomasses aériennes des deux espèces ont été déterminées afin d'évaluer l'impact des fractions grossières sur la fonction de support de végétation de systèmes.

3.3.1 Biomasses aériennes

La production de biomasse aérienne de luzerne est deux fois plus élevée sur la modalité FGI par rapport à la modalité FGE (Figure 64). La production de biomasse aérienne de phacélie est 1,4 fois plus élevée sur la modalité FGE par rapport à la modalité FGI. Compte tenu des capacités de stockage d'eau plus importantes au sein de la modalité FGE, nous aurions pu nous attendre à voir s'y développer des végétaux dont la croissance aurait été favorisée. Ce n'est pas le cas ici, il apparaît alors difficile de faire le lien entre stockage plus important de l'eau dans la modalité FGE et production de biomasse.

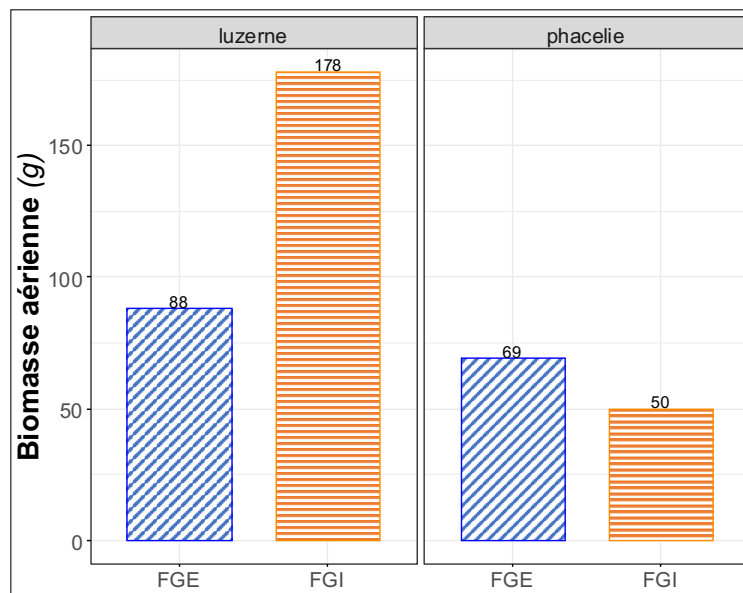


Figure 64. Quantité de biomasse aérienne sèche (g) de luzerne et de phacélie produite sur chaque modalité fraction grossière endogène (FGE) et fraction grossière inerte (FGI).

3.3.2 Qualité de la biomasse

Quels que soient les éléments considérés, aucune différence significative entre modalités n'est mise en évidence concernant leurs concentrations dans les parties aériennes des luzernes et des phacélies (Tableau 52). Chaque espèce présente un profil différent, ce qui est attendu, mais aucun effet significatif dû à la nature de la fraction grossière n'est mis en évidence. Aucune tendance de teneurs en éléments plus élevées dans les végétaux cultivés sur la modalité FGE, en lien avec des teneurs plus élevées en éléments des eaux de cette modalité ne se dégage. On notera néanmoins, que les écart-types associés aux mesures en éléments majeurs et en traces sont particulièrement élevés pour les deux espèces végétales lorsqu'elles sont cultivées sur la modalité FGI, pouvant ainsi expliquer l'absence de différences significatives entre modalités.

Tableau 52. Teneurs en éléments majeurs et en traces dosés dans les parties aériennes des végétaux cultivés sur les modalités fraction grossière endogène FGE et fraction grossière inerte FGI.

Paramètres analytiques	Luzerne		Phacélie	
	FGE	FGI	FGE	FGI
N	25 ± 2,8	16 ± 0,8	9,5 ± 3,2	9,5 ± 1,3
Al	20 ± 5,2	59 ± 22	81 ± 12	77 ± 15
Ca	13001 ± 1347	17041 ± 3750	26534 ± 1356	21296 ± 2770
Fe	125 ± 42	154 ± 58	205 ± 69	185 ± 4,2
K	13161 ± 247	9289 ± 5240	6056 ± 225	7186 ± 5904
Mg	2352 ± 19	2255 ± 731	1862 ± 51	2184 ± 641
Mn	22 ± 4,0	27 ± 11	22 ± 1,0	27 ± 6,2
Na	375 ± 34	459 ± 338	46 ± 1,6	293 ± 375
P	1079 ± 97	1453 ± 546	3276 ± 218	2183 ± 738
S	1509 ± 155	1491 ± 701	1239 ± 82	1430 ± 593
B	33 ± 4,1	36 ± 12	37 ± 2,1	39 ± 6,8
Cu	6,4 ± 0,2	5,4 ± 2,6	3,8 ± 0,4	4,5 ± 2,3
Zn	25 ± 9,5	18 ± 4,5	25 ± 1,6	25 ± 6,6

3.3.3 Perspectives

Les dispositifs lysimétriques ont un intérêt majeur en ce qu'ils permettent de réaliser un suivi à long terme des évolutions pédogénétiques des substrats mis en œuvre. Après un peu moins d'une année d'expérimentation, les différences entre traitements FGE et FGI sont pour le moins majeures. Un intérêt tout particulier sera porté sur le suivi des différents paramètres présentés dans les paragraphes précédents dans les années à venir. L'intensité des phénomènes observés sur les deux modalités pourra être évaluée au regard de la stabilisation dans le temps des deux systèmes étudiés. Il sera particulièrement intéressant de voir si la contribution de la fraction grossière à l'alimentation de la solution du sol en éléments nutritifs restera constante ou diminuera. Il est en effet probable que durant cette première année d'expérimentation les systèmes ne soient pas tout à fait stabilisés, marquant ainsi d'une intensité significative les phénomènes observés. Les espèces végétales se ressèmeront également et la colonisation des lysimètres sera sans doute améliorée. Ainsi, des effets sur la biomasse produite seront peut-être plus marqués, permettant alors de

confirmer à l'échelle pilote et donc proche de la réalité de terrain, les observations positives faites quant à la contribution des fractions granulométriques grossières au fonctionnement des sols très anthropisés.

4 Conclusion partielle

Les travaux présentés dans ce chapitre visaient à évaluer la contribution des fractions grossières à la fonction de support de végétation de sols très anthropisés. Pour ce faire, deux grands types d'expérimentations ont été menées : au laboratoire en vases de végétation (volume de sol : 1 dm³) et à l'échelle de deux lysimètres de 2 m³. Ces deux expérimentations ont permis d'évaluer d'une part la contribution des fractions grossières au développement et à la qualité des biomasses de plantules de laitues, et, d'autre part, de comprendre son rôle dans le fonctionnement hydrique des systèmes.

Les enseignements principaux de ces expérimentations permettent de préciser le rôle des fractions grossières dans chacun de ces compartiments. Ainsi, d'un point de vue de la fertilité chimique, il semblerait que la taille des particules ne joue qu'un rôle mineur sur la capacité des végétaux à se développer. Les essais en conditions contrôlées nous permis de montrer que les fractions grossières contribuent directement à la nutrition des végétaux à court terme. L'essai en lysimètre a mis en évidence la présence en quantités supérieures d'éléments dans les eaux de percolation de la modalité FGE suggérant alors à nouveau une contribution des fraction grossières à la fourniture d'éléments. Cependant, ce constat doit être nuancé, par une possible dilution des eaux de percolation de la modalité FGI du fait des percolations plus fréquentes et abondantes au sein de cette modalité.

D'un point de vue de la fertilité physique, la fraction grossière endogène, non-inerte, a montré son intérêt en permettant un stockage significatif de l'eau dans le système sol, observation en accord avec la littérature sur le sujet. Ce stockage de l'eau par la fraction grossière doit être *a priori* bénéfique pour les végétaux, en permettant le maintien prolongé de l'humidité dans le système. Cette hypothèse n'a cependant pas été vérifiée après étude des biomasses végétales produites sur l'une ou l'autre des modalités, nous formulons néanmoins l'hypothèse d'une intensification de ces effets dans le temps.

Il en ressort alors de ces deux conclusions majeures, que le facteur gouvernant à ces deux phénomènes (fertilité physique et chimique) réside dans la nature des matériaux constituant la fraction grossière. En effet, c'est bien la nature des matériaux qui va conditionner au sein du substrat l'interaction avec l'eau, vectrice des éléments nutritifs nécessaires au bon développement des végétaux.

Ainsi, ces résultats invitent à la poursuite de l'étude des dispositifs lysimétriques afin de suivre l'évolution pédogénétique des systèmes dans le temps. Ils invitent également à de nouvelles expérimentations visant à identifier au sein de la diversité des matériaux constitutifs des fractions grossières, ceux qui contribuent significativement à soutenir la fonction de support de végétation des sols très anthropisés. C'est pourquoi le

besoin d'acquisition de données nouvelles et la création de bases de données sur les fractions grossières – depuis la typologie au rôle précis joué dans les sols – devient nécessaire afin d'appréhender le potentiel des sols très anthropisés dans leur globalité.

Chapitre VI – Discussion générale
Une approche intégrative du rôle des fractions
grossières au sein des sols très anthropisés

1 Replacer les fractions grossières en tant que partie prenante du fonctionnement des sols très anthropisés

Nos travaux sur les fractions granulométriques grossières des sols issues de matériaux naturels et technogéniques ont permis de considérer ces objets comme des facteurs du fonctionnement et de l'évolution des sols très anthropisés, et non plus comme des constituants inertes. A travers la mise en œuvre d'une démarche intégrée, nous avons en effet cherché à identifier, décrire, caractériser et définir le rôle des objets constitutifs des fractions granulométriques grossières dans le fonctionnement des sols très anthropisés.

1.1 Les identifier, les décrire...

Nous nous sommes interrogés dans un premier temps sur la manière la plus adaptée d'identifier les constituants des fractions granulométriques grossières. Il nous a alors fallu déterminer un cadre précis au sein duquel les dimensions et la nature des objets à étudier pourraient être définis.

Le choix d'une échelle granulométrique est une première étape essentielle préalable à l'identification des objets constitutifs des fractions granulométriques grossières que permet l'utilisation d'une typologie. En effet, l'échelle granulométrique en faisant action de premier filtre, permet de réaliser une primo classification dont les enseignements sont multiples sur l'état géométrique des objets d'une part et sur leur répartition entre classes granulométriques d'autre part.

A cet effet, nous avons adapté pour des constituants de sols, l'échelle granulométrique proposée par Blott et Pye (2012), qui, au-delà de rationaliser la dénomination des objets se situant dans chacune des classes que l'échelle définit, permet de fixer les bornes de chaque classe granulométrique, et donc, les dimensions des objets qui les y intègrent. Les bornes des classes granulométriques de cette échelle sont celles également conseillées par la norme NF EN 933-2 relative à la détermination de la granularité des granulats (*Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 2 : Détermination de la granularité - Tamis de contrôle, dimensions nominales des ouvertures*).

En nous appuyant sur la littérature, nous avons construit une typologie des matériaux constitutifs des fractions granulométriques grossières que nous souhaitons logique, exhaustive et facilement manipulable. Subdivisée en quatre niveaux i) nature, ii) type, iii) sous-catégorie et iv) exemple/classe/matériaux, la typologie porte l'information liée au mode de formation, au caractère naturel ou anthropique, à la provenance et au potentiel de réactivité de chacun des intitulés qui la compose. En effet, comme nous l'avons montré dans le chapitre 3 de ce manuscrit, l'identification précise des matériaux constitutifs du matériau terreux étudié a permis de préciser par exemple la nature organique, l'origine anthropique et technogénique

(issue d'une activité industrielle), ainsi que la provenance locale (autochtone) du coke qui est une forme de carbone stable et récalcitrant retrouvé en quantités et tailles variables dans le matériau terreux.

Ainsi, l'application des deux filtres, échelle granulométrique et typologie, sur les fractions granulométriques grossières permet d'identifier les objets qui les composent et de retracer leur histoire. De fait, l'association de ces deux classifications nous a permis de qualifier la nature, l'origine, mais aussi la propension à l'altération des constituants de la fraction grossière du matériau terreux. Ce faisant, il nous a été possible de définir qualitativement et quantitativement pour chacun de ces états (nature, origine, dimension des particules, classes de matériaux) l'organisation et la répartition des constituants de la fraction grossière du matériau terreux.

Dans le cas présent, l'étude de cas que représente le matériau terreux investigué présentait une nature minérale dominante, à tendance déflationniste avec la diminution de la taille des particules. Par ailleurs, l'origine anthropique ou technogénique représentait environ 30 % de la masse des constituants de la fraction grossière (scories métallurgiques ou laitier), les 70 % restants étant en quasi-totalité d'origine naturelle (calcaire). Pour rappel, les proportions respectives de terre fine et de fraction grossière étaient de 53,3 % et 46,7 % après criblage par voie humide. Ainsi, les origines des constituants de la fraction grossière étaient fortement caractéristiques du type d'activité industrielle (métallurgie) conduite – donc de l'usage antérieur – et des conditions pédo-géologiques (socle calcaire sous-jacent) du site duquel était issu le matériau terreux. De cette observation émerge la faculté d'anticipation de la typologie des constituants d'un site spécifique, connaissant l'historique et la géologie de ce dernier. Émerge alors également la nécessité de bancariser au sein d'une base de données la réalité des constituants des fractions granulométriques grossières associées aux usages ayant conduit à la formation des sols très anthropisés.

1.2 ... les caractériser...

Les caractérisations physico-chimiques des différentes fractions granulométriques des constituants de la fraction grossière du matériaux terreux nous ont permis d'évaluer la qualité du tri effectué, de qualifier la précision de la typologie et d'apprécier le lien entre taille des particules et composition des matériaux. Nous avons mis en évidence les composés caractéristiques des catégories de matériaux identifiés et proposé six grandes classes dont les profils élémentaires de composition chimique ont été définis. Ces six classes ont été comparées aux différentes catégories de matériaux de la typologie afin d'en vérifier l'adéquation avec la typologie. Il apparaît ainsi que le tri morphologique visuel permet une discrimination assez fine en termes de composition, voire de réactivité, des catégories de matériaux constitutifs de la fraction grossière. Bien que triviaux, les critères d'identification mis en œuvre n'en sont pas moins très informatifs pour décrire la réalité de ces catégories, car contenant une partie de l'information de composition de ces dernières (calcium pour le calcaire, carbone organique pour le charbon ou encore fer pour les éléments métalliques).

Les caractérisations physico-chimiques nous ont néanmoins permis de mettre en évidence une hétérogénéité s'exprimant à deux niveaux :

- une hétérogénéité constitutive du matériau,
- une hétérogénéité constitutive de catégorie.

L'hétérogénéité constitutive du matériau a à voir avec la constitution d'un matériau en phases de compositions différentes dont les tailles peuvent influencer sur la présence dans les différentes classes granulométriques. En effet, il est tout à fait possible d'imaginer que selon le mode de formation d'un matériau, des phases minéralogiques différentes, exhibant des propensions à l'altération différentes, puissent jouer un rôle sur la distribution granulométrique du matériau d'une part et entraînent une hétérogénéité de composition d'autre part (Howard, 2017a, 2017b). Cette hétérogénéité sera plus ou moins limitée dans son ampleur pour un matériau donné si l'hétérogénéité constitutive de catégorie est faible, par exemple la catégorie « calcaire » en opposition à la catégorie « laitier ».

L'hétérogénéité constitutive de catégorie a à voir avec le fait qu'une catégorie de matériau peut contenir des matériaux aux réalités multiples et donc de compositions différentes. La catégorie « laitiers » par exemple, dont les objets la constituant sont des scories métallurgiques dont les morphologies homologues ne permettent pas la différenciation entre types (*i.e.* laitiers de haut fourneau, d'aciérie électrique ou de convertisseurs à oxygènes).

Nous avons été confrontés à une expression forte de ces hétérogénéités avec la catégorie de matériaux désignée « scories organominérales » dont les classes granulométriques 4-8 et 16-31,5 mm étaient plus proches en termes de composition de la catégorie « laitiers », et la classe 2-4 mm plus proche des catégories « charbon fossile » et « coke ».

La mise en évidence de ces hétérogénéités au sein des catégories de matériaux de la fraction grossière du matériau terreux a mis au jour les limites de ces dernières, incompatibles avec notre objectif de monter en généralité afin de caractériser leur réactivité et d'évaluer leurs contributions au fonctionnement des sols très anthropisés. Deux besoins se sont ainsi faits jour :

- bénéficier de matériaux représentatifs des fractions granulométriques grossières des sols très anthropisés : **l'utilisation de matériaux « modèles »**,
- pouvoir caractériser la réactivité d'objets dont les dimensions sont supérieures à 2 mm : **l'adaptation de méthodes standardisées d'analyses du sol.**

En termes de représentativité des matériaux modèles à la réalité de matériau terreux, deux limites sont identifiées. La première concerne la sélection des briques dont la présence était marginale dans le matériau terreux. Ce choix a néanmoins été justifié par la grande représentativité des terres cuites dans les fractions grossières des sols urbains (El Khalil et al., 2008; Howard, 2017a; Nehls et al., 2013) notamment et par notre

volonté d'apporter une généralité forte aux données à produire. La seconde limite repose dans la non-sélection de matériaux métalliques. Ces matériaux, bien qu'ayant un potentiel de réactivité élevé (notamment à travers des processus d'oxydation) sont particulièrement divers et bénéficient d'un potentiel de généralité limité. La représentativité physico-chimique des matériaux modèles a été évaluée par comparaison aux catégories de matériaux identifiés au sein du matériau terreux. Chaque matériau modèle a présenté un profil élémentaire de composition chimique correspondant à la classe attendue pour ce dernier.

Nous avons ainsi montré qu'à partir d'une étude de cas (le matériau terreux), il était possible, en associant une typologie adaptée et de simples caractérisations physico-chimiques, de définir les composés caractéristiques de catégories de matériaux avec une grande généralité. Ce résultat plaide encore pour le développement d'une approche systématique des fractions granulométriques grossière basée sur leur identification *a minima*, et leur description et caractérisation si possible.

Cette approche seule peut renseigner en partie sur une potentielle réactivité de ces objets, notamment les matériaux naturels dont les processus d'altération sont connus. Nous avons néanmoins montré qu'une proportion non négligeable de la fraction grossière du matériau terreux n'était pas d'origine naturelle et donc que sa réactivité était mal ou non connue. Nous avons alors introduit une procédure d'adaptation des méthodes standardisées d'analyses de sols permettant d'accéder à la réactivité de ces objets. Cette méthode basée sur le principe du maintien constant du rapport entre la surface d'une prise d'essai et le volume de la solution d'extraction spécifique d'une analyse reposait ainsi sur trois hypothèses appliquées aux particules d'un matériau donné : i) masse volumique unique, ii) sphéricité et iii) dimensions uniques au sein des classes granulométriques. Cette méthode a néanmoins montré ses limites quant à sa capacité à estimer la surface réelle de l'échantillon, paramètre crucial dans la détermination de la réactivité des particules. Les hypothèses formulées sont la cause de ces limites et nos observations invitent à alors à s'affranchir de ces hypothèses par l'utilisation d'un appareillage dédié permettant de définir précisément la surface spécifique d'un échantillon.

Nos résultats ont montré (voire confirmé) que d'un point de vue massique la fraction fine est effectivement la fraction la plus réactive, mais que du point de vue surfacique les réactivités des fractions granulométriques supérieures sont équivalentes. Toutes granulométries confondues, les réactivités spécifiques de chaque matériau sont différentes et se répartissent de la plus élevée à la plus faible de la manière suivante (pour les paramètres pris en compte) : anthracite, coke, calcaire, brique et laitier. Pour chaque matériau nous avons mesuré la libération majoritaire des mêmes éléments mis en évidence par les caractérisations physico-chimiques totales (par exemple Ca et K pour le calcaire, K et Mg pour le laitier, Cu, Ni, Pb et Zn pour l'anthracite), renforçant ainsi la capacité prédictive en termes de composition et de réactivité de la typologie.

1.3 ... pour quelles contributions au fonctionnement des sols très anthropisés ?

Nous l'avons vu, les caractéristiques agronomiques des matériaux modèles traduisent une fertilité faible et une toxicité peu prononcée voire inexistante. Cependant, leur réactivité a été mise en évidence et donc leur intérêt reposerait plutôt dans la contribution potentielle qu'ils pourraient avoir lorsqu'ils se retrouvent dans les sols. En effet, les matériaux grossiers font partie des sols, notamment très anthropisés, ils sont divers et recouvrent des réalités multiples. Ils contribuent aux stocks d'éléments minéraux et à la fourniture de ces derniers par les processus de lixiviation et de lessivage respectivement pour l'altération chimique et l'altération physique mis en jeu par la pédogenèse. La fraction fine n'est-elle finalement pas formée en partie par les produits de l'altération de ces divers matériaux ? Nous avons ainsi cherché à évaluer les liens entre les fractions grossières et les processus liés à l'alimentation en éléments de la solution du sol, la nutrition minérale des végétaux et le fonctionnement hydrique qui sont caractéristiques de la fonction de support de végétation. A cet effet, nous avons mis en œuvre deux dispositifs expérimentaux originaux visant à évaluer ces processus en conditions contrôlées au laboratoire et à l'échelle pilote en lysimètres.

En conditions contrôlées au laboratoire, nous avons mis en évidence la contribution directe du calcaire, du laitier et du coke à la fourniture en éléments (Ca, K et Na respectivement). Par ailleurs, les profils élémentaires de composition chimique de plantules de laitues étaient différents selon les matériaux sur lesquels elles étaient cultivées, traduisant un effet direct de ces derniers sur les végétaux. La taille des particules n'a semblé jouer qu'un rôle mineur sur le développement des plantules, favorisant en tendance la production de biomasse avec l'augmentation de la taille. Nous attribuons cet effet au type de substrat utilisé dans cette expérimentation – du sable en mélange avec des fractions granulométriques grossières – au sein duquel plus la taille des particules augmentait plus les volumes de sables non perturbés par les particules augmentaient, favorisant ainsi la progression des racines dans le substrat. De plus, la quantité d'éléments prélevés par les plantules avait tendance à diminuer avec l'augmentation de la taille, observation à rapprocher du constat de diminution – à masse constante - de la réactivité des particules avec l'augmentation de la taille. En définitive c'est le type de matériau qui a eu le plus d'effet sur le développement des végétaux. Pris un par un, les matériaux modèles exprimaient des conditions édaphiques défavorable. Néanmoins, dans les conditions imposées par l'expérimentation, il a été possible de classer les matériaux modèles du moins nocif au plus nocif : calcaire, coke, laitier, brique et anthracite.

L'expérimentation en lysimètres, nous a permis de mettre en évidence la contribution significative de la fraction grossière à la rétention, au stockage de l'eau et à la libération d'éléments. La caractérisation des végétaux cultivés ne nous a pas permis de relier ces effets potentiellement favorables de la fraction grossière à une amélioration des paramètres physiologiques des végétaux.

Notre vision de la contribution des fractions granulométriques grossières à la fonction de support de végétation est présentée sous la forme d'un schéma conceptuel (Figure 65).

Les phénomènes d'altération physico-chimiques (lessivage et lixiviation) et biologiques sont stimulés par la présence d'eau dans le système qui peut être stockée, s'écouler et favoriser la libération d'éléments divers (nutriments ou polluants). En fonction des conditions physico-chimiques du milieu, les interactions entre fraction fine, grossières et système racinaire des végétaux participent alors à l'expression de la fonction de support de végétation dans le sol.

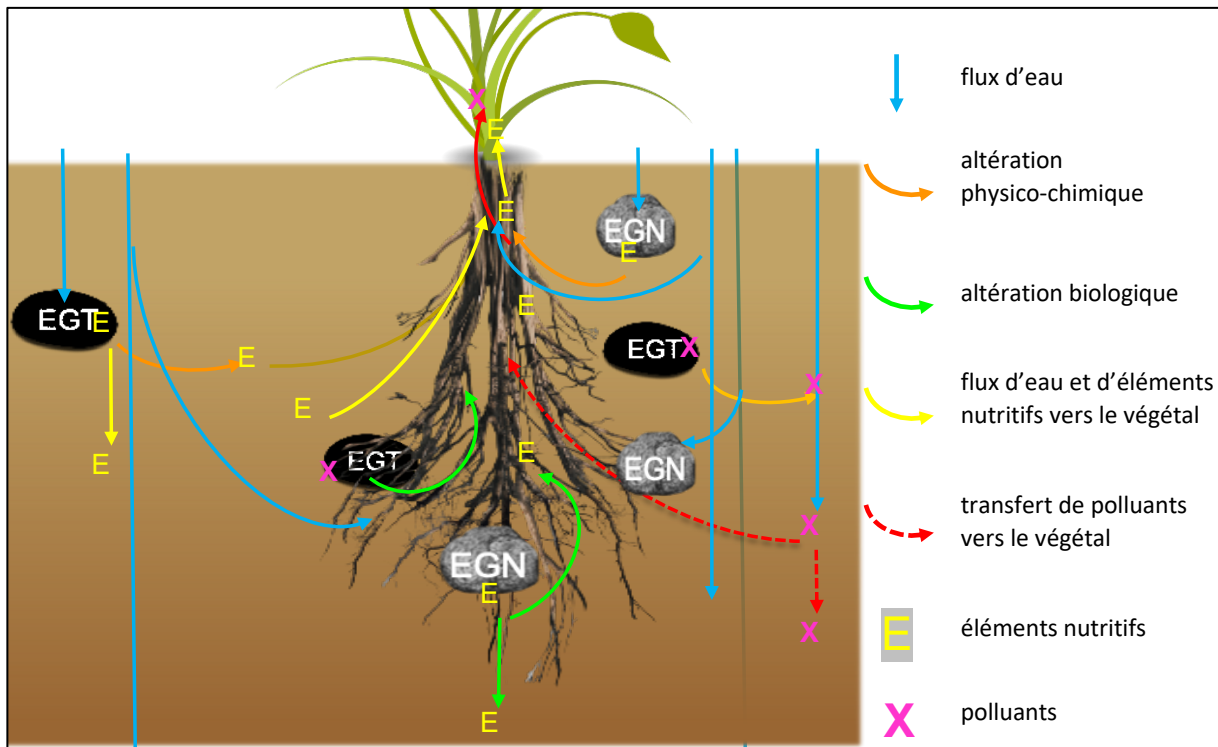


Figure 65. Schéma conceptuel du rôle joué par les fractions grossières en relation avec le végétal au sein des sols très anthropisés.

2 Vers une meilleure prise en compte des fractions grossières des sols très anthropisés dans les stratégies de gestion des terres et des sites

2.1 Faut-il un cadre de réflexion harmonisé sur les fractions grossières ?

Le sujet des fractions grossières en recherche est l'objet d'un intérêt constant depuis nombre d'années comme en témoigne une analyse bibliométrique sur la plateforme Web of Science (Clarivate Web of Science). Le nombre de publications associées aux recherches : *soil + rock fragment* ; *soil + coarse fraction* ; *soil + coarse fragment* ; *soil + coarse element* ; a été compilé sur la période 1964-2021 (format de la recherche : « *sujet* » + « *contenu dans le titre* »).

Le nombre de publications est en constante augmentation depuis les années 50, mais ce sujet reste néanmoins très peu exploré (239 publications au total) soit un peu moins de 4 publications par an en moyenne.

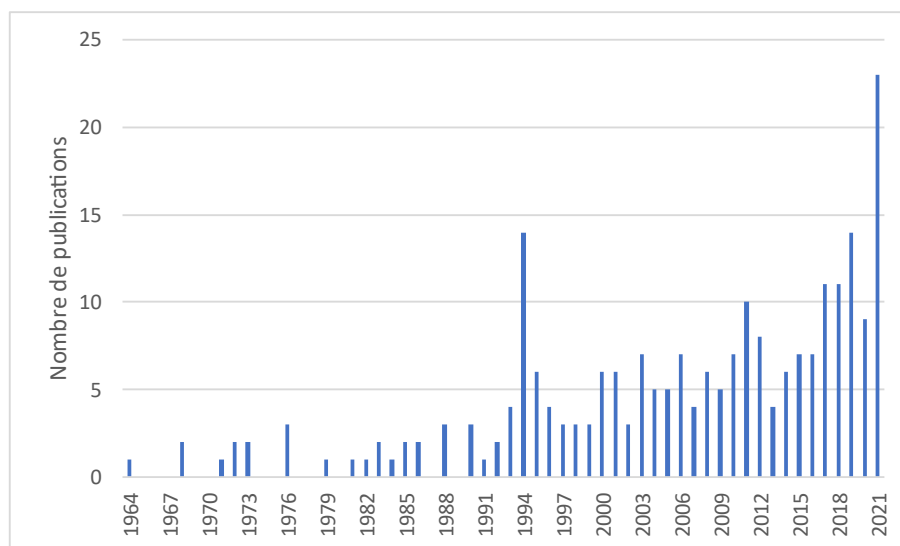


Figure 66. Nombre de publications relatives aux recherches *soil + rock fragment* ; *soil + coarse fraction* ; *soil + coarse fragment* ; *soil + coarse element* ; compilées par année sur la période 1964-2021 (dérivé de Clarivate Web of Science, Copyright Clarivate 202_.)

Les fractions grossières sont également au cœur d'une autre problématique liée à la valorisation et au réemploi des matériaux et terres excavées en lien notamment avec la stratégie gouvernementale française *Objectif « zéro artificialisation nette »* (Fosse, 2019). Cette stratégie vise à i) améliorer le suivi statistique de l'artificialisation, ii) freiner l'artificialisation brute par la densification des nouvelles constructions et iii) accompagner l'artificialisation résiduelle d'opérations de renaturation. Elle encourage alors à « construire la ville sur la ville », et la réhabilitation des friches industrielles est dans ce cadre une opportunité à saisir pour les multiples acteurs de l'aménagement urbain.

Les friches industrielles, dont les problématiques liées à la qualité du sol (e.g. gestion des pollutions, renaturation, aménagement paysager) sont aussi diverses que les friches sont nombreuses, sont un « terrain de jeu » passionnant pour la recherche et les acteurs gravitant autour des problématiques de l'ingénierie de l'environnement. Ces acteurs sont d'ailleurs à l'origine de plusieurs types d'approches de valorisation, méthodologies et guides, fruits de collaborations scientifiques entre laboratoires de recherches, agences et institutions publiques et entreprises, visant à rationaliser la gestion des friches industrielles. Dans ce contexte, la perception des acteurs du rôle joué par les fractions grossières des sols est surtout mécanique et géotechnique avant d'être agronomique.

Par exemple :

- **dans le cadre de la gestion des sites et sols pollués (SSP) :**

En SSP, les fractions sont considérées comme étant grossières lorsque leurs dimensions dépassent 20 mm ($D_{\max} > 20$ mm). Dans ces situations, elles sont le plus souvent issues de terres potentiellement polluées excavées lors de travaux de dépollution ou d'aménagement. Des préconisations de gestion ont été édictées dans le cadre du projet VALTEX (Richard et al., 2020) et s'appuient sur les guides du CEREMA BTP (2016) et du Ministère de la Transition Écologique et Solidaire (2017) relatifs à la valorisation des terres et des matériaux alternatifs en projet d'aménagement et en techniques routières. Dans ce cadre, la valorisation des fractions grossières est avant tout réalisée en Génie Civil à la suite d'approches de caractérisation qui restent alors essentiellement géotechniques et environnementales.

- **dans le cadre des démarches de génie pédologique :**

En génie pédologique, les ressources utilisées sont mises en œuvre pour la constitution d'horizons différenciés aux rôles pédologiques spécifiques dans des projets de construction de sols. Il s'agit pour la plupart de matériaux technogéniques (déchets et sous-produits) de granulométries grossières qui peuvent être valorisés en tant qu'horizon technique ou squelettique, c'est-à-dire venant en soutien d'un horizon de croissance et étant en appui sur le substrat sous-jacent (projet SITERRE ADEME, 2015). Ces matériaux grossiers sont alors essentiellement valorisés pour leurs propriétés mécaniques et géotechniques, bien que leurs propriétés environnementales et agronomiques soient aussi décrites.

Ces démarches de valorisation s'appuient sur un socle commun de normes et de processus témoignant d'une vision partagée de l'approche de la caractérisation des fractions grossières et de leur utilité essentiellement géotechnique.

Dans ces deux cadres, les évaluations environnementales font appel à des essais de lixiviations décrits par les normes NF EN 12457-2 (rapport L/S 10l/kg $D_{\max} = 4$ mm – génie pédologique et SSP) et NF EN 12457-4 (rapport L/S 10l/kg $D_{\max} = 10$ mm – SSP) qui requièrent la réduction granulométrique systématique à 4 ou

10 mm des fractions grossières. Nous avons vu dans nos travaux, qu'à masse constante, la diminution de la taille entraîne une augmentation des surfaces d'échanges et donc l'augmentation de la libération d'éléments. Ainsi, compte tenu de la méthode de préparation des échantillons (réduction de la granulométrie) les concentrations en éléments dans les éluats auront tendance à être artificiellement élevées. Les résultats obtenus pourront alors potentiellement entraîner le refus de certaines fractions grossières ne respectant pas les seuils environnementaux et sanitaires définis par ailleurs.

Les évaluations agronomiques mises en œuvre dans les démarches de génie pédologique s'appuient sur les méthodes d'analyses normées de la qualité du sol au sein desquelles la composante grossière des fractions n'est pas considérée (analyse de la fraction fine <2 mm après tamisage). Ce sont ces méthodes que nous avons adaptées afin de caractériser plus avant la réactivité des fractions grossières.

On constate alors que les différents acteurs des sols très anthropisés ont une vision assez similaire des fractions grossières. Pour eux, elles ont un rôle essentiel à jouer dans des horizons techniques et couches de formes à partir du moment qu'un certain nombre de critères géotechniques environnementaux et sanitaires sont respectés.

Notre démarche dans le cadre de la thèse était d'identifier, décrire, caractériser les fractions grossières présentes dans des sols très anthropisés. Nous avons alors cherché à délimiter, dans le cadre précis de la fonction de support de végétation, quels pouvaient être leurs rôles. La composante mécanique ou géotechnique – déjà étudiée et décrite par ailleurs – n'a pas été évaluée dans nos travaux. Ainsi, ils apportent un éclairage nouveau sur le rôle des fractions grossières dans les sols et permettent d'élargir la vision restreinte qu'en ont les acteurs des sols très anthropisés. L'intégration de ces nouvelles connaissances dans les pratiques nécessite alors le transfert, sous une forme adaptée, des concepts développés et des données acquises dans la thèse. Par ailleurs, nos travaux n'ont fait qu'ouvrir la voie à l'exploration et recherches additionnelles à mettre en œuvre pour délimiter spécifiquement – c'est-à-dire type de matériau par type de matériau – l'influence des fractions grossières dans les sols très anthropisés et ainsi permettre leur valorisation de manière éclairée au regard de leurs potentialités.

2.2 Comment implémenter les résultats de la thèse dans les stratégies de gestion des fractions grossières ?

Nos travaux sur les fractions grossières ont été conduits dans le cadre de l'évaluation de l'influence de ces dernières sur la fonction de support de végétation des sols très anthropisés. Ce cadre devrait alors être celui dans lequel des recommandations de gestion des fractions grossières pourraient être formulées.

Nos travaux, exploratoires dans leur esprit, sont parmi les premiers à appréhender les fractions grossières de manière intégrative depuis leurs réalités jusqu'à à leurs fonctions potentielles dans les sols très anthropisés. Nos résultats obtenus sur un nombre limité d'objets d'études et de matériaux représentatifs

des sols très anthropisés apportent un éclairage nouveau sur leur nature, leur composition et leur réactivité. Ces résultats appellent à la rationalisation et à la bancarisation sous la forme d'une base de données des nouvelles connaissances relatives aux multiples matériaux constitutifs des fractions granulométriques grossières des sols très anthropisés, à l'instar de ce qui peut être fait dans le cadre du Réseau de Mesure de la Qualité des Sols (RMQS) géré par le monde académique de la recherche.

Le transfert de ces nouvelles connaissances vers les acteurs des sols très anthropisés doit permettre d'optimiser la valorisation des fractions grossières, notamment dans le cadre de projet de renaturation en fonction des usages souhaités des sols très anthropisés.

Récemment, le projet CAFRAGES (Caractérisation et analyse des fractions granulométriques supérieures en sites et sols pollués) initié par l'ADEME en 2017 (non finalisé) a eu pour objectif d'améliorer et consolider les méthodes de diagnostic de sites et la caractérisation des sources de pollution à travers la prise en compte dans les diagnostics des fractions granulométriques supérieures à 2 mm, afin :

- *« de vérifier si la proportion de polluants organiques présents dans les fractions grossières (> 20 mm) et semi-grossières (> 2 mm) est effectivement très inférieure à celle mesurée dans les fractions fines (< 2 mm), comme c'est communément envisagé ;*
- *de définir un protocole de prélèvement et d'analyse des fractions grossières (> 20 mm) et semi-grossières (> 2 mm) et des déblais de déconstruction potentiellement impactés, afin d'optimiser leur réutilisation potentielle sur site au lieu de les évacuer en totalité en centre de stockage ;*
- *d'affiner les bilans massiques actuellement réalisés principalement à partir des teneurs mesurées sur les particules fines (< 2 mm) sans tenir compte de la teneur pouvant être présente sur les fractions grossières (> 20 mm) et semi-grossières (> 2 mm). »*

Synthétiquement, le protocole CAFRAGES propose de rechercher les polluants métalliques et organiques non volatils à semi-volatils au sein des fractions <2, 2-4, 4-10, 10-20, 20-30, 30-40 et 40-63 mm après broyage et sans distinction du type de matériau. Leurs résultats ont permis de répondre aux objectifs fixés et permettent de nuancer le postulat des plans de gestion selon lequel la fraction fine piège l'essentiel de la pollution d'un site pollué. Leurs résultats montrent en effet, que globalement les quantités de pollution métalliques se répartissent de façon plutôt équilibrée entre fraction fine et fraction grossière et les pollutions organiques sont globalement plutôt retrouvées au sein de la fraction fine. Ce projet a également pu évaluer les coûts supplémentaires engendrés par la mise en œuvre du protocole CAFRAGES, du prélèvement à l'analyse. Ainsi le groupement met en avant un surcoût pour la partie prélèvement entre 160 et 280 € par sondage, et pour la partie analyse un surcoût estimé entre 850 et 1000 € par échantillon du fait notamment, des étapes de prétraitement des échantillons (séchage, tri granulométrique et broyage).

La mise en œuvre du protocole CAFRAGES nécessite alors un effort financier de la part du commanditaire et gestionnaire du site d'étude au moment du diagnostic censés être compensés par la possibilité d'augmenter la part du réemploi et de la valorisation et de limiter les coûts de traitement et d'évacuation en lien avec les usages futurs prévus.

Il nous semble alors dans ce cadre pertinent de compléter les acquis du projet CAFRAGES par la procédure présentée dans la Figure 67. La procédure proposée correspond à un diagnostic de la fraction grossière d'un matériau terreux issu d'un sol très anthropisé à l'instar de ce qui pourrait être fait pour la fraction fine usuellement analysée après exclusion de la fraction grossière. Nous proposons que cette procédure puisse être dans la mesure du possible systématisée lors de travaux de diagnostics de sols très anthropisés plutôt dans le cadre de la recherche académique. Cette procédure pourrait éventuellement être évaluée dans un cadre R&D afin de définir son opérabilité, les surcoûts et les bilans coût-avantages liés à sa mise en œuvre dans un cadre non académique.

Dans ce cadre, en présence d'un matériau terreux dont on souhaite faire un diagnostic complet, nous proposons qu'un échantillon d'une masse minimale de 50 à 100 kg (selon la granulométrie estimée) soit prélevé selon les prescriptions de la norme NF EN 932-1 qui spécifie les masses minimales d'échantillon à prélever en fonction de la taille des particules. Selon les capacités des intervenants réalisant le prélèvement, nous proposons qu'après avoir séché l'échantillon selon les préconisations de la norme NF EN 933-1, un premier tamisage à 2 mm soit réalisé afin de séparer fractions fines et grossières. Si nécessaire des analyses physico-chimiques peuvent être réalisées sur la fraction fine (*e.g.* teneurs totales élémentaires, polluants organiques). La fraction grossière est ensuite fractionnée par voie humide selon les classes définies par l'échelle granulométrique utilisée dans ce travail de thèse et également préconisées par la norme NF EN 933-2. Une seconde étape de séchage est réalisée puis une étape de réduction à un minimum de 1000 particules par classe granulométrique est effectué selon les préconisations de la norme NF EN 932-2 tel que précisé dans le Tableau 53. Nous proposons ensuite qu'une identification des constituants de chacune des classes granulométriques soit réalisée à l'aide de la typologie proposée dans ces travaux de thèse et que les proportions massiques relatives de chaque type de constituant identifiés soient enregistrées. Cette procédure spécifique d'identification des constituants est analogue au mode opératoire décrit par la norme NF EN 933-11 relative à la classification des constituants de gravillons recyclés. Enfin, si les quantités de constituants au sein de chaque classe granulométrique sont suffisantes, nous proposons alors qu'un jeu de caractérisation complet soit mis en œuvre afin d'accéder aux teneurs totales en éléments et polluants ainsi qu'à la réactivité de ces derniers après une étape de broyage. L'étape de broyage est proposée ici pour la caractérisation des propriétés réactives des constituants afin de i) réduire et homogénéiser les prises d'essai et ii) diminuer les temps d'analyses et éviter la complexité de mise en œuvre des analyses telles que décrites dans le chapitre IV du manuscrit. Par ailleurs, les résultats obtenus traduiront le potentiel maximal de libération d'éléments et constitueront alors une limite qui ne sera pas franchie dans la réalité. On précisera néanmoins que si des capacités sont disponibles pour conduire des analyses supplémentaires selon la méthode proposée dans le chapitre 4, la description des constituants n'en sera que plus complète

Tableau 53. Indications relatives à la masse d'au moins 1000 particules (selon la norme NF EN 933-11).

Dimension supérieure D (mm)	Masse minimale pour 1000 particules (kg)
63	50
32	10
16	2
8	0,5

Les résultats obtenus pourront alors servir deux objectifs, i) enrichir les connaissances liées aux constituants des fractions grossières et ii) permettre une prise de décision éclairée, basée sur une connaissance complète de la réalité d'un matériau terreux, permettant une gestion en renaturation raisonnée et optimale de tous les constituants d'un sol très anthropisé en fonction des usages visés.

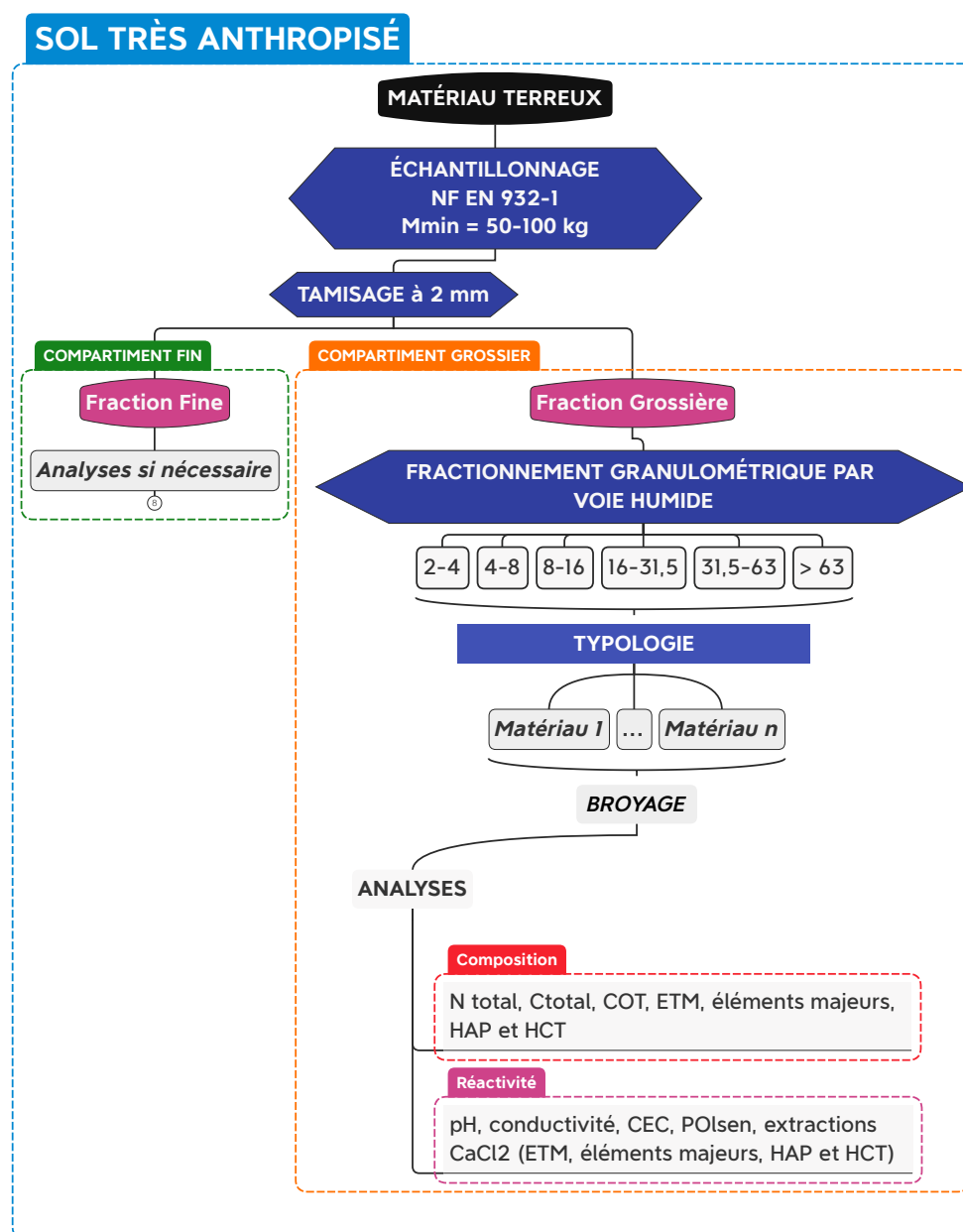


Figure 67. Procédure de diagnostic systématique simplifiée de la fraction grossière proposée dans le cadre de la thèse.

Conclusion générale

Les fractions grossières des sols très anthropisés sont un témoignage fort des impacts des activités humaines sur les sols. Elles sont néanmoins très souvent écartées des processus de diagnostic de la qualité du sol en raison de leur inertie supposée et des difficultés techniques liées à leur étude. Pourtant, lorsque l'on parle de fraction grossière des sols très anthropisés, on désigne en réalité une très large diversité de matériaux très souvent partiellement exogènes et représentant parfois la majorité du volume ou de la masse d'un sol. Ainsi, les ignorer dans le diagnostic de la qualité des sols, c'est avoir une vision incomplète de la réalité et des potentialités de ces derniers. Les objectifs des travaux de thèse étaient de définir un cadre précis au sein duquel les constituants des fractions granulométriques grossières pouvaient être étudiés et de développer ainsi une démarche intégrative permettant de décrire leurs réalités, de caractériser leurs propriétés physico-chimiques et d'évaluer leur contribution au fonctionnement des sols très anthropisés.

La revue bibliographique a permis de faire un état des connaissances sur i) la place des sols très anthropisés et leur définition au sein de la couverture pédologique à travers la description de leurs caractéristiques, les fonctions qu'ils remplissent et les services écosystémiques qu'ils rendent ; ii) la question granulométrique des sols à travers la description des méthodes de classification et des techniques aujourd'hui disponibles ; iii) l'influence des fractions grossières sur le fonctionnement des sols à travers la description des processus pédogénétiques conduisant à leur formation ainsi que par les typologies qui sont rencontrées ; iv) leur dynamique réactionnelle en lien avec leur contribution croisée à la fertilité et à la toxicité des sols ; et enfin v) les méthodes de gestion des fractions grossières en lien avec les secteurs d'activités qui sont confrontés à ces objets.

L'état de l'art a mis en évidence la nécessité de définir un cadre précis permettant l'étude des fractions grossières à travers une approche croisée de classification : taille et typologie des constituants. L'absence de données sur leur réactivité (fertilité et toxicité) et l'absence de méthodes d'analyses permettant d'y accéder a également été mise en évidence.

Les résultats de cette thèse ont alors permis de répondre aux trois grandes questions scientifiques posées initialement :

- 1. Comment appréhender et décrire la réalité des constituants de la fraction grossière des sols très anthropisés ?**

Une approche méthodologique a été développée grâce à laquelle les dimensions et la nature des objets à étudier ont été précisément définis à travers l'utilisation d'une échelle granulométrique adaptée et la construction d'une typologie de matériaux susceptibles d'être constitutifs de la fraction grossière des sols très anthropisés. Le couplage de cette approche à des caractérisations physico-chimiques a démontré la capacité de discrimination fine en termes de composition, voire de réactivité, de la stratégie de tri

morphologique visuel mise en œuvre. Si ces résultats ont permis d'amender la typologie avec les informations liées aux composés caractéristiques des catégories de matériaux identifiées, ils ont néanmoins mis en évidence une hétérogénéité constitutive de ces derniers, et la difficulté importante de l'évaluation de leur réactivité. Nous avons alors validé la sélection de cinq matériaux modèles dont l'utilisation a permis la généralisation des résultats obtenus, notamment en termes de réactivité et de contribution au fonctionnement des sols très anthropisés, nous permettant alors d'aborder la seconde question.

2. Comment évaluer et quantifier la réactivité des fractions granulométriques grossières à l'origine de l'expression de leur fertilité et toxicité ?

Un processus d'adaptation des méthodes standardisées d'analyses de sol a été mis en œuvre selon le principe du maintien constant du rapport surface du solide sur volume de solution d'extraction. Nous avons alors montré que les fractions grossières ne sont pas inertes et que leur réactivité, bien qu'elle soit réduite par rapport à la fraction fine d'un point de vue massique, est uniquement dépendante du type de matériau et de la surface des particules. Pris seuls, les matériaux modèles présentent un niveau de fertilité insuffisant pour le développement du végétal et ne sont que marginalement à l'origine de toxicité. Par transposition au système sol, les matériaux grossiers sont alors un stock pérenne d'éléments mobilisables dans le temps à travers les processus d'altération mis en jeu par la pédogenèse. C'est donc à ce niveau que se posent les questions relatives aux rôles des fractions grossières vis-vis du compartiment végétal.

3. Dans quelle mesure les fractions granulométriques grossières contribuent-elles au fonctionnement des sols très anthropisés en termes de fertilité, de toxicité et de fonctionnement hydrique ?

A l'occasion d'une expérimentation en conditions contrôlées en phytotrons mettant en œuvre la culture de plantules de laitues sur des substrats à la formulation originale nous avons évalué l'impact de différentes fractions granulométriques de matériaux modèles en mélange avec du sable sur le développement des végétaux. Nous avons alors précisé la faible fertilité globale des matériaux et la toxicité de l'antracite. Malgré leur faible fertilité, la contribution directe des fractions grossières de certains matériaux modèles (calcaire, laitier de haut fourneau et coke de pétrole) à la nutrition minérale des plantes a été mise en évidence à court terme. Le type de matériau aura en définitive été le guide principal du développement des plantules de laitues, plus que ne l'aura été la taille des particules.

L'expérimentation en lysimètre a permis d'explorer l'influence des fractions grossières sur le fonctionnement hydrique des systèmes ainsi que sur leur capacité à libérer des éléments dans la solution du sol au cours du temps. Les résultats ont montré une contribution significative des fractions grossières à la rétention, au stockage de l'eau et à la libération des éléments sans que nous ne puissions mettre en évidence un effet bénéfique sur le développement des végétaux cultivés.

Ces travaux de thèse ont ainsi permis de replacer les fractions grossières dans un rôle actif dans le fonctionnement des sols très anthropisés. En termes d'acquis en pédologie, les fractions grossières sont à la fois (i) une forme de roche mère altérée ou de substrat support de la pédogenèse et (ii) une résultante du facteur humain de la pédogenèse des sols très anthropisés. C'est en effet via les activités humaines que les fractions grossières anthropiques et technogéniques, voire naturelles déplacées, se retrouvent dans les sols. Elles y évoluent alors, contribuant à la fonction de support de végétation à travers les processus d'altérations mis en jeu par la pédogenèse et leur capacité à retenir l'eau.

La discussion a alors proposé des pistes quant au transfert de ces nouvelles connaissances vers les acteurs des sols très anthropisés afin d'en optimiser la gestion. Une procédure de diagnostic de la fraction grossière issue d'une rationalisation des travaux de thèse a été proposée en complément de travaux de recherche (projet CAFRAGES) récents sur le diagnostic de pollution au sein de ces fractions. La visée opérationnelle revendiquée et les résultats obtenus du projet CAFRAGES renseignent alors sur le travail supplémentaire à fournir afin d'évaluer la capacité de la procédure à intégrer les pratiques des acteurs de la gestion des sols très anthropisés.

Enfin, des perspectives de recherches peuvent être formulées afin de i) continuer à faire grandir le corpus de connaissances sur les fractions granulométriques grossières des sols très anthropisés d'une part, et ii) favoriser le transfert des connaissances, pratiques et méthodologie vers les secteurs d'activité concernés par leur gestion d'autre part.

Perspectives

En termes de perspectives de recherches nous proposons que l'intérêt soit porté à deux niveaux :

Faire progresser et enrichir les connaissances sur les fractions granulométriques grossières des sols très anthropisés.

- Mettre en œuvre dans la mesure du possible un « screening » systématique des fractions granulométriques grossières des sols très anthropisés afin d'identifier en leur sein les ressources d'intérêt. Il s'agirait alors de poursuivre la caractérisation complète (composition et réactivité) de nouveaux matériaux afin de continuer à amender la typologie et l'enrichir de ces nouvelles informations.
- Poursuivre les investigations sur les interactions entre fractions grossières et développement végétal, avec un focus sur la libération d'éléments et la contribution à la nutrition minérale des plantes (et des organismes du sol en général). Il s'agirait alors d'utiliser dans des essais de croissance de végétaux des matériaux terreux réels en appliquant les types de traitement mis en œuvre dans ces travaux de thèse, à savoir : fraction grossière inerte *versus* fraction grossière endogène
- Étudier plus en détail le comportement hydrodynamique spécifique de matériaux seuls ou en mélanges afin d'identifier là aussi des ressources d'intérêt au sein de la diversité des constituants des fractions granulométriques grossières.

Favoriser le transfert des connaissances sur les fractions granulométriques grossières vers les acteurs de la gestion des sols très anthropisés.

- Comparer de manière extensive les normes NF EN 12457 relatives aux essais de lixiviation et l'utilisation du processus d'adaptation des méthodes standardisées d'analyses de sol proposés dans ces travaux de thèse. L'objectif étant de délimiter précisément les points communs et les différences en termes i) de mise en œuvre, ii) de coûts, et iii) de résultats, afin de définir dans quelle mesure l'une ou l'autre des approches sera la plus pertinente pour répondre aux questions posées.
- Développer une base de données spécifique aux fractions granulométriques grossières de manière analogue à ce qui existe déjà pour les sols. Organisée selon le format de la typologie proposée dans ces travaux elle contiendrait les données de caractérisation relatives à chaque type de matériau identifié.

De manière non exhaustive, voici certaines des informations qui pourraient y être incluses :

- métadonnées du prélèvement (en particulier lieu, type de sol, usages précédents),
- éléments de typologie (en particulier nature, type, proportion massique, granulométrie),
- caractérisations physiques (en particulier masse volumiques, indicateurs mécaniques, géotechniques et hydrodynamiques),
- caractérisations chimiques (composition et réactivité)

Annexes

Tableau 54. Teneurs en éléments majeurs ($g\ kg^{-1}$) des huit constituants principaux de la fraction grossière du matériau terreux en fonction des classes granulométriques (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$).

Matériau	Classe (mm)	C _{total}	C _{org}	Al	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	S
Calcaire	2-4	112,0 \pm 0,7 a	51,0 \pm 3,0 a	2,4 \pm 0,1 c	38,6 \pm 83,1 a	7,3 \pm 0,5 c	0,6	3,5 \pm 0,2 a	0,6 \pm 0,0 bc	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 c	0,3 \pm 0,0 c
	4-8	111,0 \pm 0,4 a	54,0 \pm 1,9 a	2,2 \pm 0,2 bc	281,4 \pm 100,2 a	8,0 \pm 0,4 c	0,7	3,7 \pm 0,2 a	0,6 \pm 0,0 c	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 c	0,3 \pm 0,0 bc
	8-16	114,0 \pm 0,7 b	53,0 \pm 3,8 a	1,8 \pm 0,0 ab	472,0 \pm 106,3 a	7,0 \pm 0,1 bc	0,8	3,4 \pm 0,07 a	0,5 \pm 0,0 b	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 ab	0,1 \pm 0,0 a
	16-31,5	115,0 \pm 0,2 b	46,0 \pm 2,1 a	1,8 \pm 0,0 ab	440,0 \pm 77,6 a	6,1 \pm 0,1 b	0,7 \pm 0,0	3,6 \pm 0,04 a	0,4 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 bc	0,1 \pm 0,0 ab
	31,5-63	114,0 \pm 0,3 b	55,0 \pm 7,3 a	1,6 \pm 0,4 a	319,0 \pm 14,9 a	4,0 \pm 0,7 a	<i>nd</i>	3,0 \pm 0,6 a	0,3 \pm 0,1 a	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,1 ac
Laitier	2-4	72,4	<10,4	30,1 \pm 0,5 a	142,0 \pm 5,4 a	145,9 \pm 4,9 c	1,4 \pm 0,0 ab	13,3 \pm 0,0 a	7,3 \pm 0,2 b	0,7 \pm 0,0 bc	3,9 \pm 0,1 d	3,0 \pm 0,0 a
	4-8	55,0 \pm 1,2 a	34,0 \pm 3,3 a	25,6 \pm 0,8 a	125,4 \pm 2,7 a	110,8 \pm 15,8 b	1,5 \pm 0,0 ab	11,4 \pm 0,4 a	3,4 \pm 0,2 a	0,6 \pm 0,0 a	1,3 \pm 0,1 b	3,0 \pm 0,1 a
	8-16	19,0 \pm 0,8 b	15,0 \pm 2,8 b	28,7 \pm 2,2 a	123,3 \pm 2,4 a	171,8 \pm 18,6 c	1,1 \pm 0,1 a	12,7 \pm 0,7 a	3,9 \pm 0,2 a	0,7 \pm 0,0 ab	2,2 \pm 0,4 c	3,3 \pm 0,2 a
	16-31,5	<10,4	<10,4	37,65 \pm 0,9 b	0,2 \pm 4,3 b	16,9 \pm 1,9 a	1,6 \pm 0,0 b	17,4 \pm 0,2 b	4,0 \pm 0,1 a	0,9 \pm 0,0 d	0,7 \pm 0,0 a	5,2 \pm 0,6 b
	31,5-63	<10,4	<10,4	51,0 \pm 5,4 c	0,3 \pm 37,7 c	7,7 \pm 0,6 a	2,5 \pm 0,3 c	21,4 \pm 2,3 c	7,1 \pm 0,7 b	0,8 \pm 0,1 cd	0,7 \pm 0,1 a	8,1 \pm 0,5 c
Éléments granitiques	2-4	<10,4	<10,4	12,3 \pm 0,3 ab	40,1 \pm 1,4 b	13,8 \pm 0,4 b	2,3 \pm 0,0 b	7,1 \pm 0,1 b	0,7 \pm 0,0 b	0,2 \pm 0,0 c	0,4 \pm 0,0 c	0,6 \pm 0,1 c
	4-8	<10,4	<10,4	10,8 \pm 0,2 a	3,3 \pm 0,03 a	15,7 \pm 0,1 bc	2,5 \pm 0,1 b	4,9 \pm 0,1 a	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 b	0,3 \pm 0,0 ab	0,2 \pm 0,0 d
	8-16	<10,4	<10,4	13,1 \pm 1,4 b	2,7 \pm 0,3 a	17,5 \pm 1,9 c	2,4 \pm 0,2 b	5,2 \pm 0,5 a	0,2 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 c	0,3 \pm 0,0 b	<i>nd</i>
	16-31,5	<10,4	<10,4	19,0 \pm 0,4 c	73,9 \pm 1,4 c	7,3 \pm 0,1 a	2,0 \pm 0,1 a	7,9 \pm 0,1 c	1,4 \pm 0,0 c	0,6 \pm 0,0 d	0,3 \pm 0,0 a	2,1 \pm 0,0 a
	31,5-63	15,0 \pm 0,3	<10,4	12,9 \pm 0,2 b	4,9 \pm 0,05 a	54,1 \pm 0,8 d	4,3 \pm 0,1 c	13,0 \pm 0,2 d	0,6 \pm 0,0 b	0,1 \pm 0,0 a	0,6 \pm 0,0 d	2,0 \pm 0,1 b
Minerai de fer	2-4	<10,4	<10,4	18,8 \pm 0,3 b	25,7 \pm 0,5 c	438,4 \pm 8,8 a	0,6 \pm 0,0	4,6 \pm 0,0 a	2,8 \pm 0,0 a	0,1 \pm 0,0 d	10,1 \pm 0,1 e	10,5 \pm 0,1 a
	4-8	<10,4	<10,4	15,6 \pm 0,1 b	13,1 \pm 0,1 ab	491,5 \pm 4,5 a	<i>nd</i>	6,5 \pm 0,0 b	3,0 \pm 0,0 ab	0,1 \pm 0,0 c	3,9 \pm 0,1 c	<i>nd</i>
	8-16	<10,4	<10,4	18,7 \pm 0,9 b	12,7 \pm 0,6 ab	470,9 \pm 21,3 a	<i>nd</i>	6,9 \pm 0,3 b	3,7 \pm 0,2 c	0,1 \pm 0,0 ab	2,9 \pm 0,1 b	<i>nd</i>
	16-31,5	<10,4	<10,4	25,8 \pm 2,9 c	13,8 \pm 1,5 b	490,5 \pm 52,7 a	<i>nd</i>	8,1 \pm 0,9 c	3,9 \pm 0,4 c	0,1 \pm 0,0 bc	1,8 \pm 0,2 a	<i>nd</i>
	31,5-63	18,0 \pm 1,0 a	<10,4	11,1 \pm 0,1 a	11,7 \pm 0,1 a	586,7 \pm 19,1 b	<i>nd</i>	3,7 \pm 0,1 a	3,4 \pm 0,0 bc	0,04 \pm 0,0 a	4,7 \pm 0,0 d	1,2 \pm 0,1 b
Éléments métalliques	2-4	23,0 \pm 0,8 a	11,0 \pm 0,6 b	10,8 \pm 0,1 a	15,8 \pm 0,1 c	473,3 \pm 2,0 bc	<i>nd</i>	3,6 \pm 0,0 c	3,1 \pm 0,0 b	0,1 \pm 0,0 b	2,3 \pm 0,0 b	0,07 \pm 0,0 b
	4-8	24,0 \pm 10,7 a	18,0 \pm 0,5 a	11,9 \pm 0,2 b	59,7 \pm 1,6 a	374,5 \pm 24,5 c	0,6 \pm 0,0	5,7 \pm 0,1 a	4,3 \pm 0,0 a	0,6 \pm 0,0 a	4,9 \pm 0,1 a	0,8 \pm 0,0 a
	8-16	<10,4	<10,4	1,1 \pm 0,0 c	7,3 \pm 0,6 d	479,9 \pm 11,9 ab	<i>nd</i>	4,7 \pm 0,2 b	1,2 \pm 0,0 d	<i>nd</i>	0,1 \pm 0,0 c	<i>nd</i>
	16-31,5	<10,4	<10,4	1,7 \pm 0,1 d	28,0 \pm 1,3 b	619,7 \pm 25,2 a	<i>nd</i>	2,5 \pm 0,1 d	1,4 \pm 0,0 c	<i>nd</i>	0,1 \pm 0,0 d	<i>nd</i>
	31,5-63	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
Charbon fossile	2-4	775,0 \pm 0,6 a	772,0 \pm 9,6 ab	2,1 \pm 0,1 c	7,3 \pm 0,2 c	0,7 \pm 0,1 ab	<i>nd</i>	0,9 \pm 0,0 c	0,2 \pm 0,0 c	0,4 \pm 0,0 b	0,3 \pm 0,0 b	0,5 \pm 0,1 b
	4-8	786,0 \pm 4,7 a	776,0 \pm 5,4 a	3,2 \pm 0,1 b	12,8 \pm 0,2 b	0,5 \pm 0,4 b	<i>nd</i>	1,6 \pm 0,0 a	0,4 \pm 0,0 b	0,4 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 c	1,3 \pm 0,1 a
	8-16	785,0 \pm 9,8 a	707,0 \pm 41,1 b	3,7 \pm 0,1 a	11,7 \pm 0,4 a	6,0 \pm 0,1 a	<i>nd</i>	1,4 \pm 0,0 b	0,6 \pm 0,0 a	0,2 \pm 0,0 c	0,3 \pm 0,0 a	0,3 \pm 0,1 c
	16-31,5	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
	31,5-63	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>

Tableau 53 (suite)

Matériau	Classe (mm)	C _{total}	C _{org}	Al	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	S
Coke	2-4	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
	4-8	842,0 ± 5,3 a	825,0 ± 8,6 ab	2,1 ± 0,1 b	6,7 ± 0,2 a	5,5 ± 0,1 bc	-	0,4 ± 0,0 bc	0,1 ± 0,0 ab	0,1 ± 0,0 ab	0,2 ± 0,0 ab	1,2 ± 0,0 b
	8-16	754,0 ± 19 b	750,0 ± 19 b	2,9 ± 0,1 a	6,8 ± 0,1 a	10,6 ± 0,1 a	-	1,0 ± 0,1 a	0,2 ± 0,0 a	0,2 ± 0,0 a	0,3 ± 0,0 a	1,3 ± 0,0 a
	16-31,5	827,0 ± 28 ab	838,0 ± 12 a	1,2 ± 0,1 c	3,6 ± 0,2 a	5,2 ± 0,3 c	-	0,3 ± 0,0 c	0,07 ± 0,0 c	0,1 ± 0,0 bc	0,2 ± 0,0 bc	0,8 ± 0,1 c
	31,5-63	821,0 ± 5,6 ab	825,0 ± 2,9 ab	1,0 ± 0,1 d	6,6 ± 0,6 a	7,7 ± 0,7 ab	-	0,4 ± 0,0 ab	0,08 ± 0,0 bc	0,1 ± 0,0 c	0,2 ± 0,0 c	0,6 ± 0,1 d
Scories	2-4	549,0 ± 5,6 a	521,0 ± 26,0 a	10,6 ± 0,6 c	49,2 ± 2,6 c	24,1 ± 3,1 a	0,8 ± 0,1b	4,0 ± 0,3 c	1,6 ± 0,1 c	0,3 ± 0,0 c	1,4 ± 0,1 b	2,9 ± 0,1 c
	4-8	38,0 ± 0,8 b	35,0 ± 2,3 b	39,4 ± 1,6 a	312,8 ± 14,7 a	8,7 ± 0,4 a	1,7 ± 0,1 a	17,8 ± 0,7 a	6,7 ± 0,2 a	2,3 ± 0,1 a	26,9 ± 1,2 a	8,8 ± 0,3 a
	8-16	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
	16-31,5	40,0 ± 3,0 b	15,0 ± 1,2 c	28,3 ± 1,2 b	257,5 ± 12,2 b	11,7 ± 10,1 a	0,8 ± 0,0 ab	12,7 ± 0,5 b	4,3 ± 0,3 b	0,7 ± 0,0 b	0,7 ± 0,2 c	5,3 ± 0,1 b
	31,5-63	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
Terre Fine		121,0 ± 3,1*	88,0 ± 18,0	12,1 ± 0,1	166,5 ± 9,4	45,7 ± 0,9	2,1 ± 0,1	4,5 ± 0,1	1,1 ± 0,0	0,3 ± 0,0	1,1 ± 0,0	0,6 ± 0,0
	adhérente	112,6 ± 1,8	65,8 ± 12,5	13,3 ± 0,4 *	174,7 ± 7,7	50,0 ± 2,0 *	2,4 ± 0,1 *	4,6 ± 0,1	1,1 ± 0,1	0,2 ± 0,1	1,1 ± 0,1	0,5 ± 0,0

Tableau 55. Teneurs en éléments en traces (mg kg^{-1}) des huit constituants principaux de la FG en fonction des classes granulométriques. (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de de Tukey HSD (p -value $< 0,05$). Les cases orange indiquent les teneurs supérieures aux valeurs ASPITET.

Matériau	Classe (mm)	As	B	Cd	Co	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
Calcaire	2-4	5,6 \pm 0,5 c	<7,0	0,3 \pm 0,0 a	1,0 \pm 0,1 c	9,4 \pm 0,5 b	3,9 \pm 0,2 b	<4,4	5,7 \pm 0,2 c	38,1 \pm 9,0 b
	4-8	5,3 \pm 0,4 c	<7,0	0,3 \pm 0,0 a	0,9 \pm 0,0 c	9,9 \pm 0,4 b	4,3 \pm 0,1 a	<4,4	4,8 \pm 0,2 b	33,8 \pm 0,3 b
	8-16	3,7 \pm 0,2 b	<7,0	<0,2	0,6 \pm 0,0 b	10,4 \pm 0,2 b	<2,4	<4,4	4,8 \pm 0,1 b	16,6 \pm 0,5 a
	16-31,5	3,7 \pm 0,0 b	<7,0	<0,2	0,6 \pm 0,0 b	9,6 \pm 0,1 b	<2,4	<4,4	4,0 \pm 0,1 a	10,5 \pm 0,0 a
	31,5-63	2,5 \pm 0,4 a	<7,0	<0,2	0,4 \pm 0,1 a	6,6 \pm 1,0 a	<2,4	<4,4	3,4 \pm 0,5 a	6,2 \pm 0,9 a
laitier	2-4	91,3 \pm 1,6 c	9,3 \pm 0,2 a	2,0 \pm 0,0 ab	10,2 \pm 0,1 b	60,3 \pm 0,2 c	23,8 \pm 2,0 c	11,8 \pm 0,1 b	27,8 \pm 0,4 c	173,7 \pm 3,9 d
	4-8	14,7 \pm 0,8 b	10,6 \pm 0,3 a	1,4 \pm 0,2 bc	7,1 \pm 0,4 ab	29,9 \pm 3,8 b	26,9 \pm 3,5 c	9,1 \pm 0,4 c	22,9 \pm 0,7	78,8 \pm 4,0 c
	8-16	12,8 \pm 3,3 b	10,4 \pm 0,6 a	2,0 \pm 0,2 a	17,2 \pm 4,1 c	36,5 \pm 4,4 b	8,7 \pm 0,9 b	18,3 \pm 2,7 a	16,1 \pm 1,6 a	35,2 \pm 4,9 b
	16-31,5	4,3 \pm 0,1 a	14,8 \pm 0,4 b	0,2 \pm 0,0 c	3,7 \pm 0,23 a	20,7 \pm 1,1 a	3,9 \pm 0,2 ab	<4,4	15,3 \pm 0,3 a	9,6 \pm 0,6 a
	31,5-63	4,1 \pm 0,5 a	17,1 \pm 1,9 b	<0,2	2,4 \pm 0,2 a	17,4 \pm 2,0 a	3,0 \pm 0,4 a	<4,4	20,4 \pm 2,4 b	29,4 \pm 3,4 b
Éléments granitiques	2-4	4,9 \pm 0,2 b	<7,0	0,2 \pm 0,0 b	4,6 \pm 0,0 b	19,6 \pm 0,1 b	11,4 \pm 0,9 b	18,2 \pm 0,6 c	9,5 \pm 0,1 a	37,8 \pm 0,6 b
	4-8	9,4 \pm 0,1 c	<7,0	0,3 \pm 0,0 ab	4,9 \pm 0,0 b	20,6 \pm 0,1 b	10,8 \pm 0,3 b	15,1 \pm 0,2 b	11,8 \pm 0,1 b	33,7 \pm 0,8 b
	8-16	3,2 \pm 0,3 a	<7,0	0,3 \pm 0,0 ab	5,1 \pm 0,5 b	20,4 \pm 2,3 b	13,0 \pm 1,5 b	16,6 \pm 1,7 bc	9,3 \pm 1,2 a	37,8 \pm 3,6 b
	16-31,5	3,0 \pm 0,1 a	9,6 \pm 0,3 b	<0,2	2,5 \pm 0,1 a	12,4 \pm 0,2 a	5,3 \pm 0,9 a	4,5 \pm 0,1 a	11,8 \pm 0,5 b	16,6 \pm 0,9 a
	31,5-63	22,1 \pm 0,8 d	14,7 \pm 0,4 a	0,6 \pm 0,0 a	16,5 \pm 0,2 c	24,0 \pm 0,9 c	34,2 \pm 3,5 c	35,4 \pm 1,2 d	19,5 \pm 0,7 c	49,9 \pm 4,3 c
Minerai de fer	2-4	64,6 \pm 0,7 d	<7,0	4,5 \pm 0,1 a	28,5 \pm 0,5 bc	30,0 \pm 0,2 b	20,3 \pm 1,2 b	10,6 \pm 0,2 bc	46,1 \pm 1,2 b	70,5 \pm 0,5 b
	4-8	28,0 \pm 0,1 b	<7,0	5,4 \pm 0,1 b	20,3 \pm 0,1 a	24,0 \pm 0,2 a	9,4 \pm 0,3 a	16,3 \pm 0,1 d	36,3 \pm 0,2 a	117,0 \pm 2,4 c
	8-16	38,0 \pm 2,1 c	<7,0	5,4 \pm 0,2 b	30,5 \pm 1,4 c	25,9 \pm 1,3 ab	35,2 \pm 2,9 c	10,4 \pm 0,5 b	92,0 \pm 6,7 c	67,0 \pm 4,9 b
	16-31,5	16,2 \pm 1,5 a	<7,0	5,3 \pm 0,5 b	31,7 \pm 2,9 c	37,9 \pm 3,7 c	9,6 \pm 1,0 a	12,0 \pm 1,2 c	39,7 \pm 3,3 ab	53,5 \pm 5,0 a
	31,5-63	61,2 \pm 0,9 d	<7,0	6,3 \pm 0,0 c	26,4 \pm 0,2 b	22,9 \pm 0,1 a	8,3 \pm 1,7 a	8,5 \pm 0,3 a	34,6 \pm 1,1 a	51,1 \pm 1,3 a
Éléments métalliques	2-4	35,6 \pm 0,4 b	<7,0	6,0 \pm 0,1 c	31,1 \pm 0,4 b	110,5 \pm 1,0 b	66,8 \pm 1,1 b	50,8 \pm 0,7 b	134,8 \pm 2,4 a	151,8 \pm 2,8 a
	4-8	46,2 \pm 0,8 a	<7,0	9,7 \pm 0,1 a	38,6 \pm 0,7 a	221,6 \pm 2,7 a	171,5 \pm 2,0 a	98,8 \pm 2,1 a	102,3 \pm 1,1 b	919,5 \pm 20,8 b
	8-16	<0,8	<7,0	5,6 \pm 0,1 d	34,3 \pm 2,7 ab	47,9 \pm 1,8 c	7,1 \pm 0,2 c	103,2 \pm 8,2 a	12,6 \pm 0,2 c	13,3 \pm 0,8 c
	16-31,5	<0,8	<7,0	6,7 \pm 0,1 b	<0,3	25,4 \pm 0,5 d	5,6 \pm 0,1 d	<4,4	15,7 \pm 0,4 d	4,6 \pm 0,1 d
	31,5-63	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Charbon fossile	2-4	3,4 \pm 0,3 a	28,9 \pm 0,5 b	<0,2	<0,3	5,3 \pm 0,3 b	9,7 \pm 0,1 c	2,2 \pm 0,0 a	8,4 \pm 0,2 b	8,3 \pm 0,1 b
	4-8	4,1 \pm 0,3 b	32,5 \pm 0,7 a	<0,2	<0,3	4,5 \pm 0,1 c	11,5 \pm 0,2 b	<4,4	4,9 \pm 0,1 c	6,5 \pm 0,2 c
	8-16	7,7 \pm 0,2 c	13,9 \pm 0,2 c	0,2 \pm 0,0	5,4 \pm 0,1	6,2 \pm 0,3 a	12,7 \pm 0,2 a	5,3 \pm 0,5 a	11,4 \pm 0,3 a	35,3 \pm 3,5 a
	16-31,5	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
	31,5-63	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd

Tableau 54 (suite)

Matériau	Classe (mm)	As	B	Cd	Co	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn
coke	2-4	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
	4-8	3,4 ± 0,1 ab	<7,0	<0,2	3,3 ± 0,0 ab	4,6 ± 0,1 ab	18,3 ± 0,2 ab	7,9 ± 1,1 a	21,6 ± 1,3 a	26,9 ± 0,1 b
	8-16	5,7 ± 0,1 a	<7,0	0,26 ± 0,0	3,4 ± 0,1 a	6,4 ± 0,4 a	18,5 ± 0,1 a	5,7 ± 0,2 b	15,6 ± 0,9 b	31,6 ± 0,4 a
	16-31,5	2,7 ± 0,2 bc	<7,0	<0,2	2,2 ± 0,2 c	4,0 ± 0,4 bc	9,9 ± 0,7 c	<4,4	4,7 ± 0,3 c	16,1 ± 1,4 c
	31,5-63	2,7 ± 0,2 c	<7,0	<0,2	2,4 ± 0,1 bc	3,8 ± 0,2 c	10,0 ± 0,6 bc	<4,4	3,8 ± 0,3 d	12,4 ± 1,0 d
Scories	2-4	9,6 ± 0,7 a	7,7 ± 0,7 b	0,6 ± 0,1 a	3,2 ± 0,2 a	22,1 ± 1,4 c	19,0 ± 1,3 b	15,0 ± 0,6 a	21,8 ± 0,3 a	49,7 ± 1,5 a
	4-8	8,9 ± 0,6 ab	20,4 ± 1,0 a	2,8 ± 0,1 b	0,9 ± 0,3 b	72,7 ± 3,6 a	45,5 ± 2,7 a	38,9 ± 2,5 b	20,8 ± 1,1 ab	43,0 ± 2,0 b
	8-16	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
	16-31,5	5,7 ± 1,2 b	15,4 ± 0,1 a	<0,2	3,1 ± 1,1 ab	28,4 ± 4,6 b	3,2 ± 1,1 c	<4,4	11,9 ± 0,4 ab	10,5 ± 0,6 c
	31,5-63	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>	<i>nd</i>
Terre Fine		30,5 ± 10,3	<7,0	1,08 ± 0,1	7,32 ± 0,4	33,9 ± 1,3	38,7 ± 3,8	16,1 ± 1,1	35,8 ± 3,7	191,0 ± 35,3
	adhérente	13,4 ± 0,1	<7,0	1,05 ± 0,0	7,4 ± 0,1	36,3 ± 1,6	40,2 ± 1,3	16,6 ± 0,5	37,3 ± 2,1	167,0 ± 6,0
ASPITET (Baize, 2000)		1 – 25	<i>nd</i>	0,05 – 0,45	<i>nd</i>	10 – 90	2 – 20	2 – 60	9 – 50	10 – 100

Tableau 56. Évolution avec la taille des particules du pH, de la conductivité, de la CEC, du phosphore assimilable et des concentrations massiques des éléments majeurs extraits au CaCl₂. (moyenne ± écart-type ; n = 3). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p-value < 0,05)

Matériau	Classe granulométrique <i>mm</i>	pH	Conductivité $\mu\text{S m}^{-1}$	CEC	Somme des cations échangeables <i>cmol+ kg⁻¹</i>	P2O5	Al	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	Somme des éléments majeurs <i>cmol kg⁻¹</i>
calcaire	<2	8,21 a	91 a	7,4 a	7,0 a	1,7 a			26 a	14 a	0,053 a	6,4 a		14,9 a
	2-4	8,27 ab	97 a	5,0 b	4,8 b	0,57 ab			15 b	8,4 b	0,012 b	5,4 ab		9,7 b
	4-8	8,28 abc	94 a	3,7 c	3,5 c	0,38 bc			7,7 c	4,6 c	0,009 bc	3,4 bc		5,4 c
	8-16	8,29 abc	99 a	1,5 d	1,5 d	0,24 cd			4,6 d	2,9 d	0,008 bc	2,6 cd		3,5 d
	16-31,5	8,32 bc	95 a	0,18 e	0,19 e	0,19 de			1,9 e	1,6 e	0,005 bc	1,5 de		1,8 e
	31,5-63	8,73 c	106 a	0,07 e	0,08 e	0,15 e			0,24 e	0,27 f	0,004 c	0,17 e		0,2 f
brique	<2	9,42 ab	176 ab	0,48 a	1,4 a	3,2 a	0,53 a		10 a	16 a	0,019 a	9,4 a		13,4 a
	2-4	9,43 ab	138 b	0,11 ab	0,60 b	0,83 ab	0,28 ab		3,3 ab	10 a		4,7 ab		7,3 ab
	4-8	9,46 ab	159 ab	0,10 ab	0,35 c	0,55 bc	0,18 bc		2,5 bc	5,6 ab		3,7 bc		4,7 bc
	8-16	9,43 ab	191 ab	0,05 bc	0,21 d	0,33 cd	0,09 cd		1,9 cd	3,9 bc	0,006 b	2,6 cd		3,2 cd
	16-31,5	9,38 b	265 a	0,02 cd	0,08 e	0,20 de	0,04 de		1,2 de	3,4 bc	0,002 c	1,9 de		2,5 de
	31,5-63	9,69 a	164 ab	0,01 d	0,05 e	0,15 e	0,01 e		0,33 e	0,99 c	0,002 c	0,53 e		0,7 e
laitier de haut fourneau	<2	9,48 a	209 ab	0,66 a	1,52 a	0,58 a			14 a	5 a	0,31 a	7,9 a		9,2 a
	2-4	9,56 ab	84 d	0,17 b	0,53 b	0,32 ab			3,9 b	2,3 b	0,27 a	2,2 ab		2,9 b
	4-8	9,64 ab	104 cd	0,13 bc	0,29 c	0,28 ab			2,6 bc	1,9 b	0,11 b	1,5 bc		2,1 bc
	8-16	9,73 ab	148 bc	0,05 c	0,18 d	0,12 b			2,1 c	1,7 b	0,07 b	1,4 bc		1,8 c
	16-31,5	10,36 c	263 a	0,03 c	0,11 de	0,05 b			1,0 c	0,69 c	0,02 b	0,93 c		0,9 d
	31,5-63	9,79 b	445 a	0,03 c	0,09 e	0,04 b			1,0 c	0,28 c	0,02 b	0,78 c		0,7 d
anthracite	<2	3,90 ab	521 a	0,88 a	0,83 a	2,24 a	2,6 a	92 a	5,1 a	22 a	2,2 a	8 a		31,9 a
	2-4	3,28 abc	176 a	0,20 b	0,13 ab	0,38 ab	1,1 ab	42 ab	2,2 b	9,7 b	0,72 b	3,3 ab		11,5 bc
	4-8	3,24 bc	184 a	0,09 b	0,09 abc	0,31 ab	0,69 ab	44 ab	0,77 b	10,7 b	0,77 b	2,0 ab		13,8 c
	8-16	4,03 a	264 a	0,05 b	0,07 bc	0,14 bc	0,39 b	7 b	1,5 b	3,9 b	0,27 b	2,1ab		4,4 cd
	16-31,5	3,14 c	297 a	0,01 b	0,04 c	0,03 c	0,79 ab	0,04 b	0,17 b	2,7 b	0,20 b	0,72 b		1,6 d
	31,5-63	3,90 ab	315 a	0,01 b	0,05 c	0,01 c	0,55 ab	2,9 b	0,78 b	2,5 b	0,24 b	5,3 ab	0,02	3,8 cd
coke de pétrole	<2	7,29 ab	110 a	0,86 a	0,52 a	0,26 a			3 a	7 a	0,02 ab	62 a		30,7 a
	2-4	7,29 ab	89 a	0,06 bc	0,17 ab	0,07 a			0,9b	1,3 b	0,02 ab	17 ab		8,2 b
	4-8	7,25 a	87 a	0,04 cd	0,14 abc	0,12 a			0,65bc	1,3 b	0,05 a	14 abc		6,8 bc
	8-16	7,25 a	172 b	0,09 b	0,06 bcd	0,13 a			0,57 bc	0,8 bc	0,01 b	12 bc		5,8 bc
	16-31,5	7,38 b	201 b	0,02 cd	0,06 d	0,13 a			0,56 bc	0,66 c	0,006 b	11 bc		5,3 bc
	31,5-63	7,53 c	134 ab	0,01 d	0,06 cd	0,01 a			0,43 c	0,57 c	0,002 b	8,8 c		4,2 c

Tableau 57. Évolution avec la taille des particules des concentrations massiques des éléments en traces extraits au CaCl₂ (moyenne ± écart-type ; n = 3). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p-value < 0,05)

Matériau	Classe granulométrique <i>mm</i>	As	B	Cd	Co	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn	Somme des éléments en traces <i>mmol kg-1</i>
		<i>mg kg-1</i>									
calcaire	<2										<i>nd</i>
	2-4										<i>nd</i>
	4-8		0,015 a								0,011 a
	8-16		0,012 b								0,008 a
	16-31,5		0,008 c								0,006 b
	31,5-63		0,002 c								0,002 c
brique	<2	0,35 a	0,29 a			0,03 ab	0,017 a	0,03			0,78 a
	2-4	0,25 ab	0,18 a			0,04 a					0,53 ab
	4-8	0,18 bc	0,11 ab			0,03 ab					0,37 bc
	8-16	0,12 cd	0,08 bc			0,02 bc					0,24 cd
	16-31,5	0,07 de	0,07 bc			0,01 bc	0,002 a				0,16 de
	31,5-63	0,03 e	0,02 c			0,002 c					0,06 e
laitier de haut fourneau	<2										<i>nd</i>
	2-4										<i>nd</i>
	4-8										<i>nd</i>
	8-16										<i>nd</i>
	16-31,5										<i>nd</i>
	31,5-63		0,002								0,002
anthracite	<2		0,13 a	0,014 a	1,0 a		1,56 a	1,36 a	3,5 a	1,5 a	11 a
	2-4		0,10 a	0,006 b	0,82 b		0,66 b	0,94 ab	2,07 ab	0,43 b	5,8 b
	4-8		0,05 a	0,004 b	0,40 b		0,59 bc	0,54 bc	0,2 ab	0,40 b	3,3 bc
	8-16		0,02 a	0,001 b	0,15 b		0,25 cd	0,20 cd	0,80 ab	0,18 b	1,7 c
	16-31,5	0,008 a	0,05 a	0,003 b	0,10 b		0,18 d	0,11 cd	0,02 ab	0,26 b	1,0 c
	31,5-63	0,003 a	0,02 a	0,002 b	0,08 b		0,06 d	0,06 d	0,04 b	0,21 b	0,7 c
coke de pétrole	<2				0,1						0,3 a
	2-4							0,01 b			0,02 a
	4-8				0,05		0,01	0,04 a		0,11	0,17 a
	8-16							0,005 c			0,01 ab
	16-31,5		0,004 a					0,003 d			0,005 b
	31,5-63		0,004 a			0,001		0,001 e			0,005 b

Tableau 58. Évolution avec la taille de la CEC, du phosphore assimilable et des concentrations surfaciques des éléments majeurs extraits au CaCl₂ (moyenne ± écart-type ; n = 3). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p-value < 0,05)

Matériau	Classe granulométrique <i>mm</i>	CEC	Somme des cations échangeables		P ₂ O ₅	Al	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	Somme des éléments majeurs <i>cmol m⁻²</i>
			<i>cmol+ m⁻²</i>										
calcaire	<2	6,8 bc	6,2 bc	1,5 ab				23 a	12 b	0,05 a	5,8 a		13,6 ab
	2-4	9,2 ab	8,5 ab	1,0 a				28 a	15 bc	0,02 a	10 ab		17,8 b
	4-8	14 a	12 a	1,4 a				28 a	17 c	0,03 a	12 b		19,7 bc
	8-16	11 ab	11 ab	1,7 ab				34 a	22 d	0,06 a	19 c		25,7 c
	16-31,5	2,6 c	2,6 c	2,8 b				27 a	23 d	0,07 a	22 c		25,9 c
	31,5-63	2,0 c	2,3 c	4,4 c				6,9 b	7,7 a	0,11 a	4,9 a		7,1 a
brique	<2	0,43 a	1,1 a	2,9 ab	0,48 a			9,1 ab	14 a	0,02 a	8,5 b		12,1 a
	2-4	0,20 ab	0,87 a	1,5 a	0,50 a			5,9 a	19 a		8,5 b		13,1 a
	4-8	0,35 ab	0,99 a	2,0 a	0,65 a			9,0 ab	20 a		13 ab		16,8 ab
	8-16	0,36 ab	1,2 a	2,4 a	0,62 a			13 ab	28 a	0,05 a	19 a		23,4 ab
	16-31,5	0,21 ab	0,95 a	2,9 ab	0,62 a			17 b	47 a	0,03 a	27 a		36,0 b
	31,5-63	0,19 b	1,2 a	4,2 b	0,26 a			9,3 ab	28 a	0,05 a	15 ab		20,5 ab
laitier de haut fourneau	<2	0,58 a	1,3 bc	0,51 a				12 a	4,4 ab	0,3 a	6,9 bc		8,0 bc
	2-4	0,30 a	0,88 e	0,55 a				6,8 a	3,9 b	0,5 a	3,9 d		5,1 c
	4-8	0,45 a	0,97 de	0,98 a				9,0 a	6,5 ab	0,4 a	5,1 cd		7,3 bc
	8-16	0,35 a	1,2 cd	0,81 a				14 a	12 a	0,5 a	9,8 ab		12,8 a
	16-31,5	0,38 a	1,5 ab	0,72 a				13 a	9,4 ab	0,3 a	12,8 a		12,9 ab
	31,5-63	0,73 a	2,2 a	1,2 a				27 a	7,6 ab	0,7 a	21,4 a		19,4 a
anthracite	<2	0,42 a	0,26 ab	1,1 b	1,3 a	44 a	2,5 a	11 a	1,0 ab	4,0 a			15,4 a
	2-4	0,19 a	0,07 a	0,37 ab	1,1 a	41 a	2,1 a	9,4 a	0,7 a	3,1 a			11,1 a
	4-8	0,16 a	0,09 a	0,60 ab	1,3 a	86 a	1,5 a	21 a	1,5 ab	3,8 a			26,7 a
	8-16	0,18 a	0,14 a	0,54 ab	1,5 a	27 a	6,0 a	15 a	1,0 ab	8,2 a			16,9 a
	16-31,5	0,09 a	0,17 a	0,20 a	6,0 a	0,3 a	1,3 a	21 a	1,5 ab	5,5 a			12,3 a
	31,5-63	0,15 a	0,53 b	0,19 a	8,4 a	44 a	12 a	39 a	3,7 b	81 a	0,26		58,5 a
coke de pétrole	<2	0,41 a	0,12 ab	0,12 a				1,6 a	3,3 a	0,01 a	29 cd		14,4 cd
	2-4	0,06 b	0,08 a	0,06 a				0,9 a	1,2 a	0,02 a	16,1 e		7,7 e
	4-8	0,07 b	0,12 ab	0,23 a				1,2 a	2,5 a	0,10 b	26 de		12,9 de
	8-16	0,34 a	0,09 ab	0,50 a				2,1 ab	3,1 a	0,04 ab	46 bc		21,8 bc
	16-31,5	0,16 ab	0,14 b	0,94 a				4,1 ab	4,9 ab	0,04 ab	83 ab		39,4 ab
	31,5-63	0,08 b	0,20 c	0,22 a				6,8 b	9,7 b	0,02 a	141 a		67,1 a

Tableau 59. Évolution avec la taille des particules des concentrations surfaciques des éléments en traces extraits au CaCl₂ (moyenne ± écart-type ; n = 3). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p-value < 0,05)

Matériau	Classe granulométrique <i>mm</i>	As	Ba	Cd	Co	Cr	Cu	Ni	Pb	Zn	Somme des éléments en traces <i>mmol m⁻²</i>
		<i>mg m⁻²</i>									
calcaire	<2										
	2-4										
	4-8		0,05 a								0,04 a
	8-16		0,09 a								0,06 a
	16-31,5		0,12 a								0,08 a
	31,5-63		0,06 a								0,04 a
brique	<2	0,32 a	0,26 a			0,03a	0,02 a	0,02			0,7 a
	2-4	0,45 ab	0,32 a			0,06 ab					0,9 a
	4-8	0,65 b	0,40 a			0,10 b					1,3 ab
	8-16	0,85 bc	0,56 ab			0,11 b					1,8 bc
	16-31,5	0,92 c	0,95 b			0,20 c	0,02 a				2,3 c
	31,5-63	0,89 c	0,56 ab			0,05 ab					1,7 bc
laitier de haut fourneau	<2										
	2-4										
	4-8										
	8-16										
	16-31,5										
	31,5-63		0,07								0,05
anthracite	<2		0,06 a	0,01 a	0,50 a		0,75 a	0,66 a	1,69 a	0,71 a	5,1 a
	2-4		0,10 a	0,01 a	0,79 a		0,64 a	0,91 a	2,00 a	0,41 a	5,6 a
	4-8		0,10 a	0,01 a	0,78 a		1,14 a	1,04 a	0,48 a	0,77 a	6,4 a
	8-16		0,09 a	0,004 a	0,60 a		0,97 a	0,76 a	3,08 a	0,69 a	6,4 a
	16-31,5	0,06 a	0,37 a	0,03 a	0,75 a		1,33 a	0,82 a	0,12 a	1,95 a	7,9 a
	31,5-63	0,05 a	0,35 a	0,02 a	1,19 a		0,88 a	0,97 a	0,54 a	3,13 a	10 a
coke de pétrole	<2				0,07 a						0,12 a
	2-4							0,01a			0,02 c
	4-8				0,10 a		0,02	0,08 a		0,21	0,31 ab
	8-16							0,02 a			0,03 bc
	16-31,5		0,03 a					0,02 a			0,04 abc
	31,5-63		0,06 a				0,01	0,02 a			0,07 a

Tableau 60. Qualité de la biomasse : teneurs en N_{total} ($g\ kg^{-1}$) et en éléments majeurs ($mg\ kg^{-1}$) dans la biomasse totale des plantules en fonction de la taille des particules et des matériaux (moyenne \pm écart-type ; $n = 3$). Pour chaque matériau, des lettres différentes indiquent une différence significative selon le test de Tukey HSD (p -value $< 0,05$)

Matériau	classe (mm)	N	Al	Ca	Fe	K	Mg	Mn	Na	P	S
TEMOIN	<2	4,1 b	<41	4264 bc	12 a	1338 c	667 c		2179 c	802 b	255 b
	2-4	4,9 ab	407	5439 abc	305 a	6266 a	1231 ab	71 a	3714 bc	1364 ab	393 ab
	4-8	5,9 a	<41	7217 a	68 a	4122 ab	1338 a	20 b	6906 a	1825 a	528 a
	8-16	4,6 ab	<41	6071 ab	13 a	2313 b	1042 abc	10 c	5126 ab	1241 ab	475 a
	16-31.5	3,2 b	<41	3633 c	41 a	2205 bc	796 bc	11 bc	5205 ab	1198 ab	347 b
CALCAIRE	<2	6,0 a	915	38895 a	3580 a	4552 cd	1160 a	111 a	3897 ab	872 c	558 a
	2-4	5,8 a	<41	7009 ab	253 ab	8679 a	1105 a	40 b	4183 a	1137 ab	392 ab
	4-8	4,8 ab	<41	7093 ab	71 c	7261 ab	924 ab	31 bc	4315 a	1266 a	411 ab
	8-16	4,3 b	41	5804 bc	137 bc	5856 bc	718 bc	23 cd	3254 b	905 bc	287 b
	16-31.5	3,9 b	<41	4681 c	44 c	3644 d	640 c	15 d	3275 ab	900 bc	252 b
BRIQUE	<2	8,5 a	713	4819 a	225	3572 a	1417 a	21	5829 a	1140 a	2376 a
	2-4	9,4 a	<41	3257 ab	<13	2966 a	2229 a	<2,4	6192 a	1456 a	1830 a
	4-8	6,1 a	<41	2698 b	<13	2883 a	1533 a	<2,4	3803 a	897 a	1261 a
	8-16	9,2 a	<41	3363 ab	<13	1884 a	1366 a	<2,4	3919 a	1063 a	1569 a
	16-31.5	6,5 a	<41	2541 b	<13	<164	817 a	<2,4	2700 a	665 a	1244 a
LAITIER	<2	21 a	<41	63077 a	<13	<164	14094 a	990 a	9066 a	2445 a	nd
	2-4	4,6 ab	<41	5589 ab	51 a	5255 a	1164 b	38 b	6944 a	1903 a	577 a
	4-8	5,1 ab	<41	6235 ab	26 a	5075 a	1111 b	45 b	4376 ab	1185 ab	412 a
	8-16	4,2 b	<41	4606 b	25 a	3614 b	859 b	31 b	3132 ab	860 ab	420 a
	16-31.5	4,6 ab	<41	5858 ab	<13	3947 ab	807 b	39 b	3134 ab	999 ab	557 a
ANTHRACITE	<2	12 a	<41	4868 a	124 a	2775 a	2682 a	379 a	6997 a	1902 a	7926 a
	2-4	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
	4-8	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
	8-16	5,9 a	<41	1395 b	<13	2215 a	1737 a	95 ab	4105 a	1120 a	1554 ab
	16-31.5	6,2 a	<41	3010 ab	79 a	4333 a	1894 a	81 b	5154 a	1523 a	811 b
COKE	<2	6,4	<41	2934 b	<13	4475 a	859 b	<2,4	7098 a	1149 b	740 a
	2-4	5,2	<41	3613 ab	<13	3236 ab	1081 ab	<2,4	6417 ab	1634 a	406 b
	4-8	4,9	<41	3634 ab	<13	2539 b	1115 ab	10 a	5175 b	1395 ab	363 b
	8-16	5,0	<41	4018 a	54	2563 b	1233 a	29 a	4571 b	1309 ab	512 ab
	16-31.5	4,9	<41	4044 ab	<13	2351 b	1086 ab	10 a	5929 ab	1689 a	419 ab

Bibliographie

Adamo, P., 2000. Weathering of rocks and neogenesis of minerals associated with lichen activity. *Applied Clay Science* 16, 229–256. [https://doi.org/10.1016/S0169-1317\(99\)00056-3](https://doi.org/10.1016/S0169-1317(99)00056-3)

ADEME, 2015. Programme SITERRE - rapport final.

Afes, 2008. Référentiel pédologique 2008.

AFNOR, 2020. NF EN 933-2 - Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats - Partie 2 : Détermination de la granularité - Tamis de contrôle, dimensions nominales des ouvertures.

AFNOR, 2018. Qualité du sol - Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) effective et des cations échangeables à l'aide d'une solution de trichlorure de cobaltihexammine. NF EN ISO 23470, Octobre 2018, 36p.

AFNOR, 2011. NF P18-545 - Granulats - Éléments de définition, conformité et codification.

AFNOR, 2009. Qualité du sol - Dosage des éléments traces dans des extraits de sol par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES). NF ISO 22036, Février 2009, 40p.

AFNOR, 2005. Qualité du sol - Détermination du pH. NF ISO 10390, Mai 2005, 13p.

AFNOR, 2002. Supports de culture - Dénominations, spécifications, marquage. NF U 44-551, mai 2002, 38p.

AFNOR, 2001. Dictionnaire de l'environnement, 3ème édition, 3ème. ed, Norme. AFNOR.

AFNOR, 2000. Qualité de l'eau - Détermination de l'indice hydrocarbure, Partie 2 : Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse. NF EN ISO 9377-2 Décembre 2000, 31p.

AFNOR, 1998. Qualité du sol - Détermination de la teneur totale en azote par combustion sèche ("analyse élémentaire"). NF ISO 13878, Juillet 1998, 11p.

AFNOR, 1995a. Qualité du sol - Détermination de la conductivité électrique spécifique. NF ISO 11265, janvier 1995, 10p.

AFNOR, 1995b. Qualité du sol - Dosage du phosphore - Dosage spectrométrique du phosphore soluble dans une solution d'hydrogénocarbonate de sodium. NF ISO 11263, Février 1995, 14p.

AFNOR, 1995c. Qualité du sol - Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire). NF ISO 10694, Juin 1995, 14p.

AFNOR, 1995d. Qualité du sol - Extraction des éléments en traces solubles dans l'eau régale. NF ISO 11466, Juin 1995, 14p.

AFNOR, 1991. Granulats - Laitier cristallisé de haut-fourneau. P 18-302, décembre 1991.

Agnelli, Alberto, Celi, L., Corti, G., Degl'Innocenti, A., Ugolini, F.C., 2002. THE CHANGES WITH DEPTH OF HUMIC AND FULVIC ACIDS EXTRACTED FROM THE FINE EARTH AND ROCK FRAGMENTS OF A FOREST SOIL: *Soil Science* 167, 524–538. <https://doi.org/10.1097/00010694-200208000-00004>

Agnelli, A., Trumbore, S.E., Corti, G., Ugolini, F.C., 2002. The dynamics of organic matter in rock fragments in soil investigated by ¹⁴ C dating and measurements of ¹³ C: Dynamics of organic matter in rock fragments. *European Journal of Soil Science* 53, 147–159. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.2002.00432.x>

Agnelli, A., Ugolini, F.C., Corti, G., Pietramellara, G., 2001. Microbial biomass-C and basal respiration of fine earth and highly altered rock fragments of two forest soils. *Soil Biology* 8. [https://doi.org/10.1016/S0038-0717\(00\)00203-0](https://doi.org/10.1016/S0038-0717(00)00203-0)

Atterberg, A., 1912. Die mechanische Bodenanalyse und die Klassifikation der Mineralböden Schwedens.

Atterberg, A., 1911. Ueber die physikalische Bodenuntersuchung. *Int. Mitt. Bodenkunde* 1, 7–9.

Atterberg, A., 1905. Die rationelle klassifikation der sande und kiese.

Baek, S.O., Field, R.A., Goldstone, M.E., Kirk, P.W., Lester, J.N., Perry, R., 1991. A review of atmospheric polycyclic aromatic hydrocarbons: Sources, fate and behavior. *Water Air Soil Pollut* 60, 279–300. <https://doi.org/10.1007/BF00282628>

Bahr, H.-A., Fischer, G., Weiss, H.-J., 1986. Thermal-shock crack patterns explained by single and multiple crack propagation. *J Mater Sci* 21, 2716–2720. <https://doi.org/10.1007/BF00551478>

Baize, D., 2018. Guide des analyses en pédologie, 3^e édition revue et augmentée. ed. Quae.

Baize, D., 2000. Teneurs totales en « métaux lourds » dans les sols français - résultats généraux du programme ASPITET.

Baize, D., Girard, M.-C. (Eds.), 1995. Référentiel pédologique, Nouvelle éd. ed, Techniques et pratiques. INRA, Paris.

Baize, D., Jabiol, B., 2019. Guide pour la description des sols 452.

Baize, D., Jabiol, B., 2011. Guide pour la description des sols.

Bataillard, P., Girondelot, B., Guérin, V., Laboudigue, A., Lions, J., Van Der Lee, J., 2008. Dynamique des éléments traces dans un anthroposol développé sur des sédiments de curage fortement contaminés. I. Migration à l'échelle du profil.

Baumgartl, T., 1998. Physical soil properties in specific fields of application especially in anthropogenic soils 9.

Blanchart, A., Geoffroy, S., Cherel, J., Warot, G., Marie, S., Noël, C.J., Louis, M.J., Christophe, S., 2018. Towards an operational methodology to optimize ecosystem services provided by urban soils. *Landscape and Urban Planning* 176, 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.landurbplan.2018.03.019>

Blott, S.J., Pye, K., 2012. Particle size scales and classification of sediment types based on particle size distributions: Review and recommended procedures. *Sedimentology* 59, 2071–2096. <https://doi.org/10.1111/j.1365-3091.2012.01335.x>

British Columbia Ministry of Agriculture, 2015. On-site Testing of Growing Media and Irrigation Water.

Brunauer, S., Emmett, P.H., Teller, E., 1938. Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American chemical society* 60, 309–319. <https://doi.org/10.1021/ja01269a023>

Cabral Pinto, M.M.S., Silva, M.M.V.G., Ferreira da Silva, E.A., Dinis, P.A., Rocha, F., 2017. Transfer processes of potentially toxic elements (PTE) from rocks to soils and the origin of PTE in soils: A case study on the island of Santiago (Cape Verde). *Journal of Geochemical Exploration* 183, 140–151. <https://doi.org/10.1016/j.gexplo.2017.06.004>

Calvet, R., 2003. Le sol propriété et fonction - Tome 1. France Agricole Editions.

Carson, J.K., Rooney, D., Gleeson, D.B., Clipson, N., 2007. Altering the mineral composition of soil causes a shift in microbial community structure: Mineral–microorganism interactions in soil. *FEMS Microbiology Ecology* 61, 414–423. <https://doi.org/10.1111/j.1574-6941.2007.00361.x>

Celardin, F., 1999. Semi-empirical correlations between so-called mobilizable and mobile concentrations of heavy metals in soils. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 30, 843–854. <https://doi.org/10.1080/00103629909370250>

Cerda, A., 2001. Effects of rock fragment cover on soil infiltration, interrill runoff and erosion. *Eur J Soil Science* 52, 59–68. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.2001.00354.x>

CEREMA, 2016. Acceptabilité environnementale de matériaux alternatifs en technique routière - Les matériaux de déconstruction issus du BTP.

CEREMA, 2014. Guide pour la valorisation des Graves de déconstruction.

CEREMA, n.d. Guide d'utilisation en Travaux Publics des graves de déconstruction. Direction territoriale Centre-Est, 69674 Bron.

Certini, G., Campbell, C.D., Edwards, A.C., 2004. Rock fragments in soil support a different microbial community from the fine earth. *Soil Biology and Biochemistry* 36, 1119–1128. <https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2004.02.022>

Certini, G., Hillier, S., McMurray, E., Edwards, A.C., 2003. Weathering of sandstone clasts in a forest soil in Tuscany (Italy). *Geoderma* 116, 357–372. [https://doi.org/10.1016/S0016-7061\(03\)00109-5](https://doi.org/10.1016/S0016-7061(03)00109-5)

Chambre d'agriculture Rhône-Alpes, n.d. Culture biologique des laitues - Fiches technico-économiques.

Chen, J., Blume, H.-P., Beyer, L., 2000. Weathering of rocks induced by lichen colonization — a review. *CATENA* 39, 121–146. [https://doi.org/10.1016/S0341-8162\(99\)00085-5](https://doi.org/10.1016/S0341-8162(99)00085-5)

Churchill, E., 2005. Environmental degradation and human well-being: Report of the millennium ecosystem assessment. *Popul. Dev. Rev* 31, 389–398. <https://doi.org/10.1111/j.1728-4457.2005.00073.x>

Coque, R., 1993. Géomorphologie. Collection U, 5e édition 2.

Corti, G., Ugolini, F.C., Agnelli, A., Certini, G., Cuniglio, R., Berna, F., Fernández Sanjurjo, M.J., 2002. The soil skeleton, a forgotten pool of carbon and nitrogen in soil. *European Journal of Soil Science* 53, 283–298. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2389.2002.00442.x>

Cuniglio, R., Corti, G., Agnelli, A., 2009. Rock fragments evolution and nutrients release in vineyard soils developed on a thinly layered limestone (Tuscany, Italy). *Geoderma* 148, 375–383. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2008.11.005>

Danalatos, N.G., Kosmas, C.S., Moustakas, N.C., Yassoglou, N., 1995. Rock fragments II. Their impact on soil physical properties and biomass production under Mediterranean conditions. *Soil Use & Management* 11, 121–126. <https://doi.org/10.1111/j.1475-2743.1995.tb00509.x>

De Kimpe, C.R., Morel, J.-L., 2000. URBAN SOIL MANAGEMENT: A GROWING CONCERN. *Soil Science* 165. <https://doi.org/10.1097/00010694-200001000-00005>

Deutschmann, G., Ludwig, B., 2000. Exchangeable cations in rock fractions and fine earth in soil profiles of different genesis 7. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1522-2624\(200004\)163:2<183::AID-JPLN183>3.0.CO;2-D](https://doi.org/10.1002/(SICI)1522-2624(200004)163:2<183::AID-JPLN183>3.0.CO;2-D)

Devau, N., Le Cadre, E., Hinsinger, P., Jaillard, B., Gérard, F., 2009. Soil pH controls the environmental

availability of phosphorus: experimental and mechanistic modelling approaches. *Applied Geochemistry* 24, 2163–2174. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2009.09.020>

do Carmo, F.F., de Campos, I.C., Jacobi, C.M., 2016. Effects of fine-scale surface heterogeneity on rock outcrop plant community structure. *J Veg Sci* 27, 50–59. <https://doi.org/10.1111/jvs.12342>

Doeglas, D.J., 1968. GRAIN-SIZE INDICES, CLASSIFICATION AND ENVIRONMENT. *Sedimentology* 10, 83–100. <https://doi.org/10.1111/j.1365-3091.1968.tb01101.x>

Doucet, R., 2006. *Le climat et les sols agricoles*.

Dubé, J.-S., Sona, M., Boudreault, J.-P., Hardy, E., 2014. Influence of Particle Size and Grinding on Measurement of Trace Metal Concentrations in Urban Anthropogenic Soils. *J. Environ. Eng.* 140, 04014011. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)EE.1943-7870.0000825](https://doi.org/10.1061/(ASCE)EE.1943-7870.0000825)

Duchaufour, P., 1988. *Abrégé de pédologie*, 2e ed, «Abrégés de Sciences». Masson, Paris.

Duchaufour, P., Souchier, B., 1983. *Pédologie. 1. Pédogenèse et classification*. Masson.

El Khalil, H., Schwartz, C., El Hamiani, O., Kubiniok, J., Morel, J.L., Boularbah, A., 2013. Distribution of major elements and trace metals as indicators of technosolisation of urban and suburban soils. *J Soils Sediments* 13, 519–530. <https://doi.org/10.1007/s11368-012-0594-x>

El Khalil, H., Schwartz, C., El Hamiani, O., Sirguy, C., Kubiniok, J., Boularbah, A., 2016. How physical alteration of technic materials affects mobility and phytoavailability of metals in urban soils? *Chemosphere* 152, 407–414. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.02.116>

El Khalil, H., Schwartz, C., Elhamiani, O., Kubiniok, J., Morel, J.L., Boularbah, A., 2008. Contribution of technic materials to the mobile fraction of metals in urban soils in Marrakech (Morocco). *J Soils Sediments* 8, 17–22. <https://doi.org/10.1065/jss2008.01.269>

Étienne, S., 2001. *Les processus de météorisation des surfaces volcaniques en Islande: approche épistémologique de la géomorphologie des milieux froids*.

FAO, 2006. *Guidelines for soil description*, 4th ed. ed. Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome.

Fosse, J., 2019. OBJECTIF « ZÉRO ARTIFICIALISATION NETTE » : QUELS LEVIERS POUR PROTÉGER LES SOLS ? *France Stratégie*.

Foucault, A., Raoult, J.-F., Cecca, F., Platevoet, B., 2014. *Dictionnaire de Géologie-8e éd.: Tout en couleur-*

5000 définitions-Français/Anglais. Dunod.

Gis Sol, 2020. La pierrosité des sols [WWW Document]. URL (accessed 1.19.20).

Gitipour, S., Sorial, G.A., Ghasemi, S., Bazary, M., 2018. Treatment technologies for PAH-contaminated sites: a critical review. *Environ Monit Assess* 190, 546. <https://doi.org/10.1007/s10661-018-6936-4>

Gleeson, D.B., Kennedy, N.M., Clipson, N., Melville, K., Gadd, G.M., McDermott, F.P., 2006. Characterization of Bacterial Community Structure on a Weathered Pegmatitic Granite. *Microb Ecol* 51, 526–534. <https://doi.org/10.1007/s00248-006-9052-x>

Gras, R., 1994. Sols caillouteux et production végétale. Institut national de la recherche agronomique, Paris.

Greinert, A., 2015. The heterogeneity of urban soils in the light of their properties. *J Soils Sediments* 15, 1725–1737. <https://doi.org/10.1007/s11368-014-1054-6>

Greinert, A., Kostecki, J., 2019. Anthropogenic Materials as Bedrock of Urban Technosols, in: Vasenev, V., Dovletyarova, E., Cheng, Z., Prokof'eva, T.V., Morel, J.L., Ananyeva, N.D. (Eds.), *Urbanization: Challenge and Opportunity for Soil Functions and Ecosystem Services*. Springer International Publishing, Cham, pp. 11–20. https://doi.org/10.1007/978-3-319-89602-1_3

Hall, K., André, M.-F., 2001. New insights into rock weathering from high-frequency rock temperature data: an Antarctic study of weathering by thermal stress. *Geomorphology* 41, 23–35. [https://doi.org/10.1016/S0169-555X\(01\)00101-5](https://doi.org/10.1016/S0169-555X(01)00101-5)

He, H., Dong, Z., Peng, Q., Wang, X., Fan, C., Zhang, X., 2017. Impacts of coal fly ash on plant growth and accumulation of essential nutrients and trace elements by alfalfa (*Medicago sativa*) grown in a loessial soil. *Journal of Environmental Management* 197, 428–439. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2017.04.028>

Heisner, U., Raber, B., Hildebrand, E.E., 2004. The importance of the soil skeleton for plant-available nutrients in sites of the Southern Black Forest, Germany. *Eur J Forest Res* 123, 249–257. <https://doi.org/10.1007/s10342-004-0041-7>

Hiller, D.A., 2000. Properties of Urbic Anthrosols from an abandoned shunting yard in the Ruhr area, Germany. *CATENA* 39, 245–266. [https://doi.org/10.1016/S0341-8162\(00\)00081-3](https://doi.org/10.1016/S0341-8162(00)00081-3)

Hopkins, C.G., 1899. A plea for a scientific basis for the division of soil particles in mechanical analysis.

Howard, J., 2017a. *Anthropogenic soils, Progress in soil science*. Springer, Cham.

Howard, J., 2017b. Artifacts and Microartifacts in Anthropogenic Soils, in: *Anthropogenic Soils, Progress in*

Soil Science. Springer International Publishing, Cham, pp. 63–93. https://doi.org/10.1007/978-3-319-54331-4_5

Howard, J.L., Dubay, B.R., Daniels, W.L., 2013. Artifact weathering, anthropogenic microparticles and lead contamination in urban soils at former demolition sites, Detroit, Michigan. *Environmental Pollution* 179, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2013.03.053>

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, 754–761. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2010.11.028>

Howard, J.L., Orlicki, K.M., 2015. Effects of Anthropogenic Particles on the Chemical and Geophysical Properties of Urban Soils, Detroit, Michigan: *Soil Science* 180, 154–166. <https://doi.org/10.1097/SS.0000000000000122>

Huot, H., Simonnot, M.-O., Morel, J.L., 2015. Pedogenetic Trends in Soils Formed in Technogenic Parent Materials: *Soil Science* 180, 182–192. <https://doi.org/10.1097/SS.0000000000000135>

International Society of Soil Science (ISSS), 1929. Minutes of the first commission meetings, International Congress of Soil Science. Presented at the Proceedings of the Congress of the International Society of Soil Science, International Society of Soil Science Washington, DC, pp. 215–220.

IUSS Working Group WRB, 2015. Base de référence mondiale pour les ressources en sols 2014, Mise à jour 2015. Système international de classification des sols pour nommer les sols et élaborer des légendes de cartes pédologiques (Rapport sur les ressources en sols du monde No. 106). FAO, Rome.

IUSS Working Group WRB, 2007. World Reference Base for Soil Resources 2006, first update 2007. (World Soil Resources Reports No. 103). FAO, Rome.

Jeannée, N., 2001. Caractérisation géostatistique de pollutions industrielles de sols: cas des hydrocarbures aromatiques polycycliques sur d'anciens sites de cokeries.

Jenny, H., 1941. Factors of soil formation. McGraw-Hill, New York. Factors of soil formation. McGraw-Hill, New York.

Joimel, S., Cortet, J., Jolivet, C.C., Saby, N.P.A., Chenot, E.D., Branchu, P., Consalès, J.N., Lefort, C., Morel, J.L., Schwartz, C., 2016. Physico-chemical characteristics of topsoil for contrasted forest, agricultural, urban and industrial land uses in France. *Science of The Total Environment* 545–546, 40–47. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.12.035>

- Joimel, S., Schwartz, C., Hedde, M., Kiyota, S., Krogh, P.H., Nahmani, J., Pérès, G., Vergnes, A., Cortet, J., 2017. Urban and industrial land uses have a higher soil biological quality than expected from physicochemical quality. *Science of The Total Environment* 584–585, 614–621. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.01.086>
- Koele, N., Dickie, I.A., Blum, J.D., Gleason, J.D., de Graaf, L., 2014. Ecological significance of mineral weathering in ectomycorrhizal and arbuscular mycorrhizal ecosystems from a field-based comparison. *Soil Biology and Biochemistry* 69, 63–70. <https://doi.org/10.1016/j.soilbio.2013.10.041>
- Koele, N., Hildebrand, E.E., 2008. The ecological significance of the coarse soil fraction for *Picea abies* (L.) Karst. seedling nutrition. *Plant Soil* 312, 163–174. <https://doi.org/10.1007/s11104-008-9654-9>
- Koele, N., Hildebrand, E.E., Schack-Kirchner, H., 2010. Effects of weathering state of coarse-soil fragments on tree-seedling nutrient uptake. *J. Plant Nutr. Soil Sci.* 173, 245–251. <https://doi.org/10.1002/jpln.200800336>
- Koele, N., Storch, F., Hildebrand, E.E., 2011. The coarse-soil fraction is the main living space of fungal hyphae in the BhBs horizon of a Podzol. *Z. Pflanzenernähr. Bodenk.* 174, 750–753. <https://doi.org/10.1002/jpln.201000296>
- Kohler, M., Wilpert, K.V., Hildebrand, E.E., 2000. The soil skeleton as a source for the short-term supply of “base cations” in forest soils of the black forest (Germany). *Water, Air, and Soil Pollution* 122 : 37–48.
- Korboulewsky, N., Tétégan, M., Besnault, A., Cousin, I., 2010. Do rock fragments participate to plant water and mineral nutrition? 3.
- Kornmann, M., 2009. Matériaux de terre cuite - Propriétés et produits.
- Kornmann, M., 2005. Matériaux de construction en terre cuite: fabrication et propriétés.
- Kramer, P.J., 1983. Problems in water relations of plants and cells, in: *International Review of Cytology*. Elsevier, pp. 253–286.
- Kuhn, 1894. Die Bodenanalyse. Die Landwirtschaftlichen Versuchsstationen.
- Kuppusamy, S., Thavamani, P., Venkateswarlu, K., Lee, Y.B., Naidu, R., Megharaj, M., 2017. Remediation approaches for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) contaminated soils: Technological constraints, emerging trends and future directions. *Chemosphere* 168, 944–968. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.10.115>
- Lane, E.W., 1947. Report of the Subcommittee on Sediment Terminology. *Trans. AGU* 28, 936. <https://doi.org/10.1029/TR028i006p00936>

Lathuilière, B., Carpentier, C., André, G., Dagallier, G., Durand, M., Hanzo, M., Huault, V., Harmand, D., Hibs, C., Le Roux, J., 2003. Production carbonatée dans le Jurassique de Lorraine. Livret Guide Excursion Groupe Français d'Etude du Jurassique, Nancy.

Lê, S., Josse, J., Husson, F., 2008. FactoMineR: An R Package for Multivariate Analysis. *J. Stat. Soft.* 25, 1–18. <https://doi.org/10/gfkjpd>

Lebourg, A., Sterckeman, T., Ciesielski, H., Proix, N., 1996. Intérêt de différents réactifs d'extraction chimique pour l'évaluation de la biodisponibilité des métaux en traces du sol. *Agronomie* 16, 201–215. <https://doi.org/10.1051/agro:19960401>

Lefort, C., 2009. Contribution à la définition et à la classification des Technosols.

Lemercier, B., Gaudin, L., Walter, C., Arousseau, P., Arrouays, D., Schvartz, C., Saby, N.P.A., Follain, S., Abrassart, J., 2008. Soil phosphorus monitoring at the regional level by means of a soil test database. *Soil Use & Management* 24, 131–138. <https://doi.org/10.1111/j.1475-2743.2008.00146.x>

Lenoir, T., Duc, M., Lassabatere, L., Bellagh, K., 2019. Identification of the artifact contribution to two urban Technosols by coupling a sorting test, chemical analyses, and a least absolute residual procedure. *J Soils Sediments* 19, 683–701. <https://doi.org/10.1007/s11368-018-2074-4>

Liu, G., Wang, Juan, Liu, Xuan, Liu, Xinhui, Li, X., Ren, Y., Wang, Jing, Dong, L., 2018. Partitioning and geochemical fractions of heavy metals from geogenic and anthropogenic sources in various soil particle size fractions. *Geoderma* 312, 104–113. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2017.10.013>

Massenet, J.-Y., 2012. Chapitre IV - propriétés physique du sol.

McIntosh, P., Kuzovkina, Y.A., Schulthess, C.P., Guillard, K., 2016. Breakdown of low-level total petroleum hydrocarbons (TPH) in contaminated soil using grasses and willows. *International Journal of Phytoremediation* 18, 656–663. <https://doi.org/10.1080/15226514.2015.1109598>

McNamara, C.J., Perry, T.D., Bearce, K.A., Hernandez-Duque, G., Mitchell, R., 2006. Epilithic and Endolithic Bacterial Communities in Limestone from a Maya Archaeological Site. *Microb Ecol* 51, 51–64. <https://doi.org/10.1007/s00248-005-0200-5>

Menzie, C.A., Potocki, B.B., Santodonato, J., 1992. Exposure to carcinogenic PAHs in the environment. *Environ. Sci. Technol.* 26, 1278–1284. <https://doi.org/10.1021/es00031a002>

Ministère de la Transition Écologique et Solidaire, 2017. Guide de valorisation hors site des terres excavées issues de sites et sols potentiellement pollués dans des projets d'aménagement.

Ministère de l'Environnement, de l'Énergie et de la Mer, 2017a. Méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués.

Ministère de l'Environnement, de l'Énergie et de la Mer, 2017b. Introduction à la méthodologie nationale de gestion des sites et sols pollués.

Monsérié, M.-F., 2009. Processus d'agrégation dans un technosol: contribution des constituants anthropiques (oxydes de fer, laitiers, HAP, ETM) à la formation des associations organo-minérales 188.

Morel, J.L., Chenu, C., Lorenz, K., 2015. Ecosystem services provided by soils of urban, industrial, traffic, mining, and military areas (SUITMAs). *J Soils Sediments* 15, 1659–1666. <https://doi.org/10.1007/s11368-014-0926-0>

Morel, J.L., Schwartz, C., de Kimpe, C., Florentin, L., 2005. Urban Soils. <https://doi.org/10.1016/B0-12-348530-4/00305-2>

Morel, J.L., Sere, G., Auclerc, A., Schwartz, C., Leguedois, S., 2014. Les sols de l'environnement urbain: caractéristiques, services et problèmes liés à leur étude. p. 6.

Nehls, T., Rokia, S., Mekiffer, B., Schwartz, C., Wessolek, G., 2013. Contribution of bricks to urban soil properties. *J Soils Sediments* 13, 575–584. <https://doi.org/10.1007/s11368-012-0559-0>

Norra, S., Fjer, N., Li, F., Chu, X., Xie, X., Stüben, D., 2008. The influence of different land uses on mineralogical and chemical composition and horizonation of urban soil profiles in Qingdao, China. *J Soils Sediments* 8, 4–16. <https://doi.org/10.1065/jss2007.08.250>

Ortega-Calvo, J.J., Tejada-Agredano, M.C., Jimenez-Sanchez, C., Congiu, E., Sungthong, R., Niqui-Arroyo, J.L., Cantos, M., 2013. Is it possible to increase bioavailability but not environmental risk of PAHs in bioremediation? *Journal of Hazardous Materials* 261, 733–745. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.03.042>

Osborne, T.B., 1896. Annual Report of the Connecticut Agricultural Experiment Station for 1886.

Ouvrard, S., Chenot, E.-D., Masfarau, J.-F., Schwartz, C., 2013. Long-term assessment of natural attenuation: statistical approach on soils with aged PAH contamination. *Biodegradation* 24, 539–548. <https://doi.org/10.1007/s10532-013-9618-5>

Ouvrard, S., Leglize, P., Morel, J.L., 2014. PAH Phytoremediation: Rhizodegradation or Rhizoattenuation? *International Journal of Phytoremediation* 16, 46–61. <https://doi.org/10.1080/15226514.2012.759527>

Pasquet, J.F., Cruchet, M., 2002. Optimisation des ressources en matériaux d'épierrage des surfaces cultivées

à La Réunion. Rapport BRGM /RP-52427-FR - 2002 SGWREU 27, 2 fig., 4 tab., 6 am. 56 p.

Pech, P., Regnauld, H., 1993. Géographie Physique, Collection Premier Cycle. Travaux de l'Institut de Géographie de Reims 83, 141–141.

Pedro, G., 1964. Contribution à l'étude expérimentale de l'altération géochimique des roches cristallines: thèses présentées à la Faculté des sciences de l'Université de Paris pour obtenir le grade de docteur ès-sciences naturelles.

Pérez-Harguindeguy, N., Díaz, S., Garnier, E., Lavorel, S., Poorter, H., Jaureguiberry, P., Bret-Harte, M.S., Cornwell, W.K., Craine, J.M., Gurvich, D.E., Urcelay, C., Veneklaas, E.J., Reich, P.B., Poorter, L., Wright, I.J., Ray, P., Enrico, L., Pausas, J.G., de Vos, A.C., Buchmann, N., Funes, G., Quétier, F., Hodgson, J.G., Thompson, K., Morgan, H.D., ter Steege, H., Sack, L., Blonder, B., Poschlod, P., Vaieretti, M.V., Conti, G., Staver, A.C., Aquino, S., Cornelissen, J.H.C., 2013. New handbook for standardised measurement of plant functional traits worldwide. *Aust. J. Bot.* 61, 167. <https://doi.org/10.1071/BT12225>

Polynov, B., 1945. The first stages of pedogenesis on massive crystalline rocks. *Pochvovedenie* 7, 327–339.

Poujardieu, F., Auricoste, F., 2002. Les cabanes en pierre sèche du Périgord. Éd. du Roc de Bourzac.

Préfecture de la Réunion, 2016. Protocole pour la réalisation de travaux d'amélioration foncière agricole et la valorisation des matériaux excédentaires issus des travaux d'épierrage.

Priac, A., 2014. *Lactuca sativa* L : Evaluation ecotoxicologique de rejets industriels complexes et de solutions synthétiques. Université de Franche-Comté.

Priac, A., Badot, P.-M., Crini, G., 2017. Treated wastewater phytotoxicity assessment using *Lactuca sativa* : Focus on germination and root elongation test parameters. *Comptes Rendus Biologies* 340, 188–194. <https://doi.org/10.1016/j.crv.2017.01.002>

Qasim, B., 2015. Détermination, spéciation et biodisponibilité des éléments traces métalliques dans les sols contaminés et technosols.

Richard, J.-Y., Louchez, G., Curvers, C., Coussy, S., Gervais, E., Eisenhohr, L., Conrad, T., Peyret, P., Correa, J., 2020. Guide VALTEX – Acceptabilité environnementale et sanitaire des matériaux extraits de terres issues de sites potentiellement pollués en technique routière – critères pour l'intégration dans la filière des déchets du BTP. ADEME.

Robert, M., 1970. Etude expérimentale de la désagrégation du granite et de l'évolution des micas. Université, Faculté des Sciences.

Robert, M., Berrier, J., Evralde, J., 1983. Rôle des êtres vivants dans les premiers stades de l'altération des minéraux 10.

Robert, M., Berthelin, J., 1986. Role of Biological and Biochemical Factors in Soil Mineral Weathering. Interactions of soil minerals with natural organics and microbes 453–495.

Roderick, G.L., 1972. Review of particle-size classifications of soils 12.

Roderick, G.L., 1969. A History of Particle-Size Limits (Special Report No. 66–13). Engineering Research Institute, Iowa State University, Ames.

Rokia, S., Séré, G., Schwartz, C., Deeb, M., Fournier, F., Nehls, T., Damas, O., Vidal-Beaudet, L., 2014. Modelling agronomic properties of Technosols constructed with urban wastes. *Waste Management* 34, 2155–2162. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2013.12.016>

RStudio Team, 2020. RStudio: Integrated Development for R. RStudio, PBC, Boston, MA.

Schad, P., 2018. Technosols in the World Reference Base for Soil Resources – history and definitions. *Soil Science and Plant Nutrition* 64, 138–144. <https://doi.org/10.1080/00380768.2018.1432973>

Scheurer, O., Barakat, B., 2011. Les besoins en données pédologiques dans les études de génie civil - Contributions potentielles des bases de données IGCS. *Etude et Gestion des Sols* 12.

Schleuß, U., Wu, Q., Blume, H.-P., 1998. Variability of soils in urban and periurban areas in Northern Germany. *CATENA* 33, 255–270. [https://doi.org/10.1016/S0341-8162\(98\)00070-8](https://doi.org/10.1016/S0341-8162(98)00070-8)

Séré, G., 2007. Fonctionnement et évolution pédogénétiques de Technosols issus d'un procédé de construction de sol 229.

Séré, G., Schwartz, C., Ouvrard, S., Sauvage, C., Renat, J.-C., Morel, J.L., 2008. Soil construction: A step for ecological reclamation of derelict lands. *J Soils Sediments* 8, 130–136. <https://doi.org/10.1065/jss2008.03.277>

Smaill, S.J., Clinton, P.W., Allen, R.B., Davis, M.R., 2014a. New evidence indicates the coarse soil fraction is of greater relevance to plant nutrition than previously suggested. *Plant Soil* 374, 371–379. <https://doi.org/10.1007/s11104-013-1898-3>

Smaill, S.J., Clinton, P.W., Allen, R.B., Leckie, A.C., Davis, M.R., 2014b. Coarse soil can enhance the availability of nutrients from fine soil. *J. Plant Nutr. Soil Sci.* 177, 848–850. <https://doi.org/10.1002/jpln.201400463>

Tetegan, M., Korboulewsky, N., Bouthier, A., Cousin, I., 2010. Water transfer between rock fragments and

fine earth in remoulded soils. p. 2.

Tetegan, M., Nicoullaud, B., Baize, D., Bouthier, A., Cousin, I., 2011. The contribution of rock fragments to the available water content of stony soils: Proposition of new pedotransfer functions. *Geoderma* 165, 40–49. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2011.07.001>

Tetegan, M., Richer de Forges, A.C., Verbeque, B., Nicoullaud, B., Desbourdes, C., Bouthier, A., Arrouays, D., Cousin, I., 2015. The effect of soil stoniness on the estimation of water retention properties of soils: A case study from central France. *CATENA* 129, 95–102. <https://doi.org/10.1016/j.catena.2015.03.008>

Tifafi, M., Bouzouidja, R., Leguédou, S., Ouvrard, S., Séré, G., 2017. How lysimetric monitoring of Technosols can contribute to understand the temporal dynamics of the soil porosity. *Geoderma* 296, 60–68. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2017.02.027>

Tricart, J., Cailleux, A., 1955. *Cours de géomorphologie: introduction à la géomorphologie climatique*. Centre de documentation universitaire.

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, 219–227. <https://doi.org/10.1023/A:1009709005147>

Turbé, A., De Toni, A., Benito, P., Lavelle, Patrick, Lavelle, Perrine, Ruiz, N., Van der Putten, W.H., Labouze, E., Mudgal, S., 2010. *Soil biodiversity : functions, threats and tools for policy makers*. Bio Intelligence Service, IRD, and NIOO. European Commission (DG Environment).

Udden, J.A., 1914. Mechanical composition of clastic sediments. *Geological Society of America Bulletin* 25, 655–744. <https://doi.org/10.1130/gsab-25-655>

Udden, J.A., 1898. *The mechanical composition of wind deposits*. Lutheran Augustana book concern, printers.

Ugolini, F.C., Corti, G., Dufey, J.E., Agnelli, A., Certini, G., 2001. Exchangeable Ca, Mg, and K of rock fragments and fine earth from sandstone and siltstone derived soils and their availability to grass 7. [https://doi.org/10.1002/1522-2624\(200106\)164:3<309::AID-JPLN309>3.0.CO;2-8](https://doi.org/10.1002/1522-2624(200106)164:3<309::AID-JPLN309>3.0.CO;2-8)

Uroz, S., Calvaruso, C., Turpault, M.-P., Frey-Klett, P., 2009. Mineral weathering by bacteria: ecology, actors and mechanisms. *Trends in Microbiology* 17, 378–387. <https://doi.org/10.1016/j.tim.2009.05.004>

USDA Division of Agricultural Soils, 1896. *Methods of the mechanical analysis of soils - Bulletin* 4.

van Reeuwijk, L., 2002. *Procedures for Soil Analysis*. 6th Edition. ISRIC, FAO, Wageningen.

Vischetti, C., Corti, G., Monaci, E., Cocco, S., Coppola, L., Agnelli, A., 2010. Pesticide adsorption and degradation in fine earth and rock fragments of two soils of different origin. *Geoderma* 154, 348–352. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2009.11.006>

Wanschaffe, F., 1814. *Wissenschaftliche Bodenuntersuchung*, 3. Aufl.

Wentworth, C.K., 1922. A Scale of Grade and Class Terms for Clastic Sediments. *The Journal of Geology* 30, 377–392. <https://doi.org/10.1086/622910>

Wickham, H., 2016. *ggplot2: Elegant Graphics for Data Analysis*. ISBN 978-3-319-24277-4.

Williams, W.R., 1895. *Untersuchungen über die mechanische Bodenanalyse. Forschungen auf dem Gebiete der Agrikultur-Physik*.

Wilson, M.J., 2004. Weathering of the primary rock-forming minerals: processes, products and rates. *Clay miner.* 39, 233–266. <https://doi.org/10.1180/0009855043930133>

Winkler, H.G., 2013. *Petrogenesis of metamorphic rocks*. Springer Science & Business Media.

Winter, J.D., 2001. *An introduction to igneous and metamorphic petrology*. Prentice hall New Jersey.

Abstract

Contribution of coarse granulometric fractions to the functioning of highly anthropized soils

The approaches of requalification of degraded sites increasingly answer the double challenge of depollution and valorization. The soils of these sites, known as "highly anthropized soils", are often characterized by a disturbed functioning due to anthropogenetic impacts. In particular, anthropic activities are responsible for the presence in these soils of exogenous materials, from both technogenic or natural origins, in varying quantities and natures. In this context, all the diagnoses and considerations regarding their management are carried out on the fine fraction, obtained after sieving at 2 mm, and ignore the so-called "coarse" fraction, which is often overrepresented (up to 50-60% by mass). This fraction, considered as inert, may not necessarily be so and its presence may have important consequences on the functioning of ecosystems and their future management.

A dedicated methodological approach was developed. First, the dimensions and nature of the objects to be studied were precisely defined using an appropriate granulometric scale and the construction of a typology. This approach coupled to physico-chemical characterizations confirmed the efficiency of the tested screening strategy and fully enabled a precise and meaningful discrimination among coarse materials. The typology was thus implemented with composition characteristics of the material categories. On this basis, five reference materials (anthracite, brick, limestone, petroleum coke and blast furnace slag) were selected in order to allow for the generalization of the results. An adaptation process of standard soil analysis methods was then developed in order to assess the reactivity of coarse granulometric fractions. Results showed that coarse fractions are not inert. Their reactivity, although reduced compared to the fine fraction from a mass point of view, is only dependent on the type of material and the surface of the particles. Taken alone, the selected model materials present an insufficient level of fertility for plant development and are only marginally at the origin of toxicity. In an overall soil system, the coarse fraction constitutes a perennial stock of elements of interest that can be mobilized over time through the weathering processes generated by pedogenesis. The direct contribution of coarse fractions to plant nutrition was confirmed both under controlled conditions in the laboratory and in lysimeters at the pilot field scale. They also significantly contribute to water retention and storage. The type of material is the main factor governing the intensity of these effects.

This thesis work has thus positioned the coarse granulometric fractions as being an active part of the functioning of highly anthropized soils. The results obtained provide new knowledge for stakeholders involved in soil engineering and highly anthropized soils management. To this end, a systematic procedure of diagnosis of coarse granulometric fractions has been proposed, the effects of which should serve two purposes, i) to enrich the knowledge related to the constituents of coarse fractions and ii) to allow an insightful decision-making process, based on a complete knowledge of the reality of a highly anthropized soil, authorizing an optimal and sensible management according to the targeted type of renaturation.

Key words: highly anthropized soils, Technosols, typology, fertility, toxicity, reactivity, natural and technogenic materials, vegetation support

Résumé

Contribution des fractions granulométriques grossières au fonctionnement des sols très anthropisés

Les approches de requalification de sites dégradés répondent de plus en plus à un double enjeu de dépollution et de valorisation. Les sols de ces sites, dits « sols très anthropisés », sont très souvent caractérisés par un fonctionnement dégradé lié aux processus anthropo-génétiques à l'œuvre dans ces contextes. Ces processus sont à l'origine de la présence dans ces sols de matériaux exogènes technogéniques ou naturels en quantités et natures variées. Dans ce contexte, les études et réflexions sur leur gestion s'effectuent classiquement sur la fraction fine, obtenue après tamisage à 2 mm, et laissent de côté la fraction dite « grossière », souvent surreprésentée (jusqu'à 50-60 % en masse). Or cette fraction, souvent considérée comme inerte, ne l'est pas nécessairement et sa présence peut éventuellement orienter le fonctionnement des écosystèmes et leur gestion future.

Une approche méthodologique a alors été développée grâce à laquelle les dimensions et la nature des objets à étudier ont été précisément définis à travers l'utilisation d'une échelle granulométrique adaptée et la construction d'une typologie. Le couplage de cette approche à des caractérisations physico-chimiques a démontré la capacité de discrimination de la stratégie de tri mise en œuvre. La typologie a ainsi pu être amendée avec les informations liées aux composés caractéristiques des catégories de matériaux identifiées. Sur cette base, cinq matériaux modèles (anthracite, brique, calcaire, coke de pétrole et laitier de haut fourneau) ont été sélectionnés afin d'aider à la généralisation des résultats. Un processus d'adaptation des méthodes standardisées d'analyses de sol a alors été développé afin d'évaluer la réactivité des fractions granulométriques grossières. Ces dernières ne sont pas inertes et leur réactivité, bien qu'elle soit réduite par rapport à la fraction fine d'un point de vue massique, est uniquement dépendante du type de matériau et de la surface des particules. Pris seuls, les matériaux modèles sélectionnés présentent un niveau de fertilité insuffisant pour le développement du végétal et ne sont que marginalement à l'origine d'une toxicité. Ces résultats indiquent, qu'au sein du sol, les fractions grossières constituent un stock pérenne d'éléments mobilisables dans le temps à travers le processus d'altération mis en jeu par la pédogenèse. Ceci a été confirmé avec des essais de culture de végétaux sur des substrats à la formulation originale associant fractions grossières, fractions fines et matériaux inertes en conditions contrôlées en laboratoire et en lysimètres à l'échelle pilote de terrain. La contribution directe des fractions grossières à l'alimentation de la solution du sol en éléments puis à la nutrition minérale des végétaux est mise en évidence à court et à moyen termes. Ces fractions jouent également un rôle majeur dans le fonctionnement hydrique du sol en contribuant significativement à la rétention, au stockage de l'eau et à la libération d'éléments. Le type de matériau apparaît être le facteur principal gouvernant l'intensité de ces effets.

Ces travaux de thèse ont ainsi permis de replacer les fractions granulométriques grossières dans un rôle actif dans le fonctionnement et l'évolution des sols très anthropisés. Les résultats obtenus apportent des connaissances nouvelles pour le génie pédologique et les acteurs de la gestion des sols très anthropisés. A cet effet, une procédure systématique de diagnostic des fractions granulométriques grossières a été proposée dont les effets doivent servir deux objectifs, i) enrichir les connaissances liées aux constituants des fractions grossières et ii) permettre une prise de décision éclairée, basée sur une connaissance plus complète du contenu d'un sol très anthropisé, autorisant une meilleure gestion en fonction du type de renaturation visée.

Mots clés : sols très anthropisés, Technosols, typologie, fertilité, toxicité, réactivité, matériaux naturels et technogéniques grossiers, support de végétation