

Guide méthodologique Réseau PRO

Mise en place d'un essai au champ pour l'évaluation agronomique, environnementale et sanitaire d'un Produit Résiduaire Organique



L'ADEME en bref

L'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME) est un établissement public sous la double tutelle du Ministère de l'Ecologie, du Développement Durable et de l'Energie et du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche. Elle participe à la mise en œuvre des politiques publiques dans les domaines de l'environnement, de l'énergie et du développement durable.

Afin de leur permettre de progresser dans leur démarche environnementale, l'agence met à la disposition des entreprises, des collectivités locales, des pouvoirs publics et du grand public, ses capacités d'expertise et de conseil. Elle aide en outre au financement de projets, de la recherche à la mise en œuvre et ce, dans les domaines suivants : la gestion des déchets, la préservation des sols, l'efficacité énergétique et les énergies renouvelables, la qualité de l'air et la lutte contre le bruit. www.ademe.fr

Ce guide méthodologique a été élaboré dans le cadre du projet « Réseau PRO : Création d'un réseau d'essais au champ et d'un outil de mutualisation des données pour l'étude de la valeur agronomique et des impacts environnementaux et sanitaires des Produits Résiduaux Organiques (PRO) recyclés en agriculture », piloté par l'ACTA et l'INRA EGC, et soutenu par les Réseaux Mixtes Technologiques (RMT) « Fertilisation & Environnement » et « Quasaprove ».

Ce projet, mis en œuvre de 2011 à 2014, a reçu les soutiens financiers de l'ADEME et du Compte d'affectation spéciale « Développement agricole et rural » (CASDAR) du Ministère de l'Agriculture, de l'Agroalimentaire et de la Forêt.

Le guide a été achevé dans sa première version en juillet 2015. Il est téléchargeable gratuitement sur le site du RMT « Fertilisation & Environnement » : <http://www.rmt-fertilisationetenvironnement.org/>.

Les membres de l'équipe-projet dont les noms suivent ont contribué à son élaboration :

- Alix Bell, ACTA/INRA
- Benjamin Balloy, APCA
- Cécile Bodet, ARAA
- Alain Bouthier, ARVALIS-Institut du Végétal
- Matthieu Bravin, CIRAD
- Mathieu Buffet, Chambre d'Agriculture des Ardennes
- Jean-Yves Cahurel, IFV
- Nathalie Damay, LDAR de l'Aisne
- Bertrand Decoopman, Chambres d'Agriculture de Bretagne
- Olivier Demarlé, FRAYSSINET
- Annie Duparque, Agro-Transfert Ressources & Territoires
- Rémy Duval, ITB
- Francis Flenet, CETIOM
- Jean Grall, Chambres d'Agriculture de Bretagne
- Stéphane Guillouais, Chambre d'Agriculture de la Drôme
- Claire-Sophie Haudin, INRA AgroParisTech
- Mathilde Heurtaux, ACTA
- Sabine Houot, INRA
- Blaise Leclerc, ITAB
- Aurélie Michaud, INRA
- Denis Ollivier, TRAME
- Virginie Parnaudeau, INRA
- Agathe Revallier, VEOLIA Environnement R&I
- Stéphanie Sagot, LDAR de l'Aisne
- Anne Schaub, ARAA
- Robert Trochard, ARVALIS-Institut du Végétal
- Nathalie Valentin, SMRA68
- Matthieu Valé, SAS Laboratoire
- Nathalie Viard, TRAME
- Laure Vieuble-Gonod, INRA AgroParisTech

Remerciements

Les auteurs souhaitent faire part de leur reconnaissance à tous ceux qui, au-delà de l'équipe-projet du Réseau PRO, ont participé aux réflexions, à la rédaction et à la relecture, sans lesquels cet ouvrage n'aurait pas pu voir le jour :

- Christophe Barbot, Chambre d'Agriculture d'Alsace
- Luc Champolivier, CETIOM Cher
- Olivier Danzel, LDAR de l'Aisne
- Xavier Delpuech, IFV
- Myriam Germain, INRA EGC
- Laure Gontier, IFV
- Justine Henriet, IFV
- Fabrice Marcovecchio, LDAR de l'Aisne
- Denis Peureux, Chambre d'Agriculture de la Meuse
- François Piraux, ARVALIS-Institut du végétal (Boigneville)
- Anne-Marie Pourcher, IRSTEA
- Véronique Rondeau, Chambre d'Agriculture de Vendée
- François Servain, LDAR de l'Aisne
- Laurence Sirjean, Chambre d'Agriculture des Pyrénées Orientales
- Virginie Van de Kerchove, Chambre d'Agriculture de La Réunion
- Céline Veit, Chambre d'Agriculture Alsace

Table des matières

Remerciements	2
Table des matières	3
Liste des sigles et abréviations	5
Liste des symboles chimiques	6
Présentation du guide méthodologique	7
Définitions utiles en préambule	8
Contexte réglementaire	13
Première partie : Comprendre la réglementation	14
I. Principes et dispositions générales pour l'usage de matières fertilisantes en agriculture	14
II. Mise en marché : produits homologués, normalisés et normalisation d'une matière fertilisante	15
III. Les normes : une démarche volontaire rendue d'application obligatoire pour les matières fertilisantes	17
IV. Réglementation spécifique à l'épandage de PRO sur terrain agricole	17
V. Utilisation de matières fertilisantes : autres réglementations et contraintes à prendre en compte	22
VI. Evolution de la réglementation européenne	23
Deuxième partie : Fiches produits	24
Fiche n°1 : PRO mis sur le marché	25
Fiche n°2 : PRO issus d'une Installation classée pour l'environnement (ICPE)	27
Fiche n°3 : PRO interdits à l'épandage	29
Définitions et principes généraux de l'expérimentation en agronomie	31
Choix préalables pour la mise en place et le suivi d'essais	33
Conseils pour le choix du laboratoire d'analyse, des analyses et des méthodes d'analyse	34
Partie 1 : la qualité au laboratoire	34
Partie 2 : Liste des analyses par matrice et par thématique	37
Partie 3 : Choix du laboratoire	39
Conseils pour le choix de la parcelle expérimentale	41
Conseils pour le choix du dispositif statistique expérimental	46
I. Plans expérimentaux	46
II. Choix du dispositif : points à ne pas négliger	52
PROTOCOLES	55
Contenu des protocoles	56
Comment combiner plusieurs thématiques d'étude des PRO ?	58
Thématique d'étude : Azote	61
Évaluation de la cinétique de minéralisation de l'azote organique d'un PRO	63
Évaluation de l'effet direct azote (et soufre) d'un PRO sur une culture réceptrice	67
Évaluation de l'effet direct azote d'un PRO sur plantes ligneuses	81
Thématique d'étude : Phosphore	87
Valeur fertilisante phosphatée des PRO	88
Thématique d'étude : valeur amendante des PRO	97
Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques après apports répétés de PRO dans un sol cultivé	98
Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques dans un sol, sur plantes ligneuses	112
Thématique d'étude : Devenir des contaminants	125
Suivi du devenir de contaminants (éléments traces, composés traces organiques, microorganismes d'intérêt sanitaire) dans les compartiments sol, plante, eau, suite à l'épandage d'un PRO	126
ANNEXES AUX PROTOCOLES	145
Qualité des productions	146
Facteurs non liés aux PRO étudiés sur l'ensemble des protocoles	149
Contacts – Personnes ressources des protocoles	150
Références bibliographiques	151

MODES OPERATOIRES	153
Échantillonnage d'un PRO liquide	155
Échantillonnage d'un PRO solide	157
Épandage de PRO manuel, gestion de la dose et de la répartition	159
Épandage de PRO à la machine, gestion de la dose et de la répartition.....	162
Prélèvements sur vigne	166
Prélèvement de baies sur vigne.....	166
Prélèvement de feuilles sur vigne	167
Prélèvement des rognages sur vigne	168
Détermination du rendement sur vigne.....	169
Prélèvement des sarments sur vigne	170
Échantillonnage à la récolte - Légumes frais de plein champ	171
Échantillonnage sur prairie	174
Prélèvements en végétation et à la récolte de plante à racine tubérisée (betterave sucrière)	178
Échantillonnage sur cultures à grains : céréales.....	183
Échantillonnage sur cultures à grains : tournesol : rendement et absorption d'azote par les parties aériennes	186
Échantillonnage sur cultures à grains : Colza d'hiver : rendement et absorption d'azote par les parties aériennes	189
Échantillonnage des horizons supérieurs d'un sol pour analyses chimiques usuelles et microbiologiques.....	191
Échantillonnage de sol pour mesures physiques	194
Échantillonnage d'eau en nappe perchée.....	197
Méthode d'acquisition de données climatiques.....	198
Préparation et conditionnement des échantillons de sol	200
Préparation et conditionnement des échantillons de PRO	205
Préparation et conditionnement des échantillons de plantes	210
Procédure statistique de validation et d'exploitation annuelle des données	216
I. Les étapes de validation d'un essai agronomique au champ	216
II. Validation statistique des données	217
III. Analyse annuelle des données (ANOVA)	221
IV. Mise en évidence des groupes homogènes de traitements.....	224
V. Autres points.....	225
VI. Analyses et interprétations statistiques : CE QU'IL FAUT RETENIR.....	226
Procédure statistique d'analyse de données d'essais en réseau et approche temporelle	228
I. Mise en place d'un réseau d'essais.....	228
II. Démarche et outils statistiques utilisés pour analyser les réseaux d'essais	229
III. Outils statistiques utilisés pour analyser les réseaux d'essais en prenant en compte une dimension temporelle	232
ANNEXES	235
Annexe 1 : Liste des analyses pour la matrice SOL.....	236
Annexe 2 : Liste des analyses pour la matrice PRO	243
Annexe 3 : Liste des analyses pour la matrice PLANTE	253
Annexe 4 : fiche de relevé des caractéristiques initiales de la parcelle expérimentale	257
Annexe 5 : fiche de relevé de l'historique de la parcelle expérimentale	259
Annexe 6 : Seuils NF U 44	262
Annexe 7 : Plan d'épandage.....	267
Annexe 7 : Nomenclature provisoire des PRO.....	271

Liste des sigles et abréviations

ACTA :	Association de Coordination Technique Agricole
ADN :	Acide Désoxyribonucléique
AFNOR :	Association Française de Normalisation
ANSES :	Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail
APCA :	Assemblée Permanente des Chambres d'Agriculture
API :	Autorisation Provisoire d'Importation
APV :	Autorisation Provisoire de Vente
ARAA :	Association pour la Relance Agronomique en Alsace
ARNm :	Acide RiboNucléique messenger
ARS :	Agence régionale de santé
BIPEA :	Bureau Interprofessionnel d'Etudes Analytiques
BN FERTI :	Bureau de Normalisation pour les FERTIlisants
CEC :	Capacité d'Echange Cationique
CAU :	Coefficient Apparent d'Utilisation
CE :	Communauté Européenne
CEC :	Capacité d'Echange Cationique
CETIOM :	Centre Technique Interprofessionnel des Oléagineux, des protéagineux et du chanvre
CIRAD :	Centre de coopération Internationale en Recherche Agronomique pour le Développement
COMIFER :	Comité Français d'études et de développement de la fertilisation raisonnée
CTO :	Composé Trace Organique
DD(CS)PP :	Direction Départementale (de la Cohésion Sociale et) de la Protection des Populations
DDT :	Direction départementale des territoires
DTPA :	Diéthylène Triamine Penta Acétique
DDT(M) :	Direction Départementale des Territoires (et de la Mer)
DSM :	Dénomination Spécification Marquage
EDTA :	Ethylène Diamine Tétra-Acétique
EM :	Etats membres
ET :	Elément trace
ETP :	Evapotranspiration potentielle
GES :	Gaz à Effet de Serre
GPS :	Global Positioning System
ha :	Hectare
HAP :	Hydrocarbure Aromatique Polycyclique
IAA :	Industrie Agro-Alimentaire
ICPE :	Installation Classée pour la Protection de l'Environnement
IFV :	Institut Français de la Vigne et du Vin
IGN :	Institut Géographique National
INERIS :	Institut National de l'Environnement Industriel et des Risques
INRA :	Institut National de la Recherche Agronomique
ISMO :	Indice de Stabilité de la Matière Organique
ITAB :	Institut Technique de l'Agriculture Biologique

ITB :	Institut Technique de la Betterave
k1 :	Coefficient isohumique
Keq :	Coefficient d'équivalence
LDAR :	Laboratoire Départemental d'Analyses et de Recherche
MB :	Matière brute
MESE :	Mission d'Expertise et de Suivi des Epandages
Mh :	Minéralisation de l'humus
MIATE :	Matières d'Intérêt Agronomique issues du Traitement des Eaux
MIRSPAA :	Mission Interdépartementale pour le Recyclage des Sous-Produits de l'Assainissement en Agriculture
MIS :	Microorganismes d'intérêt sanitaire
MO :	Matière organique
MRAD/MVAD :	Mission de Recyclage/Valorisation Agricole des Déchets
Nabs :	Azote absorbé
p.aer :	Parties aériennes
OI :	Organisme Indépendant
PRO :	Produit Résiduaire Organique
SAGE :	Schéma d'aménagement et de gestion des eaux
SATEGE :	Service d'Assistance Technique à la Gestion des Epandages
SDAGE :	Schéma Directeur d'Aménagement et de Gestion des Epandages
SMRA68 :	Syndicat Mixte de Recyclage Agricole du Haut-Rhin
STH :	Surface Toujours en Herbe
TSP :	Triple SuperPhosphate
UE :	Union Européenne
VERI :	Véolia Environnement Recherche et Innovation
ZNIEFF :	Zones Naturelles d'Intérêt Ecologique Faunistique et Floristique

Liste des symboles chimiques

As :	Arsenic
C :	Carbone
Ca :	Calcium
Co :	Cobalt
CO :	Carbone organique
CO ₂ :	Dioxyde de carbone
Cu :	Cuivre
K :	Potassium élément
K ₂ O :	Forme oxydée du potassium
Mg :	Magnésium élément
MgO :	Forme oxydée du magnésium
N :	Azote
N ₂ O :	Protoxyde d'azote
NH ₄ :	Ammonium
NH ₃ :	Ammoniac
P :	Phosphore élément
P ₂ O ₅ :	Forme oxydée du phosphore
Pb :	Plomb
Zn :	Zinc

Présentation du guide méthodologique

I. Contexte, genèse

En 2000 est paru un guide méthodologique pour l'expérimentation au champ, concernant les Produits d'Origine Non Agricole Recyclés en Agriculture (« guide PONARA »). Ce document a été rédigé dans le cadre des travaux du groupe Recyclage en Agriculture des Produits d'Origine Non Agricole du COMIFER (« COMIFER RAPONA »). L'objectif principal était de développer une démarche pratique de conception, de mise en œuvre et de suivi d'essais sur ces produits pour *in fine* faciliter l'acquisition des connaissances dans ce domaine.

Depuis quelques années, la valorisation agronomique des produits organiques recyclés en agriculture est analysée globalement, quelle que soit l'origine de ces produits. Le terme de PRO (Produit Résiduaire Organique) est désormais employé, et c'est la raison pour laquelle le groupe du COMIFER a changé de nom, pour devenir le groupe « COMIFER PRO ».

Depuis 2008, l'idée de rédiger un nouveau guide est née, visant à intégrer l'ensemble des PRO, avec une approche très pragmatique et facile d'application pour les expérimentateurs.

Le guide PONARA n'a pas permis une bonne harmonisation des protocoles expérimentaux et des modes opératoires. De plus il ne concernait que les produits d'origine non agricole, alors qu'il est convenu aujourd'hui que le recyclage en agriculture doit être traité de manière globale et générique pour l'ensemble des produits organiques. Le guide PONARA avait été conçu pour les techniciens et conseillers des missions de valorisation agricole des déchets en vue de leur apporter un certain nombre de consignes générales sur les expérimentations au champ. Il ne donnait pas les informations opérationnelles pour conduire un essai ni les méthodes de référence (protocoles et modes opératoires) pour différents thèmes agronomiques étudiés au champ. **Ce guide n'avait d'ailleurs pas pour objectif d'harmoniser les protocoles d'essais ni de permettre la mutualisation des données.**

Les approches expérimentales n'ont donc pas été coordonnées entre les régions françaises utilisatrices de PRO d'origine urbaine / industrielle et d'effluents d'élevage. **Ce manque d'harmonisation a rendu difficile la comparaison des résultats et leur intégration par rapport aux caractéristiques et à l'origine des PRO, et, n'a pas permis *in fine* de valider des outils de gestion, des modèles prévisionnels et des indicateurs de laboratoire opérationnels sur un jeu de données cohérent au niveau national et représentatif des pratiques régionales.**

Les différents travaux menés par le COMIFER PRO et l'organisation régulière de **journées techniques** (Colloque ADEME, 2004 ; Journées nationales des missions déchets, APCA ; L'utilisation des produits organiques, colloque COMIFER-Académie d'Agriculture, 2009, etc.) témoignent des **enjeux**, des **questions** soulevées et des **besoins** de références et d'outils de gestion développés à partir de données homogènes acquises dans des situations représentatives quant au recyclage agricole des PRO. Une **journée technique de Colmar (2007)**, dont l'objectif visait une première synthèse des résultats acquis sur des sites de longue durée, a souligné l'importance d'implanter (i) un réseau de quelques sites expérimentaux d'observations détaillées et de longue durée (SOERE PRO¹) pour effectuer un bilan à l'échelle de la parcelle des entrées/sorties des éléments (fertilisants, contaminants), développer des modèles prévisionnels et hiérarchiser les risques, mais également

¹ L'INRA a mis en place un SOERE PRO (Système d'Observation et d'Expérimentation, sur le long terme, pour la Recherche en Environnement sur les Produits Résiduaire Organiques) qui est composé de sites de longue durée fortement instrumentés, étudiant précisément les mécanismes régissant le devenir des PRO à l'échelle de la parcelle et permettant d'effectuer des bilans et de développer des modèles prévisionnels des effets des épandages de PRO.

(ii) un réseau de sites d'observations plus légers et de courte durée pour accroître la diversité des situations expérimentales (contextes pédoclimatiques, systèmes de cultures et PRO) et obtenir des références régionales. L'importance de la mutualisation des résultats a été soulignée pour apporter des réponses plus génériques à des questions posées tout en gardant la valeur de référence locale d'un essai, et comprendre pourquoi des résultats peuvent être en apparence contradictoires en l'absence de coordination, dialogue et mutualisation. **Cette mutualisation des résultats des essais au champ passe par l'harmonisation des méthodes et s'intègre justement dans le cadre du projet Réseau PRO.** Cette harmonisation fait l'objet du présent guide méthodologique.

Le guide méthodologique Réseau PRO propose les innovations suivantes :

- **harmoniser** au niveau national les méthodes utilisées et coordonner les essais de plein champ sur l'utilisation des PRO en agriculture dans le but d'obtenir des données cohérentes et exploitables par et pour la communauté scientifique et technique ;
- proposer une **démarche commune et concertée** pour l'ensemble des PRO, urbains et agricoles ;
- **diffuser** un document exploitable auprès de la profession agricole.

En résumé, ce guide comprend des procédures précises permettant d'intégrer les données dans des Bases de Données communes et harmonisées.

II. Contenu

Le guide présente tout d'abord le contexte réglementaire du recyclage agricole et les dispositions prises pour vérifier que ces produits (i) présentent un intérêt agronomique et (ii) soient inoffensifs pour l'homme, les animaux et l'environnement, avec 3 fiches selon qu'il s'agit (i) de mise sur le marché, (ii) de plans d'épandage ou (iii) de dérogation. Des définitions et principes généraux sur l'expérimentation viennent ensuite. Puis il décrit la démarche qualité dans un laboratoire, les méthodes d'analyse, avec des critères de choix de méthodes en fonction des matrices et des objectifs recherchés, ainsi que des éléments sur le choix d'un laboratoire d'analyses. Le document présente spécifiquement des méthodes de mise en place d'un essai au champ (choix de la parcelle, choix du dispositif expérimental). Il rassemble des protocoles d'essais au champ sur 4 grandes thématiques (azote, phosphore, effets à long terme sur la matière organique du sol, devenir des contaminants) et l'ensemble des modes opératoires d'échantillonnage, mesures et observations sur les sols, les plantes et les PRO. Enfin, il propose des procédures permettant d'analyser la qualité agronomique des données acquises, et des éléments pour le traitement statistique des résultats d'essais au champ.

A noter que pour la thématique azote, la plus étudiée, les protocoles ont ciblé 2 grandes options : (option 1) référencer des coefficients d'utilisation (CAU et Keq) de l'azote des PRO, (option 2) référencer des cinétiques de minéralisation au champ de l'azote organique et les comparer à celles établies au laboratoire (incubation en conditions contrôlées).

Une annexe aux différents protocoles est intégrée au guide pour acquérir des données complémentaires quant à la « **Qualité des productions agricoles** ».

Comment utiliser ce guide ? Le schéma page 13 permet de bien comprendre la structure de ce guide et comment se référer aux différents chapitres. Par ailleurs, vous trouverez pour chaque chapitre l'adresse mail du (ou des) coordonnateur(s) du chapitre, auquel vous pouvez vous adresser pour davantage de précisions.

Définitions utiles en préambule

Les définitions qui suivent sont issues des normes Matières fertilisantes et Supports de Culture.

Matières fertilisantes

Les “matières fertilisantes” sont des produits destinés à assurer ou à améliorer la nutrition des végétaux ou les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols. Elles comprennent notamment les engrais, les amendements et les supports de culture.

Engrais

Matière fertilisante dont la fonction principale est d'apporter aux plantes un ou plusieurs éléments directement utiles à leur nutrition ; la teneur en élément(s) nutritif(s) est au moins égale à 3 % en masse pour l'un des trois éléments nutritifs majeurs (azote, phosphore, potassium). La législation française distingue différents types d'engrais suivant leur forme chimique ou physique et leur origine minérale ou organique.

Amendements

Matières minérales ou organiques dont l'emploi est principalement destiné à entretenir ou à améliorer les propriétés physiques et/ou chimiques et/ou l'activité biologique des sols.

Amendements organiques

Matières fertilisantes composées principalement de combinaisons carbonées d'origine végétale, ou animale et végétale en mélange, destinées à l'entretien ou à la reconstitution du stock de matière organique du sol et à l'amélioration de ses propriétés physiques et/ou chimiques et/ou biologiques.

Amendements minéraux basiques

Matières fertilisantes contenant des carbonates, des oxydes, des hydroxydes et/ou des silicates, généralement associés à du calcium et/ou du magnésium, et destinées principalement à maintenir ou à élever le pH du sol et à en améliorer les propriétés.

Supports de culture

Les “supports de culture” sont des produits destinés à servir de milieu de culture à certains végétaux et à leur permettre, par ancrage de leurs organes absorbants, d'être en contact avec les solutions nécessaires à leur croissance.

III. Travail collectif et perspectives

La rédaction de ce guide a mobilisé un travail collectif important, impliquant de nombreux partenaires, qu'il convient de remercier pour ce travail conséquent et innovant. Il s'inscrit dans le cadre du projet « Réseau PRO », lauréat de l'appel à projets CASDAR IP 2010, cofinancé par l'ADEME et soutenu par le Réseau Mixte Technologique « Fertilisation & Environnement » (RMT F&E).

Les partenaires ayant contribué au montage de ce projet, dont la plupart sont membres du groupe COMIFER PRO, ont naturellement inclus ce guide méthodologique parmi les actions à mener au sein du projet.

Le Réseau PRO prend le relai de ce groupe, et a des prérogatives plus larges (effets des PRO sur les plans agronomique, environnemental et sanitaire) que le groupe PRO du COMIFER (qui traite uniquement des aspects fertilisants des PRO). Il est néanmoins prévu que le groupe PRO du COMIFER valide ce guide méthodologique et contribue à sa diffusion et à son actualisation.

La mise à disposition du guide se fait *via* Internet, en téléchargement libre sur le site du RMT Fertilisation & Environnement, et sera accessible également depuis le site du COMIFER *via* un lien.

Perspectives : l'un des objectifs de ce guide est d'aider à la validation des indicateurs de laboratoire dans les conditions de plein champ. L'évaluation d'indicateurs de valeur « engrais » ou « amendement » utilisés au laboratoire à mettre en parallèle avec des essais au champ devrait permettre **d'établir les voies de passages du labo au champ**. Un projet est en cours avec cet

objectif, PROLAB. Les résultats de ce projet pourront être utilisés dans une prochaine version du guide.

Il s'agit ici d'une première version, perfectible. Certaines parties sont plus abouties que d'autres.

Si à la lecture vous pensez pouvoir apporter des améliorations, nous apprécierons vos retours par mail aux deux adresses suivantes :

mathilde.heurtaux@acta.asso.fr et ndamay@aisne.fr

GUIDE MÉTHODOLOGIQUE RÉSEAU PRO

1) Informations contextuelles : aspects réglementaire et technique

Contexte réglementaire du recyclage agricole des PRO

2) Choix pour la mise en place et le suivi d'un essai

Méthodes de caractérisation au laboratoire – Recommandation sur le choix du laboratoire d'analyse des PRO, du sol et de la plante
Méthodes de choix de la parcelle expérimentale
Méthode de choix du dispositif statistique de l'essai

PROTOCOLES

Contenu pour une thématique donnée :

État des connaissances et contexte, objectifs de l'essai
Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai
Caractérisation initiale de la parcelle d'essai
Observations et mesures
Gestion, traitement, validation et diffusion des données

Azote : évaluation de la cinétique de minéralisation de l'azote organique d'un PRO (sol nu)

Azote : évaluation de la cinétique de l'effet direct azote (et du soufre) d'un PRO sur une culture réceptrice

Version grandes cultures + cultures légumières + prairie et version cultures pérennes

Phosphore : valeur fertilisante phosphatée des PRO

Annexe au protocole : étude du K, Mg et pH du sol

Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matière organique après apports répétés de PRO dans un sol cultivé – conséquences sur les services écosystémiques des sols associés à leur statut organique

Version grandes cultures cultures légumières prairie

Contaminants : suivi du devenir de contaminants (*éléments traces, composés traces organiques, microorganismes d'intérêts sanitaires*) dans les compartiments sol, plante, eau suite à l'épandage d'un PRO

Annexe aux protocoles - Objectif supplémentaire de suivi : « **Qualité des productions agricoles** »

Possibilité d'étudier plusieurs thématiques sur le même essai
Interactions possibles entre les protocoles

MÉTHODES

Modes Opérateurs PRO

Échantillonnage d'un PRO liquide / solide
Méthode d'épandage manuel d'un PRO liquide / solide
Méthode d'épandage machine d'un PRO liquide / solide

Modes opératoires PLANTES

Échantillonnage sur vigne
Échantillonnage sur légumes frais
Échantillonnage sur prairie
Échantillonnage sur racines et tubercules
Échantillonnage sur grandes cultures – grains / pailles

Modes opératoires SOL

Échantillonnage du sol pour :
Analyses physico-chimiques usuelles
Reliquats azotés
Mesures physiques (stabilité structurale, densité apparente...)
Mesures biologiques

Mode opératoire EAU

Echantillonnage des eaux souterraines

Autres méthodes

Méthode de suivis climatiques
Méthodes de conditionnement et de conservation des échantillons à long terme (sol, plante et PRO)

Les protocoles renvoient à des modes opératoires

3) Procédures statistiques et valorisation des données acquises

Validation statistique des données et analyses annuelles des résultats
Analyse de données en réseau d'essais et approche temporelle

Contexte réglementaire

Première partie : Comprendre la réglementation

I. Principes et dispositions générales pour l'usage de matières fertilisantes en agriculture

Le code rural et de la pêche maritime (L255-1) définit les matières fertilisantes et les supports de culture (MFSC) : « tous les produits dont l'emploi est destiné à assurer ou à améliorer la nutrition des végétaux ainsi que les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sols ; les produits destinés à servir de milieu de culture à certains végétaux ».

La réglementation pour l'utilisation sur sol agricole ne reconnaît pas le terme de produit résiduaire organique (PRO) mais seulement celui de matière fertilisante (ou support de culture).

I.2. Principes fondamentaux

Les matières valorisées doivent :

- présenter un intérêt agronomique (notion d'efficacité),
- être inoffensives pour l'homme, les animaux et l'environnement (notion d'innocuité).

I.3. Dispositions générales pour l'usage ou la mise en marché

L'article L255-2 du code rural stipule :

« Il est interdit d'importer, de détenir en vue de la vente, de mettre en vente, de vendre, d'utiliser ou de distribuer à titre gratuit, sous quelque dénomination que ce soit, des matières fertilisantes et des supports de culture lorsqu'ils n'ont pas fait l'objet d'une homologation ou, à défaut, d'une autorisation provisoire de vente, d'une autorisation de distribution pour expérimentation ou d'une autorisation d'importation. »

Le principe général est donc celui de l'homologation.

Les autres modalités envisagées ne le sont qu'à titre dérogatoire au principe général de l'homologation :

« Toutefois, sous réserve de l'innocuité des matières fertilisantes ou supports de culture à l'égard de l'homme, des animaux, ou de leur environnement, dans des conditions d'emploi prescrites ou normales, les dispositions du premier alinéa ne sont pas applicables :

1. *Aux produits dont la normalisation, au sens de la loi du 24 mai 1941, a été rendue obligatoire ;*
2. *Aux produits mis sur le marché dans les conditions prévues par les dispositions réglementaires prises en application de directives des communautés européennes, lorsque ces dispositions ne prévoient ni homologation ni autorisation préalable à la mise en vente ;*
3. *Aux rejets, dépôts, déchets ou résidus dont l'évacuation, le déversement ou l'épandage sur des terrains agricoles est réglementé, cas par cas, en application de la loi n° 64-1245 du 16 décembre 1964 relative au régime et à la répartition des eaux et à la lutte contre leur pollution ou du livre V (titre 1er) du code de l'environnement ou de la loi n° 92-3 du 3 janvier 1992 sur l'eau, eu égard à la conservation de la fertilité des sols ;*
4. *Aux produits organiques bruts et aux supports de culture d'origine naturelle non mentionnés au 3°, livrés en l'état ou mélangés entre eux, lorsqu'ils sont obtenus à partir de matières naturelles sans traitement chimique, qu'ils constituent des sous-produits d'une exploitation agricole ou d'un établissement non agricole d'élevage ou d'entretien des animaux et sont cédés directement, à titre gratuit ou onéreux, par l'exploitant.*

Dans tous les autres cas, l'emploi sur sol agricole n'est pas autorisé.

I.4. Matière fertilisante, PRO, déchet, produit : quelle approche ?

Du point de vue réglementaire, toutes les matières, organiques ou non, présentant un intérêt pour la nutrition des cultures et une innocuité vérifiée peuvent être ramenées à une des situations précédentes.

Un tableau de correspondance nomenclature PRO et textes réglementaires applicables est situé en annexe.

Pour certains PRO (effluents d'élevages, sous-produits agroindustriels non transformés...) et en application du Code rural, la notion de déchet ou de produit n'est pas pertinente pour déterminer ou non l'emploi d'une matière sur terrain agricole.

Pour d'autres PRO (boues d'épuration urbaines et industrielles), la notion de déchets influence les modalités d'élimination offertes par la réglementation. D'après le Code de l'Environnement ([Titre 5 - art. L541-1-1, section II](#)), un déchet est défini ainsi : « *tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement tout bien, meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon* »

Lorsqu'un PRO répond aux principes fondamentaux énoncés ci-dessus et porte le statut de déchets, il ne peut pas faire l'objet d'une commercialisation et doit être utilisé en agriculture selon un plan d'épandage. Dans ce cas, le producteur du dit déchet est responsable de l'usage agricole de la matière et des éventuelles incidences sur le milieu.

A l'inverse, un PRO ayant le statut de produit est commercialisable. Son utilisation est conditionnée par des prescriptions adaptées (doses, cultures...) à ses spécificités (teneur en N/P/K...) qui doivent être fournies par le producteur (metteur sur le marché). Dans ce cas, le producteur du déchet est responsable du produit simplement jusqu'à sa mise sur le marché. Après commercialisation, c'est l'utilisateur qui devient responsable de son usage.

II. Mise en marché : produits homologués, normalisés et normalisation d'une matière fertilisante

II.1. Principe de la mise en marché

Selon le Code Rural, la mise sur le marché des matières fertilisantes et supports de cultures est réglementée par les articles L955-1 à L955-11 issus de la [loi n° 79-595 du 13 juillet 1979](#).

Aux principes d'efficacité agronomique et d'innocuité, dans le cas de la mise en marché, s'ajoutent deux principes supplémentaires :

- Constance des produits : homogénéité, constance, stabilité,
- Référence à un document technique officiel accessible à l'utilisateur.

II.2. Homologation : procédure normale de la mise sur le marché

L'homologation est la procédure normale de mise en marché. C'est une procédure individuelle ou collective spécifique à un produit (ou groupe de produits « ne différant du produit objet de la demande d'homologation que par la mise en œuvre des mêmes matières premières dans des proportions différentes² »).

Il existe à côté de l'homologation, deux autres procédures spécifiques : l'autorisation provisoire de vente (APV) et l'autorisation provisoire d'importation (API). L'homologation est un processus codifié par [l'arrêté du 21 décembre 1998](#) et passe par le dépôt d'un dossier auprès de la Direction générale de l'alimentation (DGAL) du Ministère de l'Agriculture, de l'Alimentation, de la Pêche et des Affaires Rurales.

L'instruction du dossier de demande d'homologation passe par un avis de l'Anses (Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail).

La Loi d'avenir agricole de 2014 a confirmé le rôle de l'Anses dans la procédure de mise en marché des fertilisants. L'agence a un rôle dans l'évaluation du dossier du point de vue sanitaire et environnemental et, par l'avis qu'elle rend, désormais délivre également l'autorisation de mise sur le marché (cf. alinéa 9 de

² Arrêté du 21 décembre 1998, art.1

l'article 1313-1 du code de la santé publique introduit par l'article 51 de la loi n°2014-1170 du 13 octobre 2014 d'avenir pour l'agriculture, l'alimentation et la forêt).

II.2.1. Description du produit :

La composition du produit est connue et la responsabilité de l'utilisation du produit dans le respect de la réglementation relève de l'utilisateur (ex : en zone vulnérable nitrate, respecter les doses d'azote par hectare).

II.2.2. Etiquetage et prescription d'emploi normal :

Le metteur en marché du produit homologué fournit une prescription d'emploi normal (dose)³. Certains flux peuvent notamment faire l'objet de limitations réglementaires, par an ou sur 10 ans (ex : certains éléments traces métalliques).

Pour une procédure d'homologation, la démarche à suivre ainsi que les documents à fournir sont consultables sur la page [homologation des MFSC de l'ANSES](#).

Pour connaître la tarification exacte pratiquée, se reporter à la [note d'information publiée par l'Anses](#). L'arrêté du 21 décembre 1998 encadre cette procédure.

II.3. Normalisation

Par dérogation au principe de l'homologation, pour les matières connues de longue date et dont l'innocuité et l'efficacité sont prouvées, il est possible de demander l'introduction d'une dénomination de type dans une norme rendue d'application obligatoire. Contrairement à l'homologation, toute matière respectant les critères de spécification (seuils, fréquences d'analyse, etc.) et de marquage définis dans une norme peut se revendiquer de celle-ci, à condition d'être en mesure de prouver le respect des critères de qualité, traçabilité et marquage.

Que ce soit pour l'homologation ou pour la normalisation, la matière fertilisante fait l'objet d'un dossier technique, étudié par l'Anses qui en évalue l'efficacité et l'innocuité à l'égard de l'homme, des animaux, ou de leur environnement, dans des conditions d'emploi prescrites ou normales.

L'Anses, de même que pour la procédure d'homologation, rend un avis, sur la base d'un dossier technique et d'un projet de norme, sur le risque sanitaire et environnemental. L'Anses est également en mesure, depuis septembre 2014, de délivrer l'autorisation de mise sur le marché.

Cette procédure, d'un usage simplifié pour les fabricants et les metteurs en marché, passe par une autosurveillance du PRO permettant selon les résultats d'analyses de se déclarer conforme à une norme existante. Il existe parfois plusieurs normes qui peuvent, selon les caractéristiques du PRO considéré, permettre la mise en marché (cf. [Annexe 6](#)).

II.4. Mise en marché et utilisation de fertilisants organiques provenant d'un autre pays membre de l'UE

L'utilisation de matières fertilisantes provenant d'autres pays membres de l'UE **n'est pas autorisée à moins que le metteur en marché se soit mis en conformité via une procédure dite d'homologation par reconnaissance de norme.**

Cette procédure est décrite dans l'arrêté du 21 décembre 1998.

Pour les fertilisants minéraux uniquement, il existe un règlement (CE) 2003/2003 définissant les critères de mise en marché au niveau européen.

Les procédures et la réglementation afférente sont précisées dans une [fiche de la DGE](#) (Direction Générale des Entreprises).

³ Décret 80-478 du 16 juin 1980

Les réflexions actuellement en cours sur un règlement européen qui couvrirait l'ensemble du champ des MFSC est traité ci-après.

III. Les normes : une démarche volontaire rendue d'application obligatoire pour les matières fertilisantes

Un certain nombre de PRO sont mis sur le marché en se revendiquant d'une norme rendue d'application obligatoire. Pour cette catégorie de PRO, se reporter également à la fiche n°1.

III.1. Le Bureau de normalisation : BNFERTI

En système de normalisation français, les matières fertilisantes et supports de culture sont suivis par le Bureau de Normalisation de la fertilisation (BNFERTI), par délégation de compétence Afnor (Association française de normalisation).

Voir : <http://www.anpea.com/le-bureau-de-normalisation.html>

Les normes concernées sont des normes NF U (Norme française du secteur agricole).

III.2. Normes existantes et consultation des normes

La liste exhaustive des normes NF U existantes et rendues d'application obligatoire est consultable via l'[arrêté du 5 septembre 2003 modifié](#) et [arrêté du 18 mars 2004 modifié](#).

Pour connaître la liste des normes MFSC rendues d'application obligatoire consulter la [page dédiée du BNFerti](#)

Les normes « dénomination, spécification, marquage » matières fertilisantes organiques (assimilables à des PRO), auxquelles il est le plus couramment fait référence sont :

- NF U 44 051 : amendements organiques. Cette norme compte 11 dénominations de type (voir tableau récapitulatif en Annexe) ;
- NF U 44 095 : amendement organique contenant des MIATE (Matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux) ;
- NF U 42 001-2 : engrais organiques (la NF U 42 001-1 faisant référence aux engrais minéraux) ;
- NF U 44 551 : support de culture.

L'accès au document normatif est payant. Néanmoins, dans le cas des normes rendues d'application obligatoire, la consultation en ligne sur [le site de l'Afnor](#) est possible (sur la base d'une inscription gratuite). Il est conseillé d'utiliser Internet explorer pour naviguer sur le site et afficher facilement les documents normatifs.

IV. Réglementation spécifique à l'épandage de PRO sur terrain agricole

IV.1. Une approche réglementaire au cas par cas

Pour connaître les règles s'appliquant à l'utilisation sur terrain agricole des matières fertilisantes qui ne seraient ni homologuées ni normalisées, il convient de se reporter, **au cas par cas** :

- Aux règles définies, dans les **arrêtés fixant les prescriptions générales** (ou techniques) applicables aux ICPE correspondantes, et en particulier :
 - Arrêté du 2 février 1998, fixant les règles d'épandage pour la plupart des ICPE, en dehors des installations de compostage et de méthanisation
 - Arrêté du 8 janvier 1998, pour l'épandage des boues urbaines,

- Au sein de la nomenclature ICPE, organisée par activité (Déchets ; Agroalimentaire ; Textiles cuirs et peaux) pour chaque rubrique (ex : 2750 station d'épuration industrielle, 2780 – compostage, 2781 méthanisation), des régimes différents sont définis selon la taille ou le volume d'activité, avec un niveau croissant d'exigences environnementales :
 - o Déclaration
 - o Enregistrement
 - o Autorisation
- **Les arrêtés** fixant les prescriptions générales applicables et **donc les règles d'épandage peuvent varier** en fonction du régime de l'installation dont le PRO est issu.

Se reporter à l'[annexe 7](#) pour les autres arrêtés mentionnant des prescriptions pour l'épandage de PRO.

Le plan d'épandage trouve tout son sens pour le retour au sol de matières présentant potentiellement un intérêt agronomique mais dont la constance ne peut être garantie. Leur utilisation sur sol agricole justifie donc une procédure de contrôle et de suivi renforcé. La profession agricole reste attachée à ce mode de recyclage des PRO en agriculture qui apporte garanties, traçabilité et confiance aux utilisateurs.

IV.2. Le plan d'épandage (principes généraux)

Le suivi de l'épandage de PRO d'origine agricole est valable pour tous types d'effluents issus d'un processus de production animale (élevages). On peut utiliser, qu'il s'agisse d'un plan de fumure ou d'épandage, des valeurs de référence (norme CORPEN) pour la composition physico-chimique des déjections animales, à défaut d'analyses en laboratoire. On considère que les risques de contamination ou d'accumulation en micropolluants métalliques et organiques sont généralement faibles. Certains oligo-éléments, tels que Cu (lisier) et Zn (fientes), peuvent cependant faire l'objet d'un suivi plus approfondi. Enfin, les effets potentiels des résidus de traitement sanitaire, lorsque les cheptels sont conduits de manière à répondre aux exigences des filières, sont encore insuffisamment qualifiés.

Dans le cas d'un plan d'épandage, on détermine un parcellaire agricole potentiellement épandable sur lequel pourra être utilisé l'effluent considéré. L'utilisation du PRO est conditionnée à un cahier d'épandage et peut faire l'objet, en zone vulnérable vis-à-vis des nitrates, d'un programme prévisionnel détaillant selon la culture réceptrice la dose d'azote prévue.

La surface potentiellement épandable doit tenir compte des distances d'exclusion (par rapport aux cours d'eau, habitations ou autre), détaillées dans les textes réglementaires concernés (RSD, arrêtés ICPE).

Le plan d'épandage des boues urbaines ou industrielles se distingue par des prescriptions supplémentaires fixées pour tenir compte d'une potentielle contamination des sols en micropolluants métalliques et organiques pouvant à terme avoir un effet néfaste sur la fonctionnalité des sols, la productivité et la qualité des cultures.

Ce type de plan d'épandage impose, en plus du parcellaire potentiellement épandable, un suivi en éléments traces métalliques et quelques composés traces organiques dans les PRO pour pouvoir juger de leur innocuité vis-à-vis d'une utilisation agricole. Il précise également de suivre l'incidence des épandages sur certains paramètres du sol, pH et teneur en éléments traces métalliques via l'implantation de parcelle de référence⁴ pour une surface de sol jugée homogène d'un point de vue agro-pédologique.

IV.2.1. Qu'est-ce qu'un plan d'épandage ?

Le plan d'épandage est un plan parcellaire sur un fond de carte reconnu par l'administration indiquant les zones où l'épandage des produits organiques est permis, interdit ou déconseillé. Il permet la vérification du

⁴ Pour les boues urbaines, l'arrêté du 8 janvier 1998 fixe cette surface à 20 ha alors que pour les boues industrielles la DREAL peut augmenter cette surface en cohérence avec la surface du plan d'épandage.

respect de la réglementation liée aux épandages dans les zones autorisées (distance cours d'eau, habitations, captages...).

Le plan d'épandage permet d'élaborer un cahier d'épandage faisant apparaître à l'échelle de la parcelle culturale, les zones autorisées ou non à l'épandage.

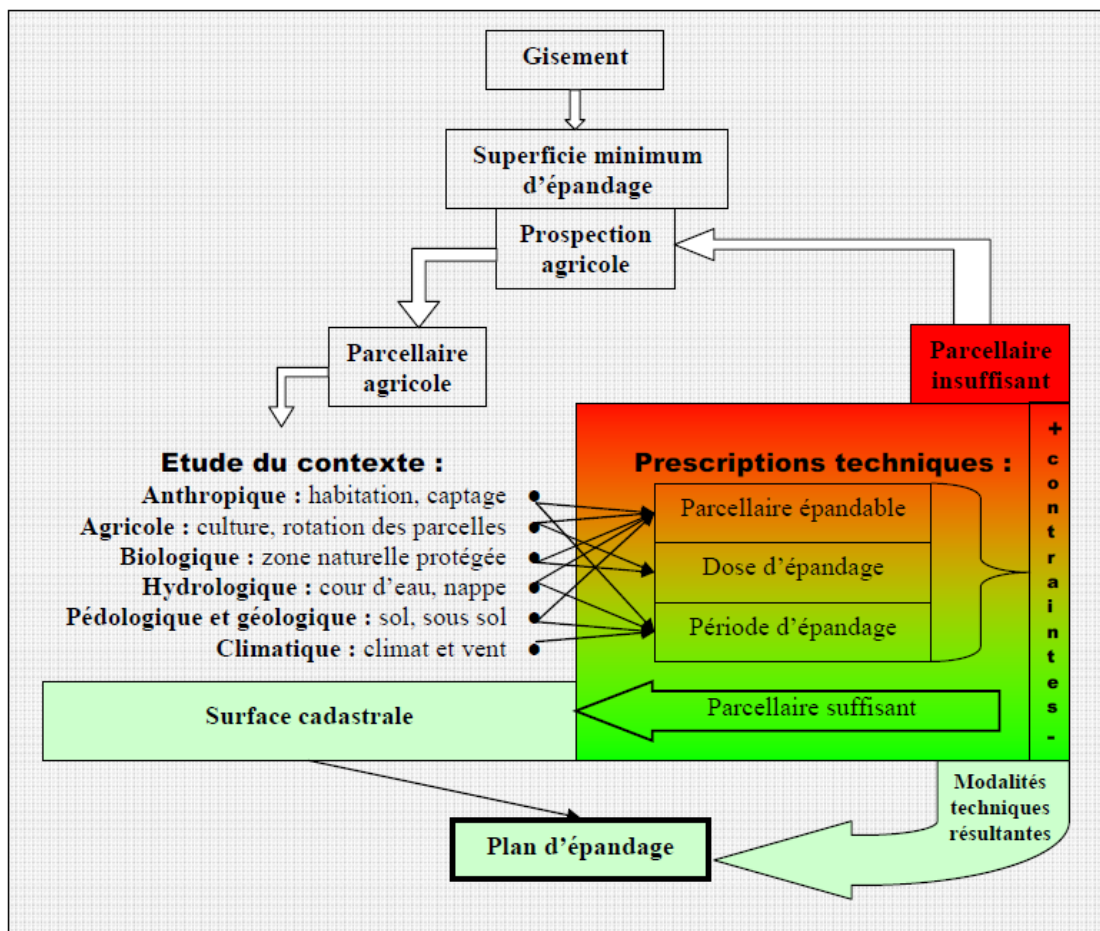
Le plan d'épandage doit être tenu à jour régulièrement : chaque fois qu'est ajoutée une nouvelle parcelle, le plan doit être actualisé et toutes les parcelles sur lesquelles des matières organiques sont épandues, doivent faire partie du plan d'épandage.

IV.2.2. Que contient un plan d'épandage ?

De façon générale, le plan d'épandage comporte une étude où figurent les informations suivantes :

- Connaissance des matières à épandre et de leur origine (site et procédé, quantités, qualité),
- Contexte réglementaire qui s'applique à la zone d'étude (textes nationaux et départementaux : arrêtés d'application nationaux relatifs à l'ICPE, plan départemental d'élimination des déchets ménagers et assimilés, périmètres de protection de captages, zones vulnérables, ZNIEFF, SAGE...),
- Etude de la zone d'épandage (description, contexte),
- Plan d'épandage (périmètre, parcelles et exploitations concernées),
- Techniques d'épandage prévues et organisation du travail.

Figure 1 : Schéma synthétique des étapes de réalisation d'un plan d'épandage



Légende : ■ Contexte trop contraignant ■ Contexte présentant des contraintes envisageables

IV.2.3. Qui réalise les plans d'épandage, les instruit et les suit ?

Les plans d'épandage, dont le contenu est défini réglementairement et dépend du type de matière à recycler (cf. annexe), sont le plus souvent réalisés par des prestataires indépendants des producteurs du PRO (Bureaux d'études, Associations, Syndicats, Chambres d'agriculture, Groupements d'agriculteurs, Coopérative...).

Les plans d'épandage urbains (déchets des collectivités autres que les boues) : Dans la plupart des départements, les plans d'épandage sont instruits à l'aide d'une consultation inter services coordonnée par les Directions Départementales des Territoires (et de la Mer) ou DDT(M). La consultation interservices prend en compte différents avis (Agence régionale de santé, ARS, pour les périmètres de captage ; Organisme Indépendant pour les questions liées au plan d'épandage ; Direction Départementale [de la Cohésion Sociale et] de la Protection des Populations, DD(CS)PP, si le plan d'épandage intègre des éleveurs).

→L'ARS donne un avis sur la localisation des parcelles par rapport aux périmètres de protection des captages. L'ARS est la structure régionale compétente pour contribuer à assurer le respect des réglementations liées au périmètre de captage.

→L'Organisme Indépendant (cf. article 18 de l'arrêté de 1998), dans le cas où cette structure est assise sur la base d'un arrêté préfectoral, est l'organisme compétent pour le suivi des plans d'épandage impliqué dans le mécanisme de prime à l'épuration des Agences de l'Eau. Selon les régions, ces organismes peuvent prendre le nom de Mission de Recyclage/Valorisation Agricole des Déchets (MRAD/MVAD), de Mission d'Expertise et de Suivi des Epandages (MESE), de SATEGE (Service d'Assistance Technique à la Gestion des Epandages ou encore de MIRSPAA (Mission Interdépartementale pour le Recyclage des Sous-Produits de l'Assainissement en Agriculture).

→La DD(CS)PP est l'organisme compétent pour le suivi des plans d'épandage agricoles.

Les plans d'épandage de boues et effluents industriels : Dans la plupart des départements, les plans d'épandage sont instruits par les DREAL ou Direction Régionale de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement retranscrites en unité territoriale dans les départements. Dans ce cas, l'instruction se fait au cas par cas et la consultation des services mentionnés ci-dessus est possible si l'inspecteur en charge du dossier estime qu'il n'est pas compétent pour statuer sur un aspect du plan d'épandage (superposition de parcelle, périmètre de captage...). Néanmoins, l'inspecteur des installations classées est tenu de consulter les OI dont le périmètre de compétence ainsi que le territoire d'intervention est délimité par arrêté préfectoral et inclut le suivi des plans d'épandage industriels.

Les plans d'épandage agricoles (effluents d'élevages non traités) : Dans la plupart des départements et pour les sites soumis à déclaration, enregistrement ou autorisation, ce sont les DD(CS)PP qui instruisent ces plans d'épandage. Dans le cas où l'inspecteur en charge du dossier estime qu'il n'est pas compétent pour statuer sur un aspect du plan d'épandage (périmètre de captage, taille du cheptel...), il peut consulter les services de l'ARS ou de la Chambre d'agriculture.

IV.3. Cas particuliers

IV. 3. 1 Epandages prévus au titre de la réglementation ICPE

Les règles et prescriptions techniques qui régissent l'épandage et le suivi des matières issues d'installations classées sont fixées par arrêté ministériel. C'est à ces arrêtés qu'il convient de se référer en fonction de la nomenclature ICPE et du régime considéré (déclaration, enregistrement ou autorisation).

Principales ICPE :

- 2780 : compostage de déchets non-dangereux ou matière végétale
- 2781 : méthanisation de déchets non-dangereux ou matière végétale
- 21xx : activités agricoles, animaux

[Le site de l'INERIS](#) recense les nomenclatures ICPE et ainsi que les arrêtés mis à jour par rubrique.

Les éléments relatifs à ce type de PRO sont synthétisés dans la fiche n°2.

Dans le cas particulier des boues urbaines, industrielles et des matières de vidange – les Stations d'Épuration des eaux usées ne sont pas des ICPE -, les prescriptions techniques sont définies par l'arrêté du 8 février 1998 (renvoi vers fiche Annexe). Le retour au sol des boues de STEP urbaines est réglementé par un arrêté spécifique du 8 janvier 1998.

IV. 3. 2 Utilisation en agriculture biologique

Une réglementation spécifique à l'agriculture biologique

Les apports de matières fertilisantes sont réglementés en agriculture biologique (AB). Tous les essais menés en AB doivent donc respecter, en plus de la réglementation générale, un certain nombre de points, notamment lorsqu'ils sont réalisés en parcelles d'agriculteurs. Dans ce cas, pour un essai azote par exemple, il n'est pas possible d'avoir des témoins engrais minéral azoté. De plus certains produits organiques ne sont pas autorisés en AB, notamment tous ceux contenant des boues de stations d'épuration des eaux, compostées ou non, ou les composts d'ordures ménagères. Les composts de biodéchets des ménages, issus de collectes sélectives, sont autorisés en AB sous certaines conditions. Pour plus d'information sur la réglementation des matières fertilisantes en AB : <http://www.itab.asso.fr/itab/agro-reglementation.php>.

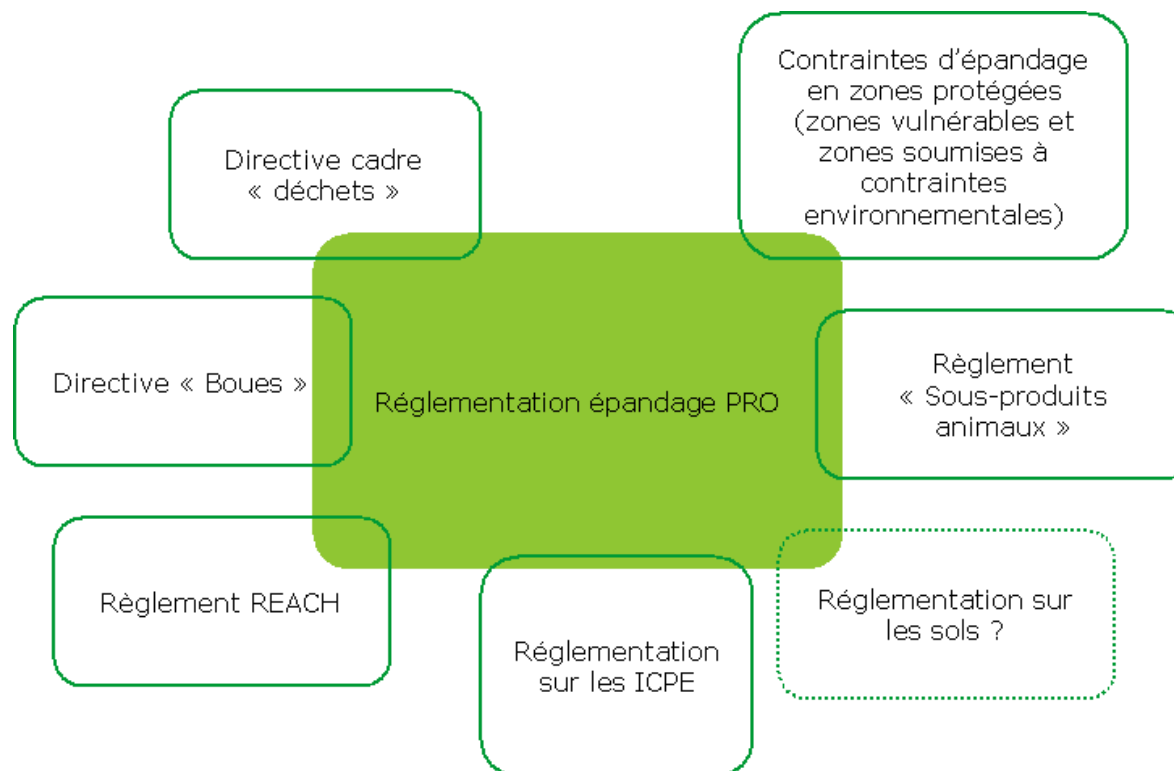
IV. 3. 3 Dérogations

S'il est envisagé, dans le cadre d'une expérimentation, d'utiliser une matière fertilisante à des doses qui ne respectent pas la réglementation (soit par rapport aux enjeux zones vulnérables, à un flux maximum réglementaire ou un étiquetage) il convient de se rapprocher des services de l'Etat mentionnés à la partie précédente : DDT(M), DREAL, DD(CS)PP et de l'Organisme Indépendant compétent s'il en existe un dans le département, pour obtenir une dérogation nécessaire à la mise en place de l'expérimentation.

V. Utilisation de matières fertilisantes : autres réglementations et contraintes à prendre en compte

Il est important de souligner que d'autres réglementations sont susceptibles de s'appliquer à l'épandage de PRO :

Directive cadre « déchets »	2008/98/CE
Directive nitrate	91/676/CEE et pour chaque région, se reporter aux arrêtés régionaux des programmes d'actions
Règlement sous-produits animaux	(CE) 1069/2009
Règlement REACH (Composts mis en marché explicitement exclus du champ du règlement mais en théorie l'exclusion ne s'applique pas aux digestats)	Code de l'environnement, Livre V, titre 1er
	1907/2006



VI. Evolution de la réglementation européenne

La commission européenne (DG ENTR) envisage l'adoption et l'entrée en vigueur en 2018, d'un règlement européen sur les fertilisants, dit règlement harmonisé sur les fertilisants.

Il existe actuellement un règlement (CE) 2003/2003, sur les fertilisants minéraux. L'objectif d'un règlement harmonisé serait de couvrir l'ensemble du champ des matières fertilisantes : minérales, organiques, supports de culture ainsi que les biostimulants.

Au 1^{er} septembre 2014, la commission européenne n'avait présenté aucun projet de règlement. La présentation suivante précisera simplement dans les grandes lignes les éléments de réglementation susceptibles d'évoluer du fait de l'entrée en vigueur d'un règlement européen.

Dès son adoption, le règlement s'appliquera pour l'ensemble des Etats membres (EM), sans transposition pour tenir compte de spécificités locales comme ce serait le cas avec une directive.

L'approche que semble privilégier la commission, en particulier pour les matières fertilisantes organiques, reposera sur :

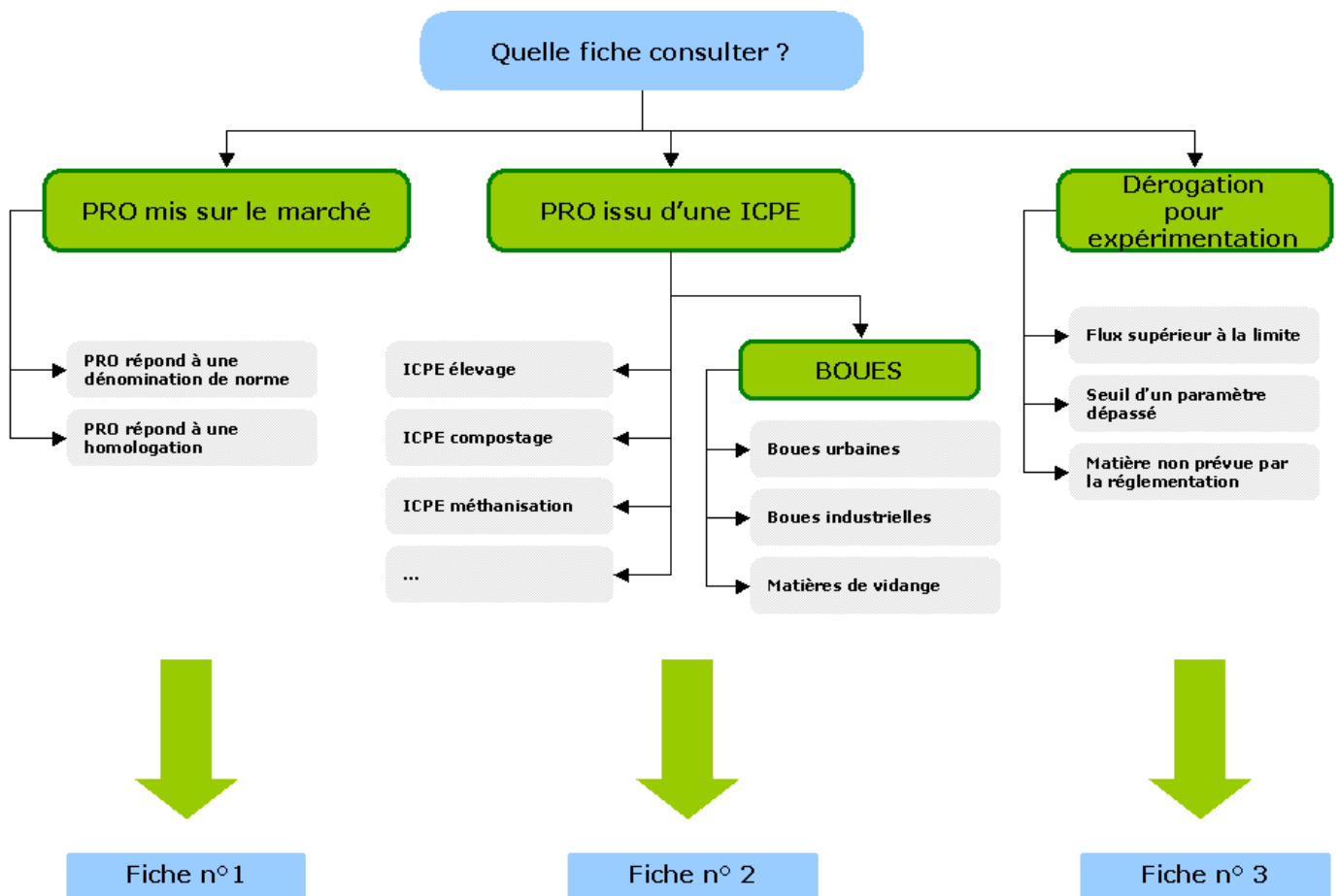
- le fabricant ou metteur en marché, chargé de se conformer aux prescriptions techniques de la réglementation, sur le modèle de ce qui fonctionne actuellement en France avec les normes rendues d'application obligatoire,
- Un organisme certifié, mandaté par le fabricant mais indépendant de celui-ci, chargé du contrôle des produits, en conformité avec le règlement,
- L'apposition du marquage « CE », autorisant la libre circulation et utilisation dans les EM.

Du point de vue de la commission, il ne devrait pas y avoir, par principe, de restriction à certaines matières – aujourd'hui sous statut de déchet ou de sous-produits animaux – mais bien des critères de qualité du produit final permettant de garantir l'innocuité des fertilisants commercialisés.

En dehors des boues urbaines brutes et des effluents d'élevage non transformés, le règlement couvrirait l'ensemble des PRO.

Les normes françaises sur les matières fertilisantes perdraient automatiquement leur caractère réglementaire et seraient vraisemblablement pour la plupart retirées du catalogue des normes françaises par l'Afnor.

Deuxième partie : Fiches produits



Fiche n°1 : PRO mis sur le marché

Domaine couvert

Cette fiche couvre l'ensemble des Produits résiduaire organiques mis sur le marché ou distribués :

- PRO couverts par une homologation
- PRO conformes à une norme DSM rendue d'application obligatoire

D'autres cas, bien que plus rares :

- PRO couverts par une APV (autorisation provisoire de vente)
- PRO couvert par une API (autorisation provisoire d'importation)

Règles d'emploi

- Se conformer aux indications d'emploi obligatoirement mentionnées par l'étiquetage ou le document technique accompagnant le produit mis en marché (manutention, stockage, doses préconisées, recommandations)
- Se baser sur les informations techniques données par le metteur en marché (N, P2O5, K2O, MS, MO)
- Les indicateurs de stabilité de la MO (ISMO) ou de minéralisation de l'azote ne sont généralement pas donnés,

Principaux paramètres agronomiques suivis et innocuité

- Valeur agronomique (MS, MO, pH, Ntot, NH4, C/N, P2O5, K2O, CaO, MgO) et oligo-éléments,
- On retrouve dans les parties normatives des normes DSM sur les engrais organiques ou les amendements organiques, les spécifications techniques suivantes :
 - l'obligation d'analyses : fréquence d'analyse fonction des paramètres, du nombre de lots et des quantités produites,
 - le respect de teneurs limites dans la composition du produit : exprimées en mg/kg de MS (matière sèche) ou % MB/MS/MO ou de NPK
 - respect de flux maximum d'éléments apportés au sol par an, par apport et sur 10 ans : en g/ha
- Ces valeurs seuils ne sont pas pour le moment harmonisées entre les normes,
- Les principaux éléments suivis sont :
 - Eléments traces : As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn
 - Micro-polluants organiques : PCB, HAP
 - Micro-organismes d'intérêt sanitaire : agents pathogènes (*Oeufs d'Helminthes viable*, *Salmonella*) et indicateurs de traitement (*E.Coli*)

Principaux interlocuteurs

- Ministère de l'agriculture, de l'agroalimentaire et de la forêt :
 - DGAL – SPRSPP – SDQPV – Bureau de la réglementation et de la mise sur le marché des intrants (BRMMI) – brmmi.sdqpv.dgal@agriculture.gouv.fr
- Ministère de l'économie et des finances :
 - DGCCRF – Bureau Marchés des produits d'origine végétale et des boissons 4C : bureau-4c@dgccrf.finances.gouv.fr
- Pour toute information technique directement liée à l'évaluation, il est possible de contacter l'ANSES directement soit par courriel (dpr.ugamm@anses.fr) soit par téléphone (01 49 77 46 73).
- [AFNOR](#) et [BNFERTI](#)
- Localement :
 - Administration : DDT en département, DREAL en région
 - Organisme consulaire : Chambre départementale ou régionale d'agriculture (coordonnées sur [le site des Chambres d'agriculture](#))

Réglementation principale à considérer

- De façon générale :
 - le Code Rural, Chapitre V, articles L255-1 et suivants
 - Décret n°80-478 du 16 juin 1980 : contrôles et vérifications
 - Arrêté du 21 décembre 1998 relatif à l'homologation (notamment les éléments devant figurer dans le dossier technique, l'étiquetage et les informations obligatoires à transmettre à l'utilisateur)
- De façon spécifique pour les PRO conformes à une norme :
 - [arrêté du 5 septembre 2003 modifié](#) et,
 - [arrêté du 18 mars 2004 modifié](#),
 - Normes publiées consultables sur le site AFNOR : www.afnor.org

Lien nomenclature des PRO

Voir en annexe la nomenclature PRO.

Fiche n°2 : PRO issus d'une Installation classée pour l'environnement (ICPE)

Domaine couvert

Cette fiche couvre l'ensemble des produits résiduels organiques issus d'ICPE ou d'installations de traitement des eaux urbaines, et dont les modalités de retour au sol sont **établies par les arrêtés fixant les prescriptions générales et techniques applicables à ces installations.**

Entre autres, pour les plus courants :

- Digestats de méthanisation, bruts ou transformés (voir rubrique 2781-1 et 2781-2)
- Composts non conformes à une norme d'application obligatoire (voir rubrique 2780)
- Effluents d'élevage (bovins, porcins, volailles,...)
- Boues urbaines : arrêté du 8 janvier 1998
- Boues industrielles (hors urbaines et papetières) : arrêté du 2 février 1998
- Boues papetières : arrêté du 3 avril 2000

Règles d'emploi

Dans tous les cas, se référer aux arrêtés fixant les prescriptions générales applicables aux installations ([site de l'INERIS](#) recensant les arrêtés applicables par régime ICPE).

Principes généraux (liés au respect de la directive nitrates dans les zones vulnérables et aux arrêtés de prescription techniques):

- Les apports azotés, toutes origines confondues (effluents d'élevage, effluents d'origine agroalimentaire, engrais chimique ou autres apports azotés d'origine organique ou minérale), sur les terres faisant l'objet d'un épandage, tiennent compte de la nature particulière des terrains et de la rotation des cultures.
- La fertilisation doit être équilibrée (N, P₂O₅ et K₂O) et correspondre aux capacités exportatrices de la culture ou de la prairie concernée.
- En aucun cas, la capacité d'absorption des sols ne doit être dépassée, de telle sorte que ni la stagnation prolongée sur les sols, ni le ruissellement en dehors du champ d'épandage, ni une percolation rapide vers les nappes souterraines ne puissent se produire.
- La fertilisation azotée organique est interdite sur toutes les légumineuses sauf la luzerne et les prairies d'association graminées-légumineuses.
- Tout épandage est subordonné à la production d'un plan d'épandage : permet de vérifier l'adéquation entre les doses d'azote à épandre et les surfaces disponibles.
- En zones d'excédents structurels, des quantités maximales épandables sont fixées par arrêtés relatifs aux programmes d'action régionaux.
- Respect des distances d'épandage vis-à-vis des tiers et des cours d'eaux,
- Respects de techniques d'épandages (*ex : digestats par enfouissement direct ou pendillard pour limiter les pertes d'ammoniac*)
- Respect de périodes d'épandage.

Remarque :

- dans le bassin Loire-Bretagne, pour certaines zones à enjeu identifiées dans le cadre des SDAGE, la fertilisation phosphorée peut être soumise à une réglementation particulière.

Principaux paramètres du suivi agronomique et de l'innocuité

- o Précisés dans les arrêtés relatifs aux prescriptions applicables à l'ICPE correspondante.

Principaux interlocuteurs

- Ministère de l'agriculture, de l'agroalimentaire et de la forêt :
 - DGAL – SPRSPP – SDQPV – Bureau de la réglementation et de la mise sur le marché des intrants (BRMMI) – brmmi.sdqpv.dgal@agriculture.gouv.fr
- Ministère de l'économie et des finances :
 - DGCCRF – Bureau Marchés des produits d'origine végétale et des boissons 4C : bureau-4c@dgccrf.finances.gouv.fr
- Pour toute information technique directement liée à l'évaluation, il est possible de contacter l'ANSES directement soit par courriel (dpr.ugamm@anses.fr) soit par téléphone (01 49 77 46 73).
- [AFNOR](#) et [BNFERTI](#)
- **Localement :**
 - urbain : DDT(M) en département et DD(CS)PP si le plan d'épandage inclut des éleveurs,
 - industriel : DREAL et Organisme Indépendant (si compétent sur effluents industriels)
 - agricole : DD(CS)PP, Chambre départementale ou régionale d'agriculture (coordonnées sur [le site des Chambres d'agriculture](#))

Réglementation principale à considérer

- De façon générale :
 - le Code Rural, Chapitre V, articles L255-1 et suivants
 - l'arrêté du 2 février 1998 (et du 3 avril 2000 pour les boues de désencrage)
 - les arrêtés relatifs aux prescriptions générales applicables à l'ICPE dont le PRO est issu
 - l'arrêté du 8 janvier 1998 pour les boues urbaines
 - le programme d'action national pour la protection des eaux contre les pollutions des eaux dues aux nitrates d'origine agricole :
 - décret n°2001-1275 du 10 octobre 2011
 - arrêté ministériel
 - programmes d'actions régionaux

Lien nomenclature des PRO

Voir en annexe la nomenclature des PRO.

Fiche n°3 : PRO interdits à l'épandage

Cas considérés

Les cas suivants sont susceptibles de conduire l'expérimentateur à demander une dérogation aux conditions réglementaires d'utilisation d'un PRO sur sol agricole :

- l'expérimentation prévoit que les flux réglementaires sur au moins un des paramètres seront dépassés,
- l'expérimentation prévoit que les seuils réglementaires sur au moins un des paramètres seront dépassés,
- l'expérimentation se situant en zone vulnérable, des contraintes supplémentaires s'ajoutent à la réglementation générale : dates d'épandage, localisation des parcelles, seuils modifiés sur certains paramètres,
- l'expérimentation se situant dans une zone à enjeu eau, des contraintes supplémentaires s'ajoutent à la réglementation générale,
- le PRO n'est pas identifié par la réglementation.

Procédure

Il n'existe pas à proprement parler de procédure de dérogation pour expérimentation.

Il convient de s'adresser localement :

- o PRO urbain : DDT(M) en département et Organisme Indépendant (si existant),
- o PRO industriel : DREAL et Organisme Indépendant (si existant et compétent sur effluents industriels)
- o PRO agricole : DD(CS)PP, Chambre départementale ou régionale d'agriculture (coordonnées sur le site des Chambres d'agriculture).

Personne ressource :

Benjamin Balloy (Assemblée Permanente des Chambres d'Agriculture)
benjamin.balloy@apca.chambagri.fr

Définitions et principes généraux de l'expérimentation en agronomie

L'expérimentation agronomique consiste à étudier les conséquences d'un phénomène que l'on a provoqué (Letourmy, 1995). On cherche ainsi à tester les effets de différents traitements sur une population expérimentale, en respectant le principe « toute chose étant égale par ailleurs ». On définit les notions expérimentales suivantes :

↳ **Essai** : expérimentation permettant de comparer et mesurer les effets de différents phénomènes sur une population expérimentale dans des conditions données, à l'aide d'un dispositif expérimental.

↳ **Dispositif expérimental** : en expérimentation agronomique au champ, terrain délimité sur lequel se déroule l'essai. Il est constitué de parcelles élémentaires (unités expérimentales) présentant une répartition particulière et caractéristique du terrain. Il est constitué d'un ensemble d'unités expérimentales également appelées parcelles élémentaires.

↳ **Parcelle élémentaire** : unité expérimentale où un traitement et un seul est appliqué. Le terme tend à être remplacé par unité expérimentale.

L'expérimentateur définit les **facteurs étudiés** en fonction des objectifs fixés dans le protocole (PRO étudiés, effets étudiés...). Pour chaque facteur étudié sont définis des niveaux ou modalités.

Facteur : Série d'éléments de même nature et susceptibles d'influencer le résultat d'une expérimentation :

- **les facteurs étudiés** correspondent aux facteurs introduits volontairement en vue d'examiner les effets. Il peut y avoir des essais à un seul facteur et des essais à facteurs croisés. Le terme niveau s'applique aux facteurs quantitatifs (ex. doses d'engrais) et le terme de modalité s'applique aux facteurs qualitatifs (ex. variété, nature des engrais, des produits...);
- **les facteurs aléatoires ou facteurs contrôlés** sont inhérents au milieu, au matériel expérimental, à la manière d'opérer, le facteur expérimental est contrôlé par la mise en place de blocs. La principale cause de variabilité est l'hétérogénéité du sol (chimique, physique, pédologique, topographique, culturale) ;
- **les facteurs hiérarchiques** correspondent par exemple aux réseaux d'essais (blocs x lieux).

Modalités : ensemble des niveaux, variantes ou valeurs données à un facteur étudié.

Ex. :

Facteurs étudiés	Modalités / Niveaux
Dose d'apport du PRO	5 t MB/ha 10 t MB/ha
Nature du PRO	Fumier de bovins FB Compost de déchets verts CDV Boue de STEP B

Le croisement des modalités/niveaux des facteurs étudiés permet de définir les traitements qui seront appliqués aux parcelles élémentaires.

Traitement : toute combinaison de différentes modalités, niveaux ou variantes des facteurs étudiés.

Nom traitement	Traitements
FB 5t	Fumier de bovins FB x 5 t MB/ha
FB 10t	Fumier de bovins FB x 10 t MB/ha
CDV 5t	Compost de déchets verts CDV x 5 t MB/ha
CDV 10t	Compost de déchets verts CDV x 10 t MB/ha
B 5t	Boue de STEP B x 5 t MB/ha
B 10t	Boue de STEP B x 10 t MB/ha

Les traitements devraient également intégrer un « témoin » ou objet de référence.

Témoins / objets de référence : un témoin correspond à un traitement expérimental pour lequel la modalité du facteur étudié est dit de référence. Plusieurs cas se présentent :

- Témoins inclus au dispositif : les effets de la modalité témoin sont déjà bien connus. Les autres traitements sont comparés au témoin.
- Témoin exclu du dispositif : le témoin correspond à une modalité « 0 » du facteur étudié (non traitement) afin de vérifier les conditions de l'expérience. Il n'est pas inclus au plan d'expérience et n'est donc pas analysé.
- Témoins adjacents : chaque parcelle élémentaire est subdivisée en 2 et reçoit un traitement + un témoin. Ce type de témoin permet de maîtriser l'hétérogénéité expérimentale et de comparer les traitements entre eux en comparant entre elles les différences « valeur traitement – valeur témoin adjacent ».

Choix préalables pour la mise en place et le suivi d'essais

Conseils pour le choix du laboratoire d'analyse, des analyses et des méthodes d'analyse

Un des objectifs premiers de la mise en place d'un essai est l'acquisition de données, qui proviennent souvent d'analyses. La partie analytique est donc un des facteurs clés d'une expérimentation. Le choix des paramètres à analyser se fait en fonction des questions posées. Ils constituent une part importante de la mise en place de l'expérimentation.

Une fois la liste des analyses définies, il ne faut pas oublier la question du choix de la méthode d'analyse. En effet, plusieurs méthodes d'analyses peuvent exister pour un même paramètre, avec des résultats pas forcément équivalents ou comparables. Dans le cadre d'une mise en réseau des essais, il est indispensable de connaître la méthode d'analyse utilisée, et il est préférable d'avoir la même (ou des méthodes donnant des résultats équivalents).

La question du choix du laboratoire doit également se poser. En effet, ce dernier doit garantir la fiabilité des résultats. Cela peut se faire par la reconnaissance d'une démarche qualité au sein du laboratoire, qui implique le respect de certaines exigences définies dans des référentiels.

Ce chapitre se focalise donc sur la partie analyses. Il explique tout d'abord ce qu'implique la notion de qualité au laboratoire. Ensuite, il liste les principales analyses par matrice et par thématique, et propose des clés pour choisir les méthodes d'analyses adaptées. Enfin des critères sont proposés pour le choix du laboratoire.

Partie 1 : la qualité au laboratoire

I. Définitions

La qualité peut se définir comme suit : tout ce qui est mesurable dans l'ensemble des propriétés et caractéristiques d'un produit ou d'un service qui lui confèrent l'aptitude à satisfaire des besoins de consommateurs exprimés ou implicites. Le but principal de la démarche qualité au sein d'une entreprise (comme un laboratoire) est donc la satisfaction du client.

Pour ce faire, le laboratoire met en place un système de management de la qualité, qui met en place une démarche d'amélioration continue. Cette démarche qualité a pour objectif de démontrer la maîtrise des process (bonnes pratiques de laboratoire).

Dans le domaine de l'analyse, la qualité se définit également selon la classification 5M d'Ishikawa (liste des paramètres qui ont un impact sur le résultat d'analyse) :

- matière (achat),
- matériel (métrologie),
- méthode (normes d'analyses),
- milieu (locaux, ambiance – par exemple, les poussières ne doivent pas polluer les échantillons),
- main-d'œuvre (personnel).

Le contrôle de cette démarche qualité s'effectue suivant les normes ISO 9001, qui décrivent un cadre générique applicable à toute activité. La norme NF EN ISO/CEI 17025 est l'adaptation spécifique des principes de l'ISO 9001 à l'activité de laboratoire.

II. Le contrôle de la qualité suivant l'ISO 9001

Mettre en œuvre un système de gestion de la qualité selon les exigences de la norme ISO 9001-Version 2008 consiste à :

- Démontrer l'aptitude à fournir régulièrement un produit (ici un résultat d'analyse) conforme aux exigences du client et aux exigences réglementaires applicables,
- Chercher à accroître la satisfaction des clients par l'application efficace du système, et en particulier, mettre en œuvre un processus d'amélioration continue

Le plan d'action qualité se décompose en processus :

- client (revue de contrat : s'assurer qu'on a bien compris la demande et qu'on lui propose une analyse adaptée, retour vers le client pour s'assurer qu'il est satisfait : amélioration continue de la qualité) ;
- achat (maîtrise des fournisseurs et des produits, sélection et achat des fournitures qui ont une incidence sur la qualité des résultats, réception [contrôle conformité des produits], stockage, élimination [péremption]) ;
- ressources (moyens humains, informatique, infrastructures, comptabilité - finances) ;
- direction (politique qualité / plan d'action, charte qualité : politique de l'entreprise, donne les moyens pour travailler dans de bonnes conditions et satisfaire le client, pas de conflit d'intérêt, s'assurer que le personnel est compétent et sait ce qu'il fait, doit communiquer, revue de direction [bilan annuel], intégrité) ;
- anomalies / réclamations / actions correctives – préventives ;
- moyens (humains, matériels) ;
- documentaire.

III. La qualité appliquée aux laboratoires : NF EN ISO/CEI 17025

Cette démarche qualité est précisée dans le cadre spécifique du laboratoire par la norme NF EN ISO/CEI 17025 – Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais. Les spécificités de cette norme adaptée aux laboratoires sont les suivantes :

- qualification du personnel (habilitation et compétence) : entretien d'embauche en faisant attention à sa qualification, formation au poste puis habilité au poste (être capable de démontrer sa compétence), maintenir ses compétences, en développer d'autres (formations externes / internes)
- méthodes (selon une norme) : validation avec cahier des charges précis (respect norme, valeurs obtenues dans les tolérances fixées par organisme compétent, incertitude)
- fiabilité des résultats : contrôle interne (essais à blanc, témoins, matériaux certifiés, essais en doubles), contrôle par rapport à la profession (comparaison inter laboratoire - CIL).
- équipements (métrologie : raccordement au système international [longueur, masse, température, volume] du matériel [balances, fioles, étuves...], vérification des appareils)
- locaux (protection contre les contaminations)
- maîtrise des données : enregistrement de l'ensemble des données permettant de s'assurer que les essais ont été réalisés conformément aux prescriptions et permettant de reproduire l'essai dans des conditions strictement identiques
- expression des résultats (rapport d'essai : référence échantillon + identifiant unique, nom du client, nom du laboratoire qui a réalisé les essais, la méthode employée, date prélèvement, date réception échantillon, date exécution analyse, résultats avec les unités et les incertitudes, nom / fonction / signature de la personne qui valide les résultats, annotation si écart à la méthode initiale ou si vérification).

IV. Les outils de contrôle des résultats

Afin de vérifier la validité d'un résultat d'analyse, le laboratoire dispose d'outils de contrôle internes et externes.

Lors de la mise en place de chaque méthode d'analyse, le laboratoire définit une incertitude, c'est-à-dire la plage d'erreur associée à cette analyse. L'incertitude dépend du mode opératoire, des appareils utilisés, des opérateurs et de la valeur du résultat. Elle est propre à chaque analyse et chaque laboratoire. Cette incertitude permet de définir des critères d'acceptation des contrôles internes (valeur cible avec limite haute et basse).

Les contrôles internes s'appuient sur des procédures qui ont chacune un objectif spécifique.

- essais à blanc : l'ensemble de l'analyse est réalisée mais sans échantillon, ce qui permet d'identifier d'éventuelles sources de pollution. Cela permet également de quantifier le « bruit de fond » de l'analyse et l'enlever ensuite du résultat de l'échantillon.
- témoins synthétiques : substance permettant de tester que la réaction chimique ou le dosage se déroule comme prévu
- matériaux certifiés : échantillon de référence dont les valeurs analytiques ont été certifiées par un organisme indépendant
- témoins internes : échantillons réputés stables préparés par le laboratoire, servant à l'établissement de cartes de contrôle (suivi temporel permettant entre autre de prévenir des dérives)
- essais en doubles : échantillons pris au hasard qui sont repassés dans la chaîne analytique pour évaluer la reproductibilité de l'analyse.

L'ensemble de ces contrôles n'est cependant pas suffisant car il faut également se comparer aux autres laboratoires. Cela se fait dans le cadre des circuits de comparaison inter-laboratoires. La participation à un circuit inter-laboratoire est une démarche volontaire du laboratoire. Cette démarche est indispensable pour obtenir une accréditation ou un agrément.

Ces circuits sont gérés par des organismes indépendants, comme par exemple le BIPEA (bureau inter professionnel d'études analytiques). Il s'agit d'une association internationale ayant pour mission la gestion des circuits d'inter-comparaison. Ainsi, le BIPEA envoie régulièrement des échantillons aux laboratoires participants. Il fait ensuite l'exploitation statistique des résultats reçus et renvoie un rapport à chaque laboratoire avec le positionnement de ses résultats parmi la population des résultats de tous les participants. Les données de ces comparaisons inter-laboratoires sont strictement confidentielles, chaque laboratoire ne sait donc pas à qui appartiennent les autres résultats.

Les comparaisons sont classées par circuits, qui correspondent à différentes matrices.

- o Circuit terre (n°15) : La comparaison porte sur 1 échantillon par mois (poudre séchée tamisée 2 mm). Une quarantaine de laboratoires français participent à ce circuit, ainsi qu'une trentaine de laboratoires internationaux.
- o Circuit matières fertilisantes (n°45) : la comparaison porte sur 1 échantillon tous les 2 mois. Une quinzaine de laboratoires français participent à ce circuit, ainsi qu'une dizaine de laboratoires internationaux.
- o Circuit Boues et sédiments (n°38) : la comparaison porte sur 1 échantillon tous les 2 mois. Une quarantaine de laboratoires français participent à ce circuit, ainsi qu'une dizaine de laboratoires internationaux.

Il existe également des circuits pour les eaux résiduaires (n°52) et le blé tendre (n°01).

V. La reconnaissance de la qualité au laboratoire

V.1. L'accréditation COFRAC

Afin de reconnaître ses compétences, le laboratoire sollicite une accréditation auprès d'un organisme tierce partie dont le rôle est de donner l'assurance que le laboratoire est compétent et que son système de management de la qualité est efficace.

C'est le rôle du COFRAC : Comité français d'Accréditation (instance nationale créée en 1994), composé de laboratoires, de pouvoirs publics et d'acheteurs de prestations de laboratoire. La vocation du COFRAC est d'attester en France de la compétence des organismes d'évaluation de la conformité, et de la faire reconnaître à l'international (les critères d'évaluation et l'évaluation sont identiques pour n'importe quel organisme accrédité, ce qui garantit la comparaison des résultats).

Les accréditations sont réparties en guides techniques d'accréditation, qui correspondent à différentes matrices :

- 96 : analyses de terre
- 108 : analyses de matières fertilisantes et supports de culture
- 156 : analyses de boues et sédiments
- 100-1 : analyses physico-chimiques des eaux

Il n'existe pas de programme COFRAC pour les analyses agronomiques des végétaux.

L'accréditation COFRAC est une démarche volontaire du laboratoire. Elle se déroule selon plusieurs étapes :

- 1) accréditation initiale
Le laboratoire dépose une demande d'accréditation selon le système qualité NF EN ISO/CEI 17025 et indique le périmètre et essais sur lesquels il souhaite se faire accréditer (par exemple, on peut se faire accréditer pour le programme 96 (analyses de terre) sur seulement 1 ou 2 paramètres). Le COFRAC réalise une évaluation sur l'ensemble de la démarche qualité et sur tous les programmes demandés. Si l'audit est concluant, une accréditation est délivrée pour une durée de 4 ans.
- 2) Il y aura par la suite un audit de renouvellement, qui délivrera une accréditation valable 5 ans
- 3) Entre temps, il y a un audit de surveillance tous les 12 mois.

Les critères évalués lors de l'audit d'accréditation concernent le management de la qualité et la conformité des méthodes d'analyses aux normes (documents de référence). Suite à l'audit, les évaluateurs émettent un avis (favorable ou défavorable) sur la confiance qu'ils ont dans le laboratoire à réaliser les analyses concernées. Puis le dossier est instruit en commission (une par mois) qui délivre / reconduit l'accréditation.

L'accréditation se traduit par l'apposition du logo COFRAC sur le rapport d'essai.

La portée d'accréditation de chaque laboratoire accrédité est disponible sur le site du COFRAC (<http://www.cofrac.fr/>).

L'accréditation n'est pas une certification. En effet, la certification est une reconnaissance de conformité à un référentiel alors que l'accréditation est la reconnaissance d'une compétence pour réaliser une tâche particulière (l'analyse).

V.2. L'agrément du ministère de l'Agriculture

L'accréditation COFRAC n'est cependant pas la seule reconnaissance de la compétence d'un laboratoire. Ainsi, le Ministère de l'Agriculture délivre tous les ans un agrément pour les laboratoires d'analyses de terre. La liste des laboratoires agréés est publiée tous les ans au journal officiel (texte consultable sur <http://www.legifrance.gouv.fr/>).

Cet agrément est basé sur le circuit BIPEA. Il comprend 5 menus définis dans l'arrêté du 12 juillet 2000 :

- T1 : calcaire total, calcaire actif, pH eau et KCl, Phosphore assimilable, cations échangeables, carbone organique / matière organique, azote total, CEC metson
- T2 : T1 + granulométrie
- T3 : T1 + oligo-éléments
- T4 : T1 + éléments traces métalliques
- T5 : reliquats azotés

La capacité technique des laboratoires à réaliser les analyses est vérifiée sur 10 circuits d'inter-comparaison par un organisés par le BIPEA. L'agrément est délivré si le laboratoire présente un taux de résultats satisfaisants conforme à ce qui est attendu sur l'ensemble de ces circuits.

L'agrément du Ministère de l'Agriculture évalue donc uniquement les compétences techniques des laboratoires, alors que l'accréditation COFRAC englobe l'ensemble de la démarche qualité.

Partie 2 : Liste des analyses par matrice et par thématique

Les analyses regroupées dans les pages suivantes sont les plus pratiquées par les laboratoires français au moment de la publication du guide, avec de préférence les méthodes normalisées.

Ces listes n'ont pas vocation à être exhaustives. Il n'était pas possible de lister tous les paramètres analysables, notamment sur les aspects d'innocuité.

La publication de nouvelles normes analytiques étant un processus continu, cet inventaire n'est pertinent qu'à sa date de publication. Il devra être mis à jour régulièrement pour suivre les évolutions techniques et réglementaires.

Ces paramètres analytiques ne font pas tous partie de l'agrément du Ministère de l'Agriculture. De même, il n'existe pas d'accréditation COFRAC pour toutes les méthodes d'analyses listées ci-après.

Les listes d'analyses sont organisées de la manière suivante :

MATRICE SOL (voir listes en annexes – liens hypertextes)

- [Caractérisation physique](#) (granulométrie, matière sèche, ...)
- [Statut acido-basique](#) (pH, CEC, ...)
- [Caractérisation de la matière organique](#) (carbone, azote, C/N, ...)
- [Indicateurs de la qualité biologique des sols](#) (biomasse microbienne, activités enzymatiques, ...)
- [Éléments nutritifs](#) (phosphore, cations échangeables, oligo-éléments, ...)
- [Innocuité](#) (éléments traces métalliques, CTO, ...)

MATRICE PRO

- [Caractérisation physique](#) (matière sèche, volume, ...)
- [Caractérisation chimique](#) (pH, effet alcalinisant, ...)
- [Caractérisation de la matière organique](#) (carbone, azote, C/N, effet amendant, ...)
- [Éléments nutritifs](#) (teneur en éléments, effet fertilisant, ...)
- [Innocuité](#) (éléments traces métalliques, CTO, agents pathogènes, ...)

MATRICE PLANTE

- [Caractérisation physique](#) (matière sèche, ...)
- [Caractérisation de la matière organique](#) (carbone, azote, C/N, ...)
- [Éléments nutritifs](#) (teneur en éléments, ...)
- [Innocuité](#) (éléments traces métalliques, CTO, agents pathogènes, ...)
- [Qualité des récoltes](#)

Les paramètres analytiques pour la matrice eau ne sont pas listés. Ils pourront faire l'objet d'une mise à jour ultérieure.

Petit lexique des normes

Les références des normes peuvent paraître obscures. Voici quelques clés pour aider à comprendre la codification utilisée.

La normalisation se déroule à plusieurs échelons : national, européen, international. Chaque échelon aura sa codification propre :

- Echelon national (NF : norme française, DIN : norme allemande, ...)
- Echelon européen (EN)
- Echelon international (ISO)

Une norme avec le sigle « NF » seule est donc une norme franco-française.

Une norme avec le sigle « NF EN » correspond à la reprise dans le catalogue français d'une norme européenne.

Une norme avec le sigle « NF ISO » correspond à la reprise dans le catalogue français d'une norme internationale.

Une norme avec le sigle « NF EN ISO » correspond à la reprise dans le catalogue français d'une norme internationale qui a été reprise au niveau européen.

Il existe également d'autres sigles :

- XP : norme expérimentale (statut provisoire, doit basculer en norme)
- FD : Fascicule de documentation (méthode publiée, mais qui doit être validée pour passer au statut de norme, notamment par la réalisation d'essais inter-laboratoires) ; l'équivalent au niveau européen et international est la « technical specification » (TS)

Chaque norme possède un domaine d'application qui lui est propre (sols, boues, amendements organiques, ...). Au niveau français, cela se traduit par une codification particulière, par exemple :

- X31 : sols
- U44 : amendements organiques, minéraux basiques et supports de culture
- U42 : engrais minéraux et organiques

Pour la matrice sol, le catalogue français contient aussi bien des normes NF, EN ou ISO. Pour les matières fertilisantes, les accords de libre circulation des biens au sein de l'espace européen imposent des méthodes d'analyses identiques, pour ne pas créer de distorsion de concurrence. Ainsi, dès qu'une norme européenne (EN) concernant les matières fertilisantes est publiée, elle remplace automatiquement la méthode nationale équivalente et doit être reprise au catalogue national (NF EN). Ce n'est pas le cas pour les normes internationales (ISO), c'est pour cela qu'il n'y a quasiment pas de normes « NF ISO » ou « ISO » pour les PRO.

Les méthodes normalisées issues du projet européen « Horizontal » sont également listées dans les tableaux ci-après, même si elles ne sont pas encore appliquées par les laboratoires français. Ce projet, piloté par le comité européen de normalisation (CEN, TC 400), avait pour objectif d'harmoniser les méthodes d'analyses pour les matrices sols, boues et biodéchets traités. Le résultat a été la publication de normes dont le domaine d'application comprend les boues, les bio-déchets traités, les sols et les déchets. Le projet européen d'harmonisation de la réglementation sur les matières fertilisantes devrait imposer certaines de ces normes, qui pourraient également être reprises dans la réglementation française.

Partie 3 : Choix du laboratoire

Qu'est-ce qu'un bon laboratoire ? Ce chapitre n'a pas la prétention de répondre à cette question de manière définitive. Il liste plutôt les questions à se poser au moment du choix du laboratoire d'analyses.

En expérimentation comme dans beaucoup d'autres domaines, le critère de choix d'un prestataire est le rapport qualité/prix.

L'aspect tarifaire est bien évidemment crucial, car le coût des analyses peut représenter une part importante du budget total de l'essai. Il faut cependant bien définir ce que comprend la prestation analytique :

- Le prélèvement est-il inclus ?
- Les contenants des échantillons sont-ils fournis ?
- Comment est géré l'acheminement des échantillons au laboratoire et est-ce inclus dans la prestation ?
- En particulier, comment est respectée la chaîne du froid lorsque nécessaire ?
- Quelles sont les modalités de rendu de résultats ? (papier, pdf, Excel, accès extranet)

Cependant, dans le cadre d'une expérimentation, l'objectif principal reste la fiabilité des résultats et la qualité des informations associées (méthode, unité, incertitude) afin de pouvoir les interpréter correctement, voire de les intégrer dans des bases de données communes.

A défaut d'être un spécialiste des analyses et de faire soi-même l'évaluation du laboratoire, on peut se référer aux agréments et accréditations du laboratoire (voir partie sur la qualité au laboratoire). Ainsi

l'accréditation COFRAC atteste à la fois de la mise en place d'une démarche d'assurance de la qualité et de l'usage de méthodes validées et reconnues au sein du laboratoire.

Il n'est cependant pas toujours possible d'exiger que toutes les analyses d'une expérimentation soient réalisées sous accréditation. Le laboratoire peut proposer des méthodes internes. Par exemple, il peut proposer des méthodes d'analyses alternatives à une méthode de référence, moins coûteuses et pertinentes ou faute de méthode de référence, il peut proposer des méthodes internes. Dans ces deux cas, la méthode doit être clairement explicitée.

Le laboratoire peut être amené à sous-traiter une partie des analyses. Elles doivent être clairement identifiées comme telles, et le laboratoire doit assurer le même niveau de prestation que pour les analyses réalisées en interne. Lorsque les analyses sous-traitées sont réalisées sous accréditation COFRAC, c'est sous l'accréditation du laboratoire sous-traitant. Le numéro d'accréditation du laboratoire sous-traitant doit être mentionné dans l'offre de prestation.

A qualité de service égale, il est souvent pertinent de retenir un laboratoire de proximité. Les échanges d'informations et surtout les transferts d'échantillons sont simplifiés, en particulier lorsque la chaîne du froid doit être respectée.

La question du délai de réalisation des analyses doit également se poser. Dans le cadre d'une expérimentation, le nombre d'échantillons peut être important et concentré sur une courte période. Le laboratoire doit être capable de bien traiter ce pic ponctuel d'échantillons dans un délai compatible avec la durée de l'expérimentation.

Le laboratoire doit disposer de toutes les informations nécessaires à l'élaboration d'une proposition technique et tarifaire adaptée. La demande de prestation analytique doit donc être la plus détaillée possible : méthodes souhaitées, nombre d'échantillons et planning, date et format de rendu des résultats. Il ne faut pas hésiter à demander conseil aux laboratoires, qui pourront aider dans le choix des méthodes d'analyses les plus utiles et les plus pertinentes.

Enfin, une fois les résultats rendus, le laboratoire doit pouvoir aider à leur interprétation. La disponibilité d'un interlocuteur technique au sein du laboratoire est donc un critère à prendre en compte lors du choix du prestataire analytique.

La connaissance des éléments listés ci-dessus est une bonne base pour constituer le cahier des charges de la prestation analytique. Mais le bon choix ne peut se baser uniquement sur des critères objectifs. La confiance dans le laboratoire est un élément clé, ce qui permet de le considérer non pas seulement comme un prestataire, mais comme un partenaire de l'essai.

Personnes ressources :

- Stéphanie Sagot (Laboratoire Départemental d'Analyses et de Recherche de l'Aisne) : ssagot@aisne.fr
- Matthieu Valé (SAS Laboratoire) : mvalé@saslaboratoire.com

Conseils pour le choix de la parcelle expérimentale

<p>Objectifs, domaine d'application Choisir une parcelle adaptée à l'expérimentation sur les PRO</p>	
<p>Mots-clefs : Parcelle, historique, homogénéité</p>	
<p>Recommandations hygiène – sécurité : (port de masque, gants, risques éventuels, etc.) Pour préparer la solution de HCl 0,1 N : port de gants et de lunettes de protection ; verser l'acide dans l'eau, et jamais l'inverse.</p>	
<p>Préparation de l'intervention</p> <ul style="list-style-type: none"> - Repérage terrain : GPS (précision < 1 m) si disponible, sinon décamètre, piquets de marquage, et plan précis de la parcelle pour y noter les sondages. - Fiche de notation : des sondages tarière - Matériel : tarière, matériel pour conditionner les échantillons de terre (cf. Mode opératoire prélèvement de terre), appareil photo - Réactif chimique nécessaire : HCl N/10 (cf. annexe) 	
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention</p> <p>Date : au moins 6 mois avant le début de l'essai (délai de réalisation des analyses en laboratoire), 6 à 9 mois pour les plantes pérennes. Privilégier une date d'observation en sol nu et une date avec une culture à un stade précoce.</p> <p>Durée sans les trajets : 1 h (enquête agriculteur) + 5 h (identifier les zones homogènes) + 2 h (prélèvements pour analyses)</p>	
<p>Description de la méthode</p> <pre> graph TD E1{Etape 1 : Enquêter l'agriculteur} --> R1[Parcelle rejetée] E1 --> E2{Etape 2 : Identifier les zones homogènes} E2 --> R2[Parcelle rejetée] E2 --> E3{Etape 3 : Analyser des échantillons de terre} E3 --> R3[Parcelle rejetée] E3 --> R4[Parcelle retenue] </pre>	
<p>Etape 0 : Etablir les caractéristiques clés de la parcelle recherchée en fonction des objectifs de l'essai : type de sol, pH, pente... Pour les expérimentations de longue durée, préférer des parcelles sur des domaines expérimentaux (Lycées agricoles, Instituts techniques...).</p>	

Etape 1 : enquête auprès de l'agriculteur

Interroger l'agriculteur qui exploite la parcelle (voire des retraités qui ont la mémoire de ce qui a pu se passer) est un 1^{er} filtre pour éliminer des parcelles non adéquates. L'enquête porte sur :

- La motivation de l'agriculteur pour le sujet de l'expérimentation Une vraie relation de confiance doit pouvoir exister entre lui et l'expérimentateur, et ce d'autant plus si l'essai est prévu pour durer plusieurs années et que le dispositif expérimental est inséré dans une parcelle de taille plus importante dans la perspective d'un itinéraire technique particulier à mettre en œuvre (pas d'apport d'engrais azoté par exemple). Pour les essais de long terme, interroger l'agriculteur sur les perspectives de modification de l'itinéraire technique dans les années à venir pour identifier d'éventuelles incompatibilités avec la mise en place de l'expérimentation.
- L'adéquation de la parcelle (ou d'une zone de la parcelle) à la conduite d'un essai d'un point de vue pratique : taille adéquate (cf. mode opératoire « Choix du dispositif expérimental »), accessibilité par un chemin carrossable par tous les temps...
- La représentativité par rapport à une région.
- Une parcelle jugée spatialement homogène par l'agriculteur : le sol (et la pente, l'exposition...) et les rendements. Dans le cas de plantes pérennes implantées, le matériel végétal doit être homogène (espèces, clone, porte-greffe, année de plantation...). Identifier les passages privilégiés du tracteur en charge.
- Un historique disponible et homogène sur 3 ans pour la conduite de la parcelle (cultures, travail du sol, fertilisation, chaulage, cultures intermédiaires, devenir des résidus de récolte, apports organiques) et sur 10 ans pour les aménagements (remembrement, drainage, talus, haies, tas de fumier...), présence de prairies, apports de PRO (types de PRO, dose d'apport et fréquence). Pour les cultures pérennes, éviter les parcelles à problèmes récurrents (maladies par ex).
- Identifier des éventuels autres facteurs d'hétérogénéité (irrigation, par exemple).

Si la parcelle (ou une zone de la parcelle suffisamment grande pour accueillir l'essai) répond à tous les critères, passer à l'étape 2, sinon la parcelle ne peut pas être retenue.

Etape 2 : identifier les zones homogènes de la parcelle

L'observation de l'état de la végétation sur des **photos aériennes** de la parcelle (Géoportail®, Google maps®) peut révéler des différences de profondeur du sol.

Observer la parcelle lorsqu'elle est nue permet de mettre en évidence des zones hétérogènes (dépressions, stagnation d'eau, variations de couleur de la terre et de sa pierrosité en surface, éléments paysagers comme une mare ou une haie, pente...) ; de même quand la culture est implantée à un **stade végétatif précoce** (repérer les variations de couleur de la végétation, de taille des plantes, de salissement par les adventices...). Prendre des photos. Repérer les zones au GPS si disponible.

Une cartographie grossière de la parcelle peut ainsi être réalisée avec une **identification des zones homogènes**. Au moins 2 sondages à la tarière à main dans chaque zone homogène permettent de décrire le sol jusqu'à 1 mètre de profondeur quand cela est possible (cf. fiche de description en annexe) : présence de cailloux, d'hydromorphie, texture, couleur, présence de calcaire, profondeur. Repérer les zones tassées par les passages privilégiés du tracteur en charge (possibilité d'utiliser une tige graduée en métal). Repérer les sondages et les zones délimitées au GPS si disponible, ou à défaut sur un plan.

Si une des zones homogènes est suffisamment étendue pour accueillir tout l'essai (cas A), ou plusieurs zones homogènes peuvent contenir chacune un bloc et que cette répartition n'est pas susceptible d'interférer trop avec les objectifs de l'essai (cas B), passer à l'étape 3, sinon la parcelle n'est pas retenue.

Etape 3 : prélever des échantillons de terre pour analyses

Le prélèvement de terre a lieu sur la profondeur de travail du sol : si la parcelle est labourée, c'est sur la profondeur de labour ; si elle n'a pas été labourée depuis au moins 5 ans, mais travaillée sans retournement, c'est sur la profondeur du travail le plus profond ; si elle est en semis direct depuis au moins 5 ans, c'est sur 0-10 cm (sauf si on veut suivre une évolution de stock).

Cas A : réaliser 3 prélèvements de terre de l'horizon de surface dans la zone homogène (sur la profondeur de travail du sol, à repérer par une observation d'un profil de 40 cm de profondeur ou 0-10 cm si semis direct depuis plus de 5 ans), chaque analyse représentant un rayon de 5 m de diamètre avec 10 prélèvements élémentaires. Repérer les zones au GPS si disponible. Les analyses porteront sur les paramètres ayant des effets sur la thématique étudiée. Les analyses porteront par exemple sur la granulométrie (en sols avec plus de 20 % de calcaire, granulométrie avec décarbonatation, indispensable si l'objectif de l'essai concerne le C), la teneur en C, en N organique, le pH, la teneur en CaCO₃ total, la CEC Metson, la teneur en P (Olsen, Joret-Hébert, Dyer) et en cations échangeables (Ca, Mg, K, Na) et les paramètres spécifiques à l'objectif de l'essai qui sont spécifiés dans les protocoles.

Le coefficient de variation acceptable dépend du paramètre et de sa valeur (les coefficients de variation sont plus élevés sur des valeurs faibles). Si aucune donnée locale ni expert ne peut aider à définir ces coefficients, les seuils suivants peuvent être utilisés :

- 0,5 à 0,6 point pour le pH
- 15-20 % pour C si C > 6 g/kg, 20-30% pour C si C < 6 g/kg
- 10 % pour l'argile si argile > 150 g/kg, 20% argile si argile < 150 g/kg
- 15 % pour P₂O₅ si P₂O₅ > 0,3 g/kg, 20-30% pour P₂O₅ si P₂O₅ < 0,3 g/kg (Dyer, Joret-Hébert)
- 10% pour CEC si CEC > 10 cmol+/kg, 20% pour CEC si CEC < 10 cmol+/kg

La parcelle est rejetée dès que le coefficient de variation d'un paramètre important pour l'objectif de l'essai est supérieur au seuil acceptable.

Cas B : Procéder de la même façon, mais dans chaque zone homogène susceptible d'accueillir un bloc.

Cas particulier des plantes pérennes : en plus des analyses de terre, il faut réaliser des analyses de végétaux : mesure de la vigueur et du rendement, en prélevant aux endroits où l'on placerait les différentes modalités. Calculer le coefficient de variation et faire une analyse de variance. S'il n'y a pas de différence significative entre les futures modalités, on peut retenir la parcelle, sinon on la rejette ou on adapte le dispositif expérimental pour tenir compte de l'hétérogénéité (place des blocs) (cf. « méthode de mise en place d'un essai au champ »).

Des prélèvements des horizons sous-jacents peuvent s'avérer nécessaires, à ce stade, selon les objectifs de l'essai.

Quand la parcelle est retenue, il est recommandé de passer une convention entre l'agriculteur et l'organisme expérimentateur, avant de démarrer l'essai par la caractérisation de l'état initial (cf. protocoles)

Références bibliographiques – Sources - Personnes ressources (contact)

Responsable de la rédaction : Anne Schaub (ARAA) a.schaub@alsace.chambagri.fr

ANNEXE : FICHE DE DESCRIPTION DE SOL PAR SONDAGE TARIERE

SOURCE ARAA

N° sondage :

Date observation : . . / . . / . .

Auteur de l'observation :

Nom de l'agriculteur :

Lieu-dit :

Nom commune :

N° INSEE :

Longitude (X Lambert II) :

Latitude (Y Lambert II) :

GPS :

Situation topographique : % pente :

- 0 Plateau
- 1 Plaine
- 2 Replat dans la pente
- 3 Cuvette
- 4 Dépression type Ried
- 5 Bas de pente
- 6 Fond de vallée
- 7 Talweg
- 8 Sommet de butte
- 9 Crête
- 10 Versant
- 11 Terrasse
- 99 Non déterminé

Occupation du sol :

- 1 vigne, verger
- 2 terre labourable
- 3 forêt
- 4 prairie
- 5 autres
- 99 non renseigné

PLAN D'ACCES

Nature de la roche mère :

Profondeur d'atteinte de la roche mère en cm :

Raison d'arrêt de la description :

- 1 horizon C (cailloux) atteint
- 2 horizon R (roche) atteint
- 3 nappe atteinte
- 4 profondeur suffisante atteinte (longueur de tarière)
- 5 autre contrainte
- 99 non renseigné

Limite des horizons en cm	% cailloux	Texture LI, Aa, Ss	Hydromorphie	Couleur	Effervescence à HCl N/10 (matrice)
....-....					
....-....					
....-....					
....-....					
....-....					

Cailloux

- 0 absence d'éléments grossiers
- 1 moins de 5%
- 2 5 à 25%
- 3 25 à 50%
- 4 plus de 50%
- 99 non déterminé

Hydromorphie

- 0 pas d'hydromorphie
- 1 quelques tâches rouille ou grises
- 2 beaucoup de tâches
- 3 pseudo-gley
- 4 gley
- 99 non renseigné

Effervescence

- 0 nulle
- 1 faible
- 2 moyenne
- 3 forte
- 4 extrêmement forte
- 99 non déterminé

Effervescence à HCl de la matrice (évaluation globale) :

- 1 Tout calcaire
- 2 Pas calcaire, puis calcaire en profondeur
- 3 Pas calcaire du tout
- 4 Calcaire en surface, mais pas en profondeur
- 99 Non renseigné

Cailloux calcaires : OUI NON

Hydromorphie globale selon FAVROT :

- 0 Absence totale de tâches sur 120 à 130 cm
- 1 Quelques tâches, concrétions au-dessous de 80 cm
- 2 Peu de tâches entre 50 et 80 cm, beaucoup en dessous
- 31 Tâches rouille dès 20-30 cm, tâches d'oxydo-réduction importantes à partir de 50 cm
- 32 Tâches rouille dès la surface, tâches d'oxydo-réduction importantes dès 30 cm
- 4 Plages rouille et grises dès la surface, gley entre 50-120 cm
- 99 Non renseigné

Contrainte forte pour une culture :

- 0 Pas de contrainte
- 1 Gley ou nappe permanente
- 2 Niveaux argileux
- 3 Cailloux
- 99 Non renseigné

Profondeur d'apparition de la contrainte en cm :

Type de sol (si typologie régionale) :

Conseils pour le choix du dispositif statistique expérimental

Mots clés : dispositif expérimental, randomisation, blocs aléatoires complets, carré latin, split-plot, criss-cross, α -plan

Contenu de la procédure :

La procédure établit les critères de choix d'un dispositif expérimental présentant des répétitions (dont les données seront statistiquement exploitables). Elle présente les principes généraux de choix et de construction statistique de différents plans : blocs aléatoires complets, carré latin, criss-cross, split-plot, carré semi-latin (α -plans).

I. Plans expérimentaux

Avant de construire le plan d'expérimentation à proprement parler, il faut définir les objectifs de l'essai, les facteurs et traitements que l'on souhaite étudier. En parallèle, ou après avoir défini le dispositif expérimental à mettre en place, il est nécessaire de choisir la parcelle agricole sur laquelle se déroulera l'expérimentation. La procédure est expliquée dans la partie précédente ([Choix de la parcelle expérimentale](#)). En fonction de la parcelle agricole qui accueillera l'essai et de ses spécificités intrinsèques, on réajustera les caractéristiques du dispositif expérimental choisi.

Pour le choix du dispositif statistique, 4 aspects sont à garder à l'esprit :

- **La finalité de l'essai** (démonstrative, acquisition de données de référence)
- **Les objectifs de l'essai** (fixés dans le protocole expérimental)
- **Les contraintes techniques** (homogénéité du terrain, matériel agricole, main-d'œuvre disponible)
- **Les contraintes budgétaires** (coût des analyses, temps de main-d'œuvre).

Le schéma 1 ci-après présente les principales étapes pour le choix du dispositif statistique à mettre en place.

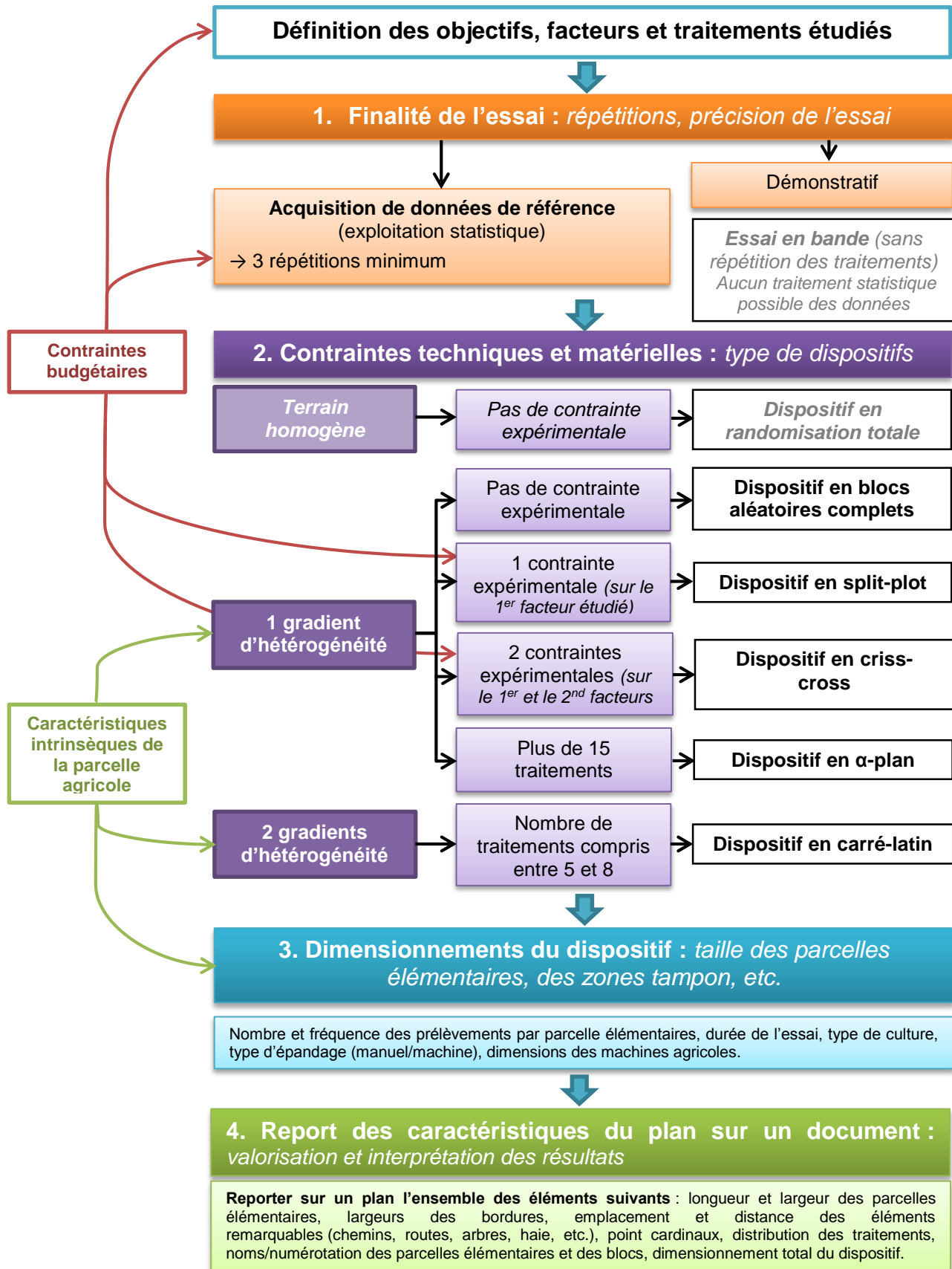


Figure 1 : Etapes pour le choix du dispositif statistique

I.1. Finalité de l'essai

Si l'essai est **démonstratif**, le plan ne nécessite **pas de répétition**. On se place donc dans le cas d'un **essai en bandes**. Les données ne sont pas statistiquement exploitables.

Dans le cas d'un essai élaboré pour l'**acquisition de données** de référence, il est impératif de mettre en place **au moins 3 répétitions** des traitements étudiés.

Les répétitions permettent d'estimer la variabilité expérimentale et d'augmenter la précision des estimations. Cela évite d'attribuer à un traitement un effet qui est en réalité dû à la variabilité du terrain. D'autre part, cela permet de pallier aux valeurs aberrantes ou manquantes (il est possible d'estimer une valeur manquante ou aberrante à partir des autres répétitions).

Plusieurs dispositifs présentant des répétitions de traitements sont possibles. Nous ne présenterons ici que les dispositifs en blocs aléatoires complets, carré latin, criss-cross, split-plot et carré semi-latin.

I.2. Les contraintes techniques : hétérogénéité du terrain

1) Le champ ne présente pas d'hétérogénéité : plan en randomisation totale

Terrain homogène
Pas de contrainte expérimentale

Ces plans sont très rares en expérimentation agronomique au champ car il n'est pas commun de trouver une parcelle agricole homogène.

Les répétitions des traitements étudiés sont attribuées de façon totalement aléatoire aux parcelles élémentaires du dispositif.

En attribuant un nombre à chaque traitement, il est possible de distribuer de façon aléatoire les traitements à l'aide de logiciels tels que R, Excel ou Statbox Agri® (tirage aléatoire de nombre sans remise).

2) Le terrain présente un gradient d'hétérogénéité : dispositifs en blocs

Gradient : variation dans l'espace d'un élément (ex. teneur N, hydromorphie, présence d'une haie) pouvant modifier les résultats et leur interprétation. Cette variation entraîne une hétérogénéité (ex. variabilité du sol). Un dispositif en bloc permettrait de contrôler une partie de cette hétérogénéité.

Il existe plusieurs modèles de dispositifs en blocs permettant de s'affranchir d'un éventuel gradient d'hétérogénéité.

Dans le cas où un seul gradient d'hétérogénéité est identifié et que l'on n'ajoute pas d'autres contraintes expérimentales, on choisira un plan en blocs aléatoires complets.

Bloc : ensemble de parcelle élémentaires supposées homogènes. Un bloc contient une seule et unique répétition de chaque traitement étudié (soit autant de parcelles élémentaires que de traitements étudiés). Le dispositif présente autant de blocs que de répétitions de traitements. Les blocs d'un même dispositif doivent se justifier en étant différents les uns des autres (présence d'un gradient d'hétérogénéité). Cependant une trop grande différence entre les blocs pourrait induire une interaction effet traitement x effet bloc. L'absence de cette interaction pourra être vérifiée avec le test statistique de Tukey (voir [procédure de validation et exploitation statistique annuelle des données](#))

Plan en blocs aléatoires complets

1 gradient d'hétérogénéité
Pas de contrainte expérimentale

Les blocs, disposés **perpendiculairement au gradient d'hétérogénéité**, permettent un certain contrôle de celle-ci : les **parcelles élémentaires d'un même bloc** sont affectées de la même manière par le gradient et **restent donc homogènes entre elles**.

Ainsi, une intervention culturelle commune à tous les traitements étudiés sera effectuée dans le sens des blocs. De cette manière, la possible hétérogénéité apportée par l'intervention sera contrôlée par les blocs.

En général, un bloc se trouve sur une surface d'un seul tenant. Il est cependant possible d'éclater un bloc en plusieurs sous-blocs dans un souci d'homogénéité des parcelles d'un même bloc.

Les parcelles élémentaires sont allongées dans le sens du gradient, ce qui permet de prendre en compte l'hétérogénéité intra parcellaire lors de l'échantillonnage et des mesures.

Ce type de dispositif permet d'autre part plus de souplesse pour les interventions culturelles qu'un plan en randomisation totale.

Les traitements sont distribués aléatoirement bloc par bloc. Pour distribuer les traitements dans le 1^{er} bloc, on procède à un tirage aléatoire sans remise. On réitère l'opération pour chacun des autres blocs. Le logiciel Statbox Agri® permet d'obtenir directement un plan en blocs aléatoires complet.

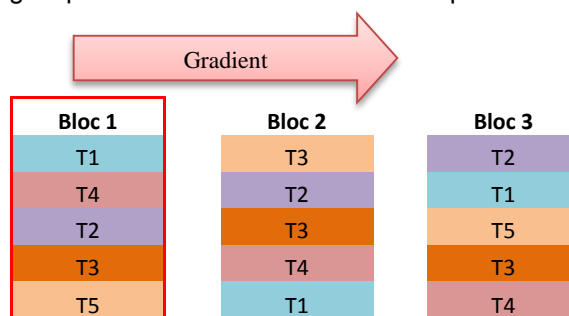


Figure 1 : Plan expérimental en blocs aléatoires complets en présence d'un gradient d'hétérogénéité

N.B. : Il peut arriver alors que des répétitions d'un même traitement se trouvent côte-à-côte dans le dispositif. Certains expérimentateurs effectuent alors des tirages successifs jusqu'à obtenir un plan qui les satisfasse ou encore des « arrangements » à la main. Un biais expérimental est alors introduit : la répartition n'est plus réellement aléatoire et dépend de l'expérimentateur (un expérimentateur jugera un tirage comme étant correcte tandis qu'un autre non). L'analyse statistique des données mise en œuvre sera néanmoins celle d'un plan en blocs aléatoires complets, qui n'en est plus vraiment un. C'est pourquoi ces méthodes sont déconseillées.

Plan en carré semi-latin ou α -plan

1 gradient d'hétérogénéité
Plus de 15 traitements

Dans un plan en blocs aléatoires complets, plus le nombre de traitements est élevé, plus les dimensions des blocs sont grandes et plus le risque d'hétérogénéité est grand au sein même du bloc. C'est pourquoi au-delà de 15 traitements, il est conseillé d'utiliser un α -plan.

Ce type de plan présente des sous-blocs permettant de contrôler l'hétérogénéité à l'intérieur même des blocs. Ces sous-blocs, ou blocs incomplets, sont distribués de façon à former des blocs-lignes et des blocs-colonnes complets (figure 2).



Figure 2 : Plan expérimentale en carré semi-latin

Le tirage de ce type de plan peut se faire via l'utilisation d'un logiciel tel que Statbox Agri®. Des algorithmes de tirage sont présentés par Patterson et Williams (1976), l'ITCF (2001), Patterson et al. (1978).

Ce type de plan n'ajoute pas de contrainte supplémentaire de mise en place par rapport aux plans en blocs aléatoires complets. Ils sont généralement indiqués pour les essais variétaux.

3) Le terrain présente 2 gradients d'hétérogénéité : plan carré latin

**2 gradients d'hétérogénéité
Nombre de traitements compris entre 5**

Le plan en carré latin permet de prendre en compte 2 gradients d'hétérogénéité ayant des directions perpendiculaires.

Ce dispositif impose que le nombre de répétitions des traitements soit égal au nombre de traitements. Les blocs sont définis en colonne et en ligne. Les blocs-colonnes prennent en compte l'hétérogénéité qui leur est perpendiculaire, de même pour les blocs-lignes. Un traitement est placé une seule et unique fois par colonne et par ligne.

La construction statistique peut se faire à l'aide d'un logiciel statistique ou de la manière suivante (Letourmy, 1995) :

- 1) On construit un plan en carré latin arbitraire :

	C1	C2	C3	C4	C5
L1	T1	T2	T3	T4	T5
L2	T2	T3	T4	T5	T1
L3	T3	T4	T5	T1	T2
L4	T4	T5	T1	T2	T3
L5	T5	T1	T2	T3	T4

- 2) On randomise les lignes : tirage d'un numéro de ligne dans un chapeau, sans remise

	C1	C2	C3	C4	C5
L3	T3	T4	T5	T1	T2
L4	T4	T5	T1	T2	T3
L2	T2	T3	T4	T5	T1
L5	T5	T1	T2	T3	T4
L1	T1	T2	T3	T4	T5

- 3) On randomise les colonnes

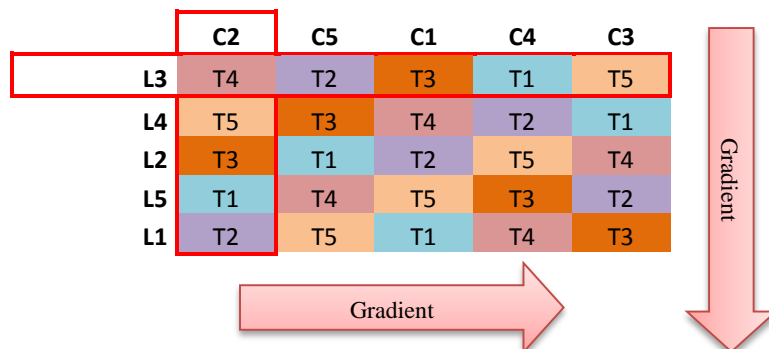


Figure 3 : Plan expérimental en carré latin

Il est conseillé d'utiliser ce type de plan lorsque le nombre de traitements est compris entre 5 et 8.

I.3. Contraintes techniques : matériel agricole et main d'œuvre disponible

Afin de faciliter les interventions culturales et donc de diminuer le temps de main d'œuvre nécessaire sur le terrain, deux méthodes de tirage de plan sont possibles : plan split-plot et plan criss-cross. Ces deux plans ne sont envisageables que dans le cas où il n'existe qu'un seul gradient d'hétérogénéité (blocs que dans un sens).

Plan split-plot

1 gradient d'hétérogénéité
1 contrainte expérimentale (sur le 1^{er} facteur étudié)

Dans ce type de dispositif, chacun des blocs est divisé en autant de sous-blocs que de modalités du 1^{er} facteur étudié. Chaque sous-bloc reçoit de manière aléatoire une des modalités du 1^{er} facteur. Puis les modalités du 2nd facteur étudié sont distribuées aléatoirement dans chacun des sous-blocs. Cela permet de faciliter les interventions culturales : les interventions culturales relatives au 1^{er} facteur étudié sont effectuées à l'échelle du sous-bloc et non de chaque parcelle élémentaire. On notera cependant que ce type de dispositif introduit une perte de précision pour le 1^{er} facteur étudié.

Ex : Facteur étudié n° 1 : Fertilisation minérale N – Facteur étudié n° 2 : Nature du PRO

Bloc 1		Bloc 2		Bloc 3	
Sous-bloc N	Sous-bloc sans N	Sous-bloc N	Sous-bloc sans N	Sous-bloc sans N	Sous-bloc N
T3	T4	T5	T3	T2	T4
T6	T3	T6	T1	T5	T1
T4	T6	T2	T4	T3	T6
T2	T1	T1	T5	T6	T3
T5	T2	T4	T2	T1	T2
T1	T5	T3	T6	T4	T5

Figure 4 : Plan expérimental en split-plot

Plan criss-cross

1 gradient d'hétérogénéité
2 contraintes expérimentales (sur le 1^{er} et le 2nd facteurs étudiés)

De la même manière que pour un dispositif en split-plot, les blocs constitués sont divisés en autant de sous-blocs que de modalités du 1^{er} facteur étudié. Puis les modalités du 2nd facteur étudié sont distribuées aléatoirement pour l'ensemble du bloc ; les mêmes modalités se trouvent donc en vis-à-vis dans les sous-blocs du même bloc. On effectue une nouvelle distribution aléatoire des modalités du 2nd facteur pour chaque bloc.

Ex : Facteur étudié n° 1 : Fertilisation minérale N – Facteur étudié n° 2 : Nature du PRO

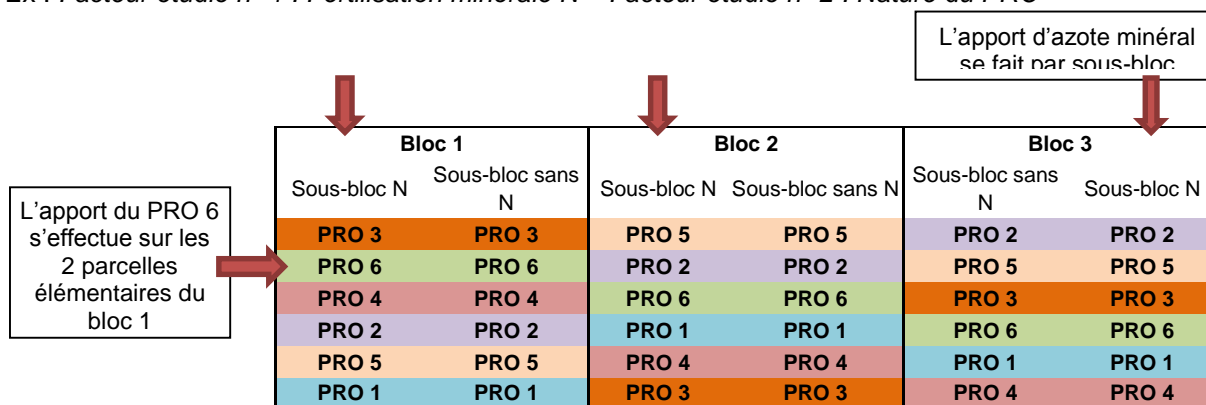


Figure 5 : Plan expérimental en criss-cross

I.4 Contraintes budgétaires : quelques solutions possibles

Afin d'acquérir des données fiables et exploitables d'un point de vue statistique, il est nécessaire de mettre en place un dispositif présentant des répétitions. La conduite et le suivi d'un essai peut alors s'avérer coûteuse du fait de l'**investissement en main d'œuvre** nécessaire pour une conduite fiable et du fait des **mesures de laboratoire** qu'il est nécessaire d'acquérir à l'**échelle de la parcelle élémentaire** (c'est-à-dire pour chacune des répétitions des traitements étudiés).

Afin de réduire les coûts expérimentaux (temps de travaux d'intervention sur la parcelle, coût des analyses, etc.), plusieurs solutions, combinées entre elles ou non, sont envisageables.

1) Ne conserver que les traitements les plus importants pour les objectifs de l'essai : c'est-à-dire éliminer certaines combinaisons de modalités/niveaux des facteurs étudiés. Par exemple dans l'exemple ci-dessous, l'expérimentateur ne s'intéresse concrètement qu'à comparer les effets du compost de déchets verts et de la boue de STEP pour la dose de 5 t/ha à une référence connue qu'est le fumier de bovins. Il souhaite également voir l'impact d'un doublement de la dose d'apport du compost. Il lui est alors possible de supprimer certains traitements comme suit :

Nom traitement	Traitements
FB 5t	Fumier de bovins FB x 5 t MB/ha
FB 10t	Fumier de bovins FB x 10 t MB/ha
CDV 5t	Compost de déchets verts CDV x 5 t MB/ha
CDV 10t	Compost de déchets verts CDV x 10 t MB/ha
B 5t	Boue de STEP B x 5 t MB/ha
B 10t	Boue de STEP B x 10 t MB/ha

Il ne conserve que 4 traitements sur 6. Cela diminue la surface pour les interventions culturales ainsi que le nombre d'échantillons à prélever et analyser.

Attention ! Dans ce cas, **d'un point de vue statistique**, l'analyse de variance ne se fera plus sur 2 facteurs (nature du PRO et dose d'apport du PRO) mais **sur un seul facteur** que l'on peut ici nommer par exemple stratégie de fertilisation. On ne pourra donc distinguer lors de l'analyse statistique l'effet de la nature du PRO d'une part et l'effet de la dose d'apport d'autre part (voir [procédure de validation et exploitation statistique annuelle des données](#)).

2) Se limiter à 3 répétitions par traitement

3) Choisir un dispositif facilitant les interventions sur la parcelle expérimentale (criss-cross, split-plot). Ceci permet de diminuer le temps de main-d'œuvre nécessaire sur la parcelle.

4) Prévoir un échantillonnage de chaque répétition de chaque traitement et les **stocker** dans les conditions appropriées (voir méthodes de préparation et de conditionnement des échantillons [sol](#), plantes, [PRO](#)). Les analyses les plus coûteuses pourront alors être effectuées plus tard. Il faudra tout de même comptabiliser le coût de stockage des échantillons.

II. Choix du dispositif : points à ne pas négliger

II.1 Puissance *a priori* d'un essai

La puissance d'un essai est sa capacité à **montrer des différences entre les traitements étudiés**. Cette valeur peut être estimée avant la mise en place de l'essai. Elle se calculera également pour chaque paramètre mesuré (puissance *a posteriori* – voir [procédure de validation et exploitation statistique annuelle des données](#)). Un essai peut donc être puissant pour un paramètre mesuré donné et ne pas l'être pour un autre.

Le nombre de répétitions et le type de dispositif conditionnent la puissance statistique de l'essai. Plus on augmente les contraintes expérimentales, moins le dispositif sera puissant. De manière générale, on classe les dispositifs de cette façon :

Blocs aléatoires complets / α -plan > Carré latin > Split-plot > Criss-cross

IMPORTANT : L'analyse statistique des données devra toujours correspondre au dispositif choisi (voir [procédure de validation et exploitation statistique annuelle des données](#)).

II.2 Représentativité et durabilité d'un essai

Le dispositif doit être réfléchi de façon à assurer une homogénéité maximale de la surface expérimentale et une durabilité de l'essai.

II.2.1 Taille des parcelles élémentaires

La taille des parcelles élémentaires se fixe en gardant à l'esprit les notions suivantes :

- Plus les prélèvements sont fréquents et nombreux, plus ils sont destructifs pour les parcelles élémentaires. De plus, sur un essai de longue durée, le nombre de prélèvements sera d'autant plus important. La taille des parcelles élémentaires doit donc être assez grande.
- Plus les parcelles élémentaires sont grandes, plus le risque d'hétérogénéité au sein de la parcelle est grand.
- Afin d'être représentative, la parcelle élémentaire doit être assez grande. Par exemple, pour mesurer un rendement et ne pas avoir une erreur expérimentale trop grande, il faut que les échantillons soient assez importants et donc les dimensions adaptées en fonction du type de culture en place.
- Les parcelles élémentaires doivent être adaptées aux machines agricoles disponibles.

Le dimensionnement des parcelles élémentaires est un compromis entre des contraintes pratiques et des principes théoriques.

A titre indicatif, Dagnélie (2012) donne les ordres de grandeur suivants :

Tableau 1 : Exemple d'ordres de grandeurs de parcelles élémentaires selon le type de culture étudiée

Type de cultures	Ordre de grandeur des parcelles élémentaires
Cultures maraîchères	Sans utilisation de moyens mécaniques, quelques m ² de manière à disposer d'au moins 4 à 10 plantes
Arboriculture fruitière	Les arbres sont en général très espacés entre eux. Afin d'avoir des dimensions raisonnable, il est parfois nécessaire de réduire la parcelle élémentaire à quelques arbres voire un seul
Grandes cultures	Entre 100 et 1000m ² selon la largeur des machines agricoles
Sylviculture	Les jeunes plantations et les pépinières peuvent s'apparenter à l'arboriculture fruitière Les plantations âgées nécessiteront de 25 à 50 ares voire plus d'un hectare dans certains cas.

En résumé, lors du dimensionnement des parcelles élémentaires, il est nécessaire de prendre en compte :

- le nombre de prélèvements par parcelle élémentaire et la fréquence des campagnes d'échantillonnage,
- la durée de l'essai,
- la représentativité de la parcelle élémentaire,
- le type de culture,
- le type d'épandage choisi (manuel/machine),
- les dimensions des machines agricoles.

II.2.2 Interférences entre parcelles élémentaires et bordures

Des interférences entre parcelles élémentaires voisines peuvent exister. En effet, les racines des plantes d'une parcelle élémentaire peuvent déborder sur une autre, ou encore les traitements

appliqués à l'une peuvent déborder sur l'autre. C'est ce que l'on appelle l'effet bordure. C'est pourquoi il est important de mettre en place des « couloirs » entre les parcelles élémentaires, sur lesquels aucun prélèvement et aucune observation ne seront faits. Plusieurs solutions sont pratiquées :

- Délimiter une zone d'observation dans la partie centrale des parcelles élémentaires
- Insérer des couloirs ne recevant aucun traitement entre chaque parcelle élémentaire
- Combiner les 2 pratiques.

Les dimensions des bordures sont fixées en fonction du matériel agricole et de l'importance des possibles effets bordures dans l'essai. Dans le cas des essais étudiant les PRO et en particulier lorsqu'ils sont de longue durée, la mise en place de bordures « zéro traitement » est vivement conseillée. En effet, le travail du sol peut engendrer des déplacements de terre d'une parcelle élémentaire à une autre, et donc des « contaminations » entre parcelles élémentaires voisines ne recevant pas le même traitement.

Lorsque le choix du dispositif et de ses dimensions ont été fixés, **il est impératif de reporter sur un plan l'ensemble des éléments suivants :**

- Longueur et largeur des parcelles élémentaires,
- Largeurs des bordures,
- Emplacement et distance des éléments remarquables : chemins, routes, arbres, haie, etc.,
- Point cardinaux,
- Distribution des traitements,
- Noms/numérotation des parcelles élémentaires et des blocs,
- Dimensionnement total du dispositif.

Ce plan servira à l'exploitation et l'interprétation des résultats. Il devra être inséré au protocole expérimental de l'essai.

Personne ressource :

Alix Bell : alixbell9@gmail.com

PROCOLES

Contenu des protocoles

I. Choix du dispositif expérimental	
I.1. Contexte, état des connaissances	Rappels sur la thématique abordée, resitue le contexte d'application du protocole, pose la problématique
I.2. Objectifs de l'essai/ Questions posées	Objectifs généraux de l'étude (références à acquérir) Ensemble des questions auxquelles l'essai tente de répondre
I.3. Facteurs et traitements étudiés	
I.3.1. PRO	Facteurs et modalités étudiés concernant les PRO : dose (raisonnement), dates d'apport, enfouissement, fréquence d'apport, mode d'apport et contrôle des quantités épandues, localisation de l'apport (rang, inter-rang), etc.
I.3.2. Mise en place des témoins	
I.3.3. Traitements étudiés	Récapitulatif des traitements étudiés (croisement des facteurs, sous forme de tableau par exemple) Mode de calcul du nombre de parcelles et de la surface minimum nécessaire en fonction du nombre de traitements étudiés
I.4. Dispositif expérimental	
I.4.1. Durée de l'essai	Durée minimale de l'essai
I.4.2. Type de dispositif	Recommandation sur la prise en compte des hétérogénéités (historique parcellaire, drainage, gradients...), distribution des traitements au sein du dispositif, etc. Exemple de plan
I.4.3. Taille des parcelles	Taille minimale des parcelles – bordures – repérage des parcelles (visuelle, GPS)
I.4.4. Equipements	Epandage, récolte en fonction des surfaces/manuel ? ...
II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai	
<i>Recommandation et exigences préalables à la mise en place d'un essai, en fonction de la thématique</i>	
II.1. La parcelle de l'essai	
II.1.2. type de sol	Recommandations sur « l'homogénéité » (texture, battance, profondeur, etc.)
II.2.2. Système cultural	Dans quel système cultural est-il préférable de s'inscrire (ex : représentation des pratiques de la région)
II.1.3. Historique parcellaire	Historique à éviter (contexte) ex : ancienne industrie
II.2. Les cultures	Recommandations sur la culture ou la rotation à étudier (type(s) de culture, variété, âge de la plantation (arbo/viti), gestion des résidus de culture, objectif de rendement, implantation, récolte, etc.)
II.3. Les PRO étudiés	<ul style="list-style-type: none"> - Nombre minimum de produits à tester, - Type et caractéristiques des produits à tester - S'assurer que l'origine est la même sur plusieurs années
II.4. Itinéraire technique	Recommandations concernant l'itinéraire technique de l'essai n'ayant pas été abordé dans les paragraphes précédents, par exemple : <ul style="list-style-type: none"> - Travail du sol (période, fréquence, profondeur) - Traitements phytosanitaires (raisonnement) - Fumure minérale (raisonnement de l'apport) - Modalités d'apport (injection, palette...) - etc.
III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai	
III.1. Situation géographique	<ul style="list-style-type: none"> - Région climatique, agricole, bassin de production, etc. - Coordonnées : altitude, longitude, latitude - Localisation sur une carte IGN (échelle ?) - Géolocalisation ou plan - Etc.
III.2. Sol	<ul style="list-style-type: none"> - Caractérisation initiale (analyse physico-chimiques à effectuer) - Dénomination pédologique, épaisseur, drainage, irrigation, pente (exposition), pierrosité, structure, battance, etc. - Profil pédologique, profil cultural ? - Etc.
III.3. Histoire culturelle	Durée minimale de l'historique

	<p>Eléments à renseigner</p> <ul style="list-style-type: none"> - Rendements et cultures - Types d'amendement et tonnage - Devenir des pailles - Autres faits marquants - etc.
[III.4. Point 0 sur plantes pérennes]	- Point zéro sur plante]
IV. Observations et mesures	
IV.1. Mesures et observations sur le sol	<p>Pour chaque observation à faire, préciser :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Fréquence - Date de réalisation - Horizons concernés - Parcelles concernées - Méthodes d'échantillonnage (préconisation pour la thématique) - Analyses (type et méthode analytique)
IV.2. Mesures et observations sur les PRO	<p>Information sur l'origine des PRO (traitements, durée de stockage, intrants, etc.)</p> <p>Pour chaque observations/groupement d'analyses à faire, préciser :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Fréquence ou périodicité - PRO concernés - Méthodes d'échantillonnage (localisation des prélèvements, surface de prélèvement, nombre de prélèvements, matériels de prélèvement, etc.) - Analyses (type et méthode analytique)
IV.3. Mesures et observations sur les plantes	<p>Pour chaque observation / groupement d'analyses à faire (et pour chaque culture quand cela est nécessaire), préciser :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Fréquence - Date de réalisation - Parcelles concernées - Méthodes d'échantillonnage (localisation des prélèvements, surface de prélèvement, nombre de prélèvements, matériels de prélèvement, etc.) - Analyses (type et méthode analytique)
IV.4. Mesures et observations sur le climat	Paramètres à suivre et pas de temps de suivi
[IV.5. Mesures et observations sur les autres intrants (engrais pesticides eau d'irrigation)]	
[IV.6. Observations sur EAU ou AIR]	
V. Autres données à recueillir sur l'essai : Opérations culturales et suivi de la culture	
<ul style="list-style-type: none"> - opérations culturales : dates, matériel utilisé, résultats obtenus et conditions de réalisation - suivi de la culture : éléments à renseigner et méthode d'observation. - stades de développements : stades à observer - densité de peuplement - maladies - ravageurs - enherbement - accidents de culture - etc. 	
VI. Traitement et valorisation des données	
Calculs à effectuer pour les résultats obtenus sur les compartiments (fixer les formules de calcul), Traitements statistiques	

Cette trame a été construite dans le cadre du Réseau PRO à l'aide des protocoles cités ci-dessous :

- ITAB, 2001 : Protocole d'essai – Objectifs, Observations, Mesures, Fertilisation azotée des céréales d'hiver conduites en agriculture biologique, 43 p.
- ARVALIS, 1998 : Etude de la valeur azote de fumiers de bovins, de composts de fumiers de bovins, de fumiers de volailles et de lisiers de porcs dans une rotation colza d'hiver-blé tendre d'hiver et sur un ray-grass anglais fauché – Jeu les Bois (36)
- CA84 : Utilisation de composts de boues urbaines en fertilisation d'entretien sur verger de pommier
- CA66 : Suivi agronomique de l'effet des composts de déchets verts/déchets agricoles avant artichaut
- INRA : Essai QUALIAGRO – Etude de la valeur agronomique et des impacts environnementaux de composts d'origine urbaine

Comment combiner plusieurs thématiques d'étude des PRO ?

Pour l'expérimentateur qui le souhaite, il est possible de combiner plusieurs thématiques d'étude des PRO moyennant certains ajustements de protocole (ajout d'un témoin, modification de certains traitements, etc.). Le tableau ci-dessous présente les thématiques qu'il est possible d'étudier sur le même dispositif, dans le cadre des protocoles présentés dans ce guide.

		Thématique d'étude principale				
		cinétique de minéralisation N	Effet fertilisant direct N	Valeur fertilisante P	Valeur amendante (MO)	Devenir des contaminants
Thématique d'étude secondaire	Azote : cinétique de minéralisation					
	Azote : effet fertilisant direct			X	X	
	Valeur fertilisante P		X		X	X
	Valeur amendante (MO)					X
	Devenir des contaminants			X	X	

Pour chacune des thématiques dont l'étude est combinable avec d'autre, les tableaux 1, 2, 3 et 4 suivants indiquent les ajustements à apporter au protocole de la thématique d'étude principale.

Tableau 1 : Etude des effets fertilisants azotés directs avec les autres thématiques

Ajustements	Valeur fertilisante P	Valeur amendante (MO)
Témoin supplémentaire		
Traitement supplémentaire		
Précaution itinéraire technique		
Autre remarque		

Tableau 2 : Etude principale de la valeur fertilisante P (Protocole 3) avec les autres thématiques

Ajustements	Effet fertilisant direct N	Valeur amendante (MO)	Devenir des contaminants
Témoin supplémentaire			Pas de Témoin supplémentaire : le Témoin « contaminant » est le Traitement sans apport de PRO x e
Traitement supplémentaire			Pas de Traitement supplémentaire
Précaution itinéraire technique			Pas de précaution
Autre remarque			Comparaison de la teneur en contaminant (dans le sol et la culture) pour au moins le couple de traitements (sans PRO ; avec PRO) caractérisé par un cumul de P total en provenance du PRO et de l'engrais équivalent.

Tableau 3 : Etude principale de la valeur amendante (MO) (objectifs 1 ou 2) avec les autres thématiques

Ajustements	Effet fertilisant direct N	Valeur fertilisante P	Devenir des contaminants
Témoin supplémentaire			Pas de Témoin supplémentaire
Traitement supplémentaire			Pas de Traitement supplémentaire
Précaution itinéraire technique			Pas de précaution
Autre remarque			Analyse des contaminants dans le sol en même temps que C

Tableau 4 : Etude principale du devenir des contaminants (objectif 2) avec les autres thématiques

Ajustements	Valeur fertilisante P (protocole 2)	Valeur amendante (MO) (objectifs 1, 2, 3)
Témoin supplémentaire	Témoin sans engrais P et sans PRO	Pour objectif 3 : Témoin tournant sans engrais N ni PRO
Traitement supplémentaire	Engrais 1	Pas de Traitement supplémentaire
Précaution itinéraire technique	Ne pas être limitant en nutrition N des cultures. Ne pas compléter en engrais P.	Pas de cipan. Pas de restitution des résidus de culture.
Autre remarque		

Thématique d'étude : Azote

A la différence des engrais azotés minéraux, une partie de l'azote des PRO se trouve sous des formes organiques diverses (acides aminés, peptides, ADN,...) associée à une forme minérale de l'azote essentiellement ammoniacale. La proportion d'azote organique et minéral, et les formes d'azote organiques diffèrent largement entre PRO et peuvent même varier dans le temps au sein d'une même filière de production, en relation avec leur origine, leur nature, les procédés de traitement et de stockage.

Le devenir de la fraction ammoniacale de l'azote des PRO ainsi que de la fraction uréique (importante dans les PRO issus d'élevages avicoles) après hydrolyse rapide, est analogue à celle des engrais minéraux. Rapidement nitrifiée dans le sol, cette fraction devient disponible pour la nutrition des plantes.

L'azote organique des PRO ne devient disponible pour la nutrition des cultures qu'après dégradation de ces matières organiques dont les dynamiques sont très variables.

Ainsi, contrairement aux engrais minéraux azotés, la mise à disposition de l'azote des PRO aux cultures est étalée dans le temps sur plusieurs mois à plusieurs années. C'est pendant l'année suivant leur épandage que les produits organiques libèrent le maximum d'azote labile qu'ils contiennent selon des cinétiques différentes. Au-delà, la majeure partie de l'azote restant est intégrée dans la matière organique du sol et se minéralise à une vitesse proche de celle-ci.

Le choix de protocoles sur la thématique azote a été défini en fonction des critères suivants :

→ **Privilégier essais annuels** pour étudier l'effet court terme :

- dont l'enjeu est le plus important (les effets azote d'un apport de PRO après la 1^{ère} année sont souvent faibles (du même ordre de grandeur que la précision des mesures) ;
- essais annuels plus faciles de mise en œuvre par le plus grand nombre ;
- effet azote à long terme (en lien avec la Matière organique du sol) pris en compte dans protocole sur les effets amendants.

→ **Privilégier les essais avec répétitions**;

→ **Référencer indicateurs utilisés dans des méthodes et outils de calcul de dose d'azote : CAU/Keq et mobilisant des mesures d'azote absorbé par les cultures ;**

→ **Faire le lien avec la caractérisation des PRO au laboratoire** en lien avec la cinétique de minéralisation du N organique.

Deux grands types de protocoles ont été distingués :

Protocole 1 : Etablir la cinétique de minéralisation de l'azote organique d'un PRO au champ et comparer avec la cinétique obtenue au laboratoire pour définir les conditions de transposition au champ, des cinétiques de minéralisation obtenues au laboratoire.

→ **Essais plus difficiles de mise en œuvre**

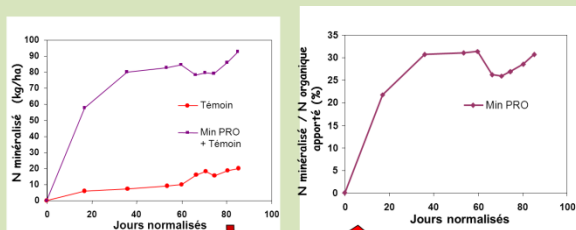
→ **Approche à cibler sur certains types de PRO**

- Minéralisation significative attendue (données labo)
- PRO avec risque d'organisation importante de l'azote (rapport C/N élevé...)

2 options peuvent être considérées :

Option 1

Suivi sous sol nu + utilisation du modèle LIXIM (INRA) (INRA) retenue



Option 2

Suivi N sol + plante sous culture non fertilisée

→ Approche plus lourde, non retenue

Protocole 2 et 2bis : Evaluer la valeur fertilisante azote d'un PRO sur une culture réceptrice pour une (ou plusieurs) modalité(s) d'apport (période, incorporation...).

3 options sont possibles :

Option 1

Référencer CAU/Keq

→ Le plus simple à mettre en œuvre

Fertilisation engrais référence (Ammonitrate ou engrais organique)	Dose N
Témoin	0
Engrais référence	X/4
Engrais référence	X/2
Engrais référence	3/4X
Engrais référence	X
Engrais référence	5X/4
PRO	Dose1
autres modalités PRO...	Dose2 ou autre modalité d'apport

Option 2

Impact apport de PRO sur bilan N

Option 1

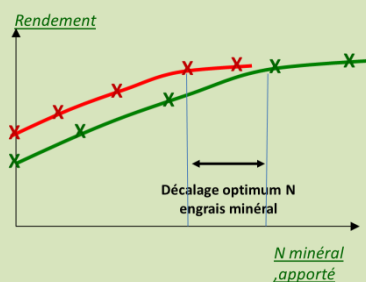
+

Mesures de stock N minéral du sol à l'ouverture et à la fermeture du bilan N

Option 3

Adaptations de fertilisation N minérale complémentaire (dose fractionnement)

→ Courbe de réponse avec ou sans PRO



Thématique Azote - PROTOCOLE 1 : Évaluation de la cinétique de minéralisation de l'azote organique d'un PRO

I. Choix du dispositif expérimental

I.1 Contexte, état des connaissances

Ce protocole a pour but de proposer une méthode pour estimer les flux d'azote (N) disponibles à court terme (environ un an) via un essai au champ et l'utilisation du modèle Lixim (Mary et al., 1999). Il permet d'acquérir une cinétique de minéralisation du PRO en sol nu, et donc d'estimer l'azote potentiellement disponible pour les plantes et/ou l'azote lessivable. Un autre objectif de ce type d'essais est la comparaison entre cinétiques de champ et cinétiques obtenues en conditions contrôlées (incubations).

Références bibliographique relative à l'essai : Mary et al., 1999 (sol nu avec ou sans résidus de culture), Parnaudeau et al., 2010 (PRO agro-industriels et urbains).

I.2. Objectifs de l'essai / Questions posées

L'objectif de l'essai est de déterminer une cinétique de minéralisation de l'azote organique du PRO. La cinétique de lixiviation peut également être estimée par ce type d'expérimentation.

Principe général :

Ce type d'essai est réalisé en sol nu sur plusieurs mois, pendant lesquels sont prélevés des échantillons de sol, dont on mesure ensuite la teneur en N minéral (reliquats N minéral) et l'humidité. Sur la période considérée (environ 6 mois-un an), on obtient une chronique de profils d'azote minéral et d'humidité. En utilisant le modèle Lixim avec ces données, la densité apparente et les humidités caractéristiques du sol ainsi que des données météo journalières, on déduit une vitesse de minéralisation et les pertes par lixiviation.

I.3. Facteurs et traitements étudiés

I.3.1. PRO

Le premier facteur étudié concerne la comparaison de PRO :

- à un témoin (sans apport) : choisir au minimum un PRO
- ou de plusieurs PRO entre eux : choisir plusieurs PRO, qui peuvent être de nature différente ou avoir subi en amont différents traitements (ex. : un fumier de bovins et un compost du même fumier de bovins)

Pour chaque PRO, il est possible d'étudier un ou plusieurs facteurs concernant les effets des modalités d'apport : ex. date, dose, fréquence, modalités d'enfouissement, autres modalités d'apport...

A noter : dans ce type d'expérimentation où l'on veut estimer la minéralisation, il est nécessaire de limiter au maximum la volatilisation, facteur d'incertitude, et donc il est nécessaire d'enfouir aussitôt après apport ou d'injecter le PRO dans le sol quand cela est possible.

I.3.2 Mise en place des témoins

Le témoin est un sol nu sans apport de PRO (sans engrais de synthèse).

I.3.3. Traitements étudiés

Ce type d'essai nécessite au moins un traitement témoin et un traitement avec PRO, chaque traitement nécessitant au moins 3 répétitions. La taille est abordée dans le paragraphe V.3.

I.4. Dispositif expérimental

I.4.1. Durée de l'essai

Plusieurs mois (conseil : 6 mois).

I.4.2. Type de dispositif (cf. procédure [choix du dispositif statistique expérimental](#))

Choisir un sol le plus homogène possible. Eviter les sols drainés ou fortement remaniés dans les décennies précédentes.

Pour ce type d'essai, il est conseillé d'utiliser un dispositif en split-plot. Si les épandages sont réalisés avec des rampes ou équipement de ce type, difficiles à manoeuvrer, il peut être inévitable de réaliser ces essais en bandes plutôt qu'en split plot ; dans ce cas les répétitions (blocs) sont les unes à la suite des autres (voir fig.4).

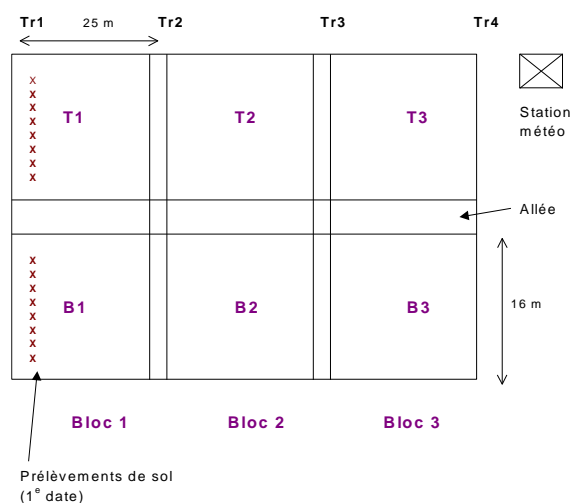


Figure 1 : Exemple d'essai en bandes (T = témoin, B = Boue)

I.4.3. Taille des parcelles

Pour les essais avec apports manuels, la taille minimale de l'essai est d'environ 12 x 12 m. Dans ce cas, on recommande un essai en split-plot.

Pour les essais concernant un épandage à la machine la longueur des parcelles est à calculer en fonction du nombre de prélèvements à réaliser sur la période de l'essai, les prélèvements devant au moins être éloignés d'un mètre. La largeur de l'essai doit au moins permettre 8 à 10 prélèvements de sols (on effectue les prélèvements perpendiculairement au sens d'épandage afin d'intégrer la variabilité latérale de l'épandage).

I.4.4. Equipements

Cet essai, basé sur de nombreux prélèvements, assez destructifs, est plutôt à réaliser sur de grandes surfaces donc difficiles à épandre à la main.

II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai

II.1. La parcelle de l'essai (v. mode opératoire [Choix de la parcelle expérimentale](#))

II.1.1. Type de sol

II.1.2. Système cultural

Aucune restriction

II.1.3. Historique parcellaire

Eviter les sols très riches en MO minéralisable, car la minéralisation importante d'azote risque de masquer les effets que l'on veut mettre en évidence. Cela signifie : pas de retournement de prairie récent, ni d'apport de PRO répétés (voire aucun), ni d'incorporation de résidus dans l'historique.

II.2. Les cultures

L'essai est réalisé en sol nu. Pour un essai qui commencerait en fin d'été, il peut être utile d'enlever les résidus de la récolte précédente ou au moins de quantifier l'azote qu'ils contiennent, le plus précisément possible (par ex. par bloc ou parcelle élémentaire).

II.3. Les PRO étudiés (cf. modes opératoires d'épandage des PRO [1](#) et [2](#))

Ce type d'essai permet de tester au moins un PRO.

Il n'est pas adapté pour les PRO pauvres en N organique (la différence entre la minéralisation du témoin et celle du mélange PRO + sol risque d'être non significative) ou qui contiennent une forte proportion de N ammoniacal (l'incertitude sur la volatilisation ne permet pas de conclure sur les flux minéralisés).

II.4. Itinéraire technique

Le sol doit être absolument maintenu nu pour que les flux d'absorption de N soient négligeables. Il est donc nécessaire de recourir à l'arrachage à la main ou aux herbicides (vérifier au préalable leur innocuité sur la minéralisation).

Pas de fumure minérale !

III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai (v. [fiche de relevé de caractérisation initiale de la parcelle expérimentale](#))

III.1. Situation géographique

III.2. Sol (cf. mode opératoire [échantillonnage de sol pour analyses physico-chimiques usuelles](#))

Afin de caractériser ce compartiment, des analyses physico-chimiques classiques (MO / pH / Ntot / NH₄ / P₂O₅ / K₂O) doivent être réalisées sur le 1^{er} horizon. Il est également souhaitable de déterminer la granulométrie sur l'ensemble des horizons et leurs densités apparentes comme leurs humidités caractéristiques : Hcc, HpF4.2.

Procédez aux mesures de l'azote minéral (Nmin) et à l'humidité au maximum une semaine avant l'apport de PRO testé.

III.3. Histoire culturelle (cf. [fiche de relevé historique de la parcelle expérimentale](#))

Pour un essai qui commencerait en fin d'été, il peut être utile d'enlever les résidus de la récolte précédente ou au moins de quantifier l'azote qu'ils contiennent.

IV. Observations et mesures

IV.1. Mesures et observations sur le sol (cf. modes opératoires [échantillonnage de sol pour reliquats azotés](#) et [méthode de conditionnement des échantillons de sol](#))

Si l'essai commence avant la période de drainage ou si le PRO induit une forte minéralisation nette peu après l'épandage (connaissance du PRO a priori : biblio, expertise, incubation, très forte teneur en N et faible C/N), il est utile d'effectuer pendant les premiers mois des prélèvements « resserrés » à

cette période : environ tous les 2 ou 3 semaines. Les prélèvements peuvent ensuite être réduits à 1 mois puis 2 mois si l'essai dure un an.

Les prélèvements sont effectués sur les parcelles témoin et des PRO, sur chacun des horizons du sol. Comme il est précisé plus haut, il est utile pour chaque parcelle de réaliser 8 à 10 prélèvements de sol perpendiculairement au sens d'épandage. Ces échantillons sont ensuite mélangés, horizon par horizon.

IV.2. Mesures et observations sur les PRO (cf. modes opératoires échantillonnage de PRO 1 et 2 et [préparation et conditionnement des PRO](#))

Les analyses à réaliser sur les PRO avant épandage sont au minimum la mesure du N total et N minéral. Réaliser ces mesures sur un échantillon représentatif du lot testé si possible juste avant l'épandage. N'oubliez pas de prendre en compte le délai d'analyse du laboratoire.

Il est préférable de bien quantifier la dose épandue. Pour cela placer des bacs ou des carrés de moquette (selon le type de PRO) sur des transects perpendiculaires à l'épandage (voir ex. dans le schéma et [mode opératoire épandage à la machine, gestion de la dose et répartition](#)) et quantifier le contenu des bacs et les teneurs en N totales et minérales.

Il est indispensable de réaliser une incubation (norme XP U44-163) du (des) PRO étudié(s) pour connaître la minéralisation de l'azote de ce(s) PRO et en comparer les résultats avec l'essai au champ, par l'intermédiaire du calcul des jours normalisés (Recous, 1997, Rodrigo *et al.*, 1997).

IV.3. Mesures et observations sur les plantes

Pas de plante !

IV.4. Mesures et observations sur le climat (cf. mode opératoire [d'acquisition de données climatiques](#))

Données indispensables : données **journalières** de Température, Pluie, ETP.

V. Autres données à recueillir sur l'essai : opérations culturales et suivis de la culture

VI. Traitement et valorisation des résultats (cf. [procédure de validation statistique des données](#))

Utiliser le modèle Lixim (Mary *et al.*, 1999) en mode « ajustement » : le modèle ajuste le rapport ETR/ETP afin de restituer l'évolution de l'eau dans le profil de sol (à partir des mesures d'humidités et des données météo et des propriétés du sol), puis calcule la minéralisation et la lixiviation nécessaire pour restituer le profil de N minéral.

Protocole	Personnes ressources	E-mail
PROTOCOLE 1 : Evaluation de la cinétique de minéralisation de l'azote organique d'un PRO	Virginie Parnaudeau (INRA Rennes) Alain Bouthier (ARVALIS) Robert Trochard (ARVALIS)	Virginie.Parnaudeau@rennes.inra.fr a.bouthier@arvalisinstitutduvegetal.fr r.trochard@arvalisinstitutduvegetal.fr

Thématique azote - PROTOCOLE 2

Évaluation de l'effet direct azote (et soufre) d'un PRO sur une culture réceptrice

I. Choix du dispositif expérimental

I.1 Contexte, état des connaissances

A la différence des engrais azotés minéraux, une partie de l'azote des PRO se trouve sous des formes organiques diverses (acides aminés, peptides, ADN,...) associée à une forme minérale de l'azote essentiellement ammoniacale. Les proportions d'azote organique et minéral, et les formes d'azote organiques diffèrent largement entre PRO et peuvent même varier dans le temps au sein d'une même filière de production, en relation avec leur origine, leur nature, les procédés de traitement et de stockage.

Le devenir de la fraction ammoniacale de l'azote des PRO ainsi que de la fraction uréique (importante dans les PRO issus d'élevages avicoles) après hydrolyse rapide, est analogue à celle des engrais minéraux. Rapidement nitrifié dans le sol, cette fraction devient disponible pour la nutrition des plantes.

L'azote organique des PRO ne devient disponible pour la nutrition des cultures qu'après dégradation de ces matières organiques dont les dynamiques sont très variables.

Ainsi, contrairement aux engrais minéraux azotés, la mise à disposition de l'azote des PRO aux cultures est étalée dans le temps, de plusieurs mois à plusieurs années. C'est pendant l'année suivant leur épandage que les produits organiques libèrent le maximum d'azote labile qu'ils contiennent.

Aussi ce protocole privilégie l'étude de l'effet azote seulement au cours de l'année de l'apport. L'effet azote d'un apport au-delà de la 1^{ère} année est faible donc difficile à mettre en évidence et ne fera pas l'objet d'un protocole spécifique.

Au-delà de cette 1^{ère} année, la majeure partie de l'azote restant est intégrée dans la matière organique du sol et se minéralise à une vitesse proche de celle-ci.

Les apports répétés d'un PRO génèrent un effet azote à long terme dont l'étude sera abordée dans le protocole relatif à « l'effet à long terme d'apports répétés de PRO sur le stock de matière organique dans un sol ».

L'azote ainsi mis à disposition de la culture réceptrice après l'apport est communément appelé « effet direct ». Cet effet direct est fonction du produit (teneur en azote minéral et type de composés azotés organiques plus ou moins rapidement dégradables), de l'espèce cultivée, de la période et des modalités d'épandage et du climat.

Pour estimer cet effet direct des PRO, la méthode de référence s'appuie sur des indicateurs calculés à partir de mesures d'azote absorbé dans des essais au champ.

Le coefficient d'équivalence azote (Keq) correspond à la quantité d'azote d'un engrais minéral (Ammonitrate) qui a le même effet sur l'alimentation azotée des plantes que 1 kg d'azote apporté par le produit organique. Ce coefficient est utilisé par le COMIFER (Calcul de la fertilisation azotée : guide méthodologique pour l'établissement des prescriptions locales, cultures annuelles et prairies. COMIFER 2013) pour l'estimation de la fourniture d'azote par les PRO : terme Xa

$$Xa = \% N \text{ pro} * Q * Keq$$

% N pro = teneur en azote total du produit (% par unité de volume ou masse)

Q = volume ou masse du produit par ha (dose d'épandage)

Le calcul du Keq à partir des résultats de mesures d'azote absorbé dans des essais au champ, fait intervenir un autre indicateur le CAU.

Le CAU représente le rapport entre le supplément d'azote absorbé par une culture fertilisée avec un PRO ou un engrais minéral par rapport à un témoin non fertilisé, et l'azote total apporté par ce PRO ou cet engrais minéral.

$$CAU_{PRO} = (N_{abs_{PRO}} - N_{abs_{T0}}) / N_{PRO}$$

Voir dans la partie VI, les modalités de calcul du Nabs utilisé dans le calcul du CAU.

Le CAU pour les fertilisants azotés minéraux étant :

$$CAU_{Min} = (N_{abs_{Min}} - N_{abs_{T0}}) / N_{Min}$$

avec :

Nabs_{PRO} : N absorbé par la culture ayant reçu le PRO

Nabs_{Min} : N absorbé par la culture ayant reçu une dose d'N minérale

Nabs_{T0} : N absorbé par la culture sans fertilisation azotée

N_{PRO} : quantité d'azote total apporté par le PRO

N_{Min} : quantité d'azote total apporté par l'engrais minéral

$$Keq = CAU_{PRO} / CAU_{Min}$$

Le calcul du Keq n'a de sens que si les CAU ont été calculés à partir de modalités ayant conduit à des quantités d'azote absorbées par la plante comparables et se situant dans la partie « linéaire » de la réponse à la dose.

La figure 1 ci-dessous montre comment sont calculés le CAU et le Keq

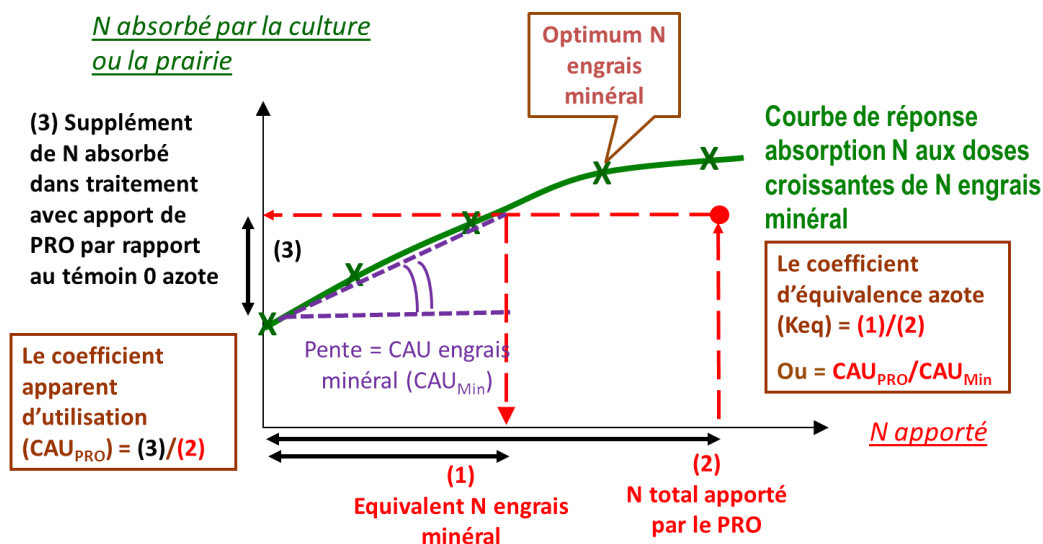


Figure 2 : Représentation schématique d'une courbe de réponse de l'azote absorbé par une culture fertilisée et modes de calcul des différents coefficients indicateurs d'efficacité azote d'engrais minéraux et organiques.

Ces deux coefficients sont liés et complémentaires. Le Keq est utilisé dans la méthode du bilan de masse mais il est dépendant de l'efficacité de l'engrais minéral de référence.

Le CAU est utilisé dans les méthodes de calcul appelées méthode « CAU », développées sur les sols caillouteux (Lorraine, Poitou-Charentes, Berry) et sur certaines cultures (prairies...).

Ces coefficients intègrent l'effet azote global sans distinction des formes minérales (principalement ammoniacale qui peut subir des pertes par volatilisation) et organiques. Malgré cette limite, leur évaluation reste nécessaire, en complément de l'approche basée sur la cinétique de minéralisation au champ (voir protocole), car elle intègre l'utilisation par la culture et est plus simple de mise en œuvre. Pour les PRO contenant une part significative d'azote ammoniacal, on cherchera à les incorporer juste après l'apport pour limiter la volatilisation, sauf si la quantification des pertes par volatilisation est un objectif du protocole.

Pour être référencés dans la méthode du bilan, le CAU et le Keq doivent être calculés sur la période « de calcul du bilan d'azote » c'est à dire entre sortie d'hiver et récolte.

Pour des PRO apportés en fin d'hiver ou au printemps (après l'ouverture du bilan), les CAU et Keq mesurés au champ peuvent être directement référencés dans la méthode du bilan.

Pour les PRO apportés à l'automne, le référencement du CAU et Keq dans la méthode du bilan nécessite de mesurer en sortie d'hiver, d'une part l'azote minéral dans le sol et d'autre part l'azote absorbé des cultures comme le colza, dont l'absorption en sortie d'hiver est significative, pour quantifier l'effet du produit pendant la période « bilan ».

Pour des cultures comme le colza il est aussi intéressant de connaître le CAU d'un PRO apporté en automne sur la période automne hiver de manière à mieux ajuster la dose d'un PRO apporté en fin d'été, compatible avec les objectifs de croissance automnale et hivernale du colza.

Il en est de même pour les PRO apportés à l'automne avant implantation ou en cours de végétation d'une CIPAN.

SOUFRE :

Le soufre dont la dynamique dans le sol est proche de celle de l'azote, constitue un élément nutritif indispensable à la croissance des cultures. Cet élément doit être apporté de manière systématique sur colza (sauf en cas d'apport très régulier de PRO dont la teneur en soufre est estimée suffisante cf ci-après). Sur céréales à paille d'hiver et de printemps, une grille de décision prenant en compte le type de sol, l'excédent pluviométrique hivernal et l'apport de soufre sur le précédent, permet de calculer la dose à apporter qui peut varier de 0 à 50 kg SO₃/ha ().*

Les PRO apportent du soufre pour la plupart sous forme principalement organique. Cet élément n'est pas dosé de façon systématique et on ne dispose de références de composition que pour quelques produits. Sur des espèces comme le colza et les céréales à paille, l'effet direct soufre des PRO, peut être référencé au champ selon une approche comparable à celle utilisée pour l'azote, en vue de quantifier un CAU ou un Keq en référence à un engrais minéral soufré couramment utilisé.

L'évaluation de l'effet direct soufre sera donc abordée dans ce protocole.

() Attention le mode de comptabilisation usuel du soufre apporté par la fertilisation en France est en SO₃. Il faut multiplier par 2.5 pour passer d'un mode de comptabilisation en S à un mode de comptabilisation en SO₃. 1 kg SO₃ = 2.5 kg S.*

I.2. Objectifs de l'essai / Questions posées

Plusieurs objectifs peuvent être distingués. L'objectif 1 est la base minimum du protocole, et les objectifs 2 et 3, qui nécessitent des traitements complémentaires (objectif 2) ou des mesures complémentaires (objectif 3), sont optionnels.

Objectif 1

Evaluer l'effet à court terme azoté d'un PRO apporté sur une culture réceptrice selon des modalités données (période, incorporation ou non...). Cet effet s'apprécie au travers de 2 coefficients : le CAU (coefficient apparent d'utilisation) et le Keq (coefficient d'équivalence azote). Ces coefficients se calculent à partir des mesures d'azote absorbé par les parties aériennes et racinaires des cultures. Si les quantités d'azote absorbées par les racines ne sont pas quantifiables (prairie, canne à sucre, ...) il importe de préciser le CAU sur les parties aériennes.

Compte tenu de difficultés d'interprétation de résultats d'essais ayant mesuré seulement un de ces deux coefficients, il est recommandé de mettre en place un dispositif qui permette de les mesurer tous les deux.

Objectif 2

Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur la gestion de la fertilisation azotée minérale complémentaire (dose et/ou modalités d'apport). On veut alors évaluer l'écart de dose optimale d'azote lié à l'apport de PRO et éventuellement tester une ou plusieurs modalités d'apport (mode de fractionnement...) de la fertilisation azotée minérale complémentaire tenant compte de la fourniture d'azote par le PRO et de sa vitesse de minéralisation.

Objectif 3

Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur le bilan d'azote de la culture. Ce bilan permet de calculer le supplément de minéralisation nette de l'azote organique du PRO sur une période qui va généralement de la sortie d'hiver (date variable selon la culture) à la récolte de la culture. Il nécessite des mesures complémentaires d'azote minéral du sol (après la récolte), d'azote absorbé par les cultures (à l'ouverture du bilan) et éventuellement le recours à un modèle d'estimation du lessivage.

SOUFRE :

L'étude de l'effet direct soufre d'un PRO peut être envisagée indépendamment de celle de l'effet direct azote ou bien réalisée en marge de l'objectif 1. L'effet direct soufre sera évalué en référence à un engrais minéral soufré à la dose préconisée pour la culture. Dans tous les cas il faut mettre en place un témoin sans soufre pour évaluer la réponse au soufre, car celle-ci est loin d'être systématique. L'étude de l'effet direct du soufre nécessite de se placer à un niveau d'alimentation azotée identique entre traitements soufre, et de préférence non limitante, car la réponse au soufre est dépendante du niveau d'alimentation azoté, plus faible voire nulle si l'azote est limitant.

I.3. Facteurs et traitements étudiés

I.3.1. PRO

De nombreux essais ont déjà été réalisés pour estimer l'un ou l'autre de ces 2 coefficients, principalement sur les PRO issus d'élevages. Ce type d'expérimentation peut toutefois s'avérer nécessaire pour caractériser de nouveaux types de produits (digestats...), des produits connus sur de nouvelles cultures réceptrices, des modalités d'apports non encore testées ou dans des conditions non encore testées (par ex. en climats et sols tropicaux).

Le tableau ci-dessous propose une liste indicative de facteurs liés au PRO à étudier; il est possible d'étudier un seul facteur ou de croiser plusieurs facteurs. La liste proposée est utilisable pour les 3 objectifs :

Tableau 1 : Liste des facteurs et modalités intéressants à étudier dans un protocole effet direct

Facteurs liés au PRO	Modalités ou niveaux
Dose d'apport	La dose est généralement choisie pour apporter une quantité donnée d'azote total notamment si on veut comparer plusieurs produits. Dans tous les cas il faut s'assurer que la quantité d'azote supposée efficace (d'après les connaissances que l'on a de la teneur en N-NH ₄ du PRO et de sa cinétique de minéralisation d'azote organique du ou des produits), sera a priori limitante, pour pouvoir valider le calcul du CAU. Lorsqu'on ne dispose d'aucune référence sur la cinétique de minéralisation de l'azote du PRO, il est préférable de l'appliquer à plusieurs doses.
Date d'apport	Différentes dates d'apport.
Origine des matières premières (nature du PRO)	Différents types de résidus à l'origine de la production du PRO (effluents d'élevage, eaux usées, déchets verts, fraction fermentescible des OM extraite par TMB...)
Traitement (nature du PRO)	Différents traitement (déshydratation, chaulage, compostage...), différents stades de maturation (compost jeune ou mature...)
Mode d'épandage et d'enfouissement (facteur d'intérêt pour les PRO contenant une proportion significative d'azote ammoniacal).	Différentes techniques d'épandage (par exemple pour les PRO liquides : buse palette, pendillards, coutres enfouisseurs...). Différentes modalités d'enfouissement : apport non enfoui ou enfoui selon différentes profondeurs et qualités d'enfouissement (associées au matériel utilisé) et selon différents délais après l'apport. L'objectif visé dans ce cas est l'évaluation de différences de pertes liées à la volatilisation, entre techniques d'apport et/ou d'incorporation.

Objectif 1 : Evaluer l'effet à court terme azoté d'un PRO apporté sur une culture réceptrice selon des modalités données

Cet objectif nécessite la mise en place des traitements nécessaires aux calculs du CAU et du Keq, et de traitements permettant de vérifier et quantifier la réponse de la culture à la fertilisation azotée et peut être scindé en 2 sous objectifs :

1a : mesure du CAU seul.

Les modalités à mettre en place sont dans ce cas : un témoin sans azote, un ou plusieurs traitements avec apport de PRO (voir tableau 1).

Un protocole allégé (un témoin sans azote et un traitement avec apport de PRO) reste envisageable seulement dans le cadre d'un réseau d'essais « satellites » d'un essai complet, où on recherchera à

évaluer une variabilité d'effet N du PRO. On privilégiera des situations où la réponse à la fertilisation azotée est a priori connue et jugée suffisante pour évaluer le PRO.

1b : mesure du CAU et du Keq.

Les modalités à mettre en place sont dans ce cas : un témoin sans azote, un ou plusieurs traitements avec apport de PRO (une ou plusieurs doses), et au moins 4 niveaux de fertilisation minérale pour disposer d'une courbe de réponse de l'azote absorbé à des doses croissantes d'engrais azoté de référence. L'engrais azoté de référence sera l'Ammonitrate en agriculture conventionnelle et un engrais organique à minéralisation rapide dont l'effet azote est bien référencé (farine de plumes, guano...) en agriculture biologique.

Il est recommandé de mettre en place le sous-objectif 1b, pour bien vérifier que dans la situation expérimentale choisie, il y a bien une réponse à la fertilisation azotée et que la quantité d'azote absorbée par la culture fertilisée avec le PRO est bien limitante vis-à-vis de la production. Dans le cas contraire, le CAU du PRO risque d'être sous-estimé. Cette vérification est d'autant plus importante quand l'expérimentation est conduite sur culture de printemps (maïs...) dont la réponse à l'azote est souvent plus faible que celle des cultures comme les céréales d'hiver ou le colza, compte tenu de la meilleure interception de la minéralisation annuelle d'azote organique du sol. En l'absence de courbe de réponse, il y a donc un risque de sous-estimation du CAU dans les essais où la réponse à la fertilisation est faible voire nulle.

L'ajustement de cette courbe de réponse par un modèle de type quadratique $y = ax^2+bx+c$ (y = rendement et x = dose d'azote) ou quadratique-plateau ou linéaire ($y = bx+c$), valide avec une meilleure précision, les fournitures d'azote par le sol représentée par le paramètre c .

Pour le calcul du CAU la courbe de réponse sert à valider l'essai et à quantifier plus précisément la fourniture d'azote par le sol.

Pour le calcul du Keq la courbe de réponse sert en plus au calcul du CAU de l'engrais de référence.

Lorsque le CAU de l'engrais minéral est faible (par exemple moins de 50 % en raison de facteurs limitants autres que l'azote (déficit hydrique...), l'essai ne peut pas être validé pour le calcul du Keq. Ce ou ces facteurs limitants autres que l'azote, peuvent aussi impacter le CAU du PRO.

Objectif 2 : Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur la gestion de la fertilisation azotée minérale complémentaire

Cet objectif nécessite la mise en place de 2 courbes de réponse à des doses d'azote sous forme d'Ammonitrate ou d'engrais organique de référence : une courbe de réponse sans apport de PRO et une autre avec apport de PRO.

La prise en compte de cet objectif nécessite de connaître *a priori* le CAU ou le Keq de l'azote du PRO afin d'ajuster au mieux la dose prévisionnelle (X) calculée pour assurer le besoin d'azote lié à l'objectif de production et de qualité visé.

Les modalités mises en place sur des parcelles ayant reçu le PRO vont encadrer la dose X .

Les modalités testées pourront aussi porter sur les modalités d'apport (fractionnement de la dose totale...) de l'engrais azoté de référence.

Objectif 3 : Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur le bilan d'azote de la culture

Les modalités sont les mêmes que pour l'objectif 1. Le témoin non fertilisé et le traitement fertilisé avec le PRO font l'objet de mesures plus complètes (mesures de reliquat d'azote minéral du sol à l'ouverture et à la fermeture du bilan), ils servent au calcul du bilan d'azote. Les traitements avec une fertilisation minérale servent à valider l'essai : ils font l'objet des mêmes mesures que dans l'objectif 1.

I.3.2 Mise en place des témoins

Pour les 3 objectifs retenus, il faut mettre en place un témoin ne recevant aucune fertilisation minérale et organique.

I.3.3. Traitements étudiés

Objectifs 1 Evaluer l'effet à court terme azoté d'un PRO apporté sur une culture réceptrice selon des modalités données et 3 Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur le bilan d'azote de la culture:

Tableau 2 : Liste et description des modalités à mettre en place pour les objectifs 1 et 3

Fertilisation	Dose N engrais référence (Ammonitrate ou organique bio)	CAU et Keq	Commentaire
Témoin	0	obligatoire	
Engrais référence	X/4	facultatif	
Engrais référence	X/2	obligatoire	
Engrais référence	3/4X	obligatoire	
Engrais référence	X	obligatoire	
Engrais référence	5X/4	facultatif	
PRO	Dose1	obligatoire	Dans tous les cas, la dose de PRO doit être limitante en azote
autres modalités PRO...			

Plusieurs modalités organiques peuvent bien entendu être testées (plusieurs PRO différents, comparaison de dates d'apports pour un PRO, différentes modalités d'apports d'un PRO par enfouissement, localisation...voir tableau 1). Les facteurs et modalités possibles ont été présentés dans le tableau 1.

SOUFRE :

L'étude de l'effet direct soufre d'un PRO nécessite de mettre en place 3 traitements spécifiques :

- 1/ Un témoin sans apport de soufre
- 2/ Une modalité avec apport d'un engrais soufré minéral à la dose de soufre préconisée sur la culture soit de l'ordre de 75 kg SO₃/ha pour le colza et de 20 à 50 pour les céréales. Pour ces dernières on choisira de préférence une situation à risque de déficience élevé selon la grille, qui justifie un apport de 40 à 50 kg SO₃/ha.

Les engrais minéraux soufrés les plus utilisés sont à base de soufre sulfate (SO₄²⁻) mais le soufre y est toujours associé à un autre élément comme l'azote (sulfate d'ammoniac, Sulfonitrate, Ammonitrate soufré, solution azotée soufrée...), le phosphore (super 18 et 25), le potassium (sulfate de potasse) ou le magnésium (sulfate de magnésie, kieserite), ce qui rend l'étude spécifique de cet élément difficile. Ainsi si on veut réaliser un apport de 60 kg SO₃/ha soufre avec du sulfate d'ammoniac qui contient 21 % de N et 60 % de SO₃, il faudra apporter un complément de 21 kg N/ha dans le témoin sans soufre pour quantifier l'effet du soufre à dose d'azote identique. De plus la nutrition soufrée est liée à la nutrition azotée. Il est donc préférable de choisir un engrais soufré à base de soufre élémentaire (Cerethiol....) qui n'apporte que du soufre, ou à la rigueur un engrais où le soufre sulfate est associé à du phosphore, potassium ou magnésium. Dans ces derniers cas, pour éviter d'avoir à compenser cet élément dans le témoin, on privilégiera l'élément dont le sol de la parcelle est bien pourvu et où l'apport n'est pas nécessaire.

- 3/ Un traitement avec le PRO dont on veut évaluer l'effet direct soufre. Il faudra s'assurer avec la composition du PRO, que celui-ci apporte une dose de soufre total supérieure ou égale à la dose de SO₃ préconisée. Par ailleurs l'apport de PRO devra être complété par un apport d'engrais azoté minéral complémentaire (Xorg) permettant d'assurer un niveau d'alimentation azotée comparable aux deux autres traitements. Ceci suppose d'avoir une idée de l'effet direct azote du PRO. Si cet apport complémentaire d'azote n'est pas réalisé, la comparaison risque d'être biaisée, et l'effet soufre du PRO sous-estimé.

Tableau 3 : Liste et description des modalités à mettre en place pour l'objectif soufre

Traitement	Apport engrais minéral soufré	Apport engrais minéral N
Témoin sans soufre	0	Dose Xmin
Traitement avec fertilisation soufrée minérale selon préconisation	Dose SO ₃ préconisée sur la culture	Dose Xmin
PRO	Dose de SO ₃ total apporté par le PRO, supérieure à la dose de soufre à apporter	Dose Xorg

Objectif 2 Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur la gestion de la fertilisation azotée complémentaire (Ammonitrate ou organique bio) :

L'objectif est de déterminer a posteriori la dose d'azote Ammonitrate ou organique bio permettant d'atteindre le rendement et la qualité prévus avec ou sans apport de PRO, pour pouvoir calculer l'impact lié à l'apport de PRO.

On calcule donc d'abord une dose X prévisionnelle selon la méthode du bilan ou autre méthode de calcul validée régionalement) sans apport de PRO, appelée Xmin.

Xorg désigne la dose prévisionnelle d'azote Ammonitrate ou organique bio avec apport de PRO (tenant compte du Keq attendu du PRO) pour satisfaire le même objectif de rendement et de qualité qu'avec Xmin.

Tableau 3 : Liste et description des modalités à mettre en place pour l'objectif 2

Fertilisation	Dose N de l'engrais minéral ou organique bio	Commentaire
Organique dose1	0	
PRO dose1	Xorg/2	Le choix des doses complémentaires en N issu d'engrais minéral et l'éventuel fractionnement de l'engrais minéral ou organique bio, se feront en fonction de la connaissance a priori du Keq du PRO
PRO dose1	3Xorg/4	
PRO dose1	Xorg	
PRO dose1	5Xorg/4	
Engrais référence	0	
Engrais référence	Xmin/2	
Engrais référence	3Xmin/4	
Engrais référence	Xmin	
Engrais référence	5Xmin/4	

Diverses modalités de fractionnement peuvent être testées pour chacune des doses complémentaires en tenant compte de la cinétique de minéralisation de l'azote du PRO.

Ces modalités peuvent s'insérer dans un dispositif visant l'objectif 1.

I.4. Dispositif expérimental

I.4.1. Durée de l'essai

Les 3 objectifs poursuivis ici concernent la gestion de l'azote sur la culture réceptrice.

La durée de l'expérimentation se cantonnera donc à la période entre l'épandage et la fin de l'absorption ou la récolte de la culture et permet de calculer les CAU et Keq sur cette période.

Pour un apport de PRO à l'automne le Keq et le CAU doivent être aussi mesurés sur la période de calcul du bilan pour pouvoir être référencés dans les méthodes de calcul de la dose d'azote basé sur l'équation du bilan prévisionnel. Pour le colza, le calcul pourra aussi concerner la période hivernale (voir remarque sur le colza dans la partie I).

I.4.2. Type de dispositif (cf. procédure choix du dispositif statistique expérimental)

Pour les 3 objectifs, l'implantation sur le terrain se fera dans un dispositif en blocs à 3 ou 4 répétitions.

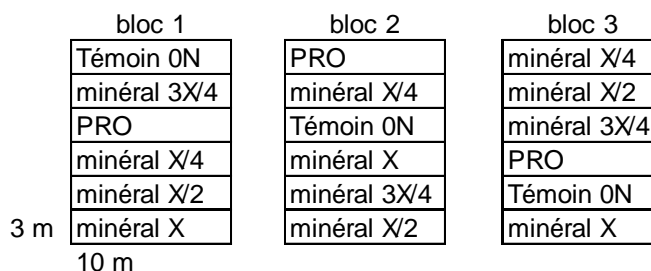


Figure 3 : Exemple de dispositif expérimental en petites parcelles sans enfouissement du PRO et épandage manuel de l'engrais minéral et du PRO (ex. test d'un épandage de lisier en sortie hiver sur blé)

Pour la mise en place d'un tel dispositif on choisira dans une parcelle agricole, une zone la plus homogène possible du point de vue type de sol (à vérifier par sondages tarière) et histoire culturale.

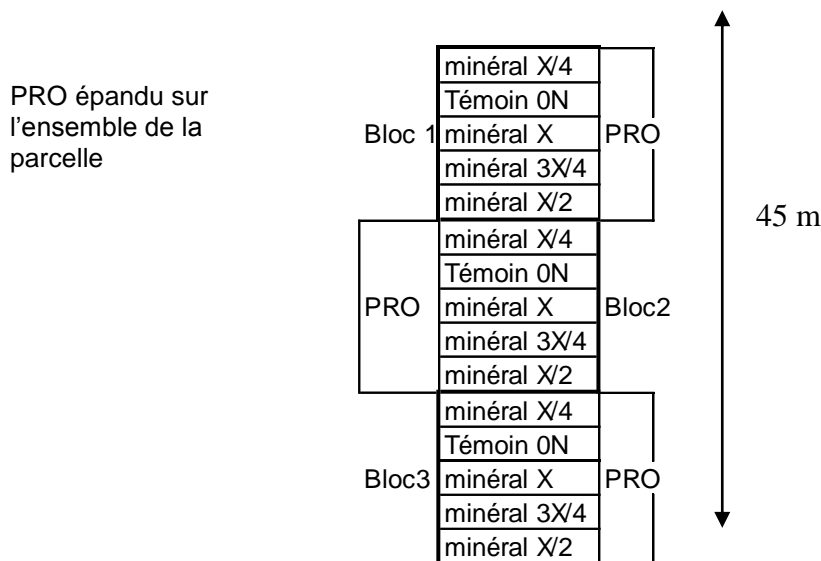


Figure 4 : Exemple de disposition sur une parcelle d'agriculteur.

Sur l'exemple présenté en figure 3, le PRO est épanché sur l'ensemble de la parcelle sauf une zone de 45 m de long et sur une largeur multiple du matériel d'épandage de l'engrais minéral de l'agriculteur. L'agriculteur n'épand pas d'engrais minéral sur cette zone. Les zones de mesure sur les PRO sont de part et d'autre de la bande minérale mais peuvent n'être que d'un seul côté. Cette zone de mesure PRO ne reçoit pas non plus de fertilisant minéral par l'agriculteur (largeur égale à un sous multiple de la largeur d'épandage du matériel de l'agriculteur).

I.4.3. Taille des parcelles

Prévoir une taille minimale de 3 m x 10 m pour une parcelle élémentaire. Pour des épandages avec du matériel agricole la largeur des parcelles correspondra à la largeur d'épandage des matériels utilisés. Se référer aux modes opératoires relatifs à l'épandage des PRO.

I.4.4. Equipements

Les épandages sur parcelles de surface inférieure à 100 m² se feront de préférence à la main avec pesée des quantités épanchées sur chacune des parcelles. Sur des surfaces plus importantes, les épandages seront réalisés avec le matériel agricole : les dispositifs et les surfaces de parcelles élémentaires devront alors s'adapter aux largeurs de travail de ces outils. Il sera alors apporté un soin particulier au contrôle de la dose et de la régularité d'épandage.

Les récoltes pourront être réalisées manuellement pour certaines cultures (maïs, betteraves, pomme de terre, canne à sucre...), avec une moissonneuse batteuse pour petites parcelles pour les céréales à paille et une motofaucheuse pour les prairies. (Ces matériels sont cités à titre indicatif. D'autres matériels de récoltes expérimentales existent ou apparaîtront). Eviter les récoltes avec des moissonneuses batteuses de grande largeur de coupe qui vont nécessiter des parcelles élémentaires de très grandes dimensions et qui risquent de diminuer la précision des mesures.

II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai

II.1. La parcelle de l'essai (cf. mode opératoire Choix de la parcelle expérimentale)

II.1.1. Type de sol

Pour un essai en petite parcelle, choisir une zone homogène dans une parcelle agricole. Pour un essai avec épandage à l'aide de matériel agricole, avec des parcelles élémentaires de taille plus importante, s'assurer que le dispositif prend bien en compte les gradients de sol. Eviter les sols caillouteux peu profonds dans le protocole 3, pour pouvoir faire des mesures d'azote minéral du sol sur au moins 60 cm. Se référer au mode opératoire « choix de parcelle ».

Eviter les sols pauvres en P_2O_5 , K_2O et MgO (à vérifier en comparant les teneurs analysées sur les parcelles avec les normes du COMIFER) ou les sols acides (pH eau < 6), pour limiter l'impact d'autres facteurs limitants que l'azote.

Pour cela, la réalisation d'une analyse de sol type agronomique classique quelques mois avant la mise en place de l'essai est conseillée.

En cas d'apport d'un ou plusieurs éléments nutritifs en quantités importantes par le PRO, il n'est pas nécessaire, dans la mesure où le sol est correctement pourvu en P_2O_5 , K_2O et MgO , d'apporter les mêmes quantités d'éléments nutritifs que le PRO sur les parcelles « minérales ». Dans ce cas suivre les préconisations de fertilisation du COMIFER.

SOUFRE :

Si on privilégie l'étude de l'effet direct soufre d'un PRO, on recherchera une situation à risque de déficience en soufre élevé, pour maximiser les chances d'avoir une réponse aux apports de soufre.

II.1.2. Système cultural

L'essai peut être mis en place dans tous les systèmes de culture.

Attention toutefois aux systèmes de cultures avec apports organiques fréquents où la faible réponse à la fertilisation azotée *et soufrée* des cultures d'été risque de ne pas permettre une évaluation correcte de l'effet azote du PRO.

II.1.3. Historique parcellaire

Les précédents avec paille restituée, retournant au sol des masses importantes de résidus végétaux, seront évités ainsi que les parcelles recevant régulièrement des produits organiques et les parcelles ayant des teneurs en matières organiques élevées afin de ne pas masquer les effets azote du PRO à évaluer.

II.2. Les cultures

L'essai peut être mis en place sur toute culture.

SOUFRE :

Pour l'étude du soufre on privilégiera le colza, ou les céréales d'hiver. Pour ces dernières il faudra se placer dans une situation à risque de déficience élevé.

II.3. Les PRO étudiés

Il est possible de tester un ou plusieurs PRO dans le même essai. Tous les types de PRO peuvent être testés, toutefois on évitera les types de PRO dont la fourniture d'azote attendue est faible à nulle (composts évolués...) et on cherchera à étudier en priorité les PRO encore peu référencés. Contacter les personnes référentes pour ce protocole pour avoir des informations.

Lorsque le protocole doit être reconduit plusieurs années de suite pour évaluer la variabilité de l'effet direct azote liée au climat, s'assurer que le PRO a toujours la même origine et qu'il a subi des traitements et des conditions de stockages semblables. Par ailleurs il est préférable de ne pas reconduire l'essai au même endroit pour éviter de cumuler l'effet de l'apport de l'année avec un effet résiduel éventuel de l'apport de l'année précédente (effet résiduel qui peut être lié à un reliquat d'azote minéral ou à de l'azote minéralisé résultant de l'apport de l'année précédente).

II.4. Itinéraire technique (cf. modes opératoires d'épandage des PRO [1](#) et [2](#))

Le travail du sol sera uniforme sur l'ensemble du champ d'essai mis à part l'éventuel travail du sol réalisé par un enfouisseur de produit liquide d'un traitement particulier.

Pour les PRO contenant une fraction significative de N-NH₄, on visera à limiter, autant que faire se peut, l'impact de la volatilisation d'ammoniac par un enfouissement direct ou un travail du sol d'incorporation le plus rapidement possible (quelques heures) après l'apport. Les conditions d'apport et d'enfouissement du PRO seront à décrire précisément afin d'interpréter au mieux les résultats vis-à-vis du risque de volatilisation.

Dans les systèmes de cultures conventionnels, les traitements phytosanitaires seront réalisés de manière uniforme sur l'ensemble du champ d'essai et seront conduits de façon à éviter tout développement de maladies, insectes ou mauvaises herbes et la fumure minérale P, K, Mg, S, sera conduite de façon à éviter que ces éléments ne soient facteur limitant de la production et de l'absorption d'azote par la culture.

En agriculture biologique, on se placera à un moment de la rotation suffisamment éloigné d'une culture de légumineuses pour que les reliquats de cette dernière ne viennent pas masquer l'azote fournie par les PRO étudiés. On choisira dans la mesure du possible des parcelles peu chargées en adventices (chardons, etc.). Les conseillers techniques locaux spécialisés en agriculture biologique pourront être utilement consultés pour le choix des parcelles d'essais.

III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai (cf. [fiche de relevé de caractérisation initiale de la parcelle expérimentale](#))

III.1. Situation géographique

III.2. Sol (cf. mode opératoire [échantillonnage de sol pour analyses physico-chimiques usuelles](#))

Analyse physico-chimique classiques sur le 1^{er} horizon.

III.3. Histoire culturelle (cf. [fiche de relevé historique de la parcelle expérimentale](#))

L'histoire culturelle des 5 dernières années sera connue (cultures, rendements et devenir des résidus, type d'apports organiques et doses).

IV. Observations et mesures

IV.1. Mesures et observations sur le sol (cf. mode opératoire [échantillonnage de sol pour reliquats azotés](#))

Objectifs 1 Evaluer l'effet à court terme azote d'un PRO apporté sur une culture réceptrice selon des modalités données **et 2** Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur la gestion de la fertilisation azotée minérale complémentaire :

Une mesure du stock de N minéral sur 0-90 cm (par horizons de 30 cm) avant apport de PRO (facultatif mais vivement recommandé car peut expliquer des écarts de CAU entre lieux ou années). Cette mesure unique pour l'essai lors de la mesure avant épandage est réalisée sur le regroupement pour chaque horizon, de 5 prélèvements par bloc.

Dans le cas de PRO apportés après la sortie d'hiver, la mesure du stock de N minéral sur 0-90 cm avant apport sera faite en sortie hiver et permettra d'ajuster le calcul de la dose X. Cette mesure unique pour l'essai est réalisée sur le regroupement pour chaque horizon, de 5 prélèvements par bloc.

Dans le cas de PRO apportés à l'automne, la mesure du stock d'azote minéral en sortie d'hiver, sera réalisée sur deux traitements : témoin sans N et traitement avec apport de PRO. Il est recommandé de la réaliser à l'échelle de la parcelle élémentaire, car en plus du calcul de la dose X, cette mesure contribue à évaluer le CAU et Keq pendant la période « bilan ».

La mesure du stock de N minéral sur 0-90 cm après la récolte sur les deux traitements (témoin sans N et traitement avec apport de PRO) est facultative pour les objectifs 1 et 2. Cette mesure réalisée le plus souvent sur sol sec est difficile à réaliser avec la méthode manuelle et nécessite un préleveur mécanisé.

Objectif 3 : Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur le bilan d'azote de la culture

Le stock d'azote minéral dans le sol est mesuré sur 60 ou 90 cm de profondeur (selon la profondeur de sol) par horizons de 30 cm aux périodes suivantes :

- Si apport en automne : mesure de reliquat avant épandage du PRO, début drainage (cette mesure facultative permet d'évaluer le stock d'azote minéral potentiellement lixiviable), sortie hiver, (éventuellement fin de période de drainage) et récolte.
- Si apport en fin d'hiver ou au printemps : mesure de reliquat avant épandage du PRO (cette mesure peut correspondre à la mesure en sortie hiver), après récolte

La mesure du stock d'azote minéral dans le sol est réalisée de préférence par parcelle élémentaire (minimum 8 prélèvements) ou par traitement (regroupement de 5 prélèvements par parcelle élémentaire). Les traitements à faire en priorité sont le témoin, et le(s) traitement(s) PRO. Le traitement dose X peut aussi faire l'objet d'une mesure à la récolte (facultatif).

SOUFRE :

Il n'y a pas de mesures spécifiques sur le sol, dans le cas de l'étude de l'effet direct du soufre.

IV.2. Mesures et observations sur les PRO (cf. modes opératoires échantillonnage de PRO 1 et 2 et préparation et conditionnement des PRO)

Décrire l'origine du PRO (type d'élevage, type de bâtiment, intensité du paillage kg/jour/animal, type de litière, fréquence de vidange du bâtiment, type de stockage....) et les traitements subis au cours de son stockage. Le rapprocher d'une typologie récente.

Un 1^{er} prélèvement sera réalisé dans la fosse ou dans le tas du PRO qui va être épandu sur la parcelle 1 à 3 semaines avant épandage (le plus court possible donc fonction du délai d'obtention et d'envoi des résultats par le laboratoire) et fera l'objet d'une analyse de % MS, de N total et de N minéral (nitrique et ammoniacal) en vue de calculer la dose de produit à apporter.

SOUFRE :

Si l'effet direct soufre est étudié, une analyse de soufre total et de soufre sulfate sera réalisée.

Un 2nd prélèvement sera réalisé lors de l'épandage (voir mode opératoire) pour une analyse plus complète : % MS, N total et N minéral (pour les PRO issus d'élevages avicoles analyser aussi l'azote uréique). Une mesure d'ISMO et une cinétique de minéralisation C et N par incubation sont recommandées pour préciser la disponibilité à court terme de l'azote qu'il contient.

SOUFRE :

Si l'effet direct soufre est étudié, une analyse de soufre total et de soufre sulfate sera aussi réalisée.

IV.3. Mesures et observations sur les plantes (cf. modes opératoire de prélèvement de plantes : cultures à racines tubérisées, cultures à grains, cultures légumières, prairie)

Noter les stades repères importants pour chaque espèce.

Dans le cas d'apport de PRO sur la culture, noter l'état de recouvrement du sol par la culture au moment de l'apport pour aider au diagnostic d'éventuelles pertes par volatilisation (pertes plus importantes en cas de faible recouvrement du sol). Le mieux est de prendre des photos.

Objectifs 1 Evaluer l'effet à court terme azote d'un PRO apporté sur une culture réceptrice selon des modalités données **et 2** Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur la gestion de la fertilisation azotée minérale complémentaire :

Mesure de l'azote absorbé à la récolte, par les parties aériennes (avec distinction des grains et des parties végétatives pour les cultures dont on récolte seulement les grains) et les parties racinaires dans le cas de betterave pomme de terre, légumes racine. Voir modes opératoires.

Pour les cultures grains, il est recommandé de mesurer l'azote absorbé par les grains d'une part et par les parties végétatives d'autre part, à l'échelle de la parcelle élémentaire. A défaut on mesure le rendement en grains et en parties végétatives par parcelle élémentaire et on réalise une analyse d'azote des grains et une analyse d'azote des parties végétatives par traitement. Ces analyses seront réalisées sur un échantillon constitué par mélange d'échantillons des 3 blocs en proportion comparable. Pour passer de l'N parties aériennes à l'N absorbé au total un coefficient est appliqué (cf. ci-après).

SOUFRE :

Si l'effet direct du soufre est étudié, on dosera également le soufre en plus de l'azote. Attention, le dosage du soufre nécessite de sécher les échantillons de plantes au maximum à 60 °C (risque de pertes gazeuses de soufre si la température de séchage est plus élevée.

Objectif 3 : Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur le bilan d'azote de la culture

Faire une mesure de l'azote absorbé par la culture à la récolte selon les mêmes modalités que pour les objectifs 1 et 2, et en même temps que la mesure de reliquat en sortie d'hiver lorsque la culture est suffisamment développée à ce stade (une céréale en début tallage qui a absorbé moins 10-15 kg N/ha en sortie d'hiver ne sera pas prélevée). Cette mesure est réalisée par parcelle élémentaire (recommandé) mais peut faire l'objet d'une mesure de rendement par parcelle élémentaire et une mesure d'azote absorbé par traitement.

IV.4. Mesures et observations sur le climat (cf. mode opératoire d'acquisition de données climatiques)

Données journalières de Pluie, températures moyennes et ETP sur une station (préciser ses coordonnées) aussi proche que possible de la parcelle d'essai pour la campagne culturale. Si possible disposer des statistiques (médiane, et déciles) de ces mêmes paramètres sur les 20 dernières années, pour situer le climat de la campagne dans le fréquentiel de la station.

V. Autres données à recueillir sur l'essai : opérations culturales et suivis de la culture

Noter tout accident sur la culture (maladie, zone mal désherbée, ravageurs...) et l'ensemble des interventions culturales tout particulièrement celles relatives à l'enfouissement du ou des PRO. Noter également la date de chacune des mesures réalisées.

VI. Traitement et valorisation des résultats (cf. procédure de validation statistique des données)

Objectifs 1 Evaluer l'effet à court terme azote d'un PRO apporté sur une culture réceptrice selon des modalités données **et 2 :**

→ **Calculer les Nabs des différentes espèces**

Cas des espèces à récolte des grains : on calcule le N absorbé des parties aériennes (p.aer.) en distinguant les grains et les parties végétatives (p.veg.)

$N \text{ abs p. aer.} = \text{RDT grains MS} * \text{teneur N grains/MS} + \text{RDT p.veg.MS} * \text{teneur N p.veg/MS}.$

Cas des espèces fourragères où la quasi-totalité des parties aériennes est récoltée

$$N \text{ abs p.aer.} = RDT \text{ p.aer. sur MS} * \text{Teneur N p.aer/MS.}$$

Cas des espèces à récolte de racines ou tubercules : on calcule l'azote absorbé de la plante entière en distinguant les parties racinaires (p.rac.) récoltées du reste de la plante (p.aer).

$$N \text{ abs plante entière} = RDT \text{ p.rac. sur MS} * \text{teneur N p.rac/MS.} + RDT \text{ p.aer. sur MS} * \text{teneur N p.aer/MS.}$$

Attention, pour les plantes dont le maximum d'N absorbé par la culture ne se situe pas à la récolte, il importe de prélever la plante au stade maximum d'absorption. Pour le colza ce stade se situe en fin de floraison, avant le début de chute des feuilles (stade G4).

Dans le cas d'espèces à récolte de racines et d'arrachage machine comme la carotte et la pomme de terre, il existe toujours un pourcentage de la biomasse récoltée qui reste au sol et qu'il importe d'évaluer par comparaisons d'arrachage manuel avec arrachage machine. L'estimation de l'azote absorbé devra prendre en compte ce pourcentage de déchet non comptabilisé dans l'arrachage machine.

→ Calculer les Nabs plante entière des espèces à récolte des parties aériennes

Pour les espèces les plus courantes à récolte des grains, le CAU est calculé à partir de l'azote absorbé par la plante entière obtenu en multipliant l'azote absorbé par les p.aer. par un coefficient tenant compte de la fraction d'azote absorbé par les racines. Toutefois les coefficients proposés pour chaque espèce sont basés sur des références très peu nombreuses.

$$Nabs \text{ plante entière} = Nabs \text{ parties aériennes} * \text{coef culture (voir tableau) tenant compte de la part racinaire estimée à maturité.}$$

Tableau 4 : Tableau des coefficients de passage du Nabs des parties aériennes au Nabs de la plante entière pour les différentes espèces

Céréales à pailles (blé orge triticale avoine)	1.25
Maïs et sorgho	1.15
Colza	1.25
Tournesol	1.1
Prairies	1.3 type RGA Prairie permanente : ce coefficient dépend de l'âge de la prairie et peut dépasser 2. Soit faire des mesures précises soit faire des CAU que sur parties aériennes

Pour les espèces dont le coefficient n'est pas ou très peu référencé, le CAU sera calculé sur la base du Nabs. des parties aériennes et l'expérimentateur le mentionnera.

→ Calculer la quantité de N apporté par le PRO

$$N \text{ total apporté par le PRO} = \text{dose (t/Ha)} * \text{teneur N total (kg/t)}$$

→ Calculer les CAUpro, CAUmin

$$CAUpro = (N \text{ abs Plante entière traitement PRO} - N \text{ abs plante entière témoin}) / N \text{ total apporté par le PRO}$$

$$CAUmin = (N \text{ abs plante entière traitement minéral} - N \text{ abs plante entière témoin}) / N \text{ total apporté par l'engrais minéral.}$$

Si plusieurs doses d'azote minéral ont été testées, le CAU est fourni par la pente de l'ajustement linéaire de l'azote absorbé à la dose d'azote apporté (en ne retenant que les doses d'azote pour lesquelles l'accroissement de l'absorption reste linéaire)

Pour des PRO apportés en automne ou hiver (avant ouverture bilan prévisionnel), le CAU pourra être calculé sur tout le cycle et sur la période bilan. Dans ce dernier cas on déduira le N absorbé en sortie d'hiver (lorsqu'il a été mesuré) du N absorbé maturité. Bien que la part racinaire de la biomasse à des stades précoces soit différente de celle à maturité on retiendra les mêmes coefficients culture.

→ **Calculer le KeqN :**

$$\text{KeqN} = \text{CAU PRO} / \text{CAUmin}$$

Attention, si l'engrais de référence (ammonitrate ou engrais organique de référence) a été apporté à une seule dose, ce rapport CAUpro/CAUmin n'a un sens que si le « N abs Plante entière traitement PRO » et « N abs Plante entière traitement Min » sont proches.

SOUFRE :

La méthode de calcul de l'effet direct soufre est la même que pour l'azote.

Objectif 3 : Evaluer l'impact de l'apport de PRO sur le bilan d'azote de la culture

→ **Calculer le bilan culture entre 2 dates de reliquats dans le témoin et le(s) traitement(s) PRO :**

$$\text{Min. nette} = \text{utilisations} - \text{apports}$$

$$\text{Utilisations} = \text{Reliquat fin période} + \text{N absorbé par la plante} + \text{lixiviation}$$

$$\text{Apports} = \text{Reliquats début période} + \text{apport N minéral durant la période}$$

$$\text{Minéralisation nette de l'azote organique du PRO} = \text{Minéralisation nette traitement PRO} - \text{minéralisation nette témoin}$$

Protocole	Personne ressource	E-mail
PROTOCOLE 2 Évaluation de l'effet direct azote (et soufre) d'un PRO sur une culture réceptrice	Alain Bouthier (ARVALIS)	a.bouthier@arvalisinstitutduvegetal.fr

Thématique azote - PROTOCOLE 2bis : Évaluation de l'effet direct azote d'un PRO sur plantes ligneuses

L'objectif d'une telle expérimentation est d'évaluer l'effet azote d'un PRO sur plante ligneuse par l'intermédiaire de ses effets sur la vigueur de la plante, le rendement et la qualité des fruits. Des analyses complémentaires, non obligatoires, peuvent être réalisées de façon à mieux cerner ces effets sur la plante : analyse hivernale des rameaux, analyse foliaire, contrainte hydrique subie par la plante. La présence de plantes pérennes impose une durée d'expérimentation de 3 ans minimum de façon à prendre en compte l'effet millésime et l'effet mise en réserves, l'apport l'année N pouvant avoir un effet l'année N+1. Même si elle n'est pas obligatoire, la comparaison à un témoin fertilisé en azote minéral, en plus d'un témoin non fertilisé, est fortement conseillée pour évaluer cet effet azote. Le contrôle de l'homogénéité de la parcelle par l'établissement d'un point 0 est conseillé mais demande de prévoir la mise en place de l'essai à l'avance.

I. Choix du dispositif expérimental

I.1 Contexte, état des connaissances

La problématique sur plantes pérennes ligneuses est différente de celle des grandes cultures. En effet il est très difficile de mesurer l'azote absorbé par la plante : cela nécessiterait d'une part la destruction de la plante et, d'autre part, l'extraction complète des racines, ce qui est extrêmement difficile (sachant que la plus grosse partie de l'azote stocké dans les parties pérennes est stocké dans les racines chez la vigne et que cette partie représente 34-37% chez les arbres fruitiers). Le coefficient apparent d'utilisation (CAU) ou le coefficient d'équivalence azote (KeqN) (voir protocole [Evaluation des effets azote d'un PRO sur une culture réceptrice](#)) sont donc peu ou pas utilisés.

L'effet N du PRO est jugé essentiellement sur la vigueur de la plante, le rendement et la qualité des fruits (l'azote est l'élément qui joue le plus sur les plantes pérennes, aussi bien pour ses effets sur la plante que pour sa rapidité d'action).

On peut également estimer l'effet d'une fertilisation sur des paramètres plus directement liés à la nutrition azotée, notamment la teneur en azote de certains organes (feuille, rameau, baie) à des stades « standards ». Mais ces diagnostics N ne donnent pas accès à une Quantité N prélevée (QN) ce qui ne facilite pas l'estimation de la fraction efficace de l'azote du PRO.

Le protocole proposé peut également être considéré comme un **volet à ajouter à un protocole initial**, dédié à un autre objectif (effet MO notamment) pour établir l'effet azote du PRO épandu.

I.2. Objectifs de l'essai / Questions posées

L'objectif est d'évaluer l'effet azote du PRO sur la plante : essentiellement vigueur, rendement, qualité des fruits (voire des vins). Cette évaluation peut être faite soit par rapport à un témoin sans apport, soit par un témoin avec apport d'azote sous forme minérale (correspondant à la dose adéquate pour l'objectif visé). Il est fortement recommandé d'avoir ces deux types de témoin, ce qui permet d'évaluer, d'une part, si le PRO a un effet significatif, et, d'autre part, d'évaluer l'intensité de l'effet, en particulier s'il est suffisant par rapport à l'objectif recherché au niveau vigueur, rendement, qualité de la production et état de la nutrition azotée de la plante. Un conseil de complément minéral ou une augmentation de dose du PRO peut alors être déduit des résultats de l'expérimentation.

I.3. Facteurs et traitements étudiés

I.3.1. PRO

Le principal objectif est l'apport de PRO. Un ou plusieurs PRO sont étudiés et comparés. On aura donc au minimum 2 modalités : avec et sans PRO.

Il peut y avoir plusieurs stratégies d'apport des PRO : (i) apporter les PRO à **doses équivalentes en C**. (ii) apporter les PRO à **doses équivalentes en C stable fourni**. Il faut alors tenir compte du k1 ou de l'ISMO du produit. (iii) apporter les PRO à **doses équivalentes en N**.

Dans tous les cas, on prendra soin de bien enregistrer les paramètres et les hypothèses de calcul ayant servi à déterminer les doses.

Autres facteurs étudiés : D'autres facteurs peuvent être étudiés tels que la dose de PRO épandue, la date d'apport du PRO et son mode d'incorporation.

Mode d'apport : voir mode opératoire [Epannage de PRO manuel](#). Il est conseillé de réaliser les apports manuellement pour une meilleure maîtrise des doses épandues (en liaison avec la problématique de la plantation en rangs qui peut rendre plus délicat un épandage homogène du PRO).

I.3.2 Mise en place des témoins

Au minimum, il faut mettre un témoin sans aucune fertilisation azotée (organique et minérale).

I.3.3. Traitements étudiés

Fertilisation	Dose N engrais référence (Ammonitrate ou organique bio)	Commentaire
Témoin	0	obligatoire
Engrais référence	X : dose correspondant à l'objectif quantitatif et qualitatif visé	fortement conseillé
organique	Dose1 proche de l'effet X	obligatoire
organique	Dose2	facultatif

I.4. Dispositif expérimental

I.4.1. Durée de l'essai

Au minimum 3 ans (avec apport du PRO chaque année), pour prendre en compte les arrières-effets liés à la mise en réserve et l'effet millésime.

I.4.2. Type de dispositif (cf. procédure [Choix du dispositif statistique expérimental](#))

On privilégiera la mise en place d'un dispositif en bloc à 3 ou 4 répétitions.

I.4.3. Taille des parcelles

Prévoir au minimum un inter-rang traité de part et d'autre du rang contrôlé.

Il est conseillé de prévoir un inter-rang de part et d'autre de la parcelle élémentaire.

Sur le rang, prévoir au minimum 2 individus de garde en début et fin de parcelle élémentaire (à raisonner en fonction de la distance de plantation sur le rang et l'espèce).

Nombre d'individus contrôlés : pour 4 répétitions ou plus, 5 ceps en viticulture (l'optimum se situant à 10 ceps) et 2 arbres en arboriculture au minimum. Pour 3 répétitions, prendre 10 individus par répétition sur vigne. Soit par placette, soit des individus isolés (repérage par numéro de rang et numéro d'individu sur le rang). Eviter les individus visiblement atypiques (malades, complants, individus non encadrés par 2 individus sains...).

Repérage parcelle élémentaire : numéros de rangs et numéros d'individu sur le rang, piquetage.

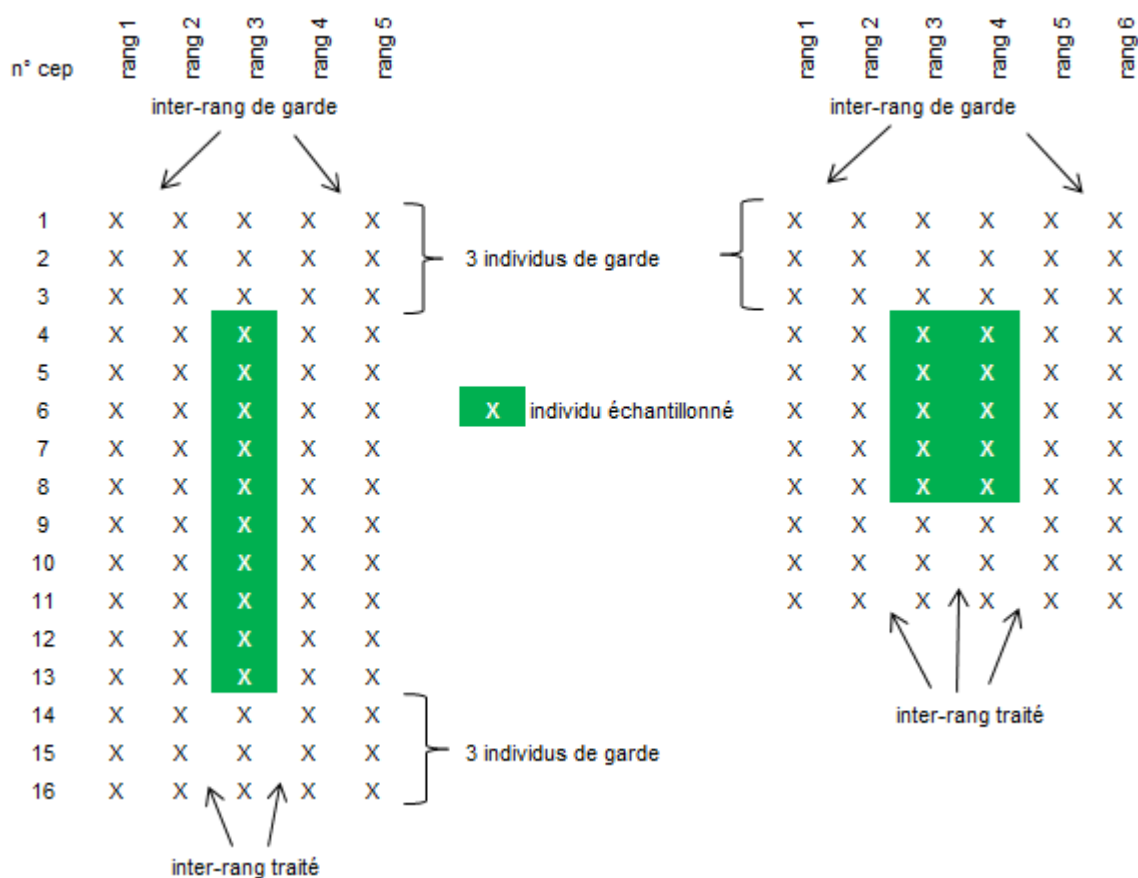


Figure 1 : Exemples du dimensionnement d'une parcelle élémentaire sur vigne avec échantillonnage sur 1 ou 2 rangs

I.4.4. Equipements

Pas d'équipement spécifique de la parcelle.

II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai

II.1. La parcelle de l'essai (cf. mode opératoire [Choix de la parcelle expérimentale](#))

II.1.1. Type de sol

Pour un essai en petite parcelle, choisir une zone homogène dans une parcelle agricole.

Pour un essai avec épandage à l'aide de matériel agricole, la conduite homogène de la parcelle avant début essai est nécessaire.

Choisir une parcelle plane, si possible. Dans tous les cas, viser l'homogénéité de la parcelle. Eviter les sols trop riches où l'effet azote sera beaucoup plus difficile à mettre en évidence.

II.1.2. Système cultural

L'essai peut être mis en place dans tous les systèmes de culture. Dans le cas d'un enherbement sur l'inter-rang, l'apport de PRO sera localisé sous le rang, de façon à éviter que le couvert végétal n'en profite, au détriment de la culture.

II.1.3. Historique parcellaire

On évitera les parcelles recevant régulièrement des produits organiques ainsi que les parcelles ayant des teneurs en matières organiques élevées afin de ne pas masquer les effets des apports de PRO. Pour les mêmes raisons, on évitera également les parcelles vigoureuses.

II.2. Les cultures

L'essai sera mis en place sur une culture âgée d'au moins 8 ans sur vigne et 6 ans sur arbres fruitiers (à moduler en fonction de l'espèce), à moins que l'un des objectifs de l'expérimentation précise de la réaliser sur jeune plantation.

Dans la mesure du possible, on s'assurera de l'homogénéité de la parcelle en termes de pente, exposition, densité de plantation (écartement, distance sur le rang). De même pour le porte-greffe, la variété (même clone si possible), l'année de plantation, l'entretien du sol et le type de taille. Pour ces derniers critères, il est toutefois possible qu'ils varient (non conseillé). Ils seront cependant impérativement homogènes au sein d'un même bloc.

Les bois de taille peuvent être laissés sur la parcelle. Leur traitement éventuel (broyage, enfouissement) sera alors le même sur les différentes modalités. On essaiera de ne pas les localiser dans des inter-rangs particuliers. Si cela ne peut pas se faire, il conviendra de veiller à ce que la répartition soit comparable d'une parcelle élémentaire à une autre (par exemple, si les bois sont laissés un inter-rang sur 3, il faudra veiller : soit à ce que cet inter-rang ne soit pas contigu au rang contrôlé, soit qu'il le soit pour toutes les parcelles élémentaires).

II.3. Les PRO étudiés

Il est possible de tester 1 ou plusieurs PRO dans le même essai. Les PRO de type « engrais » sont les plus concernés pour observer des effets azote.

Au cours du suivi de l'essai, il faut s'assurer que les PRO ont toujours les mêmes origines et qu'ils ont subi des traitements et des conditions de stockage semblables.

II.4. Itinéraire technique (cf. modes opératoires d'épandage des PRO [1](#) et [2](#))

L'entretien du sol sera uniforme sur l'ensemble du champ d'essai (conseillé. Sinon voir II.2 ci-dessus). La technique culturale permettant l'enfouissement du PRO sera également appliquée sur la (les) modalité(s) témoin (sauf si c'est un facteur étudié).

Les traitements phytosanitaires seront réalisés de manière uniforme sur l'ensemble du champ d'essai et seront conduits de façon à éviter tout développement de maladies, insectes ou mauvaises herbes. La fumure minérale P, K, Mg sera adaptée aux différentes formes de fertilisant (minérale ou organique) et conduite de façon à éviter que ces éléments ne constituent des facteurs limitants de la production.

Les opérations en vert (rognage, ébourgeonnage...) seront réalisées de manière uniforme sur l'ensemble du champ d'essai.

III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai (voir [fiche de relevé de caractérisation initiale de la parcelle expérimentale](#))

III.1. Situation géographique

La parcelle sera localisée (GPS, latitude, longitude, altitude, position sur carte IGN).

III.2. Sol (cf. mode opératoire [Echantillonnage de sol pour analyses physico-chimiques usuelles](#))

Le sol de la parcelle sera caractérisé avant la mise en place de l'essai : réalisation d'un certain nombre de sondages à la tarière pour caractériser les différents horizons (changement de couleur et texture, teneur en cailloux...), caractérisation de l'homogénéité de la parcelle totale par réalisation de

sondages. La réalisation initiale d'un profil cultural avant implantation de l'essai pourra permettre de préciser l'enracinement des plantes (positionnement, distribution, horizon limitant...).

Une fois le plan de l'essai déterminé (en particulier, à partir des résultats du point 0 et des sondages tarière), les analyses physico-chimiques classiques (granulométrie, C et N total, cations échangeables, pH) seront réalisées par parcelle élémentaire (0-30 cm), sur le rang. En fonction du degré d'hétérogénéité de la parcelle expérimentale, la granulométrie ou le pH pourront éventuellement ne pas être faites par parcelle élémentaire mais au niveau du bloc de parcelle.

III.3. Histoire culturale (cf. [fiche de relevé historique de la parcelle expérimentale](#))

On cherchera à retracer l'historique de conduite culturale de la parcelle au cours des années précédant la mise en œuvre de l'essai (2 à 5 ans) : types d'apports organiques et doses, devenir des bois de taille, entretien du sol.

III.4. Point 0 sur plantes pérennes (cf. modes opératoires [Echantillonnage sur vigne](#))

Des analyses à blanc (bois de taille (sur vigne), diamètre des arbres (sur arbres fruitiers), rendement, analyses des baies ou des fruits), avant la mise en place de l'essai (année précédente), permettront de vérifier l'homogénéité de la parcelle et de déterminer la disposition des blocs, en liaison également avec la topographie de la parcelle (pente notamment) et le sol (voir III.2).

Les caractéristiques de la parcelle seront renseignées :

- Fixes : pente, exposition, densité de plantation (écartement entre les rangs, distance sur le rang), antécédent cultural pour les jeunes plantations.
- Variables (pouvant éventuellement varier avec les blocs) : porte-greffe, variété (cépage), clone, année de plantation, entretien du sol, type de taille.

IV. Observations et mesures

IV.1. Mesures et observations sur le sol (cf. modes opératoires [Echantillonnage de sol pour reliquats azotés](#) et [Méthode de conditionnement des échantillons de sol](#))

Hormis les analyses prévues pour la caractérisation initiale de la parcelle (voir III.2 ci-dessus), RAS.

IV.2. Mesures et observations sur les PRO (cf. modes opératoires [échantillonnage de PRO 1 et 2](#) et [Préparation et conditionnement des PRO](#))

Décrire l'origine du PRO et les traitements subis avant apport. Le rapprocher d'une typologie récente.

Un 1^{er} prélèvement sera réalisé dans la fosse ou dans le tas du PRO qui va être épandu sur la parcelle 1 à 3 semaines avant épandage (le plus court possible donc fonction du délai d'obtention et d'envoi des résultats par le laboratoire) et fera l'objet d'une analyse de %MS, de C, de N total et de N minéral (nitrique et ammoniacal) en vue de calculer la dose de produit à apporter (voir mode opératoire).

Un 2nd prélèvement sera réalisé lors de l'épandage (voir mode opératoire) pour une analyse plus complète : % MS N total et N minéral (pour les PRO issus d'élevages avicoles analyser aussi l'azote uréique). Une mesure d'ISMO et une cinétique de minéralisation C et N par incubation, sont recommandées pour préciser la disponibilité à court terme de l'azote qu'il contient.

Bien quantifier la dose épandue : voir modes opératoires d'épandage des PRO [1](#) et [2](#).

IV.3. Mesures et observations sur les plantes (cf. modes opératoires [Echantillonnage sur vigne](#))

Noter les stades phénologiques importants : débourrement, floraison, véraison, récolte.

Mesure du rendement à la récolte et de ses composantes (nombre, poids unitaire du fruit), des caractéristiques analytiques des fruits. Pour la vigne, mesure de la teneur en azote assimilable des moûts.

Mesure de la vigueur (pendant le repos végétatif) : pesée des bois de taille et du nombre de sarments pour la vigne, mesure du diamètre du tronc pour les arbres fruitiers. Analyse hivernale des rameaux (état de la mise en réserves) conseillée.

Mesure des teneurs en azote des limbes (à privilégier) ou des pétioles à la véraison sur vigne. Diagnostic foliaire selon les dates standards des différentes espèces sur arbres fruitiers.

La contrainte hydrique subie par la vigne peut également être une mesure à intégrer. Mesure du delta C13 des sucres sur le moût à la vendange ou mesure du potentiel hydrique foliaire (plusieurs méthodes : potentiel de base, potentiel feuille, potentiel tige). Cette mesure du potentiel hydrique foliaire est également utilisable sur arbres fruitiers.

IV.4. Mesures et observations sur le climat (cf. mode opératoire [Méthode d'acquisition de données climatiques](#))

Données journalières de pluie, température moyenne et ETP sur une station (préciser ses coordonnées) aussi proche que possible de la parcelle d'essai pour la campagne culturale. Si possible disposer des statistiques (médiane, et déciles) de ces mêmes paramètres sur les 20 dernières années, pour situer le climat de la campagne.

V. Autres données à recueillir sur l'essai : opérations culturales et suivis de la culture

Noter tout accident sur la culture (maladie zone mal désherbée, ravageurs, gel...) et l'ensemble des interventions culturales (date, stade phénologique, matériel) tout particulièrement celles relatives à l'enfouissement du ou des PRO. Noter également la date de chacune des mesures réalisées.

VI. Traitement et valorisation des résultats (cf. [Procédure de validation statistique des données](#))

Traitements statistiques à réaliser sur les résultats obtenus.

Protocole	Personne ressource	E-mail
PROTOCOLE 2bis : Évaluation de l'effet direct azote d'un PRO sur plantes ligneuses	Jean-Yves Cahurel (IFV)	Jean-Yves.CAHUREL@vignevin.com

Thématique d'étude : Phosphore

Thématique phosphore - PROTOCOLE 3 Valeur fertilisante phosphatée des PRO

I. Choix du dispositif expérimental

I.1 Contexte, état des connaissances

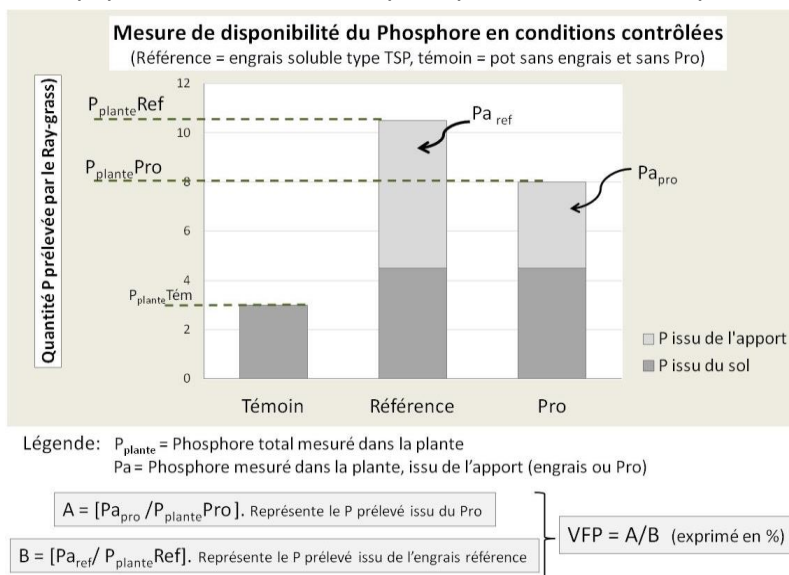
Le phosphore des engrais est une ressource essentiellement minière, qu'il devient nécessaire de gérer dans une perspective de raréfaction, même si son terme reste incertain. Dans ce contexte, il est souhaitable de rechercher à valoriser toute forme de recyclage des éléments fertilisants, en particulier par la valorisation des ressources représentées par les Produits Résiduaux Organiques (PRO). Le prix des engrais phosphatés, qui tend à augmenter sur le moyen-long terme, est aussi une incitation à la fois à une gestion économe des fertilisants phosphatés, et à la recherche de ressources alternatives aux engrais minéraux. Pour les valoriser efficacement, il est nécessaire d'avoir connaissance de la teneur et de la biodisponibilité du phosphore des PRO.

Les pertes de phosphore vers le milieu naturel peuvent être facteur de pollution de l'environnement, par eutrophisation des cours d'eau ou du milieu maritime. La connaissance de la contribution en phosphore des produits organiques peut être particulièrement nécessaire pour gérer les apports dans des situations à risque d'eutrophisation marqué.

Les PRO ont des teneurs en phosphore généralement de l'ordre de quelques %, et représentent ainsi une ressource potentielle importante de phosphore pour la fertilisation des cultures, tant pour les produits d'élevage que pour des effluents et déchets industriels et urbains. Le phosphore des PRO peut être de forme minérale ou organique. Les formes chimiques dépendent de l'origine du produit (espèce animale et mode d'alimentation pour les effluents d'élevage), ainsi que des éventuels traitements appliqués (compostage, chaulage, traitements thermiques...). L'origine et les traitements avant épandage influent surtout sur la disponibilité du phosphore à court terme, et moins sur la disponibilité à moyen ou long terme (terme de 3 ans ou plus). La disponibilité à long terme est généralement élevée.

Les mesures de disponibilité à court terme et à moyen-long terme répondent à des enjeux de fertilisation distincts. On établira une disponibilité de court terme pour évaluer la mise à disposition immédiate du phosphore pour la culture à fertiliser dans une parcelle appauvrie présentant des risques de carence. La disponibilité à plus long terme correspondra au cas plus courant d'une conduite de fertilisation phosphatée hors risque de carence. Dans tous les cas, on ne sait établir une valeur fertilisante qu'en référence à un autre engrais auquel le PRO est comparé, très généralement un engrais de forte solubilité dans l'eau (ex : superphosphate triple, ou "TSP").

Des méthodes isotopiques et non-isotopiques ont été mises au point pour mesurer la disponibilité court terme du phosphore des PRO en conditions contrôlées. L'utilisation du marquage isotopique s'est avérée indispensable pour différencier la contribution du produit apporté et celle du sol, et les méthodes non isotopiques en pot ne peuvent pas être considérées comme pertinentes et fiables. La méthode isotopique la plus utilisée, quoique non normalisée, consiste à mesurer sur une culture de Ray Grass en pots, les quantités de phosphore prélevées par la plante et



issues du PRO, aux quantités prélevées par la plante et issues d'un engrais minéral soluble mis en comparaison dans le même sol. Le sol est marqué au P32* afin de différencier les contributions respectives du sol et du PRO. L'ajout d'une référence sans engrais permet d'évaluer l'interaction fertilisant x contribution du sol (schéma ci-dessus). La grandeur établie est la Valeur Fertilisante Phosphatée du fertilisant ("VFP"). Cette méthode d'évaluation présente plusieurs contraintes : L'utilisation incontournable du P marqué (isotope P32*) exige des agréments et contraint fortement l'application de la méthode en routine. Par ailleurs, la disponibilité en azote du PRO peut amener un biais, et demander des corrections par des compléments d'azote minéral lors des mesures. On sait que des résultats obtenus par cette méthode ne sont pas toujours directement transposables au champ. La mise en place d'un essai au champ sera utile, voire nécessaire, pour d'une part confirmer ou corriger le résultat en conditions contrôlées, et surtout donner une valeur de disponibilité en phosphore du PRO sur un terme plus long.

Remarque : Par convention, la fertilisation phosphatée est raisonnée en unités P₂O₅ (et non en P), aussi les protocoles proposés respectent cette convention. Le coefficient de passage est :

Un kg de P₂O₅ correspond à un 0.437 kg de P, et 1 kg de P est contenu dans 2.29 kg de P₂O₅.

I.2. Objectifs de l'essai / Questions posées

Les essais au champ ont tous pour objectif commun l'établissement de la valeur fertilisante phosphatée du PRO, c'est-à-dire la capacité du PRO à alimenter la fraction biodisponible du phosphore du sol, comparativement à celle d'un engrais minéral très soluble, type TSP.

		Evaluation de la disponibilité en P du PRO à :		
		Court terme	Moyen terme	Long terme
Type de dispositif	Complet	Protocole 3	Protocole 1	Protocole 1
	Additionnel		Protocole 2	Protocole 2

Le protocole 1 est défini comme un protocole complet destiné à l'établissement de la valeur fertilisante en Phosphore d'un PRO. Le protocole 2 a été défini pour proposer des ajouts à un dispositif et un protocole définis pour une autre thématique (effet MO, effet azote, autre...) et établir des valeurs fertilisantes en phosphore en valorisant le dispositif sans investissement supplémentaire excessif.

Le protocole 3 est un protocole complet pour établir la contribution directe d'un PRO à l'alimentation de la culture qui suit l'apport.

Remarque : pour les protocoles 1 et 2, les essais doivent s'appuyer sur des indicateurs conventionnels du phosphore biodisponible du sol, mesurés en laboratoire d'analyse de terre en routine. Etant donné le relativement faible pouvoir discriminant des mesures de phosphore mobile par des extractions classique, type P₂O₅ Olsen ou P₂O₅ Joret-Hébert, les protocoles seront écrits de façon à maximiser les chances de réussite. Néanmoins, des méthodes de dilution isotopique ont été développées par l'UMR TCEM de l'INRA de Bordeaux. Celles-ci doivent permettre d'établir des valeurs de disponibilité en phosphore plus précises, mais ces méthodes ne sont pas encore appliquées en routine et présentent des contraintes. On conseillera de conserver un double des échantillons de terre prélevés au cours de l'essai, pour un éventuel recours à ce type d'analyse si la réponse des indicateurs classiques n'est pas satisfaisante.

I.3. Facteurs et traitements étudiés

I.3.1. PRO

Pour les protocoles 1 et 2, le facteur unique étudié est la **fertilisation phosphatée**, qui intègre dans le même facteur la forme d'application (PRO, engrais, témoin) et la dose (plusieurs doses du PRO et de l'engrais soluble peuvent être prévues, mais elles ne constitueront pas un facteur distinct).

Pour le protocole 3, deux facteurs seront croisés : facteur 1 = Dose de PRO et facteur 2 = dose d'engrais soluble type TSP

Protocole 1 : Les doses de PRO (D) seront établies sur la base de la teneur en P₂O₅ totale mesurée dans le PRO. Tout en restant dans une gamme de valeurs réalistes (qui peuvent toutefois dépasser nettement la dose envisagée dans la pratique ou déjà couramment appliquée), elles devront représenter respectivement des quantités totales de P₂O₅ apporté sur la durée de l'essai égales à 2 et 3 fois les quantités exportées par les cultures sur cette même durée.

Pour les modalités d'apports d'engrais soluble (E), les doses devront apporter les mêmes quantités d'éléments P₂O₅ totaux que les deux niveaux d'apport de PRO, c'est-à-dire 2 x exportations et 3 x exportations.

Un test laboratoire initial tel que décrit en I peut apporter une information qui évitera éventuellement ce traitement supplémentaire.

Protocole 2 : Etant conçu comme un protocole additionnel, on peut envisager de se limiter à une seule dose de Pro si un test préalable permet d'avoir une bonne évaluation a priori de la disponibilité en phosphore du PRO. Dans ce cas, la dose choisie sera égale à 2,5 fois les quantités d'élément P₂O₅ exportées par les récoltes.

Protocole 3 : Une ou deux doses de PRO (facteur 1). Elles correspondront à 1x les exportations des cultures et 2x ces exportations en P₂O₅.

I.3.2 Mise en place des témoins

Protocoles 1 et 2 : Le témoin sans apport de fertilisant (ni PRO, ni engrais P) permet de vérifier l'évolution de la teneur du sol en bilan négatif, mais n'a pas de rôle particulier dans l'essai. La valeur de référence sera la teneur initiale du sol mesurée à la mise en place.

Protocole 3 : Chaque facteur (apport de PRO et dose engrais) a son niveau témoin : sans apport pour le facteur PRO, et dose 0 en engrais TSP.

I.3.3. Traitements étudiés

Protocoles 1 et 2 :

Facteur	Niveau de facteur	Apport PRO	Apport Engrais	Protocole 1	Protocole 2	Commentaire
Mode de fertilisation phosphatée	Témoin	aucun	aucun	obligatoire	obligatoire	
	PRO à D1	D1 ⇔ 2 x EXP	aucun	obligatoire	obligatoire	
	PRO à D2	D2 ⇔ 3 x EXP	aucun	obligatoire	facultatif	Si dose unique, D = 2.5 x exports
	Engrais 1	aucun	E1 ⇔ 2 x EXP	obligatoire	obligatoire	
	Engrais 2	aucun	E2 ⇔ 3 x EXP	obligatoire	facultatif	

Protocole 3 :

Niveau de facteur 1 (dose PRO)	Niveau de facteur 2 (engrais)	Obligatoire ?	commentaire
dose D1	T: 0 apport	Oui	Si la disponibilité en P du PRO est incertaine (*)
dose D1	e1: 30 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
dose D1	e2: 60 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
dose D1	e3: 90 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
dose D1	e4:120 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
dose D1	e5: 150 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
dose D1	e6: 180 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
dose D1	e7: 250 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
dose D2	T: 0 apport	facultatif	
dose D2	e1: 30 kg/ha P ₂ O ₅	facultatif	
dose D2	e2: 60 kg/ha P ₂ O ₅	facultatif	
dose D2	ed3: 90 kg/ha P ₂ O ₅	facultatif	
dose D2	e4:120 kg/ha P ₂ O ₅	facultatif	
dose D2	e5: 150 kg/ha P ₂ O ₅	facultatif	
dose D2	e6: 180 kg/ha P ₂ O ₅	facultatif	
dose D2	e7: 250 kg/ha P ₂ O ₅	facultatif	
Sans apport	T: 0 apport	Oui	

Niveau de facteur 1 (dose PRO)	Niveau de facteur 2 (engrais)	Obligatoire ?	commentaire
Sans apport	e1: 30 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
Sans apport	e2: 60 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
Sans apport	e3: 90 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
Sans apport	e4: 120 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
Sans apport	e5: 150 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
Sans apport	e6: 180 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	
Sans apport	e7: 250 kg/ha P ₂ O ₅	Oui	

Les valeurs "e" représentent des doses croissantes en P₂O₅ apportées sous forme d'engrais soluble.

(*) La réalisation préalable d'une mesure en conditions contrôlées peut être utile pour orienter un niveau de dose adapté (voir I.1)

I.4. Dispositif expérimental

I.4.1. Durée de l'essai

Protocole 1 : Durée minimale de 4 ans. Durée optimale **5 à 8 ans**, ou encore 2 rotations culturales. La durée peut être raccourcie/allongée en fonction des résultats de mesures de teneurs en P₂O₅ du sol au bout de 3 ou 4 ans, et le constat d'évolution (ou absence d'évolution) de celles-ci.

Protocole 2 : Dépendant de la durée prévue pour le dispositif initial. Une durée plus réduite pour le protocole peut être définie, indépendamment de la durée de conduite de l'ensemble de l'essai. Dans ce cas, on se référera aux durées indiquées pour le protocole 1.

Protocole 3 : Durée courte, à l'échelle d'une culture. Le dispositif peut être conçu sur le terrain de façon à réaliser des courbes de réponse sur plusieurs cultures successives (succession d'essais annuels), en prévoyant des parcelles de PRO suffisamment étendues.

I.4.2. Type de dispositif (cf. procédure [choix du dispositif statistique expérimental](#))

Pour assurer une bonne qualité d'apport et limiter la taille du dispositif, des apports manuels sur des petites parcelles seront privilégiés. Les modalités seront répétées 3 ou 4 fois dans le dispositif randomisé. Des zones de bordure seront insérées entre parcelles élémentaires pour éviter tout risque de déplacement d'engrais ou de PRO d'une parcelle sur une autre par les interventions de travail du sol.

PRO D ₁	E ₁	PRO D ₂	E ₂	T	Hauteur = 10 m
E ₂	T	PRO D ₁	E ₁	PRO D ₂	Hauteur = 10 m
PRO D ₂	PRO D ₁	E ₁	T	E ₂	Hauteur = 10 m

Si l'apport manuel n'est pas possible, on réalisera les applications en bandes (longueur 30 à 50 m) en maintenant 2 répétitions :

PRO D ₂	E ₂	PRO D ₁	E ₁	T
Allée pour passage épandeur et manœuvres (largeur ≈ 10-15 m, selon matériel)				
E ₁	T ₀	PRO D ₂	E ₂	PRO D ₁

Protocole n°3 : Dispositif en split-plot, 2 facteurs à 3 et 8 niveaux. 2 blocs superposés.

SANS APPORT DE PRO				PRO dose D1				PRO dose D2			
Sans engrais (T)	Engrais e5	Engrais e3	Engrais e6	Engrais e7	Engrais e6	Engrais e5	Engrais e1	Engrais e2	Engrais e5	Engrais e1	Engrais e3
Engrais e2	Engrais e7	Engrais e1	Engrais e4	Engrais e4	Sans engrais (T)	Engrais e2	Engrais e3	Sans engrais (T)	Engrais e6	Engrais e4	Engrais e7
Engrais e7	Engrais e6	Engrais e5	Engrais e1	Engrais e2	Engrais e5	Engrais e1	Engrais e3	Sans engrais (T)	Engrais e5	Engrais e3	Engrais e6
Engrais e4	Sans engrais (T)	Engrais e2	Engrais e3	Sans engrais (T)	Engrais e6	Engrais e4	Engrais e7	Engrais e2	Engrais e7	Engrais e1	Engrais e4
PRO dose D2				SANS APPORT DE PRO				PRO dose D1			
SANS APPORT DE PRO				PRO dose D1				PRO dose D2			
Sans engrais (T)	Engrais d5	Engrais d3	Engrais d6	Engrais d7	Engrais d6	Engrais d5	Engrais d1	Engrais d2	Engrais d5	Engrais d1	Engrais d3
Engrais d2	Engrais d7	Engrais d1	Engrais d4	Engrais d4	Sans engrais (T)	Engrais d2	Engrais d3	Sans engrais (T)	Engrais d6	Engrais d4	Engrais d7
Engrais d7	Engrais d6	Engrais d5	Engrais d1	Engrais d2	Engrais d5	Engrais d1	Engrais d3	Sans engrais (T)	Engrais d5	Engrais d3	Engrais d6
Engrais d4	Sans engrais (T)	Engrais d2	Engrais d3	Sans engrais (T)	Engrais d6	Engrais d4	Engrais d7	Engrais d2	Engrais d7	Engrais d1	Engrais d4
PRO dose D2				SANS APPORT DE PRO				PRO dose D1			

I.4.3. Taille des parcelles

Elle sera ajustée en fonction du mode d'épandage du PRO (manuel ou mécanique), mais aussi de la durée de l'essai et du nombre de prélèvements à prévoir (sol, plantes).

I.4.4. Equipements

Voir modes opératoires échantillonnage de PRO 1 et 2 et modes opératoires d'épandage des PRO 1 et 2.

II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai

II.1. La parcelle de l'essai (cf. mode opératoire [Choix de la parcelle expérimentale](#))

II.1.1. Type de sol

Protocoles 1 et 2 :

- Privilégier les sols de bonne profondeur, et éviter les sols très calcaires qui peuvent gêner les interprétations d'évolution de la disponibilité en phosphore.
- Éviter les parcelles présentant une disponibilité initiale très forte ou très faible, risquant soit d'induire des carences sur les cultures, soit de rendre peu visibles les évolutions de disponibilité en phosphore. L'objectif de gamme de teneur se situe entre 40 et 120 ppm de P_2O_5 méthode Olsen pour un sol non calcaire.

Protocole 3 :

- Les sols très calcaires seront évités (craies, argilo calcaires, limons calcaires)
- On recherchera des sols présentant un niveau de teneur très faible (Objectif : teneur inférieure ou égale à 20 ppm P_2O_5 Olsen)

II.1.2. Système cultural

Protocoles adaptés à tous systèmes de cultures, l'attention sera portée sur quelques points relatifs aux cultures et au travail du sol (II.2 et II.4).

II.1.3. Historique parcellaire

Protocoles 1 et 2 :

Pas de recommandation particulière. Éviter les parcelles ayant reçu des fertilisations phosphatées importantes dans les années récentes.

Protocole 3 :

Pas d'apport depuis au moins 3 années culturales.

II.2. Les cultures

Protocoles 1 et 2 :

- On privilégiera des successions culturales peu exportatrice en phosphore, de façon à maximiser le bilan (fourniture – exportations) de P_2O_5 .
- Dans la mesure où le dispositif doit intégrer des modalités avec PRO sans fertilisation minérale phosphatée complémentaire, on s'assurera de l'absence de risque de carence sur les cultures les plus exigeantes de la rotation prévue.

II.3. Les PRO étudiés

Le dispositif peut être prévu avec 2 produits PRO distincts, mais l'augmentation du nombre de produits risque de conduire à des essais de grande dimension qui pénalisera la qualité des résultats.

On pourra se limiter à 2 doses respectivement pour chaque Pro afin de maintenir une dimension raisonnable.

On s'assurera que les produits répondent aux critères indiqués en IV 2 (*mise en place*).

II.4. Itinéraire technique (cf. modes opératoires d'épandage des PRO [1](#) et [2](#))

Protocoles 1 et 2 : On privilégiera des parcelles de teneurs moyennes sans excès, surtout en présence de cultures exigeantes dans la rotation. Les résultats d'essais reposant sur l'évolution d'indicateurs de disponibilité en phosphore du sol, on optera pour des parcelles en **labour annuel**, et une profondeur de labour constante. On évitera les situations de TCS qui limiteraient l'incorporation du PRO à un horizon très superficiel.

Protocole 3 : Eviter les parcelles en TCS, réaliser les apports de PRO en fin d'été ou début automne, et les apports d'engrais dans les semaines qui précèdent le semis.

III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai (cf. [fiche de relevé de caractérisation initiale de la parcelle expérimentale](#))

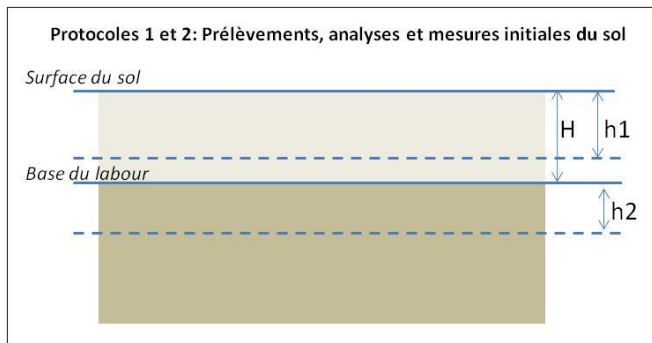
III.1. Situation géographique

Situation géographique par coordonnées géographiques classiques, et dispositif repéré par GPS.

III.2. Sol (cf. mode opératoire [échantillonnage de sol pour analyses physico-chimiques usuelles](#))

La mise en place de l'essai prévoira :

- Une mesure de la profondeur maximale de travail du sol (profondeur habituelle de labour) (valeur H).
- Une analyse physico-chimique de la zone d'essai sur une profondeur H1 légèrement inférieure à la profondeur de labour H. Pour un labour à 25 cm, réaliser le prélèvement à 22 cm.
- Une mesure de la densité apparente de l'horizon h1.
- Une analyse physico-chimique sur la zone d'essai, de l'horizon au-delà de la base de labour (h2 compris entre H et H +10 cm).
- Une mesure de densité apparente de l'horizon h2.
- Une analyse de teneur en P₂O₅ conventionnelle (Olsen) sur chaque parcelle élémentaire du dispositif, sur la profondeur h1.
- Une analyse de teneur en phosphore conventionnelle (P₂O₅ Olsen) sur chaque parcelle élémentaire du dispositif, sur la profondeur h2.



Tous les échantillons devront être conservés en double, pendant toute la durée de l'essai jusqu'à l'analyse complète des résultats, pour recours éventuel à un autre mode d'analyse (isotopique).

III.3. Histoire culturelle (voir [fiche de relevé historique de la parcelle expérimentale](#))

On reprendra l'historique des fertilisations organiques et minérales des 3 dernières années, ainsi que les cultures conduites et les rendements de ces 3 mêmes années.

IV. Observations et mesures

IV.1. Mesures et observations sur le sol (cf. modes opératoires [échantillonnage de sol pour reliquats azotés](#) et [méthode de conditionnement des échantillons de sol](#))

Protocoles 1 et 2:

Pour **chacune des modalités**, et dans **chaque parcelle élémentaire** de ces modalités, prélèvement de terre sur la profondeur H pour mesure de phosphore disponible (**P₂O₅ Olsen**), à l'issue de la première rotation, de la deuxième rotation, et de la troisième rotation le cas échéant. Nombre minimal de 10 prises d'échantillons à la sonde par parcelle élémentaire.

Si l'on souhaite une mesure de valeur fertilisante à court terme, c'est-à-dire au terme d'une année culturale, on peut envisager une mesure de teneur P₂O₅ des parcelles dès la première récolte, et les réaliser ensuite après chaque récolte. Ce choix peut être dicté par :

- le contexte d'utilisation du PRO (intérêt de connaître la disponibilité du phosphore à plusieurs pas de temps, courts ou longs) ;
- sa valeur pré-évaluée par une analyse en conditions contrôlées ;
- le budget disponible pour l'essai.

Pour le protocole 2, cas d'un protocole complémentaire, on peut limiter la durée du suivi phosphore à 4-5 ans, et ne réaliser qu'une seule mesure de teneurs parcellaires à la fin.

Protocole 3 : dans **chaque bloc** (2 blocs pour le dispositif proposé plus haut), prélèvement de terre sur la profondeur H pour mesure du phosphore disponible (**P₂O₅ Olsen**).

Pour tous les protocoles, doubler les échantillons et conserver les doubles jusqu'à clôture définitive de l'essai.

IV.2. Mesures et observations sur les PRO (cf. modes opératoires échantillonnage de PRO 1 et 2 et [préparation et conditionnement des PRO](#))

- Description précise de l'origine du produit épandu, éventuellement du traitement subi.
- Analyses du produit apporté : **Mesurer teneur MS**, teneurs en N total et N minéral, teneur en P₂O₅ total. Le prélèvement sera fait sur le tas ou dans la fosse avant épandages.
- Mesurer les doses épandues :

En petite parcelle peser les quantités épandues sur chacune des parcelles.

En grandes parcelles mettre des bacs ou carrés de moquette (selon le type de PRO) sur des transects perpendiculairement à l'épandage et quantifier le contenu des bacs.

IV.3. Mesures et observations sur les plantes (cf. modes opératoire de prélèvement de plantes : [cultures à racines tubérisées](#), [cultures à grains](#), [cultures légumières](#), [prairie](#))

Mesures impératives des **teneurs en P₂O₅ total des organes végétaux** exportés de la parcelle, lors de chacune des récoltes de chaque culture de la succession. Ces mesures seront effectuées par parcelle élémentaire pour chacune des modalités contributives du protocole.

IV.4. Mesures et observations sur le climat (cf. mode opératoire [d'acquisition de données climatiques](#))

Pas de recommandation particulière.

V. Autres données à recueillir sur l'essai : opérations culturales et suivis de la culture

VI. Traitement et valorisation des résultats (cf. [procédure de validation statistique des données](#))

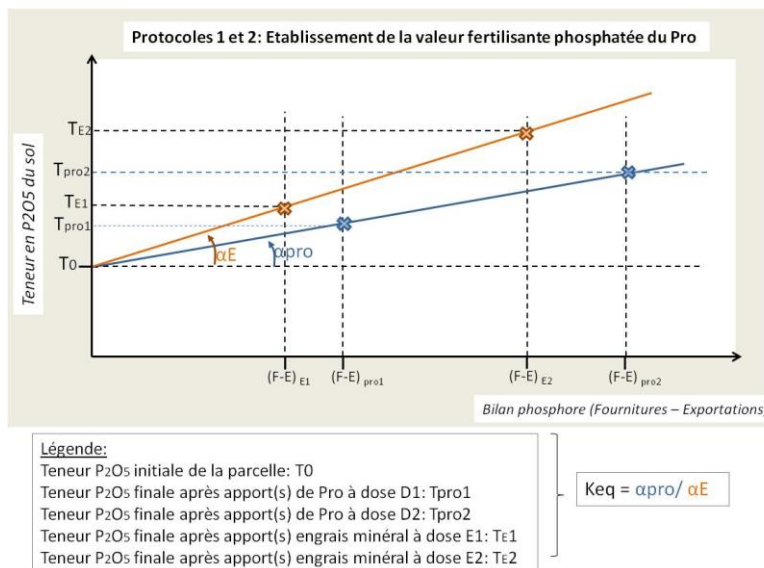
Pour exploiter les données recueillies, on effectuera les calculs successifs :

A partir des analyses des teneurs en P₂O₅ des produits organiques, des quantités respectives apportées, des teneurs en P₂O₅ analysées sur les récoltes, et des quantités récoltées, on calculera le bilan (apport – exportations) en P₂O₅ sur chaque parcelle conduite avec apport de PRO. Ce calcul sera effectué pour chaque période incluse entre 2 dates de prise d'échantillons de sol, et sur la totalité de la durée d'essai. On effectuera des calculs similaires sur chacune des parcelles ayant reçu des apports d'engrais, et sur les parcelles témoins (export uniquement).

On reportera les bilans (apport-exportations) sur un graphique, ainsi que les teneurs initiales et successives en P₂O₅ du sol pour les différents objets.

La différence de pente entre les droites d'évolution des teneurs établira la différence de valeur fertilisante (schéma ci-contre).

$$Keq = \alpha_{pro}/\alpha E = [(T_{pro2} - T_{pro1}) / ((F-E)_{pro2} - (F-E)_{pro1})] / [(T_{E2} - T_{E1}) / ((F-E)_{E2} - (F-E)_{E1})]$$



Protocole 3 :

A l'issue de l'essai, on aura établi autant de courbes de réponse de la culture aux doses croissantes de α sous forme engrais minéral soluble qu'il y a de niveaux pour le facteur "dose de PRO" (3 niveaux dans l'exemple proposé en I.3.3). A partir de ces courbes de réponse, on établira une dose optimale de P₂O₅ engrais pour chacune. La dose optimale sera définie comme la plus petite dose permettant d'atteindre le rendement optimum. On pourra s'appuyer sur un ajustement des courbes de réponse sur un modèle mathématique de courbe de type "quadratique – plateau".

Le coefficient d'équivalence azote (Keq) correspondant à la quantité de P₂O₅ d'un engrais minéral soluble qui a le même effet sur l'alimentation phosphatée de la culture que 1 kg de P₂O₅ apporté par le produit organique, on établit ainsi un coefficient Keq :

$$Keq = (e_{optiengrais} - e_{optipro}) / (D * [P_2O_5\%]_{PRO})$$

$$\text{Apport en P}_2\text{O}_5 \text{ d'une dose D du PRO} = [P_2O_5\%]_{PRO} * D * Keq$$

Où [P₂O₅%]_{PRO} est la teneur (pondérale ou volumique) en P₂O₅ du PRO, D la dose (poids ou volume) du produit épandu par ha.

Références

MOREL C., LINERES M. Phytodisponibilité et valeur fertilisante du phosphore de déchets urbains.

Agriculture et épandage de déchets urbains et agro-industriels. Les Dossiers de l'environnement de l'INRA, n° 25, Paris, 2003, pp 35-44.

LINERES M. Valeur fertilisante phosphatée des produits organiques. Journées Comifer-Académie d'agriculture, 17 mars 2009.

GUIVARCH A. (2001) Valeur fertilisante à court terme du phosphore des boues de stations d'épuration urbaines. Thèse de doctorat INPL

Protocole	Personne ressource	E-mail
PROTOCOLE 3 : Valeur fertilisante phosphatée des PRO	Rémy Duval (ITB)	duval@itbfr.org

Thématique d'étude : valeur amendante des PRO

Thématique valeur amendante - PROTOCOLE 4 : Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques après apports répétés de PRO dans un sol cultivé

Conséquences sur les services écosystémiques des sols associés à leur statut organique

I. Choix du dispositif expérimental

I.1 Contexte, état des connaissances

La prise en compte de la gestion des matières organiques (MO) des sols devrait tendre à se développer dans la conduite des systèmes de culture. En effet, la MO est une des composantes majeures de la fertilité des sols. Les MO influent sur :

- la fertilité chimique des sols : la minéralisation des MO constitue une source importante de N pour les cultures (cf. le poste Minéralisation de l'humus ou Mh du bilan prévisionnel) ; la MO intervient dans le pouvoir tampon du sol qui contrôle les variations brusques de pH des sols et le système adsorbant pour les cations (Ca, Mg, K...)
- la qualité physique des sols en contribuant à la stabilité de la structure, limitant ainsi les risques d'érosion, favorisant l'infiltration de l'eau dans les sols. La teneur en MO influence également les propriétés de rétention en eau des sols, la résistance des sols au tassement, la limite de plasticité... Les modifications de ces propriétés physiques des sols peuvent avoir des conséquences sur les facilités d'intervention dans une parcelle (jours disponibles, énergie nécessaire au travail du sol...)
- l'activité biologique dans les sols : les MO constituent les ressources trophiques pour la plupart des microorganismes et la micro/mésafaune dans les sols.

Ces effets dépendent des teneurs, des stocks de MO (quantité), de leur dynamique (qualité) et localisation. De par leur dynamique, les MO contribuent aussi à la régulation de la qualité de l'eau (flux de nitrates, limitation de l'érosion qui limite les flux de phosphore vers les eaux superficielles, rétention des pesticides...), de la qualité de l'air (émission de N₂O, ...). Les laboratoires d'analyses de sol dosent en général le CO dans les sols et calculent les teneurs en MO des sols selon un facteur multiplicatif (1,72 à 2 pour les sols cultivés, à vérifier auprès du laboratoire d'analyse) appliqué au carbone organique (CO).

Des fonctions de pédo-transfert existent liant la teneur en CO des sols à certaines propriétés : stabilité de la structure, rétention en eau, CEC, densité, activité biologique, minéralisation de l'humus.

Par ailleurs, on attribue aux sols des fonctions environnementales dont l'une est le stockage de C pour contrebalancer le surplus d'émission de gaz à effet de serre (GES) dans l'atmosphère. Pour confirmer ce service environnemental, il faudra alors veiller à ce que les pratiques mises en place ne génèrent pas des flux excédentaires d'émission de GES qui contrebalanceraient le stockage de C éventuel. Ce stockage du C se fait essentiellement sous forme organique dans les sols. S'il peut se faire sur l'ensemble du profil de sol, il a lieu essentiellement dans les horizons superficiels du sol (horizon labouré et/ou immédiatement sous-jacents ou horizons supérieurs en cas de non labour : ces horizons sont alors à identifier).

Les apports de PRO s'ils sont réguliers peuvent contribuer à limiter la baisse, maintenir ou augmenter les stocks de CO dans les sols. Cette capacité dépend de l'effet des apports de PRO sur les teneurs en CO des sols dont la mesure fait l'objet du présent protocole.

Comment calculer les stocks de CO dans les sols :

Les stocks de CO dans une couche de terre sont calculés pour une surface équivalente à 1 hectare à partir de la concentration en CO mesurée dans la terre fine et de la masse de terre de la couche considérée dépendant de son épaisseur et de sa densité selon :

Stocks de C organique (t C/ha) = C (g/kg sol) * masse de sol dans l'horizon analysé (t/ha)/1000

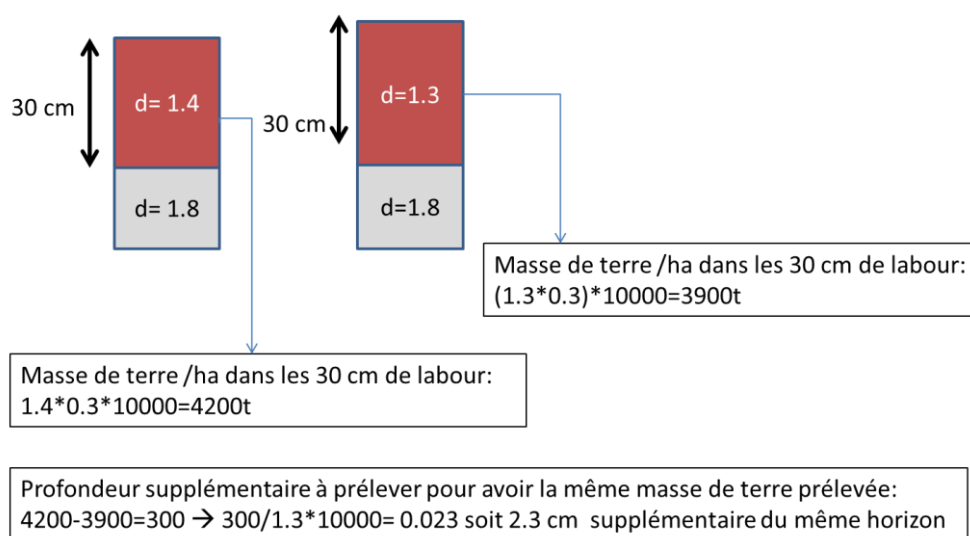
Avec Masse de sol (t/ha) = profondeur (m) * 10000 * densité

L'évolution des stocks de C se mesure préférentiellement à **masse de sol constante**. Si les densités des horizons d'incorporation des PRO changent au fur et à mesure des apports, il faut ajouter un peu de l'horizon sous-jacent dans le calcul des stocks de C organique pour les traitements où la densité est la plus faible en surface. L'épaisseur de sol à ajouter est calculée pour atteindre cette masse de sol identique dans tous les traitements. Pour réaliser ces calculs à masse de terre équivalente, il faut donc avoir les densités et teneur en C organique dans les horizons sous-jacents à l'horizon d'apport des PRO. C'est une opération délicate.

Les sols doivent être échantillonnés peu de temps avant un apport de PRO, à un moment où la densité de l'horizon dans lequel sera enfoui le PRO peut être mesurée (en dehors de tout travail du sol récent).

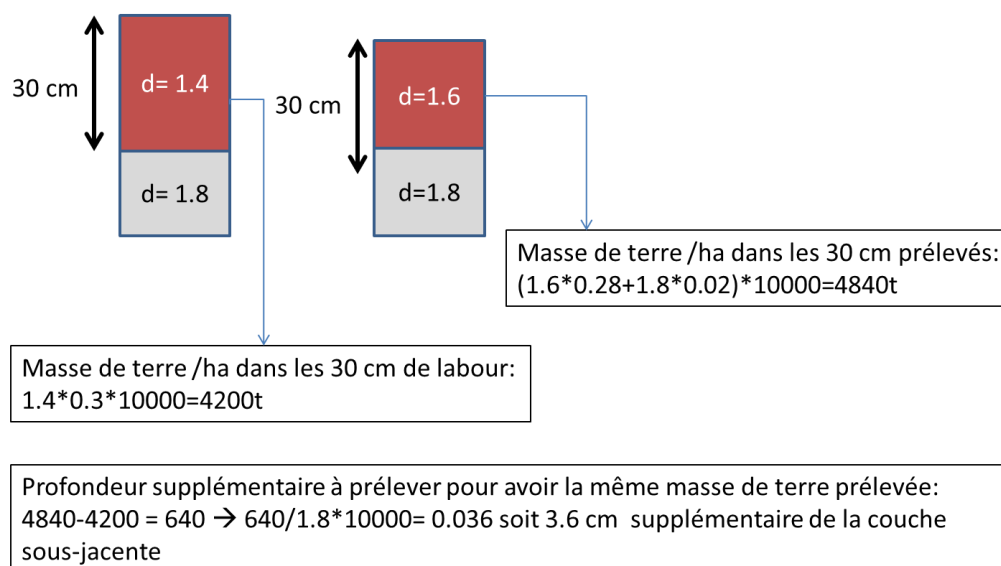
Pour expliquer les calculs de stocks de MO :

Figure 3a : en cas de diminution de la densité de l'horizon de labour



La masse de terre prélevée à droite n'est plus la même qu'au début de l'essai à gauche. Il faut donc prélever et considérer une profondeur supplémentaire à droite en cas de diminution de densité.

Figure 3b : en cas d'augmentation de la densité de l'horizon de labour



La masse de terre prélevée dans les 30 cm est plus importante à droite de la figure. Pour comparer les évolutions de stocks de CO entre la situation de droite et de gauche, il faut donc au départ ajouter un peu de l'horizon sous-jacent pour calculer le stock à masse constante de terre.

Il peut donc s'avérer nécessaire de faire des mesures de densité et teneur en CO dans les horizons sous-jacents à l'horizon d'enfouissement afin de pouvoir faire ces calculs à masse de terre constante.

Prédiction de l'évolution des stocks de CO dans les sols :

Pour évaluer l'efficacité des PRO à augmenter les stocks de CO dans les sols, on peut se baser sur la description de la dynamique du C organique dans les sols dans le modèle AMG (Figure 1). Ce modèle simule l'effet de systèmes de culture sur l'évolution des stocks de C organique dans un sol. La dynamique de dégradation du C organique dépend des teneurs en argile vraie et calcaire total des sols, des conditions climatiques moyennes, du mode de travail du sol. Les stocks de C organique sont réalimentés via la restitution des résidus de récolte, l'implantation de cultures intermédiaires et les apports de PRO, sources exogènes de C organique. On sait que seule une fraction de ces sources de MO contribue à l'entretien des stocks humiques des sols, le reste étant minéralisé sous forme de CO₂. Un des objectifs d'un « essai MO » est donc de déterminer les coefficients K1 d'humification de la MO des PRO étudiés. Cependant, de tels essais de longue durée ne pourront pas être mis en place pour tester tous les PRO potentiellement valorisables. Des méthodes de caractérisation au laboratoire des PRO ont été normalisées : XPU 44-162 pour le fractionnement biochimique et le calcul de l'indicateur ISMO, XPU 44 163 pour la mesure de la biodégradabilité de la MO des PRO et la dynamique de minéralisation de leur azote (cf. protocole sur la disponibilité de l'azote). L'indicateur ISMO pourrait être un indicateur du coefficient k1 défini précédemment. Il existe d'autres modèles simulant la dynamique des stocks de CO en fonction des pratiques tels que RothC⁵ (Coleman et al., 1997). Dans ce second exemple, les MO apportées sont distribuées vers 2 ou 3 compartiments de MO caractérisés par des dynamiques différentes. L'indicateur ISMO peut être utilisé pour calculer ce partitionnement initial du C des PRO (Peltre et al., 2012)⁶

Les essais mis en place dans le cadre de ce protocole serviront à valider ces indicateurs labo. De tels essais sont encore nécessaires jusqu'à finalisation de la typologie des PRO. Lorsque cette typologie sera consolidée, de tels essais ne seront nécessaires que pour des nouveaux PRO ou dans des contextes pédoclimatiques particuliers ou pour évaluer des effets associés à l'augmentation de MO dans les sols.

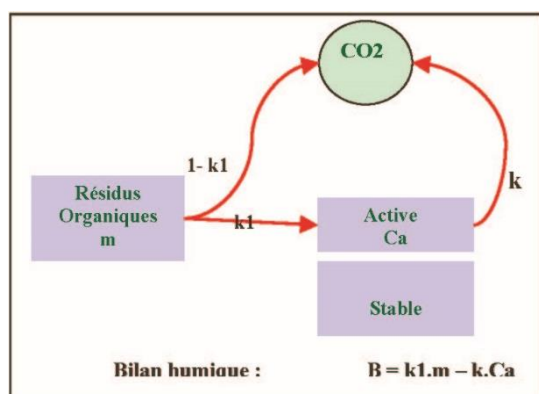


Figure 1 : Schéma du modèle AMG (Mémento Sols matières organiques, Duparque et al., 2007).

Dans le modèle AMG, 2 fractions de MO sont considérées dans le sol et seule la fraction de MO active (Ca) évolue en fonction du temps. Le bilan humique s'établit à partir de la différence entre les entrées (proportion k1 humifiée de toutes les sources de MO dans les sols telles que résidus de récolte, PRO...) et les sorties (proportion k minéralisée de la MO active du sol). Ces calculs se font sur la base des teneurs en C organique du sol et des entrées de MO exprimées sous forme de C organique.

I.2. Objectifs de l'essai / Questions posées

Objectif 1 : Déterminer la potentialité des PRO à maintenir ou augmenter les teneurs et stocks de MO des sols ; déterminer la participation potentielle des PRO au bilan humique et à l'évolution des stocks de MO des sols ; calibrer des indicateurs permettant de piloter les apports de PRO avec cet objectif.

Objectif 1bis : comparer différents PRO.

Ce protocole est mis en œuvre pour comparer l'efficacité de différents PRO à entretenir les stocks de MO dans les sols. La mise place du dispositif veillera alors à optimiser la répartition des parcelles

⁵ Coleman, K., Jenkinson, D.S., Crocker, G.J., Grace, P.R., Klir, J., Korschens, M., Poulton, P.R., Richter, D.D., 1997. Simulating trends in soil organic carbon in long-term experiments using RothC-26.3. *Geoderma* 81, 29-44.

⁶ Peltre C., B. T. Christensen, S. Dragon, C. Icard, T. Kätterer., S. Houot (2012) RothC simulation of carbon accumulation in soil after repeated application of widely different organic amendments *Soil Biology & Biochemistry* 52 (2012) 49-60

élémentaires de l'essai afin d'appréhender au mieux les différences entre PRO sans interaction avec des hétérogénéités spatiales au sein du dispositif.

Objectif 2 : Déterminer les relations entre les teneurs en MO des sols et les propriétés/fonctions des sols influencées par leur teneur en MO (**cf. plus haut**). Attention, on ne traite pas ici des effets chaulage directs des apports de PRO. L'objectif est de chercher à définir des teneurs seuils au-delà desquelles une propriété donnée du sol est affectée ou au moins influencée. Il peut exister des interactions secondaires liées aux modifications de ces propriétés (par exemple l'augmentation du pH qui ralentit la minéralisation des MO). Il est donc important de veiller à suivre conjointement l'évolution de ces paramètres pour évaluer ces interactions.

Objectif 3 : Les modifications de stock de MO dans les sols influent sur la fourniture en N par le sol provenant de l'humus du sol. L'objectif est ici de quantifier les conséquences de variations des teneurs en MO liées aux apports répétés de PRO sur la fourniture en N par le sol. L'évaluation de cet effet d'apports répétés sur la disponibilité en N est à différencier de celle de l'augmentation de la disponibilité en N à court terme après un apport de PRO (**cf. protocole 1**). Ces essais de longue durée peuvent être également le support d'études d'autres effets : disponibilité en P, K sous réserve d'adaptation des protocoles (**cf. protocole 3**).

De façon générale, les essais mis en place pour répondre à ces questions devront avoir une durée minimale de 6 à 10 ans pour quantifier les effets recherchés. Dans la majorité des essais connus, les effets sur les stocks de MO n'ont pas été observés avant 3 apports tous les 2 ans. Toutefois certaines propriétés peuvent être améliorées dès le premier apport (effet à court terme de MO réactive)

I.3. Facteurs et traitements étudiés

I.3.1. PRO

1. Principal facteur étudié : apport de PRO. Un ou plusieurs PRO sont étudiés et comparés avec comme premier objectif une estimation du coefficient d'humification k_1 des PRO. On aura donc au minimum 2 modalités : avec et sans PRO.

Il peut y avoir plusieurs raisonnements des doses et fréquences d'apport des PRO (synthèse dans le tableau ci-dessous) :

(i) dans le cas de **PRO amendants**, les apporter à doses équivalentes en C et compléter en N minéral éventuellement, en tenant compte de la disponibilité du N des PRO. Il faudra alors tenir compte des différences d'entrée de C dans les sols générées par des rendements de culture différents et donc des quantités de résidus de récolte différentes.

(ii) dans le cas de **PRO plutôt de type fertilisants** apportés tous les ans, les apporter sur la base d'un équilibre de la fertilisation N selon les besoins de la culture recevant les PRO, chercher à apporter des doses équivalentes de N (voir PK) potentiellement disponible. Compléter si nécessaire la fertilisation à l'aide d'engrais minéraux. Mesurer les rendements et les différences de biomasses aériennes et restituées pour évaluer les différences d'entrées de C entre traitements. Mesurer aussi les flux de C organique apportés par les PRO épandus. Une approche similaire peut être mise en place avec les apports de PRO calculés de façon à satisfaire les besoins de la succession de culture en P.

(iii) **des PRO fertilisants et amendants** peuvent être étudiés dans le même dispositif. On couplera alors les 2 approches précédentes dans l'essai.

Dans tous les cas, il sera important d'estimer toutes les entrées de C dans les sols, autres que celles des PRO afin d'en tenir compte dans le bilan humique des sols. Pour minimiser les sources d'incertitude liées aux restitutions de C par les cultures et les cultures intermédiaires qui risquent de masquer l'effet des PRO, éviter les cultures intermédiaires, exporter au mieux les résidus de culture (barre de coupe basse au moment de la récolte).

Proposition de raisonnement des doses et fréquences d'apport en fonction de la réactivité des PRO étudiés :

Types de PRO étudiés	Doses d'apport, complémentation	Mesures complémentaires
PRO amendants	<ul style="list-style-type: none"> - Doses équivalentes en C (4t C/ha tous les 2 ans par exemple) - Dose N minimale identique en complément 	<ul style="list-style-type: none"> - Mesurer les doses de PRO apportées - Estimer les entrées de C additionnelles (différences de rendement en résidus...)
PRO fertilisants (fientes avec pailles, digestats non compostés...)	<ul style="list-style-type: none"> - Apport tous les ans - Doses calculées sur la base de la disponibilité du N à court terme. On vise à ce qu'elle soit identique dans tous les traitements 	<ul style="list-style-type: none"> - Mesurer les doses de PRO apportées - Estimer les entrées de C additionnelles (différences de rendement en résidus...)
PRO fertilisants et amendants	<ul style="list-style-type: none"> - PRO amendants : doses équivalentes en C (4t C/ha tous les 2 ans par exemple) avec complémentation en N minéral - PRO fertilisants : Apport tous les ans calculé pour apporter une dose définie de N disponible 	<ul style="list-style-type: none"> - Mesurer les doses de PRO apportées - Estimer les entrées de C additionnelles (différences de rendement en résidus...)

2. Second facteur optionnel : profondeur d'incorporation (effet sur la vitesse d'incorporation du PRO à la MO du sol).

Dans tous les cas, le suivi d'évolution des teneurs en C dans les sols devra être cohérent avec les pratiques d'enfouissement des PRO et des résidus de culture, de travail du sol... de façon générale avec toutes les pratiques modifiant la distribution de la MO dans les horizons superficiels du sol.

Mode d'apport : 2 stratégies en fonction du type de culture et de la taille des parcelles unitaires choisies. Ici est présenté le cas des grandes cultures, le protocole pour les cultures pérennes faisant l'objet d'un autre document. Les types de mesures à réaliser conditionnent la taille des parcelles unitaires. En effet, l'objectif 2 peut demander des grandes parcelles.

- Petites parcelles (environ 100 m²) L'épandage pourra être manuel. C'est la garantie de pouvoir maîtriser les doses visées. La surface totale de l'essai nécessaire est plus petite. Les espaces inter-parcelles élémentaires peuvent être réduits.
- Grandes parcelles (environ 500 m²). L'épandage se fait alors à l'épandeur. Il est fondamental de contrôler la qualité de l'épandage (dose, répartition). Pour cela des essais de réglage de l'épandeur doivent être faits au préalable pour connaître cette dose épandue et sa distribution (cf. modes opératoires d'épandage des PRO 1 et 2). Il faudra contrôler les doses épandues et prévoir des zones de garde autour des parcelles unitaires pour éviter les contaminations entre traitements lors de l'épandage et permettre à l'épandeur de travailler à même régime d'épandage sur toute la longueur des parcelles.

I.3.2 Mise en place des témoins

En fonction des objectifs de l'essai, les traitements témoins pourront différer

Cas de l'objectif 1 : Prévoir des traitements **témoin** sans apport de PRO mais fertilisés en N pour viser des rendements identiques dans tous les traitements. La gestion de la fertilisation de fond (P, K) et éventuellement du chaulage selon la méthode COMIFER (sauf si un des objectifs est d'évaluer l'effet à long terme sur le PH des sols) sera à prévoir dans tous les traitements pour que ces éléments ne soient pas ou ne deviennent pas facteurs limitant dans l'essai.

Cas de l'objectif 2 : Les mesures des effets liés à l'augmentation de la MO dans les sols pourront être effectuées dans les mêmes parcelles que celles mises en place pour l'objectif 1. Cet objectif 2 ne nécessite pas de traitements témoins différents de ceux de l'objectif 1. Cependant les mesures prévues dans l'objectif 2 peuvent nécessiter la mise en place de grandes parcelles.

Cas de l'objectif 3 : Dimensionner le nombre de parcelles de l'essai pour avoir à terme des parcelles témoins 0 azote tournant après quelques années (6 ans et 3 apports minimum) et des parcelles amendées en PRO dans lesquelles on pourra arrêter l'apport de PRO pour évaluer l'effet d'apports successifs sur la fourniture en N par le sol non amendé une année donnée.

I.3.3. Traitements étudiés

Traitement	Dose	Objectifs 1 (Variation de stock de C) et 2 (propriétés des sols liées aux teneurs en CO)	Objectif 3 (effet N à long terme)	Commentaire
<u>Témoin</u> Fertilisation Minérale	X N	obligatoire	obligatoire	Evaluer les différentes entrées de C autres que celles liées aux PRO (par exemple, les résidus de culture : mesures ou estimation basée sur les rendements)
<u>Témoin</u> Fertilisation Minérale	X N puis 0 tournant		obligatoire	Evaluer les différentes entrées de C Après quelques années, estimation de la fourniture en N correspondant à l'écart de teneur en MO du sol entre traitement PRO et témoin). Témoin 0 tournant pour estimer la fourniture en N par un sol fertilisé avec engrais minéral une année donnée
<u>Organique</u> PRO amendant	Dose PRO amendant basée sur C Apport minimal de N minéral ou organique rapidement minéralisable Apport tous les 2 ans, voire tous les ans si la succession de culture le permet	Obligatoire		Evaluer les différentes entrées de C
<u>Organique/N</u> PRO amendant	Dose PRO amendant basée sur C Apport minimal de N minéral ou organique rapidement minéralisable Apport tous les 2 ans voire tous les ans si la succession de culture le permet	obligatoire	Obligatoire	Evaluer les différentes entrées de C Après quelques années pas d'apport pour évaluer l'effet d'apport répété de PRO sur la fourniture en N par le sol
<u>Organique</u> PRO fertilisant	Dose PRO basée sur dose N disponible équivalente à X, Apports tous les ans	obligatoire	obligatoire	Evaluer les différentes entrées de C
<u>Organique/N</u> PRO fertilisant	Dose PRO basée sur dose N disponible équivalente à X, Apports tous les ans	obligatoire	Obligatoire	Evaluer les différentes entrées de C Après quelques années pas d'apport pour évaluer l'effet d'apport répété de PRO sur la fourniture en N par le sol

Calcul de la surface nécessaire : nombre de traitements (y compris le témoin) X surface unitaire de chaque parcelle (100 m² ou 500 m²) X nombre de répétitions par traitement (4) + espace interparcellaire (6 à 10 m entre parcelle ; 10 à 25 m entre blocs, cf. plan type).

Les espaces inter-parcellaires seront plus petits si l'essai est en petites parcelles : 2 m entre parcelles peuvent suffire.

Dans tous les cas, attention aux passages de roue et autres facteurs d'hétérogénéité liés aux autres pratiques (travail du sol, épandage d'engrais, traitement...). La taille des parcelles unitaires devra être suffisante pour ne pas être gêné dans le suivi du site par ces sources d'hétérogénéité parallèles.

I.4. Dispositif expérimental

I.4.1. Durée de l'essai

Au moins 6 ans et 3 à 6 épandages au minimum pour les PRO amendants et si la succession de culture permet des apports annuels. Viser plutôt 10 ans et au moins 5 épandages. En cas de suivi de PRO fertilisants, les apports pourront être annuels mais les effets des apports répétés sur les teneurs en MO des sols nécessiteront comme précédemment des durées d'essai d'au moins 6 ans.

Si un des objectifs de l'essai est de quantifier les arrières effets des apports sur la fourniture en N par le sol via une minéralisation accrue de la MO du sol (Objectif 3), il faudra prévoir 2 ans supplémentaires de durée d'essai sans épandage pendant lesquels la fourniture en N par le sol sera suivie.

I.4.2. Type de dispositif (cf. procédure [choix du dispositif statistique expérimental](#))

On privilégiera la mise en place d'un dispositif en bloc à 3 ou 4 répétitions. L'hétérogénéité initiale de la parcelle doit être caractérisée. Les blocs doivent intégrer ces hétérogénéités initiales de la parcelle et les hétérogénéités initiales au sein d'un bloc doivent être minimales pour exprimer au maximum les différences induites par les traitements. Au sein d'un bloc, la distribution des traitements doit être aléatoire. On pourra s'aider d'un logiciel de traitement statistique pour distribuer les traitements au sein des blocs au départ de l'essai.

Selon les objectifs, le mode d'épandage et la surface disponible, on choisira un dispositif en grandes parcelles (Figure 2) ou en petites parcelles (Figure 3).

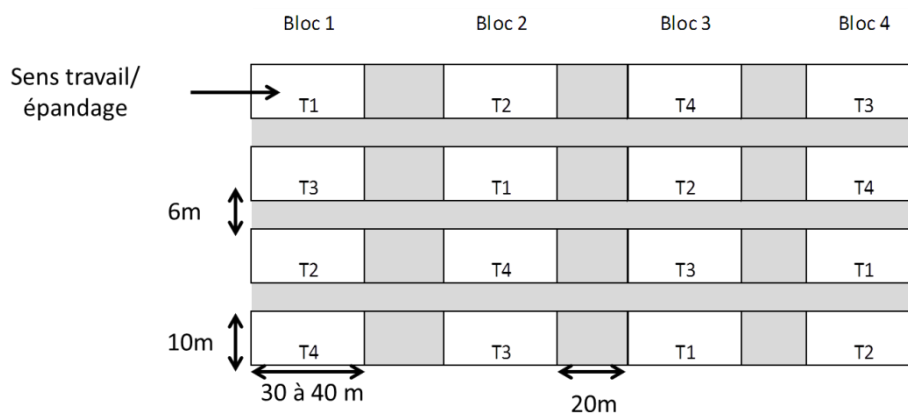


Figure 2 : Plan type du dispositif en grandes parcelles pour épandage à l'épandeur. Les épandages se font dans le sens de la longueur des parcelles unitaires. Les blocs de répétition des traitements doivent être suffisamment espacés pour que les épandeurs puissent sortir des parcelles à pleine vitesse et donc pleine puissance d'épandage sans contaminer les parcelles du bloc suivant. De même au sein d'un bloc, les parcelles doivent être suffisamment espacées pour qu'il n'y ait pas de projections sur les autres parcelles lors de l'épandage.

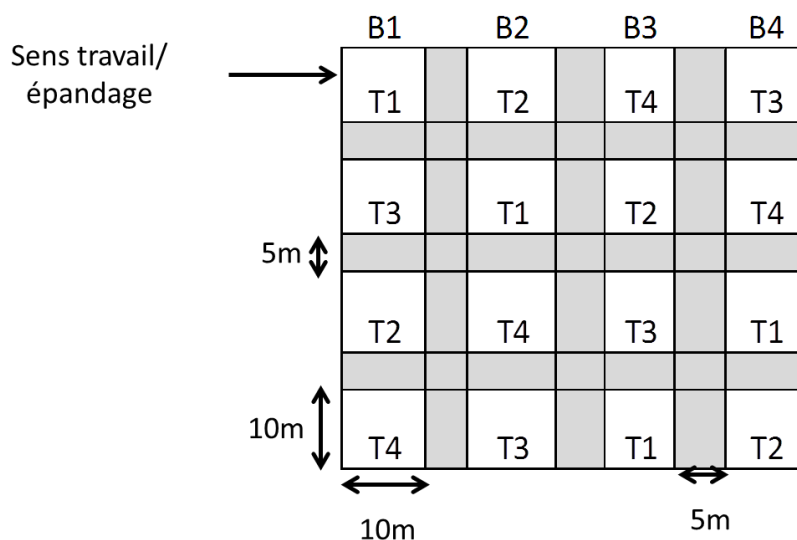


Figure 3 : Plan type du dispositif en petites parcelles pour épandage manuel. Les espaces entre parcelles sont beaucoup plus étroits, les risques de contamination inter-parcelles étant beaucoup plus faibles.

I.4.3. Taille des parcelles

Taille minimale : 10 m X 10 m pour une parcelle élémentaire (Figure 3). Dans ce cas les épandages sont manuels.

Prévoir plutôt 40 m X 10 m pour l'objectif 2 (Figure 2). Dans ce cas, les épandages sont mécaniques avec épandeur et il faut prévoir des bandes de garde en amont et aval (> 20 m) pour assurer l'épandage homogène sur la longueur de la parcelle élémentaire (épandeur à pleine vitesse tout le long de la parcelle expérimentale d'un traitement).

Prévoir des bandes de garde pour éviter les contaminations entre parcelles (2 à 5 m en cas d'épandage manuel, 6 m en cas d'épandage mécanique). Si l'épandage est mécanique, prévoir de mesurer la quantité réellement épandue et d'évaluer la régularité de l'épandage. En fonction du profil transversal des quantités épandues, il pourra être prévu d'effectuer 2 passages d'épandeur sur la parcelle avec des axes décalés pour mieux équilibrer les doses transversales épandues.

I.4.4. Equipements

Pas d'équipement spécifique de la parcelle. Prévoir de disposer des données météo.

Epandeur mécanique : cf. **mode opératoire d'épandage 1**

Epandage manuel : cf. **mode opératoire d'épandage 2**

Diviser la surface totale de la parcelle en fractions pour améliorer la répartition spatiale manuelle de l'épandage.

II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai

II.1. La parcelle de l'essai (cf. mode opératoire [Choix de la parcelle expérimentale](#))

II.1.1. Type de sol

Pour un essai en petite parcelle, choisir une zone homogène dans une parcelle agricole.

Pour un essai avec épandage à l'aide de matériel agricole, la conduite homogène de la parcelle avant début essai est nécessaire.

On veillera à mettre en place l'essai dans une parcelle qui a été conduite de la même façon depuis un minimum d'années (10) pour supposer qu'elle a atteint un niveau d'équilibre de base. On évitera toute parcelle issue d'un retournement récent de prairie. Dans tous les cas, viser l'homogénéité de la parcelle sans apport organique au cours des années précédant la mise en place de l'essai.

Choisir une parcelle plane. Eviter les sols à pH trop acide ($\text{pH} < 5,5$) pour lesquels le pH est le facteur limitant du rendement. Dans la mesure du possible, choisir une parcelle dont la teneur en MO est la plus faible possible pour observer une augmentation des teneurs en MO après apports des PRO.

II.1.2. Système cultural

L'essai peut être mis en place dans tous les systèmes de culture, de préférence sans culture intermédiaire, sans restitution des résidus de culture. Eviter les successions de cultures avec légumineuses au cours de l'essai. On choisira des cultures représentatives de celles pratiquées dans la région. Choisir une parcelle dont le système de culture n'a pas été fondamentalement modifié au cours des 10 années passées et poursuivre ce système de culture de façon à garder une certaine stabilité du bilan humique dans le témoin et ne mesurer que l'effet des PRO apportés

II.1.3. Historique parcellaire

Eviter les précédents « paille restituée » retournant au sol des masses importantes de résidus végétaux. On évitera les parcelles recevant régulièrement des produits organiques ainsi que les parcelles ayant des teneurs en matières organiques élevées afin de ne pas masquer les effets des apports de PRO.

II.2. Les cultures

Le protocole d'essai peut être mis en place sur tout type de grandes cultures ou cultures légumières de plein champ. Pour faciliter l'observation d'effets liés aux apports de PRO, éviter les restitutions de résidus de récolte qui peuvent représenter des quantités de C similaires voire supérieures à celles des apports de PRO.

II.3. Les PRO étudiés

Il est possible de tester 1 ou plusieurs PRO dans le même essai. Les PRO de type « amendant » sont les plus concernés pour observer des effets MO. Dans ce cas, les apports peuvent être faits sur la base de doses de MO/ C organique identiques. Cependant, si les PRO sont de natures très différentes (amendante et fertilisante comme par exemple si on veut étudier l'effet d'un digestat composté ou non), les doses et les fréquences d'apport seront adaptées (cf. les paragraphes I.3.1 et I.3.4 de la partie « choix du dispositif expérimental »).

Au cours du suivi de l'essai, il faut s'assurer que les PRO ont toujours les mêmes origines et qu'ils ont subis des traitements et des conditions de stockage semblables.

II.4. Itinéraire technique (cf. modes opératoires d'épandage des PRO [1](#) et [2](#))

L'entretien du sol sera uniforme sur l'ensemble du champ d'essai (conseillé. Sinon voir II ci-dessus), sauf si la profondeur d'enfouissement est un facteur étudié. La technique culturale permettant l'enfouissement du PRO sera également pratiquée sur la (les) modalité(s) témoin (sauf si c'est un facteur étudié).

Les traitements phytosanitaires seront réalisés de manière uniforme sur l'ensemble du champ d'essai et seront conduits de façon à éviter tout développement de maladies, insectes ou mauvaises herbes. La fumure minérale P, K, Mg sera adaptée aux différentes formes de fertilisant (minérale ou organique) et conduite de façon à éviter que ces éléments ne soient facteurs limitants de la production.

III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai (cf. [fiche de relevé de caractérisation initiale de la parcelle expérimentale](#))

III.1. Situation géographique

La parcelle sera localisée (GPS, latitude, longitude, altitude, position sur carte IGN).

III.2. Sol (cf. mode opératoire [échantillonnage de sol pour analyses physico-chimiques usuelles](#), [échantillonnage de sol pour mesures physiques](#))

La caractérisation initiale du sol de l'essai, outre l'évaluation de l'hétérogénéité initiale, doit servir de référence pour le suivi de l'évolution des teneurs et stocks de MO dans les sols ainsi que celles des propriétés du sol nécessaires aux calculs des stocks (densité par exemple) ou liées aux évolutions des stocks de MO. Dans la mesure du possible, il est donc important de planifier le mieux possible les grandeurs suivies lors de l'expérimentation et de réaliser ces mesures avant la mise en place de l'essai.

Caractérisation initiale : Le sol de la parcelle sera caractérisé avant la mise en place de l'essai : réalisation d'un certain nombre de sondages à la tarière (au minimum, 1 sondage par bloc) pour caractériser les différents horizons (changement de couleur et texture, teneur en cailloux...). La réalisation initiale d'un profil cultural avant implantation de l'essai pourra permettre de préciser la profondeur de travail du sol et la distribution verticale initiale de la MO dans le profil de sol.

Délimitation précise des sous-parcelles et prélèvement initial dans chacune des parcelles élémentaires (prélèvement représentatif de chaque parcelle élémentaire, cf. paragraphe « Observations et mesures » plus loin). Prélever l'horizon labouré ou d'enfouissement des PRO et l'horizon sous-jacent.

Caractérisation analytique initiale : **Au champ**, il est important de mesurer la densité des horizons qui seront suivis analytiquement pour pouvoir passer des mesures de teneurs en MO au calcul des stocks de MO dans les sols. Ces mesures de densité seront faites dans les 2 horizons de surface. Dans la mesure du possible, ces mesures de densité doivent être faites par parcelle élémentaire avant le début de l'essai, au moment où sont faits les prélèvements pour caractérisation de l'état initial. Les mesures de densité doivent être faites au moment le plus adéquat : le plus loin possible d'une date de travail du sol. **Il faudra veiller ensuite à faire les suivantes (ainsi que les prélèvements de sol) toujours à la même période et juste avant un épandage pour évaluer les teneurs et stocks de MO dans le sol à un moment le moins marqué par un apport récent pour approcher les teneurs en MO résiduelle après dégradation des fractions les plus labiles des PRO apportés.**

Au laboratoire : Les échantillons prélevés sont envoyés au laboratoire pour caractérisation analytique : analyses physico-chimiques classiques (granulométrie, avec argile vraie sur sol carbonaté, C organique et carbonates, fractionnement granulo-densimétrique de la MO, N organique, pH, CEC...). En fonction du degré d'hétérogénéité de la parcelle expérimentale, certaines analyses initiales pourront éventuellement ne pas être faites par parcelle élémentaire mais au niveau du bloc de parcelle : granulométrie, fractionnement granulo-densimétrique de la MO, pH, CEC. En revanche, les mesures de densité et teneurs en C et N organiques initiales doivent être réalisées à la parcelle élémentaire.

De façon générale, faire au départ de l'essai toutes les mesures des propriétés ou caractéristiques qui seront suivies ensuite.

Adapter les prélèvements initiaux à ce qui sera suivi ensuite. Si l'essai porte sur la profondeur d'enfouissement (essai en non-labour), prélever au départ les épaisseurs qui seront suivies ensuite : couche d'enfouissement, couche sous-jacente...

III.3. Histoire culturelle (cf. [fiche de relevé historique de la parcelle expérimentale](#))

On cherchera à retracer l'historique de conduite culturelle de la parcelle au cours des années précédant la mise en œuvre de l'essai (2 à 5 ans) : types d'apports organiques et doses, entretien du sol. Eviter les parcelles ayant reçu des épandages d'amendement organique au préalable. Cependant, ne pas perturber l'itinéraire technique pour éviter des modifications d'un état d'équilibre autres que par le paramètre que l'on veut étudier, l'apport de PRO en l'occurrence.

IV. Observations et mesures

IV.1. Mesures et observations sur le sol (voir modes opératoire [prélèvement de sol pour mesure physique](#) et [méthode de conditionnement des échantillons de sol](#))

Objectifs 1 et 2

Période de prélèvement pour suivi et horizons concernés : **Avant chaque apport de PRO, y compris au moment de la mise en place de l'essai (T0)**. Les horizons concernés sont prélevés dans **chacune des parcelles** (prélèvement représentatif par parcelle : 8 à 10 prélèvements par parcelle élémentaire. L'horizon d'enfouissement des PRO (horizon labouré ou autre) est prélevé avant l'apport pour observer l'évolution des teneurs en MO du sol en minimisant les effets liés à la présence résiduelle de PRO « frais » non encore incorporé à la MO du sol. Toujours faire suffisamment de prélèvements pour que l'échantillon soit représentatif de la parcelle (une dizaine d'échantillons prélevés). Eviter de prélever en présence de résidus de récolte sur la parcelle (les écarter au moment du prélèvement), dans l'inter-rang pour éviter au mieux les racines des plantes. Si on considère que l'horizon prélevé est homogène en terme de teneur en C organique, prélever dans la partie médiane de l'horizon (gouge de préférence ou, à défaut, fer de bêche dans lequel on enlève les 3 premiers centimètres pour éliminer les résidus de récolte en surface).

Fréquence : **Avant chaque apport de PRO**, les sols sont prélevés pour analyses physico-chimiques. **En début et fin d'essai (si essai limité à 6 ans) ou tous les 2 apports (si essai plus long)**, prévoir de faire les mesures de **densité** dans les horizons d'apport et les horizons sous-jacents). Ces mesures de densité sont nécessaires pour calculer les stocks de C du sol (cf. partie « état des connaissances »)

Si possible, les horizons sous-jacents doivent être également prélevés (horizon 2) ainsi que les semelles de labour (si elle est présente) et les mesures de densité faites dans ces horizons, toujours dans toutes les parcelles. Toujours faire au moins 10 prélèvements élémentaires pour que l'échantillon analysé soit représentatif de la parcelle élémentaire. Il est donc important de disposer des analyses de C organique et de densité dans les 2 premières couches de sol (plus semelle si elle existe).

Analyses à effectuer : Toutes les parcelles doivent être prélevées y compris les parcelles témoin sans apport. Les analyses à faire sont celles faites à T0 hormis pour la granulométrie qui n'a pas besoin d'être refaite.

Les principales mesures à faire sont les analyses des teneurs en C organique dans les couches de sol prélevées et les mesures de densité de ces couches de sol.

Le suivi de l'effet des apports de PRO sur la CEC, le pH, les caractéristiques hydriques peut être fait sur ces mêmes prélèvements ou sur des prélèvements faits à même date. Les analyses physico-chimiques comprendront : C et N organique, pH, CEC, cations échangeables, carbonates si pH alcalin, P_{015en} optionnel mais complémentaire. Le fractionnement granulo-densimétrique de la MO (distribution de la MO dans des fractions de sol : 0-50 µm, > 50 µm légère et dense) est une analyse intéressante qui renseigne sur la dynamique de la MO.

Précautions. L'effet préleveur est sans doute important : autant que possible confier le prélèvement toujours à la même personne. Dans tous les cas faire les prélèvements toujours de la même façon.

Objectif 3 : Après au minimum 6 ans d'essai (3 apports), on peut estimer l'effet des apports répétés sur la fourniture en N par le sol. La mesure de la fourniture de N par le sol témoin non amendé sera réalisée simultanément. Dans les X parcelles élémentaires prévues pour étudier cet effet, aucun épandage n'est effectué. Des mesures de reliquat d'azote dans le sol avant épandage et après la récolte sont réalisées sur 60 ou 90 cm de profondeur, par horizons de 30 cm et par parcelle élémentaire, ce qui est recommandé (mini 8 prélèvements) ou, à défaut, par traitement (regroupement de 5 prélèvements par parcelle). Les traitements concernés sont le témoin, la dose X et le(s) traitement(s) PRO (organique et organique/N présentés au début).

IV.2. Mesures et observations sur les PRO (cf. modes opératoires échantillonnage de PRO 1 et 2 et [préparation et conditionnement des PRO](#))

Décrire l'origine du PRO et les traitements subis avant apport. Le rapprocher d'une typologie récente. Analyses à réaliser sur les PRO avant épandage : matière sèche (MS), teneur en MO totale, C et N total, en N minéral si on s'intéresse également à la disponibilité du N, teneurs en Carbonates, fractionnement biochimique et mesure d'ISMO (selon norme XPU 44162)

Bien quantifier la dose épandue (cf. mode opératoire « Epandage »):

En petite parcelle peser les quantités épandues sur chacune des parcelles

En grandes parcelles : contrôler la dose épanchée en mettant des bacs ou carrés de caoutchouc (selon le type de PRO) sur des transects perpendiculaires à l'épandage et peser le contenu des bacs. Prélever pour analyse les PRO au moment de leur épandage. Si possible faire analyser 3 échantillons par PRO épanché pour évaluer sa variabilité analytique.

IV.3. Mesures et observations sur les plantes (cf. modes opératoire de prélèvement de plantes : [cultures à racines tubérisées](#), [cultures à grains](#), [cultures légumières](#), [prairie](#))

Objectifs 1 et 2 : Mesure des biomasses aériennes et des rendements des plantes. Il est important de connaître les entrées de C via les résidus de récolte, les racines, les chaumes (restitutions obligatoires) et d'évaluer si elles sont identiques dans tous les traitements. Si ce n'est pas le cas, il faudra évaluer ces différences de restitution et en tenir compte dans les entrées de C dans les sols. L'estimation de ces restitutions est possible d'après les rendements. Ces mesures de rendement ou de biomasse aérienne sont à faire par parcelle élémentaire à chaque récolte. Eviter au cours de l'essai si c'est possible la restitution des résidus de récolte et les cultures intermédiaires qui vont masquer les effets des apports de PRO.

Objectif 3 : Après au minimum 6 ans d'essai (3 apports), on peut estimer l'effet des apports répétés sur la fourniture en N par le sol. Mesure de l'azote absorbé par les parties aériennes de la culture à la récolte. Voir alors le protocole 2 des protocoles N. Cette mesure est à réaliser par parcelle élémentaire (recommandé) mais peut faire l'objet d'une mesure de rendement par parcelle élémentaire et une mesure d'azote par traitement. Se reporter aux modes opératoires par culture.

IV.4. Mesures et observations sur le climat (cf. mode opératoire [d'acquisition de données climatiques](#))

Pas nécessaire au niveau de la parcelle. Données climatiques nécessaires pour extrapoler les résultats obtenus sur la parcelle d'essai à d'autres situations (pluviométrie, température, ETP).

V. Autres données à recueillir sur l'essai : opérations culturales et suivis de la culture

Noter tout travail du sol, sa date et sa profondeur.

Noter tout accident sur la culture (maladie zone mal désherbée, ravageurs...) qui expliquerait des restitutions différentes au sein d'un même traitement.

Noter toutes les informations sur l'itinéraire technique, dates de récolte...

VI. Traitement et valorisation des résultats (cf. [procédure de validation statistique des données](#))

Objectif 1 : Représenter l'évolution des teneurs en C organique ou teneur en MO, calculer les stocks de C organique ou MO dans l'horizon d'apport ou mieux dans des quantités de sol identiques dans chaque traitement. Faire la différence de stocks de C ou MO dans les traitements témoin et amendés. Si les teneurs en MO sont homogènes dans toutes les sous-parcelles à la mise en place de l'essai, les différences sont dues aux PRO apportés et aux différences d'autres entrées de C (différentes quantités de résidus de culture, de cultures intermédiaires...). Si on admet qu'on connaît les coefficients iso-humiques des résidus de culture, les différences de stocks de C (traitement PRO – Témoin) moins la différence de restitutions humiques supplémentaires entre les traitements amendés et témoin sont dues aux apports de PRO. On peut alors calculer le coefficient isohumique des PRO, comparer cette valeur à l'ISMO et donc valider ou non cet indicateur comme estimateur du coefficient isohumique des PRO. Si les teneurs initiales en MO sont hétérogènes entre traitements, il faudra tenir compte de ces différences initiales dans les calculs.

Exemple de calcul du bilan humique :

$$K1 \text{ (PRO)} = \frac{[\text{Stock CO (traitement PRO)} - \text{Stock CO (traitement témoin)}] - [\text{Flux de C résidus cultures (traitement PRO)} - \text{Flux de C résidus cultures (traitement témoin)}]}{\text{C (PRO)}}$$

Avec les stocks et flux de CO exprimés en tonnes de C/ha et calculés pour une masse de sol équivalente selon les formules présentées dans la partie « Etat de l'Art »

Compléter fichier de données d'entrée en vue d'optimisation des K1 par AMG

Objectif 2 : analyser les écarts traitement PRO –témoin sans PRO des indicateurs choisis en fonction des différences de statut humique des traitements

Objectif 3 : Calculer le surplus de fourniture en N par l'humus dans les sols amendés après X apports (effet N à long terme) : N absorbé dans le traitement PRO sans dernier apport- N absorbé témoin sans engrais.

Protocole	Personne ressource	E-mail
<p>PROTOCOLE 4 : Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques après apports répétés de PRO dans un sol cultivé</p>	Sabine Houot (INRA EcoSys Sol)	houot@grignon.inra.fr

INTERACTIONS AVEC LES AUTRES PROTOCOLES

Ce même essai peut être utilisé pour le suivi de la stabilité de la structure. Prélever le sol dans le lit de semence vers le mois d'Avril. Toujours à la même période de l'année. Prélever les 5-10 premiers centimètres.

Faire sécher les agrégats au laboratoire avant mesure de la stabilité des agrégats selon la méthode normalisée (Norme NFX 31-515).

Mesures pouvant être faites en parallèle à chaque date de mesure : C, pH, biomasse microbienne, ergostérol, polysaccharides. Ces paramètres expliquent la stabilité des agrégats. Connaître l'historique climatique au cours des jours, mois précédent le prélèvement. L'humidité au moment du prélèvement est importante car une sécheresse préalable augmente la stabilité des agrégats.

Autre paramètre suivi : biomasse microbienne (fumigation-extraction et ergostérol, diversité microbienne, fonction microbienne...). Prélever les sols au cours du printemps (avril) pour avoir des sols humides avec activité biologique.

Paramètres physico-chimiques :

- CEC, conductivité, pH : à faire tous les 2 épandages
- rétention en eau : en fin d'essai ou après 4 épandages au moins. Faire les mesures successives toujours à la même époque de l'année.

Quels services écosystémiques ?

- propriétés physiques et travail du sol : stabilité structure, rétention en eau, limite d'Atterberg, en particulier la limite de plasticité des sols (LP, humidité caractéristique) sachant que les conditions de teneurs en eau optimales pour le travail du sol sont comprises entre $0.8 * LP$ et LP (cette dernière mesure permet d'approcher la question « quand peut-on rentrer dans la parcelle ? »)
- rétention d'eau et réserve utile : les apports de PRO peuvent augmenter la réserve utile du sol. La réserve utile du sol représente la quantité d'eau que peut retenir un sol et qui est utilisable par les plantes. Elle s'exprime en mm d'eau. Elle correspond à la différence de teneurs en eau entre la capacité au champ et le point de flétrissement permanent pour chacun des horizons du sol. Elle se calcule pour un horizon :

(Teneur en eau capacité au champ – teneur en eau point de flétrissement permanent (g/cm³))*h (cm)*10 : Réserve utile d'un horizon d'épaisseur h exprimée en mm.

- Substitution des engrais : l'augmentation des teneurs en MO des sols augmente la fourniture en N par le sol (cf. précédemment) et peut donc se substituer partiellement aux engrais minéraux.

Thématique valeur amendante - PROTOCOLE 4bis : Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques dans un sol, sur plantes ligneuses

L'objectif d'une telle expérimentation est d'évaluer l'effet amendant d'un PRO sur plante ligneuse par l'intermédiaire de ses effets sur le sol : principalement carbone organique. On peut profiter de la mise en place de ce type d'essai, assez lourd (mesures de densité de sol, notamment) et long terme (6 ans minimum), pour évaluer l'effet sur d'autres caractéristiques du sol (objectifs 2 et 3) : pH, stabilité structurale, biologie du sol... La taille des parcelles élémentaires est à dimensionner en fonction de la quantité de mesures à réaliser sur le sol, certaines mesures étant destructives.

L'effet sur la plante est également à étudier, de façon à ne pas entraîner des problèmes en termes de vigueur, de sensibilité aux maladies ou de qualité de la récolte.

Le contrôle de l'homogénéité de la parcelle par l'établissement d'un point 0 est conseillé mais demande de prévoir la mise en place de l'essai à l'avance.

I. Choix du dispositif expérimental

I.1 Contexte, état des connaissances

La gestion des stocks de matière organique (MO) des sols est un élément essentiel à prendre en compte dans la conduite des systèmes de culture. En effet, la MO est une des composantes majeures de la fertilité des sols. Les stocks de MO influent sur :

- la fertilité chimique des sols : la minéralisation des MO constitue une source importante de N pour les cultures (cf. le poste Minéralisation de l'humus ou Mh du bilan prévisionnel), intervient dans le pouvoir tampon du sol qui contrôle les variations de pH des sols et le système adsorbant pour les cations (Ca, Mg, K...)
- la qualité physique des sols en contribuant à la stabilité de la structure, limitant ainsi les risques d'érosion, favorisant l'infiltration de l'eau dans les sols. La teneur en MO influence également les propriétés de rétention en eau des sols, la résistance des sols au tassement et à la battance. Les modifications de ces propriétés physiques des sols peuvent avoir des conséquences sur les facilités d'intervention dans une parcelle (jours disponibles, énergie nécessaire au travail du sol...)
- l'activité biologique dans les sols : les MO constituent les ressources trophiques pour la plupart des microorganismes et la micro/mésafaune dans les sols.

Ces effets dépendent des teneurs en MO (concentration), des stocks de MO (quantité), de leur dynamique (qualité) et localisation. De par leur dynamique, les MO contribuent aussi à la régulation de la qualité de l'eau (flux de nitrates, limitation de l'érosion qui limite les flux de phosphore vers les eaux superficielles, rétention des pesticides...), de la qualité de l'air (émission de N₂O, ...). Les laboratoires d'analyses de sol dosent en général le carbone organique (CO) dans les sols et calculent les teneurs en MO des sols selon un facteur multiplicatif (1,72 à 2 pour les sols cultivés, à vérifier auprès du laboratoire d'analyses) appliqué au CO.

Des fonctions de pédo-transfert existent liant la teneur en CO des sols à certaines propriétés : stabilité de la structure, rétention en eau, CEC, densité, activité biologique, minéralisation de l'humus. Par ailleurs, on attribue aux sols des fonctions environnementales dont l'une est le stockage de C pour contrebalancer le surplus d'émission de gaz à effet de serre (GES) dans l'atmosphère. Pour confirmer ce service environnemental, il faudra alors veiller à ce que les pratiques mises en place ne génèrent pas des flux excédentaires d'émission de GES qui contrebalanceraient le stockage éventuel de C. Le stockage du C se fait essentiellement sous forme organique dans les sols. S'il peut se faire sur l'ensemble du profil de sol, il a lieu essentiellement dans les horizons superficiels du sol (horizon labouré et/ou immédiatement sous-jacents ou horizons supérieurs en cas de non labour : ces horizons sont alors à identifier). Les apports de PRO s'ils sont réguliers peuvent contribuer à limiter la baisse, maintenir ou augmenter les stocks de CO dans les sols.

La mesure de l'efficacité des PRO à augmenter les teneurs et les stocks en CO des sols va se baser sur la description de la dynamique du C organique dans les sols dans le modèle AMG⁷, en tant qu'exemple de modèle dynamique (Figure 1). Ce modèle simule l'effet de systèmes de culture sur l'évolution des stocks de C organique dans un sol. La dynamique de dégradation du C organique dépend des teneurs en argile vraie et calcaire total des sols, des conditions climatiques moyennes, du mode de travail du sol. Les stocks de C organique sont réalimentés via la restitution par la plante (bois de taille, feuilles...), l'implantation de cultures intercalaires et les apports de PRO, sources exogènes de C organique. On sait qu'une seule fraction de ces sources de MO contribue à l'entretien des stocks humiques des sols, le reste étant minéralisé sous forme de CO₂. Un des objectifs d'un « essai MO » est donc de déterminer les coefficients k1 d'humification de la MO des PRO étudiés. Cependant, de tels essais de longue durée ne pourront pas être mis en place pour tester tous les PRO potentiellement valorisables. Des méthodes de caractérisation au laboratoire des PRO ont été normalisées : XPU 44-162 pour le fractionnement biochimique et le calcul de l'indicateur ISMO, XPU 44 163 pour la mesure de la biodégradabilité de la MO des PRO et la dynamique de minéralisation de leur azote (cf. protocole sur la disponibilité de l'azote). L'indicateur ISMO est un indicateur du coefficient k1 défini précédemment. Les essais mis en place dans le cadre de ce protocole serviront à valider ces indicateurs labo. De tels essais sont encore nécessaires jusqu'à finalisation de la typologie des PRO. Lorsque cette typologie sera consolidée, de tels essais ne seront nécessaires que pour des nouveaux PRO ou dans des contextes pédoclimatiques particuliers ou pour évaluer des effets associés à l'augmentation de MO dans les sols.

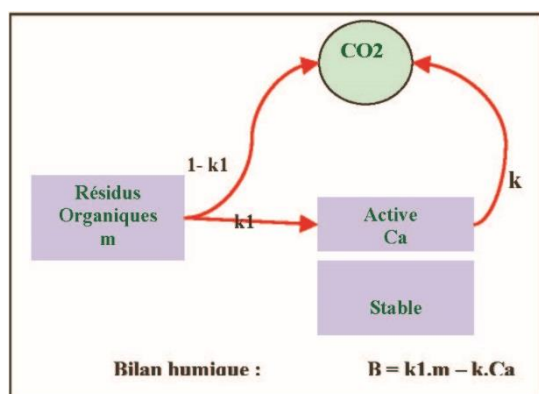


Figure 1 : Schéma du modèle AMG (Mémento Sols matières organiques, Duparque et al., 2007).

Dans le modèle AMG, 2 fractions de MO sont considérées dans le sol et seule la fraction de MO active (Ca) évolue en fonction du temps. Le bilan humique s'établit à partir de la différence entre les entrées (proportion k1 humifiée de toutes les sources de MO dans les sols telles que résidus de récolte, PRO...) et les sorties (proportion k minéralisée de la MO active du sol). Ces calculs se font sur la base des teneurs en C organique du sol et des entrées de MO exprimées sous forme de C organique.

Pour effectuer le suivi des teneurs et stocks en CO, les sols doivent être échantillonnés peu de temps avant un apport de PRO, à un moment où la densité de l'horizon dans lequel sera enfoui le PRO peut être mesurée (en dehors de tout travail du sol récent).

Très souvent, dans le suivi d'un essai « matière organique », les prélèvements de sol sont effectués dans les horizons d'apport et d'enfouissement des PRO et prennent ou non en compte la densité de cet horizon. Le calcul des stocks de CO dans les sols sur ces bases fait alors référence à des masses de terre différentes si la densité du sol évolue sous l'action des apports répétés des PRO ou similaires si une densité moyenne de l'horizon est utilisée pour tous les traitements PRO, L'influence de l'évolution des stocks de CO est alors partiellement biaisée car concernant des masses de terre différentes.

En effet, rigoureusement, le suivi de l'évolution des stocks de CO dans les sols doit se faire à **masse de sol constante tout au long de l'expérimentation**.

Ceci est nécessaire pour pouvoir calculer l'effet des apports de PRO sur les stocks de CO dans un sol. Si les densités des horizons d'apport changent au fur et à mesure des apports, il faut ajouter un peu de l'horizon sous-jacent dans le calcul des stocks de C organique pour les traitements où la

⁷ Il existe bien sûr d'autres modèles tels que RothC ou Century. Cependant, nous avons choisi de nous baser ici sur le modèle développé au sein du RMT Fertilisation & Environnement.

densité est la plus faible en surface (Figures 2a et 2b). L'épaisseur de sol à ajouter est calculée pour atteindre cette masse de sol identique dans tous les traitements. Pour réaliser ces calculs à masse de terre équivalente, il faut donc avoir les densités et teneur en C organique dans les horizons sous-jacents à l'horizon d'apport des PRO. C'est une opération délicate.

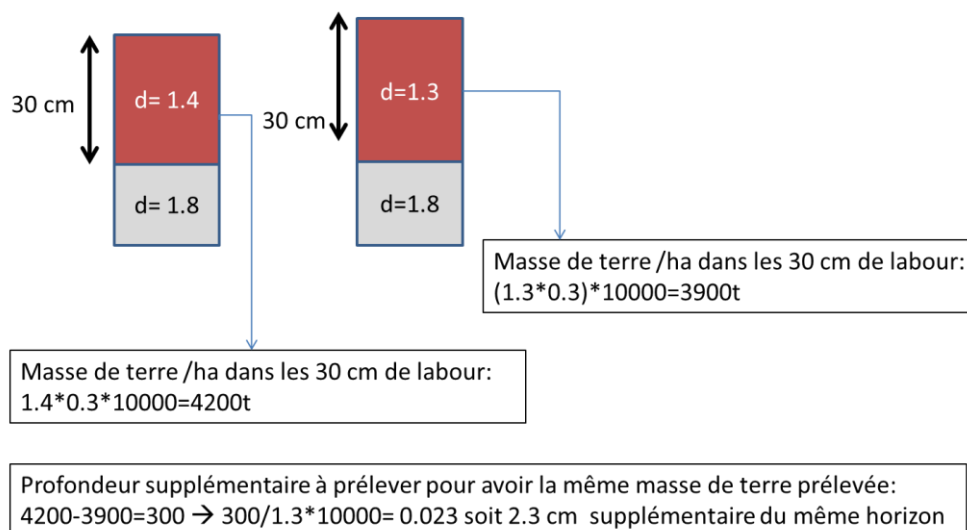


Figure 2a : en cas de diminution de la densité de l'horizon de labour

La masse de terre prélevée à droite n'est plus la même qu'au début de l'essai à gauche. Il faut donc prélever et considérer une profondeur supplémentaire à droite en cas de diminution de densité.

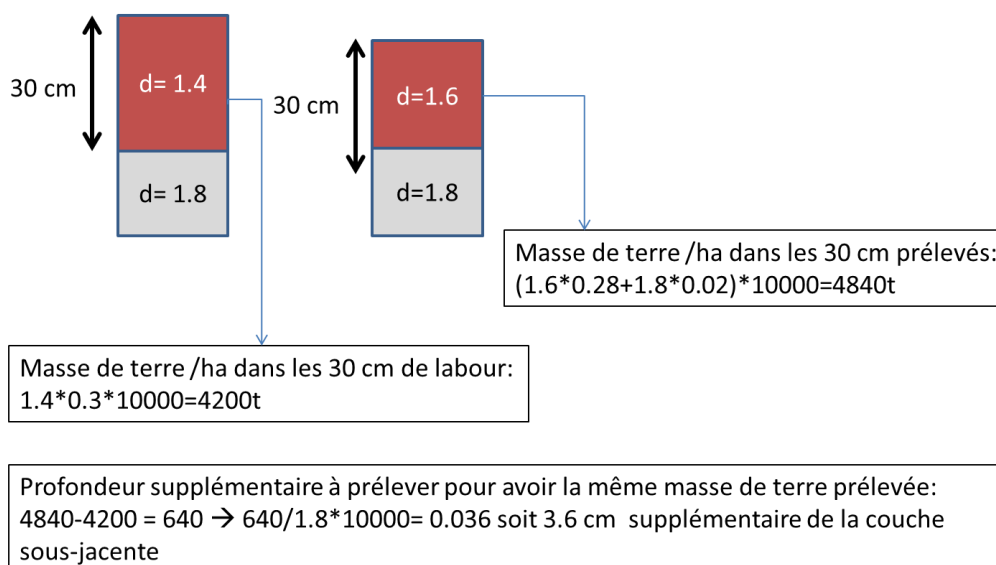


Figure 2b : en cas d'augmentation de la densité de l'horizon de labour

La masse de terre prélevée dans les 30 cm est plus importante à droite de la figure. Pour comparer les évolutions de stocks de CO entre la situation de droite et de gauche, il faut donc au départ ajouter un peu de l'horizon sous-jacent pour calculer le stock à masse constante de terre.

La méthode de prélèvement à la sonde de volume et de surface connus, quand elle est possible (en fonction des conditions de terrain et l'humidité des sols) est une méthode de prélèvement de terre qui permet de pallier en partie les écueils du mode de prélèvement dans l'horizon de labour mais plus simple à mettre en œuvre que le prélèvement des 2 horizons supérieurs et la mesure de leur densité apparente.

I.2. Objectifs de l'essai / Questions posées

Objectif 1 : Déterminer la participation potentielle des PRO au bilan humique et donc leur capacité à maintenir ou augmenter les teneurs et stocks de MO des sols. Calibrer des indicateurs permettant de piloter les apports de PRO avec l'objectif de maintenir ou d'augmenter les teneurs ou les stocks de MO.

Objectif 1bis : comparer différents PRO.

Ce protocole est mis en œuvre pour comparer l'efficacité de différents PRO à entretenir les stocks de MO dans les sols. La mise place du dispositif veillera alors à optimiser la répartition des parcelles élémentaires de l'essai afin d'appréhender au mieux les différences entre PRO sans interaction avec des hétérogénéités spatiales au sein du dispositif.

Objectif 2 : Déterminer les relations entre les teneurs en MO des sols et les propriétés/fonctions des sols influencées par leur teneur en MO (cf. fonctions écosystémiques) : les propriétés physiques telles que la stabilité de la structure, les propriétés de rétention en eau et d'infiltration, les grandeurs caractéristiques de plasticité des sols, la résistance mécanique du sol, l'activité biologique dans les sols, certaines propriétés chimiques telles que le pH, la CEC... Attention, on ne traitera pas ici des effets chaulage direct des apports de PRO. L'objectif sera alors de chercher à définir des teneurs seuils au-delà desquelles une propriété donnée du sol est affectée ou au moins influencée. Il peut exister des interactions secondaires liées aux modifications de ces propriétés (par exemple l'augmentation du pH qui ralentit la minéralisation des MO). Il sera donc important de veiller à suivre conjointement l'évolution de ces paramètres pour évaluer ces interactions.

Objectif 3 : Les modifications de stock de MO dans les sols influent sur la fourniture en N par le sol provenant de l'humus du sol. L'objectif est ici de quantifier les conséquences de variations des teneurs en MO liées aux apports répétés de PRO sur la fourniture en N par le sol. L'évaluation de cet effet d'apports répétés sur la disponibilité en N est à différencier de celle de l'augmentation de la disponibilité en N à court terme après un apport de PRO (voir protocole [Evaluation de l'effet direct azote d'un PRO sur plantes ligneuses](#)). Ces essais de longue durée peuvent être également le support d'études d'autres effets : disponibilité en P, K sous réserve d'adaptation des protocoles.

Dans tous les cas, on veillera à vérifier l'impact de ces apports sur la qualité des fruits (en plus des autres paramètres mesurés ou observés – voir IV).

I.3. Facteurs et traitements étudiés

I.3.1. PRO

1. Principal facteur étudié : apport de PRO. Un ou plusieurs PRO sont étudiés et comparés avec comme premier objectif une estimation du coefficient d'humification k_1 des PRO. On aura donc au minimum 2 modalités : avec et sans PRO.

Il peut y avoir plusieurs raisonnements des doses et fréquences d'apport des PRO :

- i. dans le cas de **PRO amendants**, les apporter à doses équivalentes en C. Les éléments majeurs (N, K, Mg) pourront être apportés en fonction des besoins, en fonction d'indicateurs : vigueur, teneur dans les moûts, analyses pétiolaires.
- ii. dans le cas de **PRO plutôt de type engrais** apportés tous les ans, les apporter sur la base d'un équilibre de la fertilisation N selon les besoins de la parcelle, chercher à apporter des doses équivalentes de N potentiellement disponible. Complémenter si nécessaire la fertilisation à l'aide d'engrais minéraux.
- iii. **des PRO de type engrais et amendants** peuvent être étudiés dans le même dispositif. On couplera alors les 2 approches précédentes dans l'essai.

Dans tous les cas, il sera important d'estimer toutes les entrées de C dans les sols, autres que celles des PRO afin d'en tenir compte dans le bilan humique des sols. En particulier il faudra tenir compte des différences d'entrée de C dans les sols générées par des quantités de bois de taille pouvant être

différentes. Pour minimiser les sources d'incertitude liées aux restitutions de C par la vigne et les cultures intercalaires qui risquent de masquer l'effet des PRO, limiter les autres apports de C dans les sols : résidus exportés, éviter l'enherbement des inter-rangs ou alors évaluer les différences de flux de C liées à cet enherbement.

2. Second facteur potentiel : profondeur d'incorporation (effet sur la vitesse d'incorporation du PRO à la MO du sol).

Dans tous les cas, le suivi d'évolution des teneurs en C dans les sols devra être cohérent avec les pratiques d'enfouissement des PRO et des bois de taille, de travail du sol... de façon générale avec toutes les pratiques modifiant la distribution de la MO dans les horizons superficiels du sol.

Autres facteurs étudiés : Un autre facteur d'étude peut être la fréquence d'apport (par exemple : pour une même quantité, apport en 2 fois tous les 2 ans ou apport en une seule fois tous les 4 ans).

Mode d'apport : voir mode opératoire [Epannage de PRO manuel](#). Réaliser les apports manuellement pour une meilleure maîtrise des doses épanchées (en liaison avec la problématique de la plantation en rangs qui peut rendre plus délicat un épandage homogène du PRO).

I.3.2 Mise en place des témoins

En fonction des objectifs de l'essai, les traitements témoins pourront différer.

Objectif 1 : Prévoir des traitements **témoin** sans apport de PRO. Les éléments majeurs peuvent être apportés de façon à ce que ces éléments ne soient pas facteurs limitants dans l'essai (voir indicateurs ci-dessus).

Objectif 2 : Les mesures des effets liés à l'augmentation de la MO dans les sols pourront être effectuées dans les mêmes parcelles que celles mises en place pour l'objectif 1. Cet objectif 2 ne nécessite pas de traitements témoins différents de ceux de l'objectif 1. Cependant les mesures prévues dans l'objectif 2 peuvent nécessiter la mise en place de grandes parcelles.

Objectif 3 : Dimensionner le nombre de parcelles de l'essai pour avoir à terme des parcelles témoins 0 azote tournant après quelques années (6 ans et 3 apports minimum) et des parcelles amendées en PRO dans lesquelles on pourra arrêter l'apport de PRO pour évaluer l'effet d'apports successifs sur la fourniture en N par le sol non amendé une année donnée.

I.3.3. Traitements étudiés

Traitement	Dose	Objectifs 1 (Variation de stock de C ; calcul de k1) et 2 (propriétés des sols liées aux teneurs en CO)	Objectif 3 (effet N à long terme)	Commentaire
Témoin	X N K Mg	Obligatoire	Obligatoire	Evaluer les différentes entrées de C autres que celles liées aux PRO
Témoin	X N K Mg puis 0 N tournant		Obligatoire	Après quelques années, estimation de la fourniture en N de fond des PRO (correspondant à l'augmentation de la teneur en MO du sol). Témoin 0 tournant pour estimer le CAU de l'engrais une année donnée

Traitement	Dose	Objectifs 1 (Variation de stock de C ; calcul de k1) et 2 (propriétés des sols liées aux teneurs en CO)	Objectif 3 (effet N à long terme)	Commentaire
<u>Organique</u> PRO amendant Ou PRO engrais	Dose PRO basée sur C Dose PRO basée sur dose N disponible équivalente à X Apports annuels	Obligatoire		Evaluer les différentes entrées de C
<u>Organique/N</u> PRO amendant Ou PRO engrais	Dose PRO basée sur C Dose PRO basée sur dose N disponible équivalente à X Apports annuels		Obligatoire	Evaluer les différentes entrées de C Après quelques années pas d'apport pour évaluer la fourniture en N à long terme des PRO

I.4. Dispositif expérimental

I.4.1. Durée de l'essai

Au moins 6 ans et 3 épandages au minimum pour les PRO amendants. Viser plutôt 10 ans et 5 épandages (en fonction de la périodicité).

En cas de suivi de PRO type engrais, les apports pourront être annuels mais les effets des apports répétés sur les teneurs en MO des sols nécessiteront comme précédemment des durées d'essai d'au moins 6 ans.

Si un des objectifs de l'essai est de quantifier les arrières effets des apports sur la fourniture en N par le sol via une minéralisation accrue de la MO du sol (Objectif 3), il faudra prévoir 2 ans supplémentaires de durée d'essai sans épandage pendant lesquels la fourniture en N par le sol sera suivie.

I.4.2. Type de dispositif (voir procédure [Choix du dispositif statistique expérimental](#))

On privilégiera la mise en place d'un dispositif en bloc à 3 ou 4 répétitions.

I.4.3. Taille des parcelles

Prévoir au minimum un inter-rang traité de part et d'autre du rang contrôlé.

Il est conseillé de prévoir un inter-rang de garde de part et d'autre de la parcelle élémentaire.

Sur le rang, prévoir au minimum 3 individus de garde en début et fin de parcelle élémentaire.

Nombre d'individus contrôlés : pour 4 répétitions ou plus, 5 ceps en viticulture (l'optimum se situant à 10 ceps) et 3 arbres en arboriculture au minimum. Il est cependant fortement conseillé de prévoir des individus supplémentaires (4 par exemple) étant donné la durée de l'essai et donc le risque plus grand d'avoir des individus à comportement atypique au fil des ans. Pour 3 répétitions, prendre 10 individus par répétition sur vigne. Soit par placette, soit des individus isolés (repérage par numéro de rang et numéro d'individu sur le rang). Eviter les individus visiblement atypiques (malades, complants, individus non encadrés par 2 individus sains...).

La surface de la parcelle élémentaire sera adaptée en fonction du nombre de mesures à réaliser sur la durée de l'essai..

Repérage parcelle élémentaire : numéros de rangs et numéros d'individu sur le rang, piquetage.

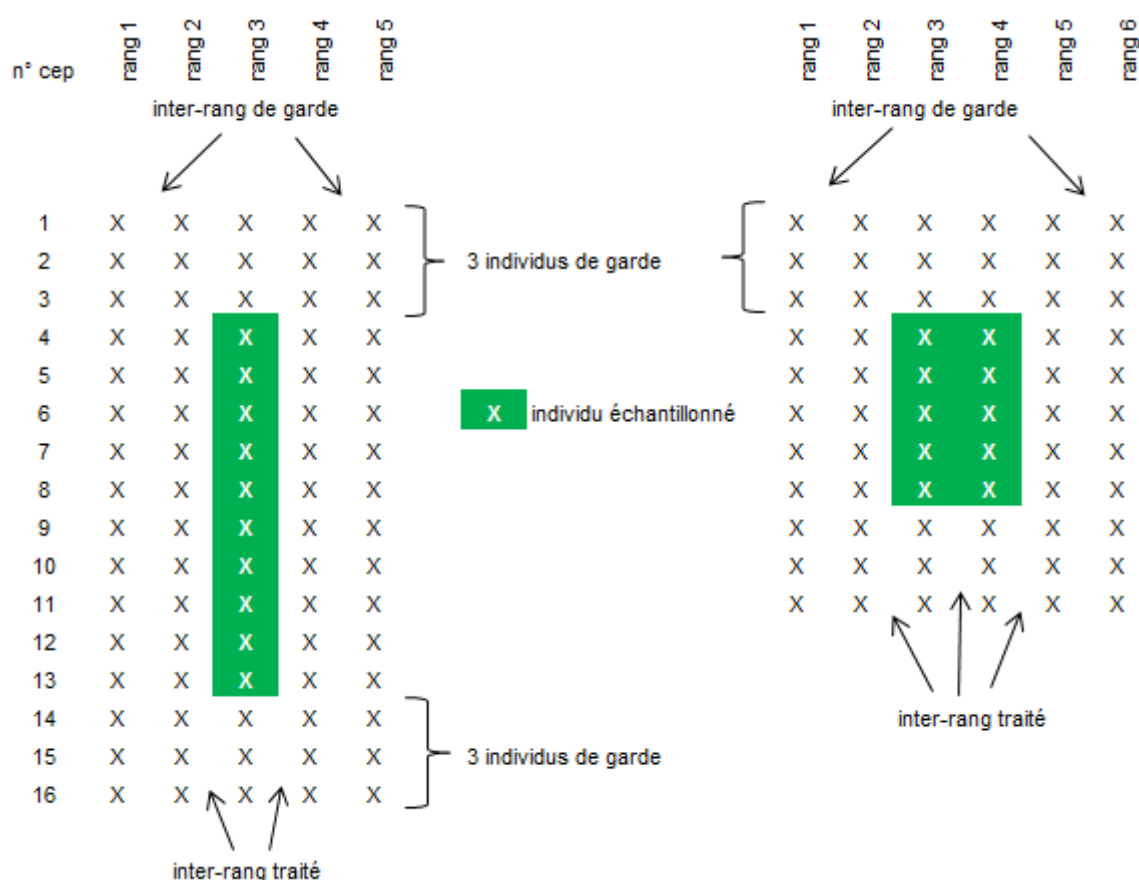


Figure 5 : Exemples du dimensionnement d'une parcelle élémentaire sur vigne avec échantillonnage sur 1 ou 2 rangs

I.4.4. Equipements

Pas d'équipement spécifique de la parcelle. Prévoir de disposer des données météo (cf. mode opératoire [Méthode d'acquisition de données climatiques](#)).

II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai

II.1. La parcelle de l'essai (cf. mode opératoire [Choix de la parcelle expérimentale](#))

II.1.1. Type de sol

Choisir une zone homogène dans une parcelle agricole.

On veillera à mettre en place l'essai dans une parcelle qui a été conduite de la même façon depuis un minimum d'années (5 ans) pour supposer qu'elle a atteint un niveau d'équilibre de base. Dans tous les cas, viser l'homogénéité de la parcelle, si possible sans apport organique au cours des années précédant la mise en place de l'essai.

Choisir une parcelle plane, si possible. Dans la mesure du possible, choisir une parcelle dont la teneur en MO est la plus faible possible pour observer une augmentation des teneurs en MO après apports des PRO.

II.1.2. Système cultural

L'essai peut être mis en place dans tous les systèmes de culture. Cependant on veillera à le mettre dans un système de culture représentatif des pratiques régionales.

II.1.3. Historique parcellaire

Eviter les parcelles recevant régulièrement des produits organiques ainsi que les parcelles ayant des teneurs en matières organiques élevées afin de ne pas masquer les effets des apports de PRO.

II.2. Les cultures

L'essai sera mis en place sur une culture âgée d'au moins 8 ans sur vigne et 4 ans sur arbres fruitiers, à moins que l'un des objectifs de l'expérimentation précise de la réaliser sur jeune plantation.

Dans la mesure du possible, on s'assurera de l'homogénéité de la parcelle en termes de pente, exposition, densité de plantation (écartement, distance sur le rang). De même pour le porte-greffe, la variété (même clone si possible), l'année de plantation, l'entretien du sol et le type de taille. Pour ces derniers critères, il est toutefois possible qu'ils varient (non conseillé). Ils seront cependant impérativement homogènes au sein d'un même bloc.

Les bois de taille peuvent être laissés sur la parcelle. Leur traitement éventuel (broyage, enfouissement) sera alors le même sur les différentes modalités. On essaiera de ne pas les localiser dans des inter-rangs particuliers. Si cela ne peut pas se faire, il conviendra de veiller à ce que la répartition soit comparable d'une parcelle élémentaire à une autre (par exemple, si les bois sont laissés un inter-rang sur 3, il faudra veiller : soit à ce que cet inter-rang ne soit pas contigu au rang contrôlé, soit qu'il le soit pour toutes les parcelles élémentaires).

II.3. Les PRO étudiés

Il est possible de tester 1 ou plusieurs PRO dans le même essai. Les PRO de type amendant sont les plus concernés pour observer des effets MO. Dans ce cas, les apports peuvent être faits sur la base de doses de MO/ C organique identiques. Cependant, si les PRO sont de natures très différentes (type amendant et type engrais comme par exemple si on veut étudier l'effet d'un digestat composté ou non), les doses et les fréquences d'apport seront adaptées (cf. paragraphes I.3.1 et I.3.4 de la partie « choix du dispositif expérimental »). Dans tous les cas, on prendra soin de bien enregistrer les paramètres et les hypothèses de calcul ayant servi à déterminer les doses.

Au cours du suivi de l'essai, il faut s'assurer que les PRO ont toujours les mêmes origines et qu'ils ont subi des traitements et des conditions de stockage semblables.

II.4. Itinéraire technique (cf. modes opératoires d'épandage des PRO [1](#) et [2](#))

Noter toutes les dates d'intervention technique (implantation culture, récolte, apport d'engrais, traitement phyto...)

Connaitre la profondeur de travail du sol au moment de la mise en place de l'essai et la maintenir tout au long de l'essai. Le travail du sol sera uniforme sur l'ensemble du champ d'essai sauf si la profondeur d'enfouissement est un facteur étudié. Dans ce cas, il faudra subdiviser en 2 l'essai avec une moitié par mode d'enfouissement.

Les traitements phytosanitaires seront réalisés de manière uniforme sur l'ensemble du champ d'essai et seront conduits de façon à éviter tout développement de maladies, insectes ou mauvaises herbes. Les travaux en vert (rognage, ébourgeonnage...) seront réalisés de manière uniforme sur l'ensemble du champ d'essai.

La fumure minérale P, K, Mg sera adaptée aux différentes formes de fertilisants (minérale ou organique) et conduite de façon à éviter que ces éléments ne soient facteurs limitants de la production.

III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai (cf. [fiche de relevé de caractérisation initiale de la parcelle expérimentale](#))

III.1. Situation géographique

La parcelle sera localisée (GPS, latitude, longitude, altitude, position sur carte IGN).

III.2. Sol (cf. modes opératoires [Echantillonnage de sol pour analyses physico-chimiques usuelles](#) et [Echantillonnage de sol pour mesures physiques](#))

La caractérisation initiale du sol de l'essai, outre l'évaluation de l'hétérogénéité initiale, doit servir de référence pour le suivi de l'évolution des teneurs et stocks de MO dans les sols ainsi que celles des propriétés du sol nécessaires aux calculs des stocks (densité par exemple) ou liées aux évolutions des stocks de MO. Dans la mesure du possible, il est donc important de planifier le mieux possible les grandeurs suivies lors de l'expérimentation et de réaliser ces mesures avant la mise en place de l'essai, notamment les caractéristiques concernant l'objectif 2 (propriétés hydriques, physiques...).

Caractérisation initiale : observation de la culture l'année précédant la mise en place de l'essai pour détecter les hétérogénéités. Tenir compte de ces hétérogénéités pour planter les blocs de l'essai. Le sol de la parcelle sera caractérisé avant la mise en place de l'essai : réalisation d'un certain nombre de sondages à la tarière (au minimum, 1 sondage par bloc) pour caractériser les différents horizons (changement de couleur et texture, teneur en cailloux...). La réalisation initiale d'un profil cultural avant implantation de l'essai pourra permettre de préciser la profondeur de travail du sol et la distribution verticale initiale de la MO dans le profil de sol.

Délimitation précise des parcelles élémentaires et prélèvement initial dans chacune des parcelles élémentaires (prélèvement représentatif de chaque parcelle élémentaire, cf. paragraphe « Observations et mesures » plus loin). Prélever l'horizon labouré ou d'enfouissement des PRO et l'horizon sous-jacent.

Positionnement des prélèvements : cf. IV.1

Caractérisation analytique initiale : **Au champ**, il est important de mesurer la densité des horizons qui seront suivis analytiquement pour pouvoir passer des mesures de teneurs en MO au calcul des stocks de MO dans les sols. Ces mesures de densité seront faites dans les 2 horizons de surface. Dans la mesure du possible, ces mesures de densité doivent être faites par parcelle élémentaire avant le début de l'essai, au moment où sont faits les prélèvements pour caractérisation de l'état initial. Les mesures de densité doivent être faites au moment le plus adéquat : le plus loin possible d'une date de travail du sol. Il faudra veiller ensuite à faire les suivantes (ainsi que les prélèvements de sol) toujours à la même période et juste avant un épandage pour évaluer les teneurs et stocks de MO dans le sol à un moment le moins marqué par un apport récent pour approcher les teneurs en MO résiduelle après dégradation des fractions les plus labiles des PRO apportés.

Au laboratoire : Les échantillons prélevés sont envoyés au laboratoire pour caractérisation analytique : analyses physico-chimiques classiques (granulométrie, avec argile vraie sur sol carbonaté, C organique et carbonates, fractionnement granulo-densimétrique de la MO, N organique, pH, CEC...). En fonction du degré d'hétérogénéité de la parcelle expérimentale, certaines analyses initiales pourront éventuellement ne pas être faites par parcelle élémentaire mais au niveau du bloc de parcelle : granulométrie, fractionnement granulo-densimétrique, pH, CEC. En revanche, les mesures de densité et teneurs en C et N organique initiales doivent être réalisées à la parcelle élémentaire.

Adapter les prélèvements initiaux à ce qui sera suivi ensuite. Si l'essai porte sur la profondeur d'enfouissement (essai en non-labour), prélever au départ les épaisseurs qui seront suivies ensuite : couche d'enfouissement, couche sous-jacente...

III.3. Histoire culturelle (cf. [fiche de relevé historique de la parcelle expérimentale](#))

On cherchera à retracer l'historique de conduite culturale de la parcelle au cours des années précédant la mise en œuvre de l'essai (2 à 5 ans). Si l'essai est prévu longtemps à l'avance, il est conseillé de conduire les cultures à bas niveaux d'intrants lors de (des) année(s) précédant la mise en

place de l'essai : faible fertilisation, exporter les résidus de culture... Eviter les parcelles ayant reçu des épandages réguliers au préalable. Cependant, ne pas perturber l'itinéraire technique pour éviter des perturbations d'un état d'équilibre autre que par le paramètre que l'on veut étudier, l'apport de PRO en l'occurrence.

III.4. Point 0 sur plantes pérennes (cf. modes opératoires [Echantillonnage sur vigne](#))

Des analyses préalables à la mise en place de l'essai (année précédente), (bois de taille (sur vigne), diamètre des arbres (sur arbres fruitiers), rendement, analyses des baies ou des fruits), permettront de vérifier l'homogénéité de la parcelle et de déterminer la disposition des blocs, en liaison également avec la topographie de la parcelle (pente notamment) et la caractérisation initiale du sol (voir point II ci-dessus).

Les caractéristiques de la parcelle seront renseignées :

- Fixes : pente, exposition, densité de plantation (écartement entre les rangs, distance sur le rang), antécédent cultural pour les jeunes plantations.
- Variables (pouvant éventuellement varier avec les blocs) : porte-greffe, variété (cépage), clone, année de plantation, entretien du sol, type de taille.

IV. Observations et mesures

IV.1. Mesures et observations sur le sol (cf. modes opératoires [Echantillonnage de sol pour analyses physico-chimiques usuelles](#), [Echantillonnage de sol pour mesures physiques](#) et [Méthode de conditionnement des échantillons de sol](#))

Objectifs 1 et 2

Période de prélèvement pour suivi et horizons concernés : **Avant chaque apport de PRO, y compris au moment de la mise en place de l'essai (t0)** : Les horizons concernés sont prélevés dans **chacune des parcelles élémentaires** (prélèvement représentatif par parcelle : 8 à 10 prélèvements par parcelle élémentaire). L'horizon d'enfouissement des PRO (horizon labouré ou autre) est prélevé avant l'apport pour observer l'évolution des teneurs en MO du sol en minimisant les effets liés à la présence résiduelle de PRO « frais » non encore incorporé à la MO du sol. Toujours faire suffisamment de prélèvements pour que l'échantillon soit représentatif de la parcelle (voir mode opératoire prélèvement de terre). Eviter de prélever en présence de bois de taille sur la parcelle (les écarter au moment du prélèvement).

Fréquence : **Avant chaque apport de PRO**, les sols sont prélevés pour analyses physico-chimiques. **En début et fin d'essai (si essai limité à 6 ans) ou tous les 3 ou 4 ans (si essai plus long)**, prévoir de faire les mesures de densité dans les horizons d'apport et les horizons sous-jacents. Ces mesures de densité sont nécessaires pour calculer les stocks de C du sol selon :

$$\text{Stocks de C organique (t C/ha)} = C \text{ (g/kg sol)} * \text{masse de sol dans l'horizon analysé (t/ha)} / 1000$$

Avec Masse de sol (t/ha) = profondeur (m) * 10000 * densité

L'horizon sous-jacent doit être également prélevé (horizon 2) et les mesures de densité faites dans cet horizon sous-jacent, toujours dans toutes les parcelles élémentaires.

Positionnement des prélèvements : Sur vigne, prélever dans l'inter-rang, en évitant le passage des roues : milieu de l'inter-rang en vigne large (tracteur vigneron), bords de l'inter-rang en vigne étroite (tracteur enjambeur). Possibilité de prélever sur rang et inter-rang (notamment si enherbement).

Sur arbres fruitiers, prélever sur le rang, entre 2 arbres si un seul rang de contrôle ; sur le rang ou sur l'inter-rang si 3 rangs ou plus

Il est conseillé d'alterner les prélèvements de chaque côté du rang contrôlé, si un seul rang de contrôle.

Bien localiser les prélèvements sur plan de façon à ne pas prélever aux mêmes endroits d'un prélèvement à l'autre (décalage de 30 cm).

Les mesures de densité apparente seront réalisées dans les mêmes rangs que les rangs utilisés pour le suivi au niveau du sol et aux mêmes niveaux par rapport à la ligne de ceps ou d'arbres.

Analyses à effectuer : Toutes les parcelles doivent être prélevées y compris les parcelles témoin sans apport. Les analyses à faire sont celles faites à t0 hormis pour la granulométrie qui n'a pas besoin d'être refaite. Le suivi de l'effet des apports de PRO sur la CEC, le pH, les caractéristiques concernant l'objectif 2 (propriétés hydriques, physiques...) peut être fait sur ces mêmes prélèvements ou sur des prélèvements faits à même date. Les analyses physico-chimiques comprendront : C et N organique, pH, CEC, cations échangeables, carbonates si pH alcalin, P_{Olsen} optionnel mais complémentaire, de même que P total (à réaliser alors également à t0). Le fractionnement granulo-densimétrique de la MO (distribution de la MO dans des fractions de sol : 0-50 µm, >50µm légère et dense) est une analyse intéressante qui renseigne sur la dynamique de la MO.

Précautions. L'effet préleveur est sans doute important : autant que possible confier le prélèvement toujours à la même personne. Dans tous les cas faire les prélèvements toujours de la même façon.

Objectif 3 : Pas de mesure

IV.2. Mesures et observations sur les PRO (cf. modes opératoires Echantillonnage de PRO 1 et 2 et Préparation et conditionnement des PRO)

Décrire l'origine du PRO et les traitements subis avant apport. Le rapprocher d'une typologie récente. Un 1^{er} prélèvement sera réalisé dans la fosse ou dans le tas du PRO qui va être épandu sur la parcelle 1 à 3 semaines avant épandage (le plus court possible donc fonction du délai d'obtention et d'envoi des résultats par le laboratoire) et fera l'objet d'une analyse de % MS et de C pour les PRO amendants ou de N pour les PRO type engrais, en vue de calculer la dose de produit à apporter (voir mode opératoire).

Un 2nd prélèvement sera réalisé lors de l'épandage (voir mode opératoire) pour une analyse plus complète : % MS, teneur en MO totale, C et N total, N minéral si on s'intéresse également à la disponibilité du N, teneurs en carbonates, fractionnement biochimique et mesure d'ISMO (selon norme XPU 44162). Si possible faire analyser 3 échantillons par PRO épandu pour évaluer sa variabilité analytique.

Bien quantifier la dose épandue : voir mode opératoire [Epandage de PRO manuel](#).

IV.3. Mesures et observations sur les plantes (cf. modes opératoires [Echantillonnage sur vigne](#))

Objectifs 1 et 2 : Mesure des biomasses aériennes et des rendements des plantes. Il est important de connaître les entrées de C via les bois de taille et les feuilles et d'évaluer si elles sont identiques dans tous les traitements. Si ce n'est pas le cas, il faudra évaluer ces différences de restitution pour en tenir compte dans les entrées de C dans les sols. Ces mesures de rendement ou de biomasse aérienne sont à faire par parcelle élémentaire à chaque récolte.

En cas d'enherbement, il faut également évaluer les entrées de C dans le sol lié à cet enherbement : tonte, destruction...

Objectif 3 : Après au minimum 6 ans d'essai (3 apports), on peut estimer l'effet des apports répétés sur la fourniture en N par le sol. Analyse hivernale des rameaux (état de la mise en réserves) conseillée.

Mesure des teneurs en azote des limbes (à privilégier) ou des pétioles à la véraison (vigne). Diagnostic foliaire selon les dates standards des différentes espèces sur arbres fruitiers.

Ces mesures sont à réaliser par parcelle élémentaire (recommandé) mais peuvent faire l'objet d'une mesure de rendement par parcelle élémentaire et une mesure d'azote par traitement.

Commun aux différents objectifs :

Noter les stades phénologiques importants : débourrement, floraison, véraison, récolte.

Mesure du rendement à la récolte et de ses composantes (nombre, poids unitaire du fruit), des caractéristiques analytiques des fruits (voir modes opératoires). Pour la vigne, mesure de la teneur en azote assimilable des moûts.

Mesure de la vigueur (pendant le repos végétatif) : pesée des bois de taille et du nombre de sarments pour la vigne, mesure du diamètre du tronc pour les arbres fruitiers.

La contrainte hydrique subie par la vigne peut également être une mesure à intégrer. Mesure du delta ^{13}C des sucres sur le moût à la vendange ou mesure du potentiel hydrique foliaire (plusieurs méthodes : potentiel de base, potentiel feuille, potentiel tige). Cette mesure du potentiel hydrique foliaire est également utilisable sur arbres fruitiers.

IV.4. Mesures et observations sur le climat (cf. mode opératoire [Méthode d'acquisition de données climatiques](#))

Si possible, données journalières de pluie, température moyenne et ETP sur une station (préciser ses coordonnées) aussi proche que possible de la parcelle d'essai pour la campagne culturale. Si possible disposer des statistiques (médiane, et déciles) de ces mêmes paramètres sur les 20 dernières années, pour situer le climat de la campagne.

Données climatiques nécessaires si on souhaite utiliser un modèle de simulation de l'évolution des stocks de C organique.

V. Autres données à recueillir sur l'essai : opérations culturales et suivis de la culture

Noter tout accident sur la culture (maladie zone mal désherbée, ravageurs, gel...) et l'ensemble des interventions culturales (date, stade phénologique, matériel) tout particulièrement celles relatives à l'enfouissement du ou des PRO (profondeur). Noter également la date de chacune des mesures réalisées.

VI. Traitement et valorisation des résultats (cf. [Procédure de validation statistique des données](#))

Objectif 1 : Représenter l'évolution des teneurs en C organique ou teneur en MO, calculer les stocks de C organique ou MO dans l'horizon d'apport ou mieux dans des quantités de sol identiques dans chaque traitement (voir I.1). Faire la différence de stocks de C ou MO dans les traitements témoin et amendés. Si les teneurs en MO sont homogènes dans toutes les sous-parcelles à la mise en place de l'essai, les différences sont dues aux PRO apportés et aux différences d'autres entrées de C (différentes quantités de résidus de culture, de cultures intermédiaires...). Si on admet qu'on connaît les coefficients iso-humiques des résidus de culture, les différences de stocks de C (traitement PRO – Témoin, moins la différence de restitutions humiques supplémentaires entre les traitements amendés et témoin) sont dues aux apports de PRO. On peut alors calculer le coefficient isohumique des PRO, comparer cette valeur à l'ISMO et donc valider ou non cet indicateur comme estimateur du coefficient isohumique des PRO. Si les teneurs initiales en MO sont hétérogènes entre traitements, il faudra tenir compte de ces différences initiales dans les calculs.

Objectif 2 : analyser les écarts traitement PRO –témoin sans PRO des indicateurs choisis en fonction des différences de statut humique des traitements

Sur les prélèvements effectués pour le suivi de l'évolution des stocks de CO dans les sols, il est possible d'effectuer différentes mesures qui renseignent sur l'effet des apports de PRO en lien avec leur effet sur les stocks de CO dans les sols. On citera ainsi quelques exemples :

- Mesure de CEC
- Mesure de pH
- Fractionnement granulo-densimétrique de la matière organique qui renseigne sur des compartiments à dynamiques différentes (MO fraîche > 50 μm ; MO humifiée < 50 μm). Le mode opératoire est standardisé (Afnor, 2007)
- Mesure des propriétés de rétention en eau (relation potentiel hydrique - teneur en eau). Méthode normalisée Afnor 1998. Des petits cylindres de sol sont prélevés sans perturbation (taille cylindres) Ces cylindres sont saturés en eau puis les échantillons sont soumis à des pressions croissantes correspondant aux différents potentiels que l'on veut caractériser. Pour chaque potentiel on fait une mesure de l'humidité résiduelle de l'échantillon de terre. Le résultat est une courbe reliant le potentiel et la teneur en eau des échantillons. On peut ainsi

calculer la teneur en eau du sol aux différents potentiels d'intérêt : point de flétrissement permanent, capacité au champ...

- Limite de plasticité et de liquidité d'Atterberg (Afnor, 1993) Ces limites permettent d'évaluer les risques de tassement des sols soumis à des passages d'engins agricoles en condition humide.

Pour d'autres propriétés, il est conseillé de faire d'autres prélèvements à des périodes plus favorables d'expression de la propriété :

- Mesures biologiques : faire des prélèvements quand le sol est humide et que la température est douce (la période optimale peut changer en fonction des régions climatiques). Faire ces prélèvements avant le prélèvement de sol pour suivi du CO pour évaluer les effets résiduels des apports ou après un apport pour mesurer l'effet d'un apport récent. On pourra faire des mesures de biomasse microbienne par fumigation extraction, mesure d'activités enzymatiques, abondance de vers de terre... (ADEME, 2012).
- Mesures physiques : la stabilité de la structure se mesure sur des agrégats humides prélevés au printemps. Le mode opératoire est standardisé (Afnor, 2013 ; Le Bissonnais, 1996).

Objectif 3 : Traitements statistiques à réaliser sur les résultats obtenus.

INTERACTIONS AVEC LES AUTRES PROTOCOLES

Ce même essai peut être utilisé pour le suivi de la stabilité de la structure. Prélever le sol vers le mois d'avril. Toujours à la même période de l'année.

Prélever les 5-10 premiers centimètres.

Faire sécher les agrégats au laboratoire avant mesure de la stabilité des agrégats selon la méthode normalisée.

Mesurer en parallèle à chaque date de mesure : C, pH, biomasse microbienne, ergostérol, polysaccharides, paramètres expliquant la stabilité des agrégats, humidité au moment du prélèvement. Connaître l'historique climatique au cours des jours, mois précédent le prélèvement. Une sécheresse préalable augmente la stabilité des agrégats.

Autre paramètre suivi : biomasse microbienne (fumigation-extraction et ergostérol, diversité microbienne, fonction microbienne...). Prélever les sols au cours du printemps (avril) pour avoir des sols humides avec activité biologique.

Paramètres physico-chimiques :

- CEC, conductivité, pH : à faire tous les 2 épandages
- rétention en eau : en fin d'essai ou après 4 épandages au moins. Faire les mesures successives toujours à la même époque de l'année.

Quels services écosystémiques ?

- propriétés physiques : stabilité structurale, rétention en eau, limites d'Atterberg (quand peut-on rentrer dans la parcelle ?)

NB : il est conseillé de réaliser également ces mesures à t0 et par parcelle élémentaire.

Protocole	Personne ressource	E-mail
PROTOCOLE 4bis : Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques dans un sol, sur plantes pérennes ligneuses	Jean-Yves Cahurel (IFV)	Jean-Yves.CAHUREL@vignevin.com

Thématique d'étude : Devenir des contaminants

Ce chapitre s'adresse aux expérimentateurs souhaitant étudier le devenir des contaminants chimiques (**éléments traces ET** ou **composés traces organiques CTO**) et biologiques (**microorganismes d'intérêt sanitaire MIS**) qui peuvent être apportés au sol suite à un épandage de PRO.

Le suivi est restreint aux compartiments PRO, sol, culture et eau.

But de l'essai :

Le but est d'étudier l'effet d'un ou plusieurs facteurs sur les variables mesurées « teneur en contaminant(s) dans un horizon de sol » et « teneur dans un organe végétal ».

La question que se pose l'expérimentateur relève de l'exposition aux contaminants : est-elle élevée ? (pour quantifier un risque lié à un contaminant présentant un danger), quels en sont les déterminants ? (pour identifier des solutions pour contrôler le risque).

Parfois des variables d'intérêt sont calculées (stock de contaminant dans le sol, exportation de contaminant par la récolte...), notamment pour faire le bilan du devenir des contaminants.



Affiner le but de l'essai : quels contaminants suivre ? Sur quel pas de temps ? → I.1 et I.2

	Niveau A : Suivi de contaminants réglementés pour le PRO épandu	Niveau B : Suivi de contaminants non réglementés pour le PRO épandu
Objectif 1 : Etude de l'effet à court terme des PRO	Scénario 1A	Scénario 1B
Objectif 2 : Etude de l'effet à long terme des PRO	Scénario 2A	Scénario 2B

Suivre la suite du protocole avec des spécificités selon le scénario choisi. → I.3 à VI

Pour les paramètres à suivre :

→ Tableaux 6, 7, 9, 10, 11

Les tableaux exposent les paramètres à mesurer au minimum pour conduire un essai pertinent et utilisable en réseau avec d'autres essais du même type (colonne 1) et les paramètres complémentaires souhaitables mais non obligatoires (colonne 2).



Thématique devenir des contaminants - PROTOCOLE 5 : Suivi du devenir de contaminants (éléments traces, composés traces organiques, microorganismes d'intérêt sanitaire) dans les compartiments sol, plante, eau, suite à l'épandage d'un PRO

I. Choix du dispositif expérimental

I.1 Contexte, état des connaissances

Ce chapitre s'adresse aux expérimentateurs souhaitant étudier le devenir des contaminants chimiques (**éléments traces ET** ou **composés traces organiques CTO**) et biologiques (**microorganismes d'intérêt sanitaire MIS**) qui peuvent être apportés au sol suite à un épandage de Produits Résiduaux Organiques (PRO). Le suivi est restreint aux compartiments PRO, sol, culture et eau. Les émissions gazeuses de contaminants existent, mais sont difficiles à mesurer en routine et ne seront pas présentées.

Les questions que se posent ces expérimentateurs sont :

- L'exposition aux contaminants du consommateur (d'eau ou d'aliments), du bétail ou des organismes du sol est-elle inférieure à des limites admissibles (normes quand elles existent, teneurs « fréquentes » sinon) ? L'exposition est-elle accrue en cas d'épandage de PRO ? Les concentrations en contaminants dans l'eau, dans les parties récoltées des cultures, dans le sol sont un début de réponse.
- Quels sont les déterminants des expositions aux contaminants ? Mettre en relation les propriétés des PRO, des sols (ou d'autres paramètres) avec les concentrations en contaminants mesurés dans les sols, végétaux et eaux, est une façon d'identifier les facteurs qui ont le plus d'influence.

A chaque expérimentateur de choisir dans ce protocole les informations les plus adaptées à ses objectifs et son contexte, pour construire son propre protocole. Il est bien sûr indispensable de rédiger le protocole avant de démarrer l'essai, et de le mettre régulièrement à jour, surtout pour les essais de moyenne et longue durée et d'en conserver la traçabilité.

Les PRO présentent des caractéristiques chimiques, physico-chimiques et (micro)biologiques étroitement liées à leur origine mais également aux processus et procédés de traitement avant épandage. Les PRO peuvent ainsi contenir des ET, CTO et MIS dans des teneurs variables et sous des formes chimiques diverses. Une fois dans les sols, le devenir des contaminants est conditionné par un grand nombre de facteurs : facteurs agropédologiques, nature du contaminant (chimique, biologique), forme du contaminant dans le PRO, processus physicochimiques (adsorption, volatilisation, complexation etc.), biologiques (transformation, minéralisation etc.), physiques (transfert en phase aqueuse, en phase particulaire etc.). La survie et la croissance des MIS sont également dépendantes d'autres processus spécifiques des organismes vivants : multiplication, interaction avec les autres organismes du sol (compétition...). Des transferts de gènes et notamment de gènes de résistance aux antibiotiques peuvent également avoir lieu dans les sols.

Les Eléments Traces (ET)

Les ET correspondent aux éléments naturellement et généralement présents dans un milieu (sol, être vivant) à l'état de trace (< 100 mg kg⁻¹ MS). Certains sont nécessaires à la vie microbienne, animale et/ou végétale en quantités faibles, ce sont les oligoéléments. Mais tous, en quantités trop élevées, deviennent toxiques pour les êtres vivants, depuis les microorganismes, jusqu'au consommateur final, l'Homme, en passant par les végétaux et le bétail. Du fait de processus naturels (anomalies géochimiques) ou d'activités anthropiques (contaminations), les ET peuvent se retrouver concentrés dans les sols à des niveaux élevés, avec des conséquences variables selon les situations.

Bien qu'il soit plus souvent question de « métaux lourds » ou « d'éléments traces métalliques », il est préférable d'utiliser le terme « d'élément trace » (ET). Les ET dont l'occurrence dans les sols pose les questions environnementales les plus sérieuses, sont des métaux (e.g. argent, cadmium, chrome,

cobalt, cuivre, étain, manganèse, mercure, molybdène, nickel, or, palladium, platine, plomb, rhodium, thallium, vanadium, zinc, uranium), des métalloïdes (e.g. arsenic, sélénium et antimoine), des non-métaux (e.g. bore, iode et fluor).

Dans un contexte de recyclage agricole de PRO, la problématique des ET dans les sols se pose de deux façons distinctes, conséquence directe ou indirecte des épandages :

- D'une part, les ET contenus dans les PRO en concentrations parfois non-négligeables s'accumulent dans les horizons de surface. L'accumulation est d'autant plus importante que les ET sont généralement très fortement retenus par les phases solides du sol (i.e. argiles, matières organiques, oxydes...) et qu'ils ne sont pas soumis aux phénomènes de dégradation microbienne, contrairement à la plupart des contaminants organiques.

- D'autre part, l'épandage répété de PRO sur la même parcelle peut modifier les propriétés physiques, chimiques et biologiques du sol (ex. modification du pH, de la teneur en MO). A terme, ces changements de conditions édaphiques peuvent modifier la disponibilité des ET déjà présents dans les sols. Cette question est notamment préoccupante dans les sols agricoles présentant, soit une contamination en ET préalable à l'apport de PRO (e.g. sols à antécédent viticole contaminés en cuivre), soit un fond pédogéochimique naturel élevé (e.g. richesse en chrome et en nickel de certains sols volcaniques).

Tableau 1: Aide au choix des ET à étudier en fonction des PRO (Juste et al, 1995 ; Déportes et al, 2007)

Statut du PRO	Type de PRO	Exemple	ET réglementés dans le PRO (réglementation associée ou norme)	Autres ET susceptibles d'être présents de façon significative dans le PRO
PRO brut non normalisé utilisable sous plan d'épandage	Boues d'épuration	Boues d'épuration urbaine	Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn, si épandage sur prairie Se (Arrêté du 8 janvier 1998 - Annexe 1, Tableau 1a)	Se renseigner sur le type d'entreprises déversant dans le réseau : Al, As, B, Co, Mo, Mn, I, Sb, Ag... Pour les MIATEs ou effluents industriels se renseigner sur le processus industriel : Al, As, Ag, B, Co, Mo, Mn, Sb, Sn, F, V, Tl... Pour les déjections animales se renseigner sur le régime alimentaire Lisier de porcs : Cu Fientes de volailles : Zn
		Boues d'épuration industrielle	Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn, (Arrêté du 2 février 1998 VIIa tableau 1a)	
	Composts	Composts non normalisés : compost de boues d'épuration, de fraction fermentescible des OM...	Selon le régime des plateformes considérées: B, Co, Fe, Mn, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn (cf. rubrique ICPE 2780 et partie 1)	
	Effluents	Déjections animales, Effluents agro-industriel, Lixiviats de plateforme de compostage,...	Pour certains effluents et selon le processus de production Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn (cf. partie 1)	
	Digestats	Digestats d'unité traitant des boues d'épuration ou autres déchets IAA, ...	Selon le régime des unités considérées : Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn (cf. rubrique ICPE 2781- cf. partie 1)	
PRO Homologué ou normalisé	Composts de boues d'épuration	Composts contenant des Matières d'Intérêt Agronomique issues du Traitement des Eaux (MIATE)	As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn (NFU 44-095 – cf. partie 1)	Al, As, Ag, B, Co, Mo, Mn, Sb, Sn, F, V, Tl... Pour les composts, se renseigner sur les MIATEs à l'origine du compost

Statut du PRO	Type de PRO	Exemple	ET réglementés dans le PRO (réglementation associée ou norme)	Autres ET susceptibles d'être présents de façon significative dans le PRO
PRO Homologué ou normalisé	Composts de boues d'épuration	Déjections animales avec ou sans litières, Composts d'effluents d'élevage, de matières végétales brutes...	As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Se, Zn (NFU 44-051 – cf. partie 1)	et/ou les co-produits utilisés. Pour les AO et SC se renseigner sur le type.
	Supports de cultures (SC)	Terre de bassin de décantation, terre végétale,...	Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Zn (NFU 44-551 – cf. partie 1)	
	Digestats	Digestats issus de séparation de phase	Cadre normatif en cours d'élaboration via introduction d'un nouveau type dans la norme NFU 44-051	Pour les digestats se renseigner sur la ration alimentant l'unité de méthanisation
		Engrais issus de digestats	Se renseigner sur les ET pris en compte dans les avis de l'ANSES émis sur les dossiers techniques ou d'homologation	
Sous-produits industriels	Boues de décalcification des eaux de forage, carbonate de calcium issu de la production de pâte à papier, écumes de sucrerie, extraits de vinasse, salins de betteraves,...	Normalisation via norme 44-001 : As, Cd, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Se, Zn (Annexe informative) et via norme 42-001-1 As, Cd, Cr, Pb, Hg, Ni (cf. partie 1)	Se renseigner sur le type de processus industriel et les rubriques ICPE inscrites dans les arrêtés préfectoraux disponibles sur le site www.installationsclassees.developpement-durable.gouv.fr	

A noter que tous les intrants agricoles apportent des ET, en quantités faibles ou plus significatives (ex : dans certains fongicides : Cu dans la bouillie bordelaise, Mn et Zn dans le mancozèbe ; dans les engrais P : Cd).

Les Composés Traces Organiques (CTO)

Les CTO regroupent un ensemble de molécules organiques caractérisées par des structures et des poids moléculaires variables. Ces derniers peuvent être produits naturellement (HAP...) ou résulter d'activités anthropiques (HAP, PCB, ...).

Dans les PRO, la présence de certains CTO peut atteindre des niveaux élevés liés aux processus de production et de traitement. Une fois dans l'environnement, les CTO peuvent être dégradés par voie biotique ou abiotique, de manière plus ou moins complète, sur des durées variables, la durée de demi-vie allant de quelques jours à plus de 10 ans (PCB 28, PCB 52)

Néanmoins dans certains cas, les métabolites de dégradation peuvent s'avérer plus toxiques que la molécule mère. Les CTO peuvent également s'accumuler dans les sols (rétention...) ou être transférés dans les eaux avec des impacts environnementaux et sanitaires. Il existe des teneurs maximales en CTO dans certains PRO, au-delà desquelles une utilisation agricole du PRO n'est plus autorisée. Néanmoins, ces seuils concernent 10 molécules et n'existent pas pour d'autres CTO de type résidus médicamenteux et autres polluants émergents.

Tableau 2: Aide au choix des CTO à étudier en fonction des PRO (Jauzein et al. 1995)

Statut du PRO	Type de PRO	Exemple	CTO dont les concentrations sont réglementées dans le PRO (réglementation associée ou norme)	CTO susceptibles d'être présents de façon significative dans le PRO
PRO brut non normalisé utilisable sous plan d'épandage	Boues d'épuration	Boues d'épuration urbaine	PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, Fluoranthène, Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a)pyrène (Arrêté du 8 janvier 1998 - Annexe 1, Tableau 1b)	Se renseigner de la même manière que pour les ET : Composés organiques halogénés adsorbables, Alkylphénol, Alkylbenzène, Sulfonates linéaires, Dibenzodioxines et Furanes polychlorés, antibiotiques, résidus d'hormones... Pour les MIATEs, il peut être intéressant d'étudier les polymères de floculation utilisés qui peuvent présenter des variations selon la nature des effluents à traiter. Pour les composts se renseigner sur les co-produits utilisés
		Boues d'épuration industrielle	PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, Fluoranthène, Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a)pyrène, (Arrêté du 2 février 1998 VIIa tableau 1b)	
	Composts	Composts non normalisés : composts de boues d'épuration, de fraction fermentescible des OM...	Selon le régime des plateformes considérées : PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, Fluoranthène, Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a)pyrène (cf. rubrique ICPE 2780 et partie 1)	
	Effluents	Déjections animales, Effluents agro-industriels, Lixiviats de plateforme de compostage,...	Pour certains effluents et selon les processus de production PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, Fluoranthène, Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a)pyrène (cf. partie 1)	
	Digestats	Digestats d'unité traitant des boues d'épuration et autres déchets industriels tels que les IAA	Selon le régime des unités considérées : PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, Fluoranthène, Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a)pyrène (cf. rubrique ICPE 2781- cf. partie 1)	
PRO Homologué ou normalisé	Composts de boues d'épuration	Compost contenant des Matières à Intérêt Agronomique issues du Traitement des Eaux (MIATE)	PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, Fluoranthène, Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a)pyrène (NFU 44 095 – cf. partie 1)	Se renseigner de la même manière que pour les ET : Composés organiques halogénés adsorbables, Alkylphénol, Alkylbenzène, Sulfonates linéaires, Dibenzodioxines et Furanes polychlorés, antibiotiques, résidus d'hormones, résidus de pesticides...
	Amendements organiques (AO)	Déjections animales avec ou sans litières, Composts d'effluents d'élevage, de matières végétales	Fluoranthène, Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a)pyrène, inertes (NFU 44-051 – cf. partie 1)	

Statut du PRO	Type de PRO	Exemple	CTO dont les concentrations sont réglementées dans le PRO (réglementation associée ou norme)	CTO susceptibles d'être présents de façon significative dans le PRO
		brutes, ...		
	Supports de cultures (SC)	Terre de bassin de décantation, terre végétale, ...	Aucun (NFU 44-551 – cf. partie 1)	
	Digestats	Digestats issus de séparation de phase	Cadre normatif en cours d'élaboration via introduction d'un nouveau type dans la norme NFU 44-051	Pour les digestats se renseigner sur la ration alimentant l'unité de méthanisation et le type de digestion
		Engrais issus de digestats	Se renseigner sur les CTO pris en compte dans les avis de l'ANSES émis sur les dossiers technique ou d'homologation	
	Sous-produit industriel	Boues de décalcification des eaux de forage, carbonate de calcium issu de la production de pâte à papier, écumes de sucrerie, extraits de vinasse, salins de betteraves, ...	Normalisation via norme 44-001 : Aucun et via norme 42-001-1 Aucun (cf. partie 1)	Se renseigner sur le type de processus industriel et les rubriques ICPE inscrites dans les arrêtés préfectoraux disponibles sur le site installationsclassees.developpement-durable.gouv.fr

Les Microorganismes d'intérêt sanitaire (MIS)

Les PRO épandus sur sol agricole peuvent contenir des organismes vivants, unicellulaires (bactéries...) ou pluricellulaires (champignons, nématodes...). Dans les sols, certains de ces organismes peuvent présenter un caractère pathogène, que ce soit pour la santé humaine, animale ou végétale. La présence de *Listeria monocytogenes* a été observée dans des boues de station d'épuration et des déchets végétaux. *Salmonella* spp. et *E. coli* ont été détectés dans des boues de station d'épuration, dans des déchets municipaux et dans des fumiers animaux. Les MIS dans les PRO dépendent des déchets d'origine et des traitements subis. Les MIS varient en fonction de la composition des PRO et survivent d'autant plus de manière générale que la MO est instable. Le compostage, du fait d'une élévation durable de la température, permet un abattement important des MIS mais sans forcément tous les éradiquer. La réglementation impose une température minimale de 55°C pendant une durée minimale de 72h soit 3 jours (cf. [arrêtés Rubrique ICPE 2780](#)) pour pouvoir garantir l'hygiénisation du compost. Restent des microorganismes capables de sporuler (e.g. *Bacillus*, *Clostridium botulinum*) ou possédant d'autres formes de résistance (e.g. cystes de *Giardia* et oocystes de *Cryptosporidium* pour les protozoaires...). D'autres traitements comme le chaulage bloquent les activités microbiennes.

Les PRO peuvent aussi avoir un impact indirect sur les MIS du sol (stimulation, inhibition) en modifiant les propriétés du milieu (apport de carbone ou autres éléments nutritifs, modifications des propriétés physico-chimiques...) qui peuvent entraîner des phénomènes de compétitions, d'antagonismes microbiens, des résistances de la plante...

Les MIS sont vivants et ces populations sont donc susceptibles de se développer si les conditions environnementales sont favorables. Dans la plupart des cas, le devenir des MIS dans le sol est lié à leur capacité d'adaptation à cet environnement bien spécifique. Une fois dans le sol, la survie et la croissance de ces MIS sont contrôlées par des facteurs abiotiques (pH, température, humidité...) et des facteurs biotiques (compétition, prédation...). Leur persistance va également dépendre du type de sol, du moment et du mode d'application (enfouissement immédiat ou non...). L'étude du devenir des

MIS dans l'environnement passe par une bonne connaissance du cycle de développement du pathogène.
 Certains travaux commencent également à s'intéresser au transfert de gènes de résistance dans les sols.

Tableau 3 : Aide au choix des MIS à étudier en fonction des PRO

Statut du PRO	Type de PRO	Exemple	MIS dont le nombre de cellule est réglementée dans le PRO (réglementation associée ou norme)	MIS susceptibles d'être présents de façon significative dans le PRO
PRO brut non normalisé utilisable sous plan d'épandage	Boues d'épuration	Boues d'épuration urbaine	<i>Salmonella</i> , Entérovirus, Œufs d'helminthes viables, Coliformes fécaux (Arrêté du 8 janvier 1998 – Article 16, Indicateur de traitement* - cf. partie 1)	Se renseigner sur la qualité sanitaire des rejets collectés dans la station d'épuration, le processus de traitement des boues...
		Boues d'épuration industrielle	<i>Salmonella</i> , Entérovirus, Œufs d'helminthes viables Coliformes fécaux (Arrêté du 2 février 1998 – Article 41)	
	Composts	Composts non normalisés : composts de boues d'épuration, de fraction fermentescible des OM...	Selon le régime des plateformes considérées : <i>Salmonella</i> , Entérovirus, Œufs d'helminthes viables Coliformes fécaux (cf. rubrique ICPE 2780 et partie 1)	Se renseigner sur la qualité sanitaire des co-produits utilisés pour le compostage, le processus de compostage...
	Effluents	Déjections animales, Effluents agro-industriels, Lixiviats de plateforme de compostage,...	Pour certains effluents et selon les processus de production <i>Salmonella</i> , Entérovirus, Œufs d'helminthes viables Coliformes fécaux (Cf. partie 1)	Se renseigner sur le type d'effluent, le processus les générant...
	Digestats	Digestats d'unité traitant des boues d'épuration et autres déchets industriels	Selon le régime des unités considérées : <i>Salmonella</i> , Entérovirus, Œufs d'helminthes viables Coliformes fécaux (cf. rubrique ICPE 2781- cf. partie 1)	Se renseigner sur la ration alimentant l'unité de méthanisation, le type de digestion
PRO Homologué ou normalisé	Composts de boues d'épuration	Composts contenant des Matières d'Intérêt Agronomique issues du Traitement des Eaux (MIATE)	<i>Escherichia Coli</i> , <i>Clostridium Perfringens</i> , Entérocoques, Oeufs d'helminthes viables, <i>Listeria monocytogenes</i> , Salmonelles (NFU 44 095)	Se renseigner sur la qualité sanitaire des co-produits utilisés pour le compostage, le processus de compostage...
	Amendements organiques (AO)	Déjections animales avec ou sans litières, Composts d'effluents d'élevage, de matières végétales brutes...	Œufs d'helminthes viables, <i>Salmonella</i> (NFU 44 051- cf. partie 1)	Se renseigner sur le type d'effluent, le processus les générant...
	Supports de culture (SC)	Terre de bassin de décantation, terre végétale	<i>Salmonella</i> , <i>Listeria monocytogènes</i> (Annexe normative) <i>Escherichia Coli</i> , Entérocoques, <i>Clostridium Perfringens</i> , Oeufs d'helminthes viables (Annexe informative)	Se renseigner sur la source du support de culture

Statut du PRO	Type de PRO	Exemple	MIS dont le nombre de cellule est réglementée dans le PRO (réglementation associée ou norme)	MIS susceptibles d'être présents de façon significative dans le PRO
			(NFU 44-551 – cf. partie 1)	
	Digestats	Digestats issus de séparation de phase	Cadre normatif en cours d'élaboration via introduction d'un nouveau type dans la norme NFU 44-051	Se renseigner sur la ration alimentant l'unité de méthanisation, le type de digestion
		Engrais issus de digestats	Se renseigner sur les MIS pris en compte dans les avis de l'ANSES émis sur les dossiers techniques ou d'homologation	
	Sous-produits industriels	Boues de décalcification des eaux de forage, carbonate de calcium issu de la production de pâte à papier, écumes de sucrerie, extraits de vinasse, salins de betteraves,...	Normalisation via norme 44-001 : Aucun et via norme 42-001-1 Aucun (cf. partie 1)	Se renseigner sur le type de processus industriel

*la réglementation n'impose pas de critère réhibitoire à l'épandage de boues urbaines en matière de microorganismes pathogènes mais leur reconnaît un caractère hygiénisé lorsque certaines conditions sont remplies.

La variabilité des teneurs en MIS sur les végétaux est très élevée pour une même situation. Elle est due en partie à la contamination par des particules de terre. Les données sont souvent difficiles à interpréter.

I.2. Objectifs de l'essai / Questions posées

Les objectifs de l'étude varient selon que l'on s'intéresse aux effets à court (objectif 1) ou long terme (objectif 2) des épandages de PRO.

Le « court terme » correspond aux effets post-épandage jusqu'à l'épandage suivant. Le devenir des contaminants dans les différents compartiments (sol, culture, eau), est étudié en mesurant les concentrations dans les horizons de sol, les organes des cultures, les eaux. L'évolution des concentrations est appréciée en comparaison avec une modalité témoin sans PRO, qu'on complète par la comparaison avec l'état initial avant l'épandage.

Les effets à court terme ne sont pas pertinents pour les ET totaux qui n'évoluent pas suffisamment à cette échelle de temps. Mais si les concentrations en ET totaux évoluent lentement dans le sol, leur forme chimique peut varier rapidement. Il est conseillé de mesurer les ET « échangeables » ou extractibles à des extractants « doux », qui estiment les ET mobiles dans le sol, potentiellement transférables vers les eaux souterraines et les cultures. Nous conseillons les extractions des ET du sol à l'aide de sels non tamponnés (ex : CaCl_2 à 10^{-2}M) ou acides dilués (ex : HNO_3) ou chélatants (ex : EDTA, DTPA).

Le « long terme » correspond aux effets résiduels et cumulatifs d'apports répétés de PRO sur une même parcelle pendant plusieurs années. Le devenir des contaminants dans les différents compartiments (sol, culture, eau), est étudié en mesurant les concentrations dans les horizons de sol, les organes des cultures, les eaux (pour les ET et CTO, il est également possible de calculer les stocks à partir des concentrations mesurées). L'évolution des concentrations (et des stocks) est appréciée suite à l'apport répété de PRO au bout d'un pas de temps de plusieurs années en comparaison avec une modalité témoin sans PRO ; qu'on complète avec la comparaison avec l'état initial.

Deux niveaux de conduite d'essai peuvent être mis en place :

- un premier niveau (niveau A) qui concerne uniquement l'étude des **contaminants imposés par la réglementation actuelle** (teneurs réglementées dans le PRO).
- un 2^{ème} niveau de conduite (niveau B) qui cible des **contaminants non réglementés** et/ou qui permet une étude plus approfondie des impacts des PRO sur le devenir des contaminants, par exemple par le suivi de contaminants avec des **méthodes d'analyses différentes** de celles préconisées par la réglementation comme les ET du sol extractibles à l'EDTA, au CaCl₂ ou à l'eau, en complément des ET totaux du sol. Certains PRO ne sont pas réglementés pour leurs teneurs en contaminants, c'est le cas par exemple des effluents d'élevage ; le niveau de suivi sera alors toujours le niveau B.

Tableau 4 : Objectifs et niveaux de conduite d'essai sur le devenir des contaminants

	Niveau A : Suivi de contaminants réglementés pour le PRO épandu	Niveau B : Suivi de contaminants non réglementés pour le PRO épandu
Objectif 1 : Etude de l'effet à court terme des PRO	Scénario 1A	Scénario 1B
Objectif 2 : Etude de l'effet à long terme des PRO	Scénario 2A	Scénario 2B

Différents niveaux de suivi et différents objectifs pourront être croisés sur un même essai (par exemple suivi des MIS réglementés sur le court terme + suivi des ET et CTO réglementés sur le long terme + suivi de certains ET non réglementés sur le long terme), mais aussi des paramètres agronomiques complémentaires.

Le choix du (des) contaminant(s) à suivre se base sur les risques supposés encourus par la cible (organismes qui risquent d'être contaminés dans un contexte donné : Homme, culture, bétail, organismes aquatiques). Les risques sont élevés si :

- l'exposition de la cible au contaminant est supposée significative si :
 - la probabilité est élevée d'observer des teneurs importantes en contaminant dans le type de PRO étudié : selon l'origine de la matière première (résidus du traitement des eaux usées domestiques, de procédés agro-alimentaires ou autres, de l'agriculture-élevage, des opérations de tri des déchets ménagers etc.) et les procédés de traitement (chaulage, digestion anaérobie, compostage, séchage etc.), cf. tableaux 1, 2 et 3.
 - et la possibilité théorique de transfert du contaminant à partir du PRO vers la cible existe,
- et le danger existe : la cible est sensible à la toxicité du contaminant, quand elle est connue.

I.3. Facteurs et traitements étudiés

I.3.1. PRO

Généralement, le but de l'essai est d'étudier l'effet d'un ou plusieurs facteurs sur les variables « teneur en contaminant(s) dans un horizon de sol » et « teneur dans un organe végétal ». Parfois des variables d'intérêt sont calculées (stock de contaminant dans le sol, exportation de contaminant par la récolte...), notamment pour faire le bilan du devenir des contaminants.

Le tableau ci-dessous propose une liste indicative de facteurs liés au PRO à étudier ; il est possible d'étudier un seul facteur ou de croiser plusieurs facteurs :

Tableau 5 : Aide au choix des facteurs liés au PRO à étudier

Facteurs liés au PRO	Modalités ou niveaux
Dose d'apport	Différentes doses de PRO épandu, depuis 0 à 3 fois une dose de base. Certaines doses testées peuvent dépasser les limites réglementaires. La dose de base est définie : <ul style="list-style-type: none"> - Par la dose habituelle épandue par les agriculteurs - Ou par un calcul de dose agronomique, par exemple pour couvrir tout ou partie des besoins de la culture en NPK

Facteurs liés au PRO	Modalités ou niveaux
Date d'apport	Différentes dates d'apport.
Fréquence d'apport	Différentes fréquences d'apport
Origine des matières premières (nature du PRO)	Différents types de résidus à l'origine de la production du PRO (effluents d'élevage, eaux usées, déchets verts, fraction fermentescible de OM extraite par TMB...)
Traitement (nature du PRO)	Différents traitements (déshydratation, chaulage, compostage...), différents stades de maturation (compost jeune ou mature...)
Mode d'épandage et d'enfouissement	Différents modes d'enfouissement (labouré 2 jours après l'épandage, enfoui superficiellement immédiatement, laissé en surface...) et différentes techniques d'épandage (par exemple pour les PRO liquides : buse palette, pendillards, coutres enfouisseurs...)

I.3.2 Mise en place des témoins

Le témoin est indispensable et doit être adapté à la situation et à l'objectif de l'essai.

Exemple de témoin pour un objectif 1 d'étude à court terme des effets de l'épandage d'un PRO sur le devenir de MIS :

Le facteur étudié est le PRO avec 2 modalités, avec et sans PRO. Le témoin est la modalité sans PRO. A chaque date de mesure des MIS, sont comparées les teneurs en MIS dans les modalités avec et sans PRO, ce qui permet de s'affranchir des variations climatiques.

D'une façon générale, l'état initial, juste avant l'épandage, ne peut pas être considéré comme témoin car la comparaison avant/après n'est pas possible si les méthodes de mesure évoluent.

Exemple de témoin pour un objectif 1 d'étude à court terme des effets du compostage d'une boue sur le devenir de CTO dans le sol :

Le facteur étudié est le traitement du PRO ; il comporte 2 modalités, épandage de boue non compostée et épandage de boue compostée. Le témoin est la modalité épandage de boue non compostée. La mesure des teneurs en CTO du sol avant épandage et après l'épandage de boue compostée (une ou plusieurs mesures) sont comparées avec celles mesurées dans les sols ayant reçu des boues non compostées. Cette comparaison permet d'évaluer l'effet du compostage sur le devenir de CTO dans le sol.

Exemple de témoin pour un objectif 2 d'étude à long terme des effets d'épandages répétés de 2 boues chaulées en sol acide sur le prélèvement d'ET par les cultures :

La variable étudiée est la teneur en ET dans les organes végétaux. Le facteur étudié est le type de chaulage ; il comporte 4 modalités : pas de chaulage, un amendement basique minéral, une boue chaulée avec un process n°1, une boue chaulée avec un process n°2. Le témoin est la modalité sans chaulage (pas de PRO, pas d'amendement minéral, mais des engrais minéraux NPK pour couvrir les besoins de la culture).

Les 3 autres modalités reçoivent aussi des engrais NPK, de façon à compléter les PRO en NPK supposés disponibles pour la culture, au même niveau que le témoin. Pour l'étude des effets long terme, le témoin ne peut pas être un témoin sans PRO ni engrais minéral en permanence sur la durée de l'essai. La capacité du sol à fournir suffisamment d'éléments fertilisants pour produire un rendement équivalent aux autres modalités diminue en effet avec les années et interfère avec le devenir des contaminants. L'absence d'apport d'engrais minéral phosphaté permet également de limiter l'apport de certains ET, comme le Cd en particulier, qui peuvent être relativement concentrés dans ce type d'engrais.

I.3.3. Traitements étudiés

Variation selon les facteurs et leurs modalités ou niveaux.

Attention :

Quand on s'intéresse au compartiment « plante » en analysant la teneur en contaminant de la culture, il faut veiller à ce que la culture soit en conditions physiologiques équivalentes entre les différents traitements (correctement alimentée en éléments minéraux et en eau, correctement protégée des

dégâts de bioagresseurs...). Il est souvent nécessaire de compléter le traitement PRO avec des engrais minéraux N, voire P et K, pour atteindre un niveau de fertilisation équivalente (N, P, K supposés disponibles pour la culture) entre le(s) traitement(s) PRO et le traitement purement minéral.

I.4. Dispositif expérimental

I.4.1. Durée de l'essai

Scenarii 1A et 1B d'étude à court terme : le minimum conseillé est de quelques semaines après un épandage pour des contaminants peu persistants (la plupart des MIS) et d'un an pour les autres.
Scenarii 2A et 2B d'étude à long terme : le minimum conseillé est de 10 ans et dépend essentiellement du tonnage de PRO cumulé épandu.

I.4.2. Type de dispositif (cf. procédure [choix du dispositif statistique expérimental](#))

Cf. mode opératoire « mise en place de l'essai »

Pour une étude sur le long terme (objectif 2), il faut être vigilant pour éviter les transferts de terre d'une modalité à l'autre : les bandes tampon sont indispensables, et elles doivent être d'autant plus larges que le travail du sol déplace beaucoup de terre (labour > travail superficiel > semis direct) ; sur des parcelles de petite taille, remplacer les engins qui déplacent beaucoup de terre par du travail manuel (arracheuse de betterave par exemple).

I.4.3. Taille des parcelles (cf. procédure [choix du dispositif statistique expérimental](#))

Cf. mode opératoire « mise en place de l'essai »

Exemple pour un essai avec un objectif 2 d'étude sur le long terme : avec des prélèvements de terre tous les 2 ans pendant 15 ans, en travail sans retournement, en grandes cultures dans un sol moyennement homogène : des parcelles élémentaires de 100 m² épandues à la main, et des bandes tampon de 3 mètres sont suffisantes.

Exemple pour un essai sur le court terme (objectif 1) : impliquant des prélèvements avant et après épandages sur un sol travaillé avant implantation de grandes cultures en sol de craie : des parcelles élémentaires de 66 m² suffisent pour obtenir les échantillons nécessaires aux analyses tout au long de l'expérimentation.

I.4.4. Equipements

Le dispositif est équipé si le compartiment « eau » est étudié.

Pour échantillonner l'eau qui draine sous la profondeur des racines, susceptible de rejoindre une nappe, il existe différents équipements, plus ou moins onéreux (bougies poreuses, lysimètres). Il existe plusieurs types de bougies poreuses sur le marché (céramique poreuse, Inox poreux, Teflon-quartz...). Les bougies poreuses en céramique présentent l'inconvénient d'interagir avec les ions de la solution du sol. Les bougies en inox, tout comme les bougies en téflon-quartz peuvent être utilisées pour tout type de contaminant. Les bougies téflon-quartz sont spécialement recommandées pour échantillonner la solution du sol dans le but de doser les ET.

Pour échantillonner l'eau directement dans une nappe perchée : **Cf. mode opératoire [échantillonnage d'eau en nappe perchée](#)**

Il est aussi possible de recueillir l'eau qui coule dans les drains et rejoint les eaux superficielles, si la parcelle est drainée.

II. Choix expérimentaux préalables à la mise en place de l'essai

II.1. La parcelle de l'essai

II.1.1. Type de sol

Pour mettre en évidence l'effet des PRO, il ne faut **pas avoir de concentrations initiales (avant la mise en place de l'essai) élevées en contaminants** qui risqueraient de masquer l'effet lié à l'apport de PRO. Bien évidemment, si le but de l'étude est précisément d'étudier l'effet d'apports de PRO sur le comportement de contaminants dans des zones contaminées, ces recommandations ne s'appliquent pas : par exemple dans les zones à antécédents viticoles, si la problématique d'étude est en lien avec la stabilisation des excès de cuivre par apport de matières organiques.

Le site doit présenter **une bonne homogénéité**, non seulement au niveau de ses **caractéristiques pédologiques** (cf. [Mode opératoire : choix de la parcelle expérimentale](#)), mais aussi au niveau de la **distribution horizontale des contaminants considérés dans chaque horizon**.

Des analyses en contaminants dans l'horizon de surface (profondeur de travail du sol ou 0-10 cm si semis direct ou prairie) doivent conforter l'étude de l'historique et de la situation actuelle, ainsi que l'observation de terrain (cf. [Mode opératoire : choix de la parcelle expérimentale](#)) pour vérifier que la parcelle est homogène et présente des teneurs faibles à moyennes.

L'échantillonnage de terre doit être réalisé à l'aide d'un équipement (tarière, petite pelle, truelle...) incapable d'influencer les mesures. Pour les ET et les CTO, il faut utiliser une tarière en acier inoxydable et non peinte. Pour les MIS, il est indispensable de désinfecter les outils de prélèvement à l'éthanol, et de manipuler les échantillons avec des gants stériles. Cf. **mode opératoire « prélèvement de terre » 1.**

Les échantillons doivent être envoyés le plus vite possible en frais (conservés à 4°C pour analyses microbiennes) au laboratoire d'analyses, dans des flacons adaptés pour ne pas contaminer les prélèvements (plastique pour analyse des ET, verre pour certains CTO comme les agents plastifiants notamment phtalates, flacons stériles pour les MIS). S'il n'y a pas possibilité d'acheminer rapidement les échantillons au laboratoire, pour les ET, on peut les faire sécher à 30°C dans une étuve ventilée ; pour les MIS et les CTO, les échantillons doivent être congelés.

Analyses à réaliser :

Tableau 6 : Aide au choix des paramètres à analyser pour guider le choix de la parcelle

Contaminants considérés	Paramètres à mesurer au minimum	Paramètres complémentaires souhaitables
Caractérisation physico-chimique	- pH - Carbone organique	- P, K disponibles - Cations échangeables - CEC - Granulométrie
Mesures spécifiques aux contaminants choisis		
ET	- ET totaux choisis - ET échangeables choisis si scénarii 1B et 2B	
CTO	- CTO totaux - CTO extractibles à l'eau choisis, si scénarii 1B ou 2B	
MIS	- Quantification du MIS choisi (Culture en laboratoire ou techniques moléculaires si disponibles)	- Quantification à l'aide d'indicateurs spécifique du MIS : Enzymes spécifiques, ARNm, gènes particuliers (Résistance antibiotiques...).

Le site doit présenter **une bonne homogénéité**, au niveau de son **historique culturel** (cf. [Mode opératoire : choix de la parcelle expérimentale](#)),

Les cultures (espèce, variété) et leur mode de conduite doivent être adaptés au contexte pédoclimatique, voire être représentatifs d'un système de culture dominant dans la région si tel est le but recherché. Selon le contaminant étudié, il est possible d'orienter l'étude vers une culture susceptible de mieux illustrer un phénomène de transfert.

Pour les scénarii 2A et 2B d'étude à long terme, le suivi de l'accumulation des contaminants nécessite plusieurs années d'essais, à fixer selon la succession culturelle envisagée et la fréquence des apports de PRO.

II.1.2. Système culturel

L'essai peut être mis en place dans tous les systèmes de culture. Cependant on veillera à le mettre dans un système de culture représentatif des pratiques régionales.

II.1.3. Historique parcellaire

L'historique et la situation actuelle doivent être favorables à une parcelle homogène et peu contaminée. Pour les ET et les CTO, les historiques de parcelle défavorables peuvent se rencontrer à proximité d'axes routiers importants (Pb, HAP), anciens ou actuels, ainsi qu'en périphérie de certaines industries en activité ou passées (HAP, parfois de nombreux ET selon le type d'activité). Les historiques avec des apports massifs ou répétés de PRO sont également proscrits. Dans certaines situations, les contaminations peuvent avoir été importantes et d'intensité très variable selon les zones de la parcelle. Il faut alors s'orienter vers un autre site. Pour les MIS, il faut choisir une parcelle hors d'une zone d'infestation naturelle connue (ex. : zone à nématodes) et/ou constituant une zone de passage préférentiel de la faune sauvage (ex. : zone en lisière de forêt).

II.2. Les cultures

L'essai peut être mis en place sur toute culture.

Pour comparer les prélèvements de contaminants entre différentes modalités, la culture doit être dans des conditions physiologiques similaires dans toutes les modalités. Il ne doit pas y avoir par exemple une carence en un nutriment sur une modalité et pas sur une autre.

II.3. Les PRO étudiés

Il est possible de tester 1 ou plusieurs PRO dans le même essai.

II.4. Itinéraire technique

Les plantes doivent être dans des conditions physiologiques équivalentes entre traitements (nutrition minérale et hydrique, protection phytosanitaire).

Il n'y a pas d'autre exigence particulière sur l'itinéraire technique, si ce n'est de bien quantifier toutes les entrées potentielles de contaminants liées aux pratiques agricoles, notamment lorsque celles-ci sont différentes entre les traitements (traitements phytosanitaires, engrais minéraux, eau d'irrigation...).

III. Caractérisation initiale du site de la parcelle d'essai (cf. [fiche de relevé de caractérisation initiale de la parcelle expérimentale](#))

III.1. Situation géographique

La parcelle est localisée (GPS, latitude, longitude, altitude) et le poste climatique représentatif de la situation est identifié.

Chaque parcelle élémentaire est localisée précisément.

III.2. Sol

Le type de sol est identifié (rattachement à une typologie régionale si possible).

La caractérisation initiale est réalisée impérativement avant le 1^{er} épandage de PRO. Cette étape permet de déterminer l'état du système, en l'occurrence la teneur initiale des paramètres à suivre avant le lancement de l'expérimentation (état 0). Prélever suffisamment de terre de cet état initial et en conserver dans de bonnes conditions (cf. « [méthode de conditionnement et de conservation des échantillons de sol à long terme](#) »), pour pouvoir analyser ultérieurement d'autres paramètres par exemple.

Il est indispensable de réaliser cette caractérisation à l'échelle de la parcelle élémentaire. L'horizon de surface (profondeur de travail du sol ou 0-10 cm si semis direct ou prairie STH ou plante pérenne sans travail du sol) est au minimum caractérisé, quels que soient les objectifs. En cas de travail du sol, c'est la profondeur la plus grande parmi les passages qui est retenue (en dehors des opérations qui ne mélangent pas du tout le sol comme les décompactages). Il est néanmoins fortement conseillé d'y ajouter 1 ou 2 horizons sous-jacents pour les objectifs 2A et 2B d'étude à long terme.

L'échantillonnage est réalisé à l'aide d'une tarière ou d'un outil (petite pelle, truelle...) sans impact sur les mesures. Pour les ET et les CTO, il faut utiliser une tarière en acier inoxydable et non peinte. Pour les MIS, il est indispensable de désinfecter les outils de prélèvement à l'éthanol, et de manipuler les échantillons avec des gants stériles. Cf. [modes opératoires « prélèvement de sol » 1](#)

Les échantillons sont envoyés le plus vite possible en frais (conservés à 4°C pour analyses microbiennes) au laboratoire d'analyses, dans des flacons adaptés pour ne pas contaminer les échantillons (plastique pour analyse des ET, verre pour certains CTO notamment les agents plastifiants phtalates, flacons stériles pour les MIS). S'il n'y a pas possibilité d'acheminer rapidement les échantillons au laboratoire, pour les ET, on peut les faire sécher à 30°C dans une étuve ventilée ; pour les MIS les échantillons doivent être congelés.

Les paramètres à analyser au minimum ainsi que des compléments souhaitables sont listés ci-dessous :

Tableau 7 : Analyses recommandées pour la caractérisation initiale et le suivi du sol selon le contaminant étudié.

Contaminants considérés	Paramètres à mesurer au minimum	Paramètres complémentaires souhaitables
Caractérisation physico-chimique	<ul style="list-style-type: none"> - pH - Carbone organique - N total - Granulométrie - Calcaire total - Cations échangeables - CEC - P disponible si étude de As - Pour l'objectif 2 d'étude à long terme : densité apparente de l'horizon supérieur et de l'horizon sous-jacent à la profondeur d'enfouissement. 	<ul style="list-style-type: none"> - P, K disponibles -Densité apparente si étude des bilans de contaminants (à mesurer en même temps que le prélèvement de terre pour l'analyse des contaminants) - Pierrosité si étude des bilans - Teneurs en éléments grossiers si étude des bilans
Mesures spécifiques aux contaminants choisis		
ET	<ul style="list-style-type: none"> - ET totaux choisis, par extraction HF - ET échangeables choisis si objectif 1B ou 2B de réaliser des analyses supplémentaires par rapport à la réglementation : extraction à l'aide de sel non tamponné (ex : CaCl₂ à 10⁻²M) - ET extractibles : acides dilués (ex : HNO₃) ou chélatants (ex : 	<ul style="list-style-type: none"> - S si étude du Se

Contaminants considérés	Paramètres à mesurer au minimum	Paramètres complémentaires souhaitables
	EDTA, DTPA) si objectifs 1B ou 2B	
CTO	- CTO totaux choisis - CTO extractibles à l'eau choisis si objectif 1B ou 2B	- Métabolites de dégradation du (ou des) composé(s) ciblé(s) - Activités enzymatiques du sol
MIS	- Quantification du MIS choisi (Culture en laboratoire ou techniques mol)	- Quantification à l'aide d'indicateurs spécifique du MIS : Enzymes spécifiques, ARNm, gènes particuliers (résistance aux antibiotiques...).

Pour les objectifs 2A et 2B (long terme), il faut compléter cette caractérisation à l'échelle de la parcelle élémentaire par une fosse pédologique à placer en bordure de l'essai (hors essai) ou dans une bande tampon, creusée jusqu'à la roche mère (une seule fosse pour tout l'essai). Elle permet de décrire précisément le type de sol, ainsi que de mesurer tous les paramètres nécessaires au calcul de stock d'ET et CTO : de prélever des cylindres non perturbés pour la mesure des densités apparentes, dans tous les horizons jusqu'au fond, et de prélever de la terre dans tous les horizons pour une analyse complète (mesures communes et contaminants).

En fin d'essai, il faut renouveler l'opération : creuser une fosse par modalité, mesurer les CTO ou ET étudiés, ainsi que les densités apparentes.

III.3. Histoire culturelle (cf. [fiche de relevé historique de la parcelle expérimentale](#))

Tableau 8 : Nombre d'années minimum et optimum pour la recherche de l'historique d'un site en fonction des types pratiques agricoles

Pratiques agricoles et contexte externe	Nombre d'années d'historique minimal	Nombre d'années d'historique optimal	Cas particulier
Succession	3 ans		Si antécédent viticole, arboricole, maraîchage : remonter le plus loin possible
Travail du sol (labour, TCS, SD, profondeur)	5 ans		
Fertilisation organique (type, date, dose)	3 ans	10 ans	20 ans si apport de boues d'épuration ou de curage, lisiers de porcs
Fertilisation minérale (type, date, dose)	3 ans	10 ans	20 ans si apport de scories, d'engrais minéraux phosphatés
Traitements phytosanitaires (type, date, dose)	3 ans		Traitement avec des fongicides contenant Cu, As
Devenir des résidus de récolte	3 ans		
Rendements	3 ans		
Aménagements parcellaires (Remembrement, drainage, brûlis...)	10 ans		En vigne, les piquets galvanisés et les fils sont source de contamination par les ET (Zn).
Route importante, activité industrielle, incendie à proximité	20 ans		
Présence d'anomalie géochimique liée au matériau parental			Se baser sur les cartes géologiques et la mise en évidence d'anomalie géochimique locale (ex. matériaux calcaires ou d'origine volcanique)

IV. Observations et mesures

IV.1. Mesures et observations sur le sol

Une fois l'expérimentation lancée, le suivi des sols repose sur les mêmes principes qu'à l'étape de caractérisation initiale des parcelles élémentaires du dispositif (sauf pour les paramètres jugés stables à l'échelle de l'essai, comme la granulométrie ; ou les paramètres lourds à mesurer comme les densités apparentes, qu'on fera au moins à l'état initial et final pour un objectif 2 d'étude à long terme). Le minimum nécessaire est le suivi de l'horizon de surface. L'échantillonnage se fait à l'échelle de la parcelle élémentaire.

Les horizons sous-jacents sont analysés seulement en fin d'essai, s'ils ont été analysés au point 0.

Pour les objectifs 2A et 2B d'étude à long terme, le pas de temps des prélèvements de l'horizon de surface résulte d'un compromis entre le coût des analyses, la destruction engendrée par les prélèvements et l'évolution attendue des paramètres en fonction de la fréquence et du tonnage cumulé des PRO et de l'évolution des paramètres d'influence (ex : pH pour les ET). Un bon compromis est un prélèvement tous les 3 à 5 ans, à réaliser juste avant un épandage.

Pour les objectifs 1A et 1B d'étude à court terme, un 1^{er} prélèvement de l'horizon de surface est réalisé juste avant l'épandage, et les autres juste après l'épandage avec un rythme qui peut être par exemple : t+1 jour, t+1 semaine, t+2 semaines, t+4 semaines, t+ 2 mois (à moduler selon la persistance attendue des contaminants).

Il est recommandé de prélever des quantités suffisantes pour conserver une partie des échantillons en vue d'analyser d'autres paramètres ultérieurement, ou un même paramètre avec une autre méthode d'analyse (cf. « [méthode de conditionnement et de conservation des échantillons de sol à long terme](#) »). Pour les objectifs 2A et 2B d'étude à long terme, il est nécessaire de conserver des échantillons.

IV.2. Mesures et observations sur les PRO

Avant toute mesure, il convient de décrire précisément l'origine du PRO et les traitements qu'il a subis. Le rapprocher d'une nomenclature et/ou d'une typologie si elles existent.

Pour le prélèvement des PRO voir les **modes opératoires « échantillonnage des PRO » 1 et 2** et pour les analyses le **mode opératoire « Analyses de PRO »**. L'échantillonnage peut se faire au niveau de la parcelle élémentaire ou au niveau du traitement.

Il est recommandé de prélever des quantités suffisantes pour conserver une partie des échantillons en vue d'analyser d'autres paramètres ultérieurement, ou un même paramètre avec une autre méthode d'analyse (cf. « [méthode de conditionnement et de conservation des échantillons de PRO à long terme](#) »). Pour les objectifs 2A et 2B d'étude à long terme, il est nécessaire de conserver une partie des échantillons.

Le matériel d'échantillonnage choisi est non-métallique (seau plastique pour PRO liquide) ou en inox mais non peint (tarière pour PRO solide). Le mode d'échantillonnage est composite et réalisé au moment de l'épandage. On peut également vouloir faire en plus une pré-analyse avant épandage, pour calculer la dose à épandre en fonction de la composition attendue du PRO. Dans ce cas, le prélèvement a lieu sur le lieu de stockage du PRO.

Pour les ET, les matériaux de conditionnement sont en plastique (flacon pour PRO liquide et barquette pour PRO solide). Pour les CTO, les matériaux de conditionnement sont en verre, et notamment en verre ambré pour les liquides pour éviter la photodégradation. Pour les MIS, les matériaux de conditionnement sont stériles et maintenus fermés en présence d'oxygène si les organismes étudiés sont aérobies ou en absence si les organismes étudiés sont anaérobies. L'envoi des échantillons se fait le plus vite possible après l'échantillonnage (moins de 48 h) et les échantillons ne sont pas stockés à la chaleur avant envoi (utiliser une glacière par exemple).

Les paramètres à mesurer au minimum et de manière complémentaire sont détaillés dans le tableau 9 ci-dessous :

Tableau 9 : Analyses recommandées pour la caractérisation continue des PRO selon le contaminant étudié.

Contaminants considérés	Paramètres à mesurer au minimum	Paramètres complémentaires souhaitables
Caractérisation physico-chimique	<ul style="list-style-type: none"> - Matière Sèche - Matière Organique - Matière Minérale - pH - N total - C/N - N-NO₃ et N-NH₄ - P₂O₅ - K₂O 	
Mesures spécifiques aux contaminants choisis		
ET	<ul style="list-style-type: none"> - ET totaux choisis, par extraction HF - ET échangeables choisis si objectif 1B ou 2B de réaliser des analyses supplémentaires par rapport à la réglementation : extraction à l'aide de sel non tamponné (ex : CaCl₂ à 10⁻²M) - ET extractibles : acides dilués (ex : HNO₃) ou chélatants (ex : EDTA, DTPA) si objectif 1B ou 2B 	
CTO	<ul style="list-style-type: none"> - CTO totaux choisis - CTO extractibles à l'eau choisis si objectif 1B ou 2B 	- Métabolites de dégradation du (ou des) composé(s) ciblé(s)
MIS	- Quantification du MIS choisi (Culture en laboratoire ou techniques moléculaires)	- Quantification à l'aide d'indicateurs spécifique du MIS : Enzymes spécifiques, ARNm, gènes particuliers (résistance aux antibiotiques...).

IV.3. Mesures et observations sur les plantes

Le compartiment plante peut être suivi ou non selon l'objectif fixé à l'essai. Si ce compartiment est suivi, le sol doit l'être obligatoirement aussi.

Le compartiment plantes du dispositif est suivi à l'échelle de la parcelle élémentaire ; pour les ET et CTO à chaque campagne en raison de la forte variabilité due à l'effet climatique de l'année ; pour les MIS au moins à chaque culture qui suit un épandage.

Le type d'organe à échantillonner et son stade de développement sont fonction de la problématique étudiée.

Lorsque l'on étudie les transferts de contaminants dans le but d'évaluer la qualité sanitaire des aliments avec l'objectif 2A ou 2B d'étude à long terme, les organes à échantillonner sont ceux qui sont consommés par les hommes ou le bétail ; on les prélève au stade récolte (ou avant la mise à l'herbe du bétail pour l'herbe).

Quand l'étude a pour but de quantifier les flux de contaminants et de réaliser des bilans avec un objectif 2A ou 2B d'étude à long terme, il est indispensable d'échantillonner les organes exportés hors de la parcelle au stade récolte (ou avant la mise à l'herbe pour l'herbe), et utile d'échantillonner les résidus de culture.

Quand l'objectif est d'étudier des contaminants phytotoxiques (ex Cu, Zn) avec les objectifs 1A, 1B, 2A, ou 2B, on peut échantillonner les racines sur la profondeur de mélange du PRO à la terre ; différents stades de développement et organes peuvent être prélevés pour déterminer la phytotoxicité. L'échantillonnage des racines est fastidieux et n'est pas décrit dans le guide.

Il est recommandé de prélever des quantités suffisantes pour conserver une partie des échantillons en vue d'analyser d'autres paramètres ultérieurement, ou un même paramètre avec une autre méthode d'analyse (cf. « **méthode de conditionnement et de conservation des échantillons à long terme** »). Pour les objectifs 2A et 2B d'étude à long terme, il est nécessaire de conserver une partie des échantillons.

L'échantillon de matière végétale est composite (cf. **modes opératoires « prélèvement des végétaux »** : [cultures à racines tubérisées](#), [cultures à grains](#), [cultures légumières](#), [prairie](#)). Il faut proscrire le matériel d'échantillonnage en fer et privilégier les matériaux non-métalliques comme la céramique (couteaux en céramique). Il est néanmoins acceptable de prendre un matériel en inox mais non-peint.

Conditionner les végétaux dans du papier sans encre ou des filets avant de les envoyer au laboratoire le plus rapidement possible après la récolte (moins de 6 heures). Si des MIS sont à analyser, le transfert vers le laboratoire se fait en glacière et très rapidement. Si des CTO ou des ET sont à analyser, et si le stockage doit être plus long avant l'envoi au laboratoire, il est indispensable de les stocker à 4°C (CTO, MIS) ou de les sécher à 60°C maximum (ET) pour éviter la volatilisation de certains ET comme le mercure, dans une étuve ventilée.

Les paramètres à mesurer au minimum et de manière complémentaire sont détaillés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 10 : Aide au choix des paramètres à analyser dans les cultures

Contaminants considérés	Paramètres à mesurer au minimum	Paramètres complémentaires souhaitables
Mesures de terrain et caractérisation physico-chimique	- Rendement (préciser impérativement la méthode de calcul) - Matière sèche/Humidité	- N total - P, K totaux - Ca, Mg totaux - Paramètres de qualité technologique liés à la production végétale
Mesures spécifiques aux contaminants choisis		
ET	- ET totaux choisis	Eventuels symptômes de phytotoxicité (B ou Mn sur vigne)
CTO	- CTO totaux choisis	
MIS	- Quantification du MIS choisi (Culture en laboratoire ou techniques moléculaires)	- Quantification à l'aide d'indicateurs spécifiques du MIS : Enzymes spécifiques, ARNm, gènes particuliers (résistance aux antibiotiques...)...

IV.4. Mesures et observations sur le climat (v. mode opératoire [d'acquisition de données climatiques](#))

Cf. **mode opératoire « mesures et observations sur le climat »**

IV.5. Mesures et observations sur les autres intrants (engrais, pesticides, eau d'irrigation)

Dans le cas où la culture exigerait des apports minéraux complémentaires ou des traitements phytosanitaires, il faut utiliser les produits les plus couramment utilisés par les agriculteurs, qu'ils soient contaminés ou non. Si les doses d'intrant apportées sont différentes selon les traitements, il est nécessaire de quantifier les flux de contaminants étudiés (surtout pour les ET) dans les engrais ou pesticides apportés afin de pouvoir comparer les traitements et réaliser des bilans de matière. A noter que les analyses d'ET ou CTO dans les produits phytosanitaires sont parfois difficiles à réaliser par les laboratoires d'analyses. Il est donc conseillé d'appliquer les mêmes doses de ces produits sur tous les traitements (en cas de même culture sur tous les traitements bien entendu).

Il est recommandé de prélever des quantités suffisantes pour conserver une partie des échantillons en vue d'analyser d'autres paramètres ultérieurement, ou un même paramètre avec une autre méthode d'analyse (cf. « **méthode de conditionnement et de conservation des échantillons à long terme** »). Pour les objectifs 2A et 2B d'étude à long terme, il est nécessaire de conserver une partie des échantillons.

De plus, si la culture est irriguée, il faut analyser le contaminant étudié dans l'eau à la sortie du système d'irrigation.

Les pluies et les retombées atmosphériques sèches sont des sources non négligeables de contaminants. Cependant, on considèrera qu'elles sont égales sur toutes les modalités et ne seront donc pas quantifiées.

IV.6. Observations sur eau ou air (cf. mode opératoire [échantillonnage d'eau en nappe perchée](#))

EAU :

L'eau est un vecteur de transport des contaminants, soit sous forme dissoute et/ou sous forme particulaire, par ruissellement en surface du sol et en subsurface et/ou drainage vers des horizons profonds. Les contaminants peuvent ainsi atteindre les eaux superficielles ou les nappes. L'eau joue également un rôle sur l'activité biologique des sols et la physiologie du végétal.

Pour obtenir un volume permettant de réaliser plusieurs analyses, il faut regrouper des échantillons d'eau prélevés à différentes dates en les conservant au congélateur. Ce choix présente l'inconvénient de ne pas permettre d'établir de cinétique d'arrivée des contaminants dans le collecteur. Les échantillons pour l'analyse des ET doivent être acidifiés avec un acide de qualité « pour analyses ».

Les paramètres à mesurer au minimum et de manière complémentaire sont détaillés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 11 : Aide au choix des paramètres à analyser dans les eaux

Contaminants considérés	Paramètres à mesurer au minimum	Paramètres complémentaires souhaitables
Caractérisation physico-chimique	- pH avant acidification - C organique dissous	- Conductivité électrique - C inorganique dissous (en particulier si pH > 7)
Mesures spécifiques aux contaminants choisis		
Eléments Traces	- ET totaux choisis	
Composés Traces	- CTO totaux choisis	- Métabolites de dégradation
Organismes Pathogènes	- Quantification du MIS choisi (Culture en laboratoire ou techniques moléculaires)	- Quantification à l'aide d'indicateurs spécifique du MIS : Enzymes spécifiques, ARNm, gènes particuliers (résistance aux antibiotiques...)

AIR :

Les émissions gazeuses de contaminants existent, notamment pour les spores de MIS, certains CTO et ET volatils, mais sont difficiles à mesurer. Ces mesures sont réservées à des dispositifs de recherche.

V. Autres données à recueillir sur l'essai : opérations culturales et suivis de la culture

Noter tout accident sur la culture (maladie, zone mal désherbée, ravageurs...) et l'ensemble des interventions culturales. Noter également la date de chacune des mesures réalisées. Noter aussi les éventuelles erreurs de manipulation de l'expérimentateur ou de l'agriculteur, de façon à pouvoir évaluer objectivement leurs conséquences pour la représentativité des résultats.

Une bonne traçabilité des opérations est indispensable à la bonne interprétation des résultats obtenus, surtout pour un objectif 2 d'étude à long terme, où l'expérimentateur peut changer au fil des années. Ceci facilite la transmission des informations.

VI. Traitement et valorisation des résultats (cf. [procédure de validation statistique des données](#))

Calculs de stocks d'ET et CTO, à partir de la concentration massique dans la terre et la densité apparente :

La densité d'un sol varie au cours de l'année (le travail du sol tend à la diminuer, alors que le passage d'engins lourds et les pluies la font augmenter) et au cours des années (l'horizon de surface peut se tasser au fil du temps quand on passe d'un système labouré à un système non labouré, ou au contraire « s'alléger » quand on y incorpore de la MO). Pour calculer des stocks d'ET ou de CTO, et leur évolution, il est nécessaire de travailler à masse de sol constante entre 2 dates de mesure, par exemple entre l'état initial et l'état final. On cherche à calculer le stock d'ET pour une masse de terre à $t=0$, puis le stock d'ET pour la même masse de terre à la fin de l'essai.

Pour ce faire, il faut mesurer, à $t=0$, et à la fin :

- teneurs en ET et densité apparente de l'horizon de surface (d'incorporation du PRO)
- teneurs en ET et densité apparente de l'horizon sous-jacent

Pour le calcul, se référer au Protocole 4 (Matière organique) Partie IV.1, Objectifs 1 et 2 : le calcul du stock d'un ET se fait de la même façon que celui du stock de C.

Transformation de variable pour les concentrations en MIS : la variabilité observée dans les analyses de MIS est telle, qu'il est parfois difficile d'obtenir, après traitements statistiques, des moyennes ou écart-types suffisamment faibles pour que l'effet du traitement soit significativement différent entre modalités. Il est couramment admis que le traitement de ces données peut se faire en les transformant sous la forme logarithmique.

Protocole	Personnes ressources	E-mail
PROTOCOLE 5 : Suivi du devenir de contaminants dans les compartiments sol, plante, eau, suite à l'épandage d'un PRO	Anne Schaub (ARAA) Mathieu Buffet (CA08) Laure Vieublé Gonod (UMR EcoSys) Matthieu Bravin (CIRAD La Réunion) Claire Sophie Haudin (UMR EcoSys)	a.schaub@alsace.chambagri.fr M.Buffet@ardennes.chambagri.fr lvieuble@grignon.inra.fr matthieu.bravin@cirad.fr haudin@agroparistech.fr

LES INERTES

Les inertes sont l'ensemble des fragments qui ne sont pas constitués de matière organique non synthétique (plastiques, verres, métaux, cailloux, coquillages, coquilles, os...). Les PRO peuvent en contenir, notamment les déchets issus de tri (déchets verts, fraction fermentescible des ordures ménagères), plus ou moins transformés (compost, digestat de méthanisation).

La recherche des inertes dans les PRO est obligatoire pour les amendements organiques voulant se référer aux normes NF U44-051 et NF U44-095 et se fait selon la norme prNF U44-164. Cette méthode de recherche des inertes est adaptable à d'autres matrices organiques.

Par contre, il n'existe pas de méthode de référence pour mesurer les inertes dans la terre.

LES MYCOTOXINES

Les mycotoxines sont produites par certains *Fusarium*, champignons à l'origine de fusarioses (maladies de certains végétaux). Elles sont plus ou moins toxiques par ingestion pour les animaux et l'homme et la teneur maximale pour certaines d'entre elles est réglementée ou recommandée dans les grains de maïs (déoxynivalénaol DON, zéaralénone, fumonisines, aflatoxines B1 et B2), de céréales à pailles (déoxynivalénaol DON, zéaralénone), et de soja, colza et tournesol (aflatoxines).

Les mycotoxines sont mesurées sur les échantillons de grains destinés aux analyses des ET en veillant à sécher les échantillons dans une étuve ventilée à 60°C dès le prélèvement, jusqu'à ce que les grains contiennent environ 15 % d'eau. Ils sont ensuite envoyés au laboratoire d'analyse dans des sachets en plastique.

ANNEXES AUX PROTOCOLES

Annexe aux protocoles : Qualité des productions

L'objectif Qualité des productions agricoles est rarement l'objectif unique d'une expérimentation sur les PRO. Mais il peut en être l'un des éléments.

Le terme qualité peut s'entendre à la fois sur le plan gustatif, sur le plan technologique, sur le plan nutritionnel ou sur le plan sanitaire. Certains critères qualitatifs sont parfois repris dans la réglementation (seuils en éléments nutritifs à atteindre ou seuils en éléments toxiques à ne pas dépasser – voir le protocole Contaminants pour ce dernier point).

Pour certains fruits et légumes, la qualité rime avec conformité à un cahier des charges et agréage de lots. La couleur (verte pour les poireaux et têtes d'artichaut ...), le calibre, la forme, la présence de taches, sont des éléments qui financièrement peuvent avoir un fort impact sur le revenu du producteur. Ces critères peuvent être pris en compte dans le cas d'une expérimentation sur les PRO.

Qualité gustative

Au niveau gustatif, la qualité peut être jugée à différents niveaux en fonction du produit récolté. En particulier si le produit est transformé par la suite, elle peut être étudiée sur ce produit final. Le guide n'aborde pas cette partie aval de la transformation. Cependant certains paramètres peuvent permettre d'estimer la qualité du produit fini à partir du produit initial. Ainsi, sur raisins de cuve, des paramètres comme la teneur en sucres, l'acidité totale, la teneur en anthocyanes permettent, en partie, d'évaluer la qualité du vin au final.

Lorsque le produit est consommé en l'état, d'autres critères interviennent.

Pour les fruits par exemple, l'indice réfractométrique (ou la richesse en sucres) et l'acidité, peuvent être déterminés pour mesurer leur qualité gustative, mais aussi des critères comme la couleur, la fermeté, le calibre...

Il peut être nécessaire, de façon à récolter le produit au bon moment, de réaliser des contrôles pour juger du degré de maturité des fruits. En effet la qualité du produit à la récolte est fortement liée à son degré de maturité. Pendant la phase de maturation, les sucres s'accumulent dans les fruits alors que l'acidité diminue. Suivant notamment l'équilibre sucres/acidité que l'on désire (et qui peut varier suivant le fruit ou sa destination), la récolte peut être réalisée plus ou moins tôt.

Au niveau expérimental, lorsque des écarts de maturité sont mis en évidence, on peut décider de récolter les traitements, en fonction des objectifs de l'essai, soit à date égale, soit à maturité égale. Dans ce dernier cas, une récolte échelonnée de la parcelle d'essai n'est pas nécessaire lorsque les différences de maturité sont inférieures à 4 jours. Cette solution peut entraîner un biais en termes climatiques dans le sens où les conditions météorologiques suivant la première récolte peuvent être défavorables à la maturation et à l'état sanitaire de la récolte des traitements plus tardifs. Une solution, plus coûteuse, est de contrôler les traitements à la fois à date égale et à maturité égale.

L'interprétation des résultats concernant les différences de qualité gustative est délicate car cette dernière peut certes varier en fonction d'apports de PRO, mais le terroir (type de sol, exposition de la parcelle, etc.) ou les conditions de culture (densité de plantation, irrigation...) sont souvent les premiers facteurs explicatifs d'une différence de qualité gustative (pour une même variété végétale bien entendu). Ceci a pu être montré sur des suivis gustatifs chez la carotte, où le terroir et la densité de semis jouaient plus que tous les autres facteurs de production, fertilisation comprise.

Qualité technologique

Au niveau technologique, c'est également la transformation du produit initial qui est prise en compte. Pour les céréales, le taux de protéines ou la force boulangère permettent d'évaluer la qualité de panification du produit. Pour les betteraves et la canne à sucre, la richesse en sucres donne une indication de ce qui pourra être extrait du produit. Le taux d'impureté est également un critère de valeur technologique pour la betterave. Pour le raisin de cuve, la teneur en azote assimilable du moût est un indicateur de sa fermentescibilité par les levures. Des précautions doivent être parfois prises pour la mesure de cette qualité technologique. Ainsi, sur moût de raisin, la détermination de la richesse en sucres est à réaliser dans les heures qui suivent l'extraction du jus ou le moût doit être conservé au frais, ce moût pouvant partir en fermentation. Par contre pour la détermination du pH, le moût ne doit pas être refroidi ou congelé (précipitation de l'acide tartrique et du potassium).

Pour les céréales les qualités technologiques (qualité boulangère, teneur en protéines ...) se mesurent sur des échantillons de grains prélevés à la récolte sans autres précautions particulières que de récolter à une humidité suffisamment faible ($\leq 15\%$) pour éviter toute détérioration du grain au cours de la conservation. Si un séchage s'avère nécessaire, la température ne devra pas dépasser 80°C pour des mesures de teneurs en N.

Pour les légumes, la qualité technologique est souvent abordée par rapport à leur conservation et à leur faculté à être transportés. La conservation peut être meilleure pour des légumes plus riches en matière sèche (MS), elle-même dépendante en partie de la fertilisation, donc à d'éventuelles différences après apports de PRO différents ou à doses variables.

Qualité nutritionnelle

L'efficacité alimentaire de la consommation du produit sur l'Homme (fruits par exemple, avec la richesse en vitamines) ou sur l'animal (prairie par exemple, avec la qualité des fourrages) peut être évaluée.

Pour les fourrages les qualités alimentaires se mesurent sur des échantillons séchés à une température de 80°C pendant 48 heures. Ces échantillons peuvent toutefois être acheminés au laboratoire en frais ou congelés. Dans ces cas s'assurer de la rapidité et de la qualité du transport ou utiliser des transports frigorifiques pour éviter toute détérioration de l'échantillon au cours de ce transport.

Pour les légumes, la fertilisation, et donc les apports de différents PRO ou à différentes doses, peut avoir un impact sur les teneurs en éléments minéraux ou en vitamines. Si une telle recherche de lien entre apport de PRO et qualité nutritionnelle est envisagée, il est important de bien déterminer en parallèle les teneurs en matières sèches des produits analysés, de manière à ce que l'expression des résultats puisse être effectuée sur la matière fraîche (car les teneurs en MS peuvent également varier en fonction de la fertilisation, comme nous l'avons vu dans le cadre de la qualité technologique).

Qualité sanitaire

Au niveau sanitaire, une comparaison de certains paramètres à une norme, une réglementation, permet de juger de la qualité du produit : taux de nitrates, présence de micro-organismes pathogènes pour les légumes (voir protocole 5 Contaminants), teneur en ochratoxine A sur raisins, mycotoxines sur céréales... Dans le cas des nitrates par exemple, les légumes doivent être maintenus au froid (4°C) dès leur récolte, et analysés le plus rapidement possible (dans la semaine). Les comparaisons de teneurs en nitrates en fonction d'une variable de fertilisation doivent être faites sur des légumes récoltés à la même heure, les teneurs en nitrates dans la plante variant au cours de la journée. Enfin il est

recommandé, en plus de la teneur en nitrates, de déterminer celle en nitrites, les nitrates se transformant en nitrites dans la plante après la récolte, surtout si les modalités de conservation ne sont pas optimales (température trop élevée, temps de conservation trop long).

Conformité à un cahier des charges

Pour les fruits et légumes il existe des critères d'agrèage de lots variables selon les clients de l'organisme de mise en marché. Ces critères prennent en compte le calibre, l'aspect sanitaire mais aussi la couleur en plus de données comme le taux de sucre ou l'acidité. De plus en plus des cahiers des charges « produit », très précis sur des critères de production, sont appliqués (EurepGap).

Pour les raisins et les vins, une réglementation existe, se basant sur des cahiers des charges, où certains critères analytiques doivent être respectés. C'est le cas notamment de la richesse en sucres des raisins pour les AOP.

Ces différents niveaux qualitatifs sont à rapprocher du volet économique : un produit de qualité se vendra mieux et plus cher (et sera donc plus rémunérateur).

Les analyses ou notations sont réalisées sur le produit récolté (grains, légumes, fruits...), à partir d'un prélèvement (voir modes opératoires). Le stade de prélèvement est à respecter. Des précautions particulières sur la conservation de l'échantillon, en fonction des paramètres à analyser, peuvent être à prendre (voir exemples ci-dessus).

Annexe aux protocoles : Facteurs non liés aux PRO étudiables sur l'ensemble des protocoles

Le tableau ci-dessous propose une liste indicative de facteurs non liés au PRO qu'il est possible d'étudier ; il est possible de croiser plusieurs facteurs.

Types de facteurs	Facteurs	Modalités ou niveaux	Intérêt particulier pour certains contaminants
Liés au sol	Type de sol	Différents types de sol présents dans une parcelle ou dans des parcelles différentes (essais en réseau)	Impact sur rétention, transfert, dégradation...
	pH	Différents pH toutes choses égales par ailleurs (suite au chaulage de certaines parties de la parcelle par exemple)	ET : le prélèvement par les cultures et le transfert dans les eaux sont dépendants du pH du sol CTO/MIS : Impact sur activités microbiennes
Liés à la culture	Espèce végétale	Différentes espèces	ET/CTO : Microflore rhizosphérique différente → impact sur interactions biologiques ET : certaines espèces prélèvent davantage que d'autres
	Variété végétale	Différentes variétés	ET : certaines variétés prélèvent davantage que d'autres
	Organe végétal	Différents organes pour une même espèce (par ex : maïs ensilage vs maïs grain)	ET : certains organes accumulent davantage que d'autres
	Peuplement végétal	Différentes densités de semis	MIS ?
Liés à la conduite de la culture	Type d'amendement	Avec et sans amendement basique ou différents amendements basiques ; avec et sans amendement organique complémentaire du PRO ou différents amendements organiques	ET/CTO/MIS : les amendements basiques modifient le pH, les amendements organiques modifient des propriétés du sol en lien avec la spéciation des ET, impact sur activités microbiennes
	Type d'engrais minéral	Avec et sans engrais ou différents engrais	ET : certains engrais modifient le pH (ex. engrais N) et apportent des ET (ex. engrais P) CTO : l'ajout d'éléments fertilisants influence la dégradation de la MO « priming effect »
	Dose d'amendement (autres que PRO)	Différents tonnages d'amendement	
	Dose d'engrais	Différents tonnages d'engrais	
	Profondeur de travail du sol	Différentes profondeurs de travail pour un même type de travail	Impact sur distribution et activité des microorganismes, distribution des CTO, ET
	Type de travail du sol	Avec et sans retournement ; semis direct, travail superficiel, labour...	Impact sur distribution et activité des microorganismes, distribution des CTO, ET
	Délai entre l'épandage et le travail du sol	Différents laps de temps	MIS

Tableau 1 : Aide au choix des éventuels facteurs non liés au PRO à étudier

Contacts – Personnes ressources des protocoles

Protocole	Personne ressource	E-mail
PROTOCOLE 1 : Évaluation de la cinétique de minéralisation de l'azote organique d'un PRO	Virginie Parnaudeau (INRA Rennes) Alain Bouthier (ARVALIS) Robert Trochard (ARVALIS)	Virginie.Parnaudeau@rennes.inra.fr a.bouthier@arvalisinstitutduvegetal.fr r.trochard@arvalisinstitutduvegetal.fr
PROTOCOLE 2 Évaluation de l'effet direct azote (et soufre) d'un PRO sur une culture réceptrice	Alain Bouthier (ARVALIS)	a.bouthier@arvalisinstitutduvegetal.fr
PROTOCOLE 2bis : Évaluation de l'effet direct azote d'un PRO sur plantes ligneuses	Jean-Yves Cahurel (IFV)	Jean-Yves.CAHUREL@vignevin.com
PROTOCOLE 3 : Valeur fertilisante phosphatée des PRO	Rémy Duval (ITB)	duval@itbfr.org
PROTOCOLE 4 : Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques après apports répétés de PRO dans un sol cultivé	Sabine Houot (INRA EGC Sol)	houot@grignon.inra.fr
PROTOCOLE 4bis : Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques dans un sol, sur plantes pérennes ligneuses	Jean-Yves Cahurel (IFV)	Jean-Yves.CAHUREL@vignevin.com
PROTOCOLE 5 : Suivi du devenir de contaminants (éléments traces, composés traces organiques, microorganismes l'intérêt sanitaire) dans les compartiments sol, plante, eau, suite à l'épandage d'un PRO	Anne Schaub (ARAA) Mathieu Buffet (CA08) Laure Vieublé Gonod (AgroParisTech – INRA EGC Sol) Matthieu Bravin (CIRAD La Réunion) Claire Sophie Haudin (AgroParisTech – INRA EGC Sol)	a.schaub@alsace.chambagri.fr M.Buffet@ardennes.chambagri.fr lvieuble@grignon.inra.fr matthieu.bravin@cirad.fr haudin@agroparistech.fr

Références bibliographiques

Conseil pour le choix du dispositif statistique expérimental :

Dagnélie P., 2012. Principes d'expérimentation : Planification des expériences et analyse de leurs résultats. Gembloux, Presses agronomiques de Gembloux, 413 p.

Letourmy P., 1999. Expérimentation Agronomique planifiée (support de cours), 50p.

Protocole 1 : Évaluation de la cinétique de minéralisation de l'azote organique d'un PRO

Mary B., Beaudoin N., et al., 1999. Calculation of nitrogen mineralization and leaching in fallow soil using a simple dynamic model. *European Journal of Soil Science* 50: 549-566.

Parnaudeau V., Genermont S., et al., 2009. "Measured and simulated nitrogen fluxes after field application of food-processing and municipal organic wastes." *Journal of Environmental Quality* 38(1): 268-280.

Recous, 1997, Rodrigo *et al.*, 1997

Protocole 2 : Évaluation de l'effet direct azote (et soufre) d'un PRO sur une culture réceptrice

COMIFER 2013. Calcul de la fertilisation azotée : guide méthodologique pour l'établissement des prescriptions locales, cultures annuelles et prairies.

Protocole 3 Valeur fertilisante phosphatée des PRO

Guivarch A. 2001. Valeur fertilisante à court terme du phosphore des boues de stations d'épuration urbaines. Thèse de doctorat INPL.

Lineres M. 2009. Valeur fertilisante phosphatée des produits organiques. Journées Comifer-Académie d'agriculture, 17 mars 2009.

Morel C., Lineres M. 2003. Phytodisponibilité et valeur fertilisante du phosphore de déchets urbains. Agriculture et épandage de déchets urbains et agro-industriels. Les Dossiers de l'environnement de l'INRA, n° 25, Paris, 2003, pp 35-44.

Protocoles 4 et 4bis : Essai de longue durée en vue d'évaluer l'évolution des stocks de matières organiques après apports répétés de PRO dans un sol cultivé / sur plantes ligneuses

Ademe, 2012. Bioindicateurs : des outils biologiques pour des sols durables. Fiches outils.

Afnor, 1993. NF P 94-051. Sol : reconnaissance et essais. Détermination des limites d'Atterberg. Limite de liquidité à la coupelle ; limite de plasticité au rouleau. Mars 1993.

Afnor 1998. ISO 11274 Qualité du sol — Détermination de la caractéristique de la rétention en eau — Méthodes de laboratoire

Afnor, 2007. NF X31-516 Qualité du sol - Fractionnement granulo-densimétrique des matières organiques particulières du sol dans l'eau Septembre 2007

Afnor, 2013. NF EN ISO 10930 Qualité du sol - Mesure de la stabilité d'agrégats de sols soumis à l'action de l'eau. Mai 2013

Duparque A., Tomis V. et Desheulles F. 2012. Gérer l'état organique des sols dans les exploitations agricoles. Agrotransfert.

Le Bissonnais Y. 1996. Aggregate stability and assessment of soil custability and erodibility : I Theory and methodology. *European Journal of Soil Science* 47, 425-437.

Protocole 5 : Suivi du devenir de contaminants (éléments traces, composés traces organiques, microorganismes d'intérêt sanitaire) dans les compartiments sol, plante, eau, suite à l'épandage d'un PRO

→ Références proposées pour les ET

Juste C., Chassin P., Gomez A., Linères M., Mocquot B., Feix I., et Wiat J. 1995. Les micro-polluants métalliques dans les boues résiduaire de stations d'épuration urbaines. Collection Valorisation agricole des boues d'épuration, Connaître pour agir, Guides et Cahiers techniques, ADEME Angers/INRA, 209 pages.

Desportes I., 2007. Bilan des flux de contaminants entrant sur les sols agricoles de France métropolitaine. Bilan qualitatif de la contamination par les éléments traces métalliques et les composés traces organiques et application quantitative pour les éléments traces métalliques. Rapport final, mai 2007, SOGREAH, ADEME, MEDAD, MESR, 329 pages.

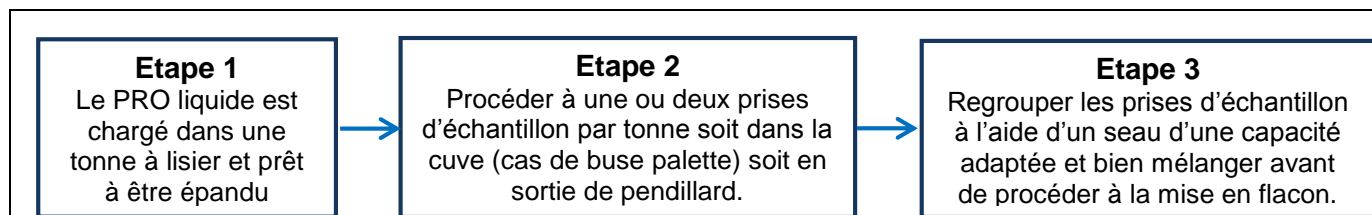
→ Références proposées pour les CTO

Jauzein M., 1995 - Les micro-polluants organiques dans les boues résiduaire de stations d'épuration urbaines – ADEME/IRH, 224 pages.

MODES OPERATOIRES

Mode opératoire : Échantillonnage d'un PRO liquide

Objectifs, domaine d'application : Obtenir un échantillon représentatif d'un lot de PRO liquide	
Mots-clefs : Agitation, échantillonnage, représentativité, prélèvements élémentaires	
Recommandations hygiène et sécurité Bleu de travail et bottes, port de gants et de lunettes de protection conseillé	
Préparation de l'intervention : Convenir d'un étiquetage permettant d'assurer la traçabilité des échantillons Matériel : Utiliser un flaconnage en verre pour les analyses de composés traces organiques Canne à échantillonnage, perche avec préleveur ou préleveur lesté relié à une corde, seau, soucoupe plastique pour pot carré.	
Description de la méthode	
Echantillonnage sur le site de production	Echantillonnage sur le site d'essai (méthode suggérée pour tenir compte des réalités agronomiques ¹)
<div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">Etape 1</p> <p style="text-align: center;">Agitation mécanique du silo</p> </div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: 45%;"> <p style="text-align: center;">Etape 1bis</p> <p style="text-align: center;">Silo sans agitateur : aspiration / refoulement à l'aide d'une tonne à lisier</p> </div> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>Etape 2</p> <p>Réaliser les prélèvements élémentaires : 4 séries de 5 prélèvements de 0,5 litre</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>Etape 3</p> <p>Regrouper les prélèvements élémentaires dans un seau d'une capacité adaptée et bien mélanger le contenu</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>Etape 4</p> <p>Procéder à la mise en flacon de l'échantillon</p> </div>	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>Etape 1</p> <p>Le PRO liquide est chargé dans une tonne à lisier et est prêt à être épandu</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>Etape 2</p> <p>Sur la parcelle de l'essai préalablement balisée, disposer plusieurs soucoupes carrées bien ancrées au sol à intervalle régulier</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>Etape 3</p> <p>Procéder à l'épandage sur la parcelle de l'essai</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; text-align: center;"> <p>Etape 4²</p> <p>Regrouper le contenu des différentes soucoupes dans un seau d'une capacité adaptée et bien mélanger avant de procéder à la mise en flacon</p> </div>
<p>¹ : Echantillonnage sur le site d'essai adapté à la méthode du bilan CORPEN (méthode suggérée pour prendre en compte les pertes de N par volatilisation des formes. Ammoniacales pendant l'épandage). En cas d'échantillonnage dans la cuve au champ, les pertes de N-NH₄ au champ ne sont pas prises en compte.</p> <p>² : Pour des PRO caractérisés par une forte teneur en azote ammoniacal (ex. lisier, fientes...), plus le délai entre le regroupement du contenu des soucoupes et la prise d'échantillon pour analyse est long, plus la volatilisation de l'ammoniac sera élevée.</p>	



Préconisations sur le conditionnement et l'envoi des échantillons

Conditionnement des échantillons

Selon les paramètres à analyser, il est souhaitable de conditionner les échantillons dans un flaconnage adapté. Il est accepté que :

- pour les analyses liées aux paramètres agronomiques et aux éléments traces métalliques, les flacons plastiques conviennent
- pour les analyses liées aux composés traces organiques, les flacons en verre sont préférables
- pour les analyses microbiologiques, les flacons doivent avoir été préalablement stérilisés.

Conservation et envoi des échantillons

Une fois l'échantillon mis dans le flaconnage adapté, ils doivent être conservés à l'abri de la chaleur dans une glacière réfrigérée si possible juste après leur prise.

L'envoi au laboratoire doit être réalisé de telle sorte qu'il y ait le plus court délai possible entre la prise d'échantillon et le début des analyses

Références bibliographiques – Sources – Personnes ressources (contact)

Arrêté du 8 Janvier 1998, annexe V point 2.1

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec - CAHIER 2, Echantillonnage des rejets liquides – Juillet 2009.

1482-1 : engrais/amendement basique : échantillonnage guide ISO 5667-13 BOUES

Chambre Régionale d'Agriculture de Bretagne

pole.agronomie@bretagne.chambagri.fr


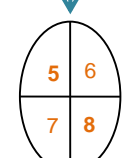
02 23 48 23 23

Chambre d'agriculture des Ardennes

service.technique@ardennes.chambagri.fr

03 24 36 64 40

Mode opératoire : Échantillonnage d'un PRO solide

Objectifs, domaine d'application : Obtenir un échantillon représentatif d'un lot de PRO solide	
Mots-clefs : Echantillonnage, représentativité, prélèvements élémentaires, quartage*, tarière, godet petit volume *Le quartage est une opération d'échantillonnage permettant de diviser un tas afin de sélectionner un échantillon représentatif	
Recommandations hygiène et sécurité Bleu de travail et botte, port de gants et de lunettes de protection conseillé	
Préparation de l'intervention : Convenir d'un étiquetage permettant d'assurer la traçabilité des échantillons Matériel : Utiliser un flaconnage en verre pour les analyses de composés traces organiques Système de quartage, tarière de type Edelman gros diamètre (7 cm), seau	
Description de la méthode	
<p style="text-align: center;">Echantillonnage par tranchées : méthode adaptée à tous les lots. En cas de grands volumes, faire plusieurs tranchées.</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">Etape 1 (à l'aide de tranchées) Réaliser une à plusieurs tranchées dans le tas à l'aide d'un godet de chargeur et procédé à la prise d'échantillon sur la tranche réalisée au tiers supérieur, au milieu et sur le tiers inférieur.</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">Etape 2 Regrouper les prélèvements élémentaires dans un seau et bien mélanger le contenu L'utilisation d'un diviseur* est conseillée. Cet outil simple permet de passer d'un volume important (somme des prélèvements élémentaires) à un échantillon à analyser par divisions progressive.</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">Etape 3 Procéder à la mise en flacon de l'échantillon</p> </div>	<p style="text-align: center;">Echantillonnage par quartage : méthode adaptée à des lots de gros volumes (> 1000 t MB)</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">Etape 1 Idem à la partie de gauche</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">Etape 2 Réaliser les prélèvements élémentaires en différents points et à différentes profondeurs du lot à l'aide d'un petit chargeur. Former un tas à l'aide des prélèvements élémentaires</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">Etape 3 procéder au quartage</p> <div style="display: flex; align-items: center; justify-content: center;"> <div style="margin-right: 10px;">Exclusion des quarts 1 et 4</div>  </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">Regroupement des quarts 2 et 3 pour obtenir un nouveau tas</p> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="display: flex; align-items: center; justify-content: center;">  <div style="margin-left: 10px;">Exclusion des quarts 6 et 7</div> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <p style="text-align: center;">Regroupement des quarts 5 et 8 pour obtenir un nouveau tas</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; margin: 10px 0;"> <p style="text-align: center;">Etape 4 Répéter la procédure jusqu'à obtenir un échantillon d'environ 1 à 2 kg</p> </div>

Solution alternative pour les PRO susceptibles de présenter une forte hétérogénéité ou des difficultés d'échantillonnage en tas (Ex. : Fumier pailleux de bovins)

Etape 1

Sur la parcelle de l'essai préalablement balisée, disposer plusieurs contenants (soucoupe carré, bac rectangulaire...) bien ancrés au sol à intervalle régulier et procéder à l'épandage manuel ou mécanique du tas



Etape 2

La prise d'échantillon se fait en rassemblant le contenu des différents contenants dans un seau d'une capacité adaptée



Etape 3

Mélanger longuement l'ensemble collecté et constituer un échantillon à analyser d'environ 1,5 kg



Etape 4

Procéder à la mise en flacon de l'échantillon

Pour des PRO de type fumier pailleux, des expérimentations réalisées par la Chambre d'agriculture de Bretagne attestent qu'avec cette méthodologie le coefficient de variation des résultats d'analyses est situé autour de 5 % alors qu'un échantillonnage direct dans le tas entraîne une variation risquant d'être supérieure à 30 %.

**Un diviseur est constitué d'une caisse cubique (ouverte en partie haute) divisée en deux compartiments par une plaque verticale dépassant le bord de cette caisse de 20 cm environ. Le PRO est versé dans cette caisse sur la plaque. Le PRO se divise en deux parties environ égales qui tombent dans chacun des 2 compartiments. Le contenu d'un des deux compartiments est repris pour être divisé par deux de nouveau. L'opération est renouvelée jusqu'à l'obtention d'un échantillon de 1 à 1.5 kg.*

Estimation de la durée de l'intervention :

Echantillonnage par tranchée, 60 minutes pour les prélèvements élémentaires et 10 minutes pour la mise en flacon.
Echantillonnage par quartage, 2 h pour les prélèvements élémentaires et le quartage, 10 minutes pour la mise en flacon.

Références bibliographiques – Sources – Personnes ressources (contact)

Arrêté du 8 Janvier 1998, annexe V point 2.2

[Norme NF EN 12579](#) 2000 et 2013 Amendement organique et support de culture

Chambre Régionale d'Agriculture de Bretagne

pole.agronomie@bretagne.chambagri.fr

02 23 48 23 23

Chambre d'agriculture des Ardennes

service.technique@ardennes.chambagri.fr

03 24 36 64 40

Mode opératoire : Épandage de PRO manuel, gestion de la dose et de la répartition

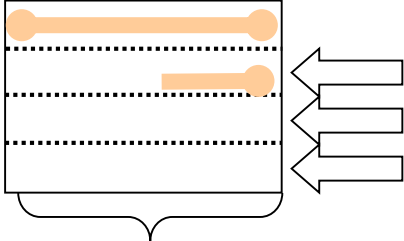
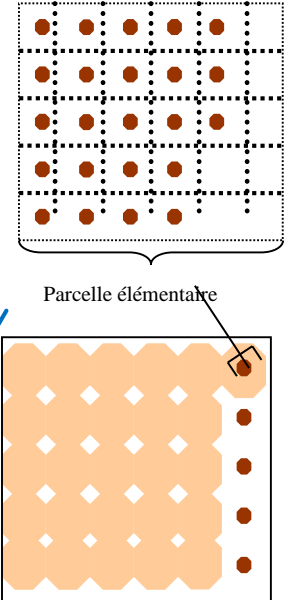
<p>Objectifs, domaine d'application : Apporter une quantité maîtrisée de PRO solide ou liquide de manière homogène sur la surface de la parcelle d'essai. L'épandage manuel est adapté à de petites à moyennes surfaces expérimentales (< 200 m²).</p>	
<p>Mots-clés : Épandage, homogénéité, manuel</p>	
<p>Recommandations hygiène et sécurité Bleu de travail et botte, Port de gants et de lunettes de protection conseillé</p>	
<p>Préparation de l'intervention : Matériel : Arrosoir, brouette, balance, contenant, pelle, fourche, ficelles, piquets (gants, lunette) Balisage des parcelles à épandre sur le terrain</p>	
<p>Description de la méthode Au préalable, il importe de réfléchir aux objectifs, en particulier pour le cas d'essai azote où le mode d'apport liquide (palette, pendillard, injection) peut fortement impacter les résultats.</p>	
<p style="text-align: center;">PRO Liquides</p> <p style="text-align: center;">Épandage de volume connu par arrosage Agitation du PRO avant épandage*</p> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 1 Découper la parcelle en bandes</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 0 auto 10px auto;">↓</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 2 Arrosoir contenant le volume à épandre pour une bande</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 0 auto 10px auto;">↓</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 3 Déverser progressivement le contenu de l'arrosoir dans une bande</p> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;">  <p style="text-align: center;">Parcelle élémentaire</p> </div> </div>	<p style="text-align: center;">PRO Solides</p> <p style="text-align: center;">Épandage avec brouette ou pots préalablement pesés sur zonage dans la parcelle.</p> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;"> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 1 Quadrillage de la parcelle élémentaire</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 0 auto 10px auto;">↓</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 2 Charger la brouette ou pot d'un poids adapté au cadre</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 0 auto 10px auto;">↓</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 3 Déposer chaque pesée dans un cadre</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 0 auto 10px auto;">↓</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 3 bis Épandre à la main, à la pelle ou à la fourche</p> </div> <div style="text-align: center; margin: 0 auto 10px auto;">↓</div> <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; width: fit-content; margin: 0 auto 10px auto;"> <p>Etape 4 Étaler les tas avec un râteau</p> </div> <div style="text-align: center; margin-top: 20px;">  <p style="text-align: center;">Parcelle élémentaire</p> </div> </div>
<p><small>* Certains PRO liquides ont une forte propension à décanter. Pour éviter l'impact de cette variation qualitative dans le temps, soit un système d'agitation est mis en place (attention aux pertes de NH₄⁺) soit 2 à 3 échantillons sont prélevés durant la phase d'apport.</small></p>	



Figure 1 : Epandage manuel de digestat à l'aide d'un arrosoir (CRAB)

Etape 1 : Découper la parcelle à épandre en bandes d'une surface adaptée au volume de l'arrosoir. Matérialiser le découpage.

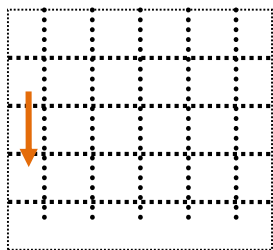
Exemple : Pour une dose d'épandage de 50 m³/ha, il faut épandre 5 l/m², soit 1 arrosoir d'une capacité de 10 litres déversé sur une bande de 2 mètres de long et de 50 cm de large.

Etape 2 : Mesurer le volume voulu par bande dans l'arrosoir

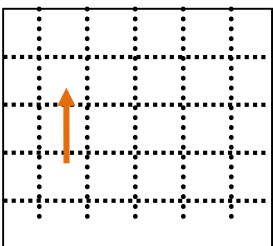
Etape 3 : Arroser chaque bande avec l'arrosoir sans la pomme (équivalence pendillard) en essayant d'être le plus homogène possible.

Lorsque plusieurs passages sont requis par bande, il est préférable de faire chaque passage dans un sens opposés au dernier pour garantir une meilleure répartition de la dose.

Etape 3bis Ouverture du sillon à l'aide d'un motoculteur et arrosage de la tranchée ainsi créée



Etape 3bis Répétition de la procédure en décalant l'axe de passage du motoculteur de manière à ce que l'ouverture du nouveau sillon rebouche l'ancien



Etape 3 bis : Un équivalent injection type « coudre » à 10/15 cm peut être imaginé en créant un sillon avec un motoculteur, puis, au fur et à mesure de sa création, verser à l'arrosoir la dose calculée. Le sillon est refermé 2 à 5 minutes après lors du passage suivant.

Etape 1 : Découper la parcelle en carreaux et matérialiser le découpage

Exemple : A une dose d'épandage de 20 t/ha, il faut apporter 2 kg/m².

Etape 2 : Charger le contenant (brouette, pot) jusqu'au poids déterminé par carreau pour arriver à la dose d'épandage voulu.

Etape 3 : Déposer chaque pesée au centre du cadre.

Etape 3 bis : Pour les PRO de type fiente, fumier de volaille et compost criblé, il est préférable de ne pas verser le contenu au centre du cadre car l'étalement de la matière peut s'avérer difficile. Dans ce cas il est préférable d'épandre à la main, à la pelle (ou à la fourche pour les PRO pailleux). directement à l'intérieur du cadre.

Etape 4 : Etaler à l'aide d'une fourche ou d'un râteau chaque tas de manière à assurer une répartition homogène du PRO au sol.

Durée de l'intervention :

Dépend de la taille de la parcelle à épandre.

A titre d'indication, pour une expérimentation contenant 28 modalités, l'épandage de lisier, de digestat et d'une solution azote a été effectué en 7 heures, imprévus compris.

Références bibliographiques – Sources – Personnes ressources (contact)

Station des Cormiers/CRAB :

Pierre Havard : 02 22 93 63 64 – 06 15 16 04 25

Station des Cormiers

La Bourdinière

35140 ST AUBIN DU CORMIER

Chambre Régionale d'Agriculture de Bretagne

pole.agronomie@bretagne.chambagri.fr

02 23 48 23 23

Mode opératoire : Épandage de PRO à la machine, gestion de la dose et de la répartition

Objectifs, domaine d'application :

Apporter une quantité maîtrisée de PRO solide ou liquide de manière homogène sur la surface de la parcelle d'essai. L'épandage à la machine est adapté à de grandes surfaces expérimentales > 1000 m².

Mots-clefs :

Épandage, homogénéité, tonne à lisier, injecteur, pendillard, table d'épandage, fond poussoir, Eco-Epandage

Recommandations hygiène et sécurité

Bleu de travail, port de gants et de lunettes de protection conseillé.

Préparation de l'intervention :

Éléments à considérer pour choisir la machine adaptée :

La régularité d'un épandage dépend de plusieurs facteurs : la nature du PRO, le type de machine utilisée et le niveau de chargement de la caisse ou de la cuve d'épandage. Pour réaliser un épandage homogène, il faut bien adapter la machine au PRO à épandre et choisir un appareil qui respecte des objectifs de répartition longitudinale et latérale constants.

PRO Liquides (Dose d'objectif > 15 m³/ha ; Matériel conseillé : *Répondant à la certification Eco-Epandage*) :

Il faut éviter tout appareil utilisant une buse palette (sauf si son utilisation est prévue au protocole) car ce type de machine présente une répartition latérale très variable. Il est préférable d'utiliser un matériel équipé soit d'une rampe à pendillards (Existe avec des largeurs de travail comprises entre 12 et 28 mètres) soit d'un enfouisseur ou injecteur (Existe avec des largeurs de travail comprises entre 3 mètres et 12 mètres).

Avec ce type d'appareil, la répartition transversale est très satisfaisante (Dérive Normative ≤ 10%) à la condition de respecter les consignes du constructeur (débit hydraulique d'alimentation du broyeur répartiteur, pression d'alimentation si épandeur vacuum) et de fonctionner en plein débit.

Attention, la vitesse d'avancement étant le facteur d'ajustement de la dose, il convient de disposer d'un tracteur d'une puissance adaptée à la machine utilisée pour pouvoir la déplacer à la vitesse requise.

Néanmoins, pour l'injecteur ou la rampe à pendillard, selon le PRO, certaines goulottes peuvent se boucher et entacher d'erreur la répartition transversale. Le risque de bouchage peut-être estimé à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Risque de bouchage} = ((\% \text{ MS})^{1,3} \times (\text{longueur des pailles (en mm)})^{0,8}) / 12,1$$

Pour un indice inférieur à 100, le risque est faible. Pour un indice entre 100 et 140, le risque est moyen. Pour un indice supérieur à 140, le risque est fort et l'installation d'un broyeur répartiteur (voire deux si la rampe fait plus de 18 m) est vivement conseillée. Dans tous les cas, un contrôle régulier du chantier est nécessaire.

La profondeur et le type d'injection doivent être précisés dans le CR de l'essai car ces paramètres peuvent influencer les résultats agronomiques (pertes par volatilisation différentes).

Attention, pour des doses inférieures à 20 m³/ha, le bloc répartiteur n'est plus plein et la répartition de l'épandage n'est plus bonne. La présence d'un système de réglage de débit proportionnel à l'avancement (dpa) est vivement conseillée.



Figure 1 : Epandage à l'aide d'un dispositif de type pendillard (gauche, CA Vendée)
et enfouisseur (droite, CA Pyrénées Atlantiques)

PRO Solides (Dose d'objectif > 10 t MB/ha ; Matériel conseillé : Répondant à la certification Eco-Epandage) :

L'IRSTEA et la Station des Cormiers ont montré qu'avec des épandeurs à hérissons verticaux, la répartition transversale et longitudinale est très hétérogène. En effet, selon le niveau de chargement de la caisse en fumier, l'alimentation des hérissons est variable, ce qui engendre de l'hétérogénéité dans l'épandage. Afin de limiter l'impact du chargement sur la régularité de l'épandage, certains constructeurs ont mis en place un système de fond poussoir qui permet de réguler l'alimentation des hérissons et limiter l'hétérogénéité de la répartition longitudinale. Les épandeurs à hérissons horizontaux avec hotte et table d'épandage sont également moins sensibles aux variations de chargement de la caisse. Ces dernières machines paraissent les mieux adaptées pour réaliser un épandage homogène.

Malgré le choix d'une machine adaptée, les doses à l'hectare peuvent être sujettes à un risque d'erreur important, c'est pourquoi une pesée de l'épandeur avant et après passage sur les parcelles d'essais (notion précise de dose / ha moyenne) est indispensable. Les zones d'essais doivent se trouver hors zone d'amorçage ou de fin de vidange de la machine.

L'hétérogénéité de la répartition peut être en partie compensée par un nombre plus important de répétitions.

La répartition (et la dose) peut(vent) se contrôler avant l'essai, par des bâches (ou plateaux), de surface connue, mises au sol, alignées perpendiculairement à l'avancement.

Dans tous les cas, la précision de la quantité apporté de PRO / ha sera inférieure, avec des machines, aux parcelles d'essais où le PRO est apporté à la main. En cas de terrain plus ou moins pentu, les machines ne sont plus adaptées.



Figure 2 : Epandeur à fond poussant (gauche, CRAB)
et épandeur à hérissons horizontaux avec hotte et table (droite, CA Bas-Rhin)

Description de la méthode	
<p>PRO Liquides Épandage de volume connu à l'aide d'une tonne à lisier avec pendillard ou injecteur</p>	<p>PRO Solides Épandage avec épandeur à fumier</p>
<p>Etape 1 Baliser les parcelles à épandre</p> <p>↓</p> <p>Etape 2 Charger la tonne à lisier d'un volume connu après homogénéisation du PRO</p> <p>↓</p> <p>Etape 3 Étalonner le débit d'épandage : L'étalonnage peut se faire selon les indications réglages du constructeur. Il existe également des applications smartphone (ex. : EpanApp développé par la CRAB) disponible sur le play store Google®</p> <p>↓</p> <p>Etape 4 Procéder à un réglage de consigne de dose à partir des caractéristiques géométriques du contenant et de la masse de PRO chargée.</p> <p>↓</p> <p>Etape 5 Procéder à l'amorçage de la tonne à lisier en dehors de la parcelle d'essai.</p> <p>↓</p> <p>Etape 6 Terminer l'épandage et procéder au rechargement dès que la jauge de niveau est presque au plus bas (1/10 de la longueur totale).</p>	<p>Etape 1 Baliser les parcelles à épandre</p> <p>↓</p> <p>Etape 2 Utiliser un épandeur à hérissons verticaux équipés d'un fond poussant ou hérissons horizontaux avec hotte et table d'épandage.</p> <p>↓</p> <p>Etape 3 Étalonner les vitesses de tapis : idem à PRO liquide</p> <p>↓</p> <p>Etape 4 Charger le fumier en nivelant le chargement à la hauteur du cadre de hérissons, peser le contenu</p> <p>↓</p> <p>Etape 5 Procéder à un réglage de consigne de dose à partir des caractéristiques géométriques du contenant et de la masse de PRO chargée.</p> <p>↓</p> <p>Etape 6 Procéder à l'amorçage de l'épandeur en dehors de la parcelle d'essai.</p> <p>↓</p> <p>Etape 7 Terminer l'épandage et procéder au rechargement dès que les hérissons ne sont plus pleinement alimentés (éboulement du fumier dans la caisse).</p>
<p>Durée de l'intervention : Dépend de la taille de la parcelle à épandre et du temps de réglage et d'étalonnage des machines</p>	

Références bibliographiques – Sources – Personnes ressources (contact)

Thirion et Chabot, 2006 - Etude des phénomènes directs de bouchage en liquides chargés – Rapport final provisoire CEMAGREF/ADEME

Norme *NF EN 13080 pour les épandeurs de fumier*

Norme *NF EN 13406 pour les épandeurs de lisier et leur dispositif d'épandage*

Projet ECODEFI – Livrable T4 : Eco-évaluation environnementale des engins agricoles pendant l'épandage, février 2011

Projet ECODEFI - Guide d'éco-conception des matériels d'épandage, Avril 2011

Rousselet et Mazoyer, 2006 – Evaluation des performances des épandeurs de fumiers : premiers résultats selon la norme NF EN 13080 – Ingénieries n°46 ; p.79 à 92.

Chambre Régionale d'Agriculture de Bretagne

pole.agronomie@bretagne.chambagri.fr

02 23 48 23 23

Station des Cormiers/CRAB :

Pierre Havard : 02 22 93 63 64 – 06 15 16 04 25

Station des Cormiers

La Bourdinière

35140 ST AUBIN DU CORMIER

IRSTEA/ Domaine des Palaquins

Site de recherche et d'expérimentation

Tél. : +33 (0)4 70 47 74 10

03150 Montoldre

Modes opératoires : Prélèvements sur vigne

D'une manière générale pour l'échantillonnage sur vigne, on ne prélèvera pas sur des ceps visiblement atypiques : malades, complants, ceps non encadrés par 2 ceps sains...

Prélèvement de baies sur vigne

<p>Objectifs, domaine d'application L'objectif est d'évaluer la qualité des raisins : poids des baies, teneur en sucres, acidité totale, pH, azote, anthocyanes...</p>
<p>Mots-clefs Plante, vigne, baie, échantillonnage, qualité, sucres, acidité totale, pH</p>
<p>Recommandations hygiène – sécurité</p>
<p>Préparation de l'intervention Plan de la parcelle d'expérimentation Sacs ou boîtes en plastique, étiquetés ou annotés (référence de la parcelle, modalité, répétition, analyses demandées) Seaux pour stocker les échantillons une fois prélevés. Prévoir une glacière si le temps de trajet est important (supérieur à 2h).</p>
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention A la vendange ou pendant la phase de maturation des baies Temps estimé : 5 mn/échantillon de 100 baies par parcelle élémentaire (10 mn pour 200 baies)</p>
<p>Description de la méthode</p> <p>Echelle d'échantillonnage : Le prélèvement est à réaliser soit à l'échelle de la parcelle élémentaire (préconisé), soit à l'échelle du traitement.</p> <p>Recommandations : Eviter de prélever après une pluie ou si présence d'une rosée importante.</p> <p>Méthode : Prélever un échantillon de 100 baies saines (200 baies si des analyses complémentaires sont à réaliser, pour avoir suffisamment de moût. A voir avec le laboratoire d'analyses) par parcelle élémentaire ou 200 baies par traitement (selon que l'on souhaite traiter les résultats statistiquement (1^{er} cas) ou non (2nd cas), sur les ceps de contrôle. Pour cela, prendre 50 baies de chaque côté du rang en ayant soin de couvrir équitablement toute la surface de la zone à contrôler. Choisir les grappes au hasard, en alternant grappe de rang I et de rang II voire de rang III s'il y a lieu ; et sur la grappe, prélever la baie au hasard en alternant haut, bas, devant, derrière et côtés des grappes. Les baies peuvent également être prélevées dans la benne où est rassemblée la vendange récoltée sur les ceps contrôlés (voir mode opératoire rendement). Dans ce cas, il faudra veiller à prélever de façon homogène, notamment en faisant effectuer une rotation à la vendange pour ne pas prélever uniquement sur les grappes du dessus. Noter la date du prélèvement.</p> <p>Conditionnement des échantillons : On veillera à ne pas écraser les baies et à les acheminer dans les plus brefs délais au laboratoire (quelques heures maximum). Si les baies ne doivent être analysées que le lendemain, il est préférable de les prélever avec leur pédicelle à l'aide d'un ciseau fin par fractions de grappes de 3 à 5 baies en respectant les consignes d'échantillonnage mentionnées ci-dessus. Il en va de même pour une expédition. Le transport ne devra pas excéder 24 heures, les baies doivent être calées dans une boîte hermétique. On aura pris soin de placer un essuie-tout sous les raisins pour absorber le jus qui pourrait couler et éviter ainsi la macération.</p>
<p>Références bibliographiques – Sources</p> <p>Personne ressource Jean-Yves Cahurel (IFV) – Tél : 04 74 06 43 43 – jean-yves.cahurel@vignevin.com</p>

Prélèvement de feuilles sur vigne

<p>Objectifs, domaine d'application L'objectif est d'évaluer la nutrition minérale de la plante N, P, K, Mg, Ca et oligo-éléments (B, Mn, Zn).</p>
<p>Mots-clefs Plante, vigne, feuille, limbe, pétiole, échantillonnage, éléments minéraux</p>
<p>Recommandations hygiène – sécurité Respecter le délai de réentrée dans la parcelle, suite à un traitement phytosanitaire. Port de gants (latex ou nitrile) conseillé.</p>
<p>Préparation de l'intervention Plan de la parcelle d'expérimentation Sacs en plastique ou en papier kraft, éventuellement ajourés (impératif pour les prélèvements de feuille entière ou de limbe), disponibles auprès du laboratoire d'analyse, étiquetés (référence de la parcelle, modalité, répétition, organisme, analyses demandées). Cartons ou seaux pour stocker les échantillons une fois prélevés.</p>
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention Stade début véraison (1-20%) NB : les prélèvements peuvent également être réalisés à la floraison, en complément. Les valeurs indicatives sont alors différentes. Temps estimé : 8 mn/échantillon par parcelle élémentaire</p>
<p>Description de la méthode</p> <p>Echelle d'échantillonnage : Le prélèvement est à réaliser soit à l'échelle de la parcelle élémentaire (préconisé), soit à l'échelle du traitement.</p> <p>Recommandations : Eviter de prélever sur feuillage mouillé, après un traitement phytosanitaire ou un apport d'engrais foliaires. Ne pas prélever les feuilles non saines (symptômes foliaires, dessèchement...).</p> <p>Méthode : L'organe à prélever ou à analyser diffère en fonction du référentiel dont on dispose : feuille entière, pétiole, limbe. De façon générale, le pétiole est plus adapté pour l'analyse de K et Mg, le limbe pour l'analyse de N. L'organe à prélever dépend également du référentiel. Il convient donc de se renseigner au préalable sur la méthode à utiliser (qui doit correspondre à la méthode utilisée pour l'élaboration du référentiel). L'organe à prélever peut correspondre, par exemple, à la feuille située en face de la première grappe, la feuille située en face de la deuxième grappe ou encore la quatrième feuille au-dessus de la deuxième grappe. Un minimum de 40 organes est requis. En fonction de l'organe à prélever, conserver la feuille entière ou uniquement le limbe ou le pétiole (séparer les deux immédiatement après le prélèvement).</p> <ul style="list-style-type: none"> - Les organes sont à prélever sur les ceps de contrôle, soit plusieurs par cep s'il s'agit d'un prélèvement à l'échelle de la parcelle élémentaire, soit un organe par cep s'il s'agit d'un prélèvement par traitement (en prélevant le même nombre d'organes sur chaque répétition). <p>Alterner le positionnement du rameau où l'organe est prélevé, en fonction du type de taille, si plusieurs organes par cep doivent être prélevés :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Cordon : partie proximale, partie distale, milieu du cordon - Guyot : partie proximale, partie distale, milieu de la baguette, courson de rappel - Gobelet : différents bras du cordon (différentes orientations) <p>Si un organe par cep doit être prélevé, privilégier les positions médianes (milieu de la baguette, milieu du cordon...) Noter la date du prélèvement et le stade phénologique (% de véraison par exemple).</p> <p>Conditionnement des échantillons : L'ensemble des organes prélevés est mis dans un sac étiqueté. Envoyer rapidement les échantillons au laboratoire. Si cela n'est pas possible, conserver les échantillons au frais (10-12°C maximum) et laisser les sacs ouverts.</p>
<p>Références bibliographiques – Sources</p> <p>Fiche 8 du Groupe National Fertilisation de la Vigne – Outils d'aide à la décision : http://www.vignevin.com/fileadmin/users/ifv/publications/A_telecharger/Fich8_OutilAidDecision.pdf OIV (1996). Diagnostic foliaire: une méthode harmonisée. Résolutions de l'OIV. Bulletin de l'OIV (779-780), p. 35-39.</p> <p>Personne ressource Jean-Yves Cahurel (IFV) – Tél : 04 74 06 43 43 – jean-yves.cahurel@vignevin.com</p>

Prélèvement des rognages sur vigne

<p>Objectifs, domaine d'application L'objectif est d'évaluer le niveau de vigueur de la vigne (dans ce cas, le poids suffit) mais également les restitutions ou apports en éléments (C, N, P, K, Mg, Ca) liés aux rognages.</p>
<p>Mots-clefs Plante, vigne, rognage, échantillonnage, poids, vigueur, C, éléments minéraux</p>
<p>Recommandations hygiène – sécurité Respecter le délai de réentrée dans la parcelle, suite à un traitement phytosanitaire. Port de gants (latex ou nitrile) conseillé.</p>
<p>Préparation de l'intervention Plan de la parcelle d'expérimentation Feuille de notation, cisaille à main, mètre, grands sacs en plastique (type sacs poubelle), étiquetés ou annotés (référence de la parcelle, modalité, répétition) Balance : précision au gramme pour les pesées en entrée et sortie d'étuve Etuve</p>
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention Avant rognage du viticulteur Temps estimé : 30 mn/échantillon par parcelle élémentaire</p>
<p>Description de la méthode</p> <p>Echelle d'échantillonnage : La mesure se fait par parcelle élémentaire pour le poids des rognages. Les analyses peuvent être réalisées soit à l'échelle de la parcelle élémentaire, soit à l'échelle du traitement. Faire en sorte, si possible, que la zone des ceps contrôlés (10 en général) soit en dehors de la zone de prélèvement de terre (de façon à éviter les exportations liées aux analyses du végétal).</p> <p>Recommandations : Eviter de prélever après une pluie.</p> <p>Méthode : Le rognage est réalisé manuellement sur les ceps de contrôle, en respectant la hauteur de rognage du viticulteur. Une fois le rognage réalisé (si possible, effectuer le rognage parcelle élémentaire par parcelle élémentaire, de façon à éviter de mélanger les rognages de parcelles contigües), toute la végétation rognée est recueillie dans un sac poubelle : à terre et, si besoin, dans le feuillage de la vigne. Les sacs sont ramenés au laboratoire. Les feuilles et rameaux sont séchés à l'étuve à 65° C pendant 48 heures, puis pesés à la sortie de l'étuve. Si la quantité de feuillage est trop importante, il est possible de réaliser un échantillonnage par parcelle élémentaire et de réaliser le séchage uniquement de cet échantillon. Dans ce cas, le poids frais de l'ensemble des rognages de la parcelle élémentaire doit être mesuré au préalable, ainsi que le poids frais puis le poids sec de l'échantillon, de façon à pouvoir calculer le poids sec de l'ensemble. Expédier un échantillon représentatif par parcelle élémentaire ou par traitement, au laboratoire pour analyses (100-200 g).</p> <p>Conditionnement des échantillons : Conserver les échantillons au sec.</p>
<p>Références bibliographiques – Sources</p> <p>Personne ressource Jean-Yves Cahurel (IFV) – Tél : 04 74 06 43 43 – jean-yves.cahurel@vignevin.com</p>

Détermination du rendement sur vigne

Objectifs, domaine d'application La connaissance du poids de récolte par souche (et donc par unité de surface en prenant en compte la densité de plantation) est une donnée essentielle en agronomie viticole. En effet ce rendement conditionne, pour partie, la physiologie de la plante et, par voie de conséquence, la qualité des raisins produits. Les caractéristiques du rendement sont déterminées dans le même temps par la détermination du nombre de grappes par souche et, par calcul, le poids moyen de la grappe.
Mots-clefs Plante, vigne, rendement, grappe
Recommandations hygiène – sécurité Respecter les consignes de sécurité concernant l'utilisation du sécateur à vendange (http://referencessante-securite.msa.fr/front/id/SST/S_Des-outils--sante-et--securite/S_CULTURES/S_Viticulture/publi_Guide-d-accueil-salarie-en-viticulture.html)
Préparation de l'intervention Plan de la parcelle d'expérimentation Feuilles de notation, sécateur à vendange, seaux, bennes étiquetées (référence de la parcelle élémentaire) Balance : plage de 0 à 30 ou 50 kg ; précision à la centaine de grammes si pesée sur 10 ceps, à la dizaine de grammes si pesée au cep.
Date/période et estimation de la durée de l'intervention A maturité des raisins Temps estimé : 20 mn par parcelle élémentaire
Description de la méthode Echelle d'échantillonnage : La mesure se fait par parcelle élémentaire, sur les ceps de contrôle. Il est possible de mesurer le poids de vendange cep par cep ou sur l'ensemble des ceps contrôlés (recommandé). Recommandations : En cas de pourriture, il peut être intéressant de séparer la vendange pourrie de la vendange saine et de peser séparément ces deux lots. Ceci est fortement recommandé si la vendange est vinifiée. Les pesées seront alors complétées par un comptage pourriture préalable (détermination fréquence et intensité). Méthode : Lors de la vendange, les grappes sont vendangées et comptées pour chaque cep. La vendange est ensuite pesée (soit par cep, soit sur l'ensemble des ceps contrôlés) Ne sont pas vendangés, et donc non comptabilisés, les grappillons (non ou peu colorés) issus des entrecoeurs, ainsi que les grappes comportant moins de 5 baies.
Références bibliographiques – Sources Personne ressource Jean-Yves Cahurel (IFV) – Tél : 04 74 06 43 43 – jean-yves.cahurel@vignevin.com

Prélèvement des sarments sur vigne

Objectifs, domaine d'application L'objectif est d'évaluer les réserves des bois (sucres, amidon, azote), qui sont un indicateur intéressant pour juger de l'effet de traitement sur la physiologie de la plante (cf. plante pérenne). Cela permet également d'évaluer les restitutions liées aux sarments (C, N, P, K, Mg...), si ces derniers sont laissés sur la parcelle après la taille.
Mots-clés Plante, vigne, sarment, échantillonnage, réserves, C, éléments minéraux
Recommandations hygiène – sécurité Respecter les consignes de sécurité concernant l'utilisation du sécateur (http://references-sante-securite.msa.fr/front/id/SST/S_Des-outils--sante-et--securite/S_CULTURES/S_Viticulture/publi_Guide-d-accueil-salarie-en-viticulture.html)
Préparation de l'intervention Plan de la parcelle d'expérimentation Feuille de notation, sécateur, sacs en plastique, étiquetés ou annotés (référence de la parcelle, modalité, répétition) Étuve
Date/période et estimation de la durée de l'intervention A la taille Temps estimé : 10 mn/échantillon par parcelle élémentaire (hors temps de taille)
Description de la méthode Echelle d'échantillonnage : Le prélèvement se fait par parcelle élémentaire, sur les ceps de contrôle. Les analyses peuvent être réalisées soit à l'échelle de la parcelle élémentaire, soit à l'échelle du traitement. Faire en sorte, si possible, que la zone des ceps contrôlés (10 en général) soit en dehors de la zone de prélèvement de terre (de façon à éviter les exportations liées aux analyses du végétal). Recommandations : Ce prélèvement est lié à la pesée des bois de taille (voir mode opératoire correspondant). Méthode : Sur chaque cep taillé, prélever un sarment de façon aléatoire. Toutefois, en fonction du mode de taille, privilégier les positions médianes (milieu de la baguette, milieu du cordon...) Faire un fagot par parcelle élémentaire (soit 10 sarments par parcelle élémentaire si 10 ceps de contrôle par parcelle élémentaire) ou par traitement (soit 30 sarments par traitement si 10 ceps de contrôle par parcelle élémentaire et 3 répétitions du traitement). Broyer ou découper les sarments (tronçon d'environ 1 cm) et réaliser un sous échantillonnage le cas échéant (environ 500 g). Faire sécher à l'étuve (minimum 48 h à 60°C) les découpes de sarments ou le broyat. Le passage à l'étuve doit être effectué le plus rapidement après le prélèvement. Suivant les objectifs (détermination d'une quantité), il peut être nécessaire de déterminer le poids frais de l'échantillon puis le poids sec après passage à l'étuve. Expédier l'échantillon au laboratoire pour analyses (100-200 g). Conditionnement des échantillons : Conserver les échantillons au sec.
Références bibliographiques – Sources Personne ressource Jean-Yves Cahurel (IFV) – Tél : 04 74 06 43 43 – jean-yves.cahurel@vignevin.com

Modes opératoires

Échantillonnage à la récolte - Légumes frais de plein champ

Objectifs, domaine d'application :

L'objectif de ce mode opératoire « échantillonnage au champ à la récolte » pour les légumes frais est de donner des éléments méthodologiques pour réaliser des expérimentations dans le domaine de l'échantillonnage dans le cadre d'essais à vocation agronomique.

Les propositions de nombre de plantes à prélever par parcelle élémentaire (pe) et le nombre de pe est issu principalement de compromis entre une variabilité estimée et des contraintes financières voire de temps disponible pour réaliser l'expérimentation.

Les éléments ci-dessous devront dans tous les cas être re-visités par l'expérimentateur avant l'essai. En effet, ce dernier pourra être amené à augmenter le nombre de pe ou d'individus à prélever si l'hétérogénéité s'avère élevée (exemple : travail sur une population hétérogène peu sélectionnée). A l'inverse, dans le cadre d'hybrides extrêmement réguliers, ou de PRO homogènes à épandre les propositions de prélèvement ou de surfaces élémentaires ci-dessous pourront être revues à la baisse.

Les éléments comme : la préparation de la récolte, le matériel de récolte et de pesée, les dates d'interventions... ne seront pas abordés dans ce document car trop variable d'un légume à un autre.

L'expérimentateur qui souhaite mettre en place des essais sur une culture nouvelle pour lui est invité à prendre contact avec une structure (station expérimentale, CTIFL, Chambre d'Agriculture...) ayant des conseils pratiques à lui donner.

Remarque générale sur les analyses : pour éviter des phénomènes de caramélisation, la température d'étuve ne doit généralement pas dépasser 50°C. La lyophilisation peut s'envisager en cas d'échantillons aqueux riche en sucre.

La prise en compte des effets de bordure autour des pe doit être faite en laissant des passages.

Mots-clé :

Echantillonnage, légumes frais, chou-fleur, chou pommé, brocoli, artichaut, carotte de terre, céleri rave, échalote, poireau

Echantillonnage	Remarques
<p>Chou-fleur :</p> <ul style="list-style-type: none"> * Pe : 70 à 120 m² soit 65 à 110 plantes par pe. * Nombre de répétitions par modalité : 3 à 4 selon la variabilité observée. * Nombre de plantes à prélever par pe : 4 à 6 selon hétérogénéité. Choix visuel de plantes représentatives au stade optimum de récolte. En cas de récolte étalée sur plusieurs semaines (choux d'hiver), il importe de caractériser le suivi de l'évolution du poids MF des plantes : 2 voire trois dates de prélèvement de 4 à 6 plantes peuvent être à prévoir. * Peser plante par plante les organes (têtes, feuilles, tiges, racines) faire un échantillon moyen (aliquote) par organe pour envoi à l'analyse (généralement : MS, C, N, P, K, Ca, Mg voir oligoéléments). Les données mesurées sur matière fraîche (MF) seront enregistrées par individu pour avoir la variabilité inter-individus. Les données mesurées sur matière sèche (MS) seront moyennées sur l'échantillon puis sur la pe. * En cas d'élaboration d'une 'courbe d'absorption' sur le cycle végétatif, cette opération doit se réaliser à au moins 3 dates physiologiques à préciser. * Les pesées peuvent aussi se faire sur la 'tête couronnée' selon des critères commerciaux à définir + feuilles coupées + tiges + (racines selon les cas), en particulier en cas de mesures sur les éléments exportés. Le tri par calibre des têtes (gros, moyens, petit) selon des critères commerciaux peut aussi s'envisager. Préciser les critères. 	<p>Le chou-fleur d'hiver présente la particularité de perdre des feuilles. Cette perte doit être estimée car elle impacte fortement les données de mobilisation des éléments nutritifs.</p> <p>Deux approches possibles : soit comptage des insertions pétiolaires et x par la composition d'une feuille moyenne, soit ramassage au fur et à mesure des feuilles qui sont en train de tomber.</p> <p>L'échantillon de feuilles à analyser doit bien être constitué des feuilles sénescentes sur le point de tomber.</p> <p>Le taux de récolte (nombre de plantes récoltées / nombre de de plantes plantées) est un paramètre à prendre en compte pour l'élaboration des données / ha. Les plants non récoltés sont à prendre en compte sauf si leur nombre est estimé négligeable.</p>

<p>Chou pommé :</p> <ul style="list-style-type: none"> * Le mode opératoire est proche du mode « chou fleur ». * Les critères commerciaux de classification des têtes doivent être bien définis pour accéder au rendement commercial. 	<p>Le taux de récolte (nb plantes récoltées / nb de plantes plantées) est un paramètre important à prendre en compte pour l'élaboration des données / ha. Les plantes non récoltées mais ayant plus ou moins produites doivent être intégrées dans le calcul des mobilisations / restitutions de la culture.</p>
<p>Brocoli :</p> <ul style="list-style-type: none"> * Le mode opératoire est proche du mode « chou fleur » avec les spécificités suivantes : * Pe : 30 à 60 m2 soit 75 à 210 plantes par pe. Nombre de répétitions par modalité : 3 à 4 selon la variabilité observée. 	
<p>Artichaut</p> <ul style="list-style-type: none"> * Pe : 40 à 60 m2 soit 40 à 60 plantes par pe. Nombre de répétitions par modalité : 4 * Nombre de plantes à prélever par pe : 5. Stade phénologique pour le maximum de mobilisation : début de montaison des ailerons. * Peser plante par plante les organes (capitules, feuilles, bâtons, souches) faire un échantillon moyen (aliquote) par organe pour envoi à l'analyse (généralement : MS, C, N, P, K, Ca, Mg voire oligoéléments). Les données MF seront enregistrées par individu pour avoir la variabilité inter individus. Les données MS seront moyennées sur l'échantillon puis pe. <p>L'estimation du rendement commercial doit être faite de la manière suivante :</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) Pesée des capitules et comptages par catégories commerciales sur l'ensemble de la pe. 2) Comptages séparés des capitules mères et des ailerons puis affectation d'un poids moyen des mères et des ailes. 3) Mesure au pied à coulisse du diamètre des tiges et évaluation à partir d'un abaque du poids des capitules. Affectation de ces poids au nombre de capitules mères et ailes comptés. 	<p>L'arrachage puis le lavage des souches pour enlever la terre doit être fait avec soin.</p> <p>Le taux de récolte (nb plantes récoltées / nb de plantes plantées) est un paramètre important à prendre en compte pour l'élaboration des données / ha. Les plantes non récoltées mais ayant plus ou moins produit doivent être intégrées dans le calcul des mobilisations / restitutions de la culture.</p>
<p>Carotte de terre :</p> <ul style="list-style-type: none"> * Pe : 20 à 30 m² soit 1000 plantes environ par pe. * Nombre de répétitions par modalité : 3 à 4 * Prise d'un échantillonnage (sous échantillon) dans chaque pe : 4 à 6 mètres linéaires représentatifs (40 à 60 plantes) * Pesée de ces sous échantillons après séparation des feuilles et racines. * Faire un échantillon moyen (aliquote) pour les feuilles et environ 10 racines représentatives pour envoi à l'analyse (généralement : MS, C, N, P, K, Ca, Mg voire oligoéléments). Les données MF seront enregistrées par mètre linéaire pour avoir la variabilité intra pe, Les données MS seront moyennées sur la pe. * Le rendement est généralement estimé au stade jaunissement des feuilles. * Les mobilisations de la culture prennent en compte les feuilles et toutes les carottes malades, conformes ou non. Les exportations correspondent aux carottes conformes. <p>* Il importe, sur table, de séparer dans les sous échantillons prélevés les carottes commercialisables des non commercialisables. (décrire les contraintes commerciales retenues voire expliciter les causes de non classement par catégories (malades, tordues...) et de peser les divers lots séparément.</p>	<p>En cas de prélèvement dans une parcelle importante pour estimation du rendement ou de la MS mobilisée, la méthode dite « du jeté de bâton » peut être appliquée. Elle consiste à lancer au hasard dans le champ un bâton d'1 mètre et de prélever toutes les plantes d'un rang de semis à l'emplacement où est tombé ce bâton. Le nombre de jetés (10-20/ha) dépend de la taille et de l'hétérogénéité de la parcelle.</p>

Céleri Rave :

- * Pe : 7.5 à 15 m² soit 100 à 200 plantes environ par pe. Nombre de répétitions par modalité : 4
- * Prise d'un échantillonnage (sous échantillon) dans chaque pe : 15 à 20 raves représentatives
- * Peser plante par plante les organes (boule, feuilles, racines) faire un échantillon moyen (aliquote) par organe pour les feuilles et racine à partir de 5 à 6 boules. Envoi à l'analyse (généralement : MS, C, N, P, K, Ca, Mg voire oligoéléments). Les données MF seront enregistrées par individus pour avoir la variabilité inter individus, Les données MS seront moyennées sur la pe.

Echalote :

- * Pe : 7.5 à 15 m² soit 100 à 200 plantes par pe.
- * Nombre de répétitions par modalité : 4
- * Estimation du rendement par comptage et pesée de toutes les plantes de la pe au stade dessèchement du feuillage. Pesée séparée bulbes / feuilles.
- * Echantillon pour analyses : 5 plantes représentatives par pe : séparer les bulbes des feuilles + racines.
- * Mise en étuve à 50°C ou lyophilisation
- * Le rendement commercial est fait, soit / ha, soit en fonction du poids ou nb de plants plantés / m². Le calibre + 24 mm est généralement retenu comme seuil de commercialisation.

Poireau :

- * Pe : 20 à 30 m².
- Nombre de répétitions par modalité : 4
- Les prélèvements pour pesée et analyses seront réalisés parmi les plantes du rang central (pour éviter des effets de bordure) Prélèvement pour échantillons à envoyer à l'analyse : 8 à 10 plantes selon hétérogénéité par pe
- Echantillonnage séparé fûts / feuilles + pluches / racines.

Estimation du rendement par comptage et pesée de toutes les plantes de la pe au stade commercial à définir.
Pesée séparée fûts / feuilles + pluches / racines (les racines et feuilles + pluches peuvent être regroupés).

Contact :

Bertrand Decoopman (CRAB) bertrand.decoopman@bretagne.chambagri.fr

Mode opératoire : Échantillonnage sur prairie

<p>Objectifs, domaine d'application Prélever de la biomasse végétale dans une prairie pour analyses chimiques et estimation de rendement.</p>
<p>Mots-clefs : Echantillon, fourrage, quadrat/transect, balance, matière fraîche, rendement, flore, herbomètre</p>
<p>Recommandations hygiène – sécurité : Vigilance lors de la manipulation d'engins motorisés (mini tondeuse, moto faucheuse...) ou tranchants (cisaille...)</p>
<p>Préparation de l'intervention Matériel : quadrat de 0,25 à 1 m², cisaille manuelle ou électrique à sabot, filet plastique, bac ou sac, glacière, étuve, enveloppe papier, bac ou sac, double décimètre Réactif chimique : alcool à 90°C si prélèvement pour analyse microbiologique.</p>
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention A définir selon les objectifs de l'essai ou de la mesure</p>
<p>Description de la méthode de prélèvement pour analyses chimiques</p> <p>Méthode 1 : Échantillonnage sur site (méthode suggérée pour évaluer la composition floristique et/ou analyses chimiques)</p> <div style="text-align: center;"> <p>Etape 1 : Observation visuelle de la prairie et estimation de l'hétérogénéité floristique intra-parcellaire</p> <p>↓</p> <div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="text-align: center;"> <p>Fond prairial clairement identifiable</p> <p>Etape 2 : Echantillonner par quadrat¹ sur la station la plus représentative</p> <p>↓</p> <p>Etape 3 : <i>Disposer aléatoirement le quadrat et prélever la biomasse</i></p> <p>↓</p> <p>Etape 4 : Répéter la procédure jusqu'à obtention de la quantité de biomasse nécessaire pour analyses</p> <p>↓</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>Forte hétérogénéité du peuplement</p> <p>Etape 2^{bis} : Echantillonner par transect², disposé de manière à englober le maximum de diversité floristique</p> <p>↓</p> <p>Etape 3^{bis} : <i>Disposer le transect de façon adaptée</i></p> <p>↓</p> <p>Etape 4^{bis} : Prélever la biomasse à espacement régulier sur toute la longueur du transect</p> <p>↓</p> </div> </div> <p>Etape 5 : Disposer la biomasse dans un filet, bac ou sac maintenu au frais pour conditionnement final avant envoi au laboratoire</p> </div> <p>Il est souhaitable d'adapter le nombre de répétitions à la surface de la parcelle et à l'objectif de l'essai</p> <p>Etape 1 : observation de la prairie L'observation de la prairie permet d'estimer visuellement l'hétérogénéité du peuplement et de déterminer d'éventuelles stations représentatives de la prairie étudiée. Lorsqu'il est possible d'identifier clairement un fond prairial (groupe d'espèces composant 85% de la biomasse, en général 5 ou 6), l'échantillonnage pourra se faire à l'aide d'un quadrat.</p>

Lorsque la végétation est constituée de patches distincts et abritant des cortèges floristiques très différents, la technique du transect permet d'englober les espèces de plusieurs patches distincts.

Etape 2, 3, 4 : Echantillonnage par quadrat (méthode souvent utilisée pour les analyses chimiques) :

Pour des parcelles d'une taille supérieure à 5 ou 6 ha, plusieurs stations peuvent être définies et les échantillons peuvent être regroupés par traitement.

Au sein de la (ou des) station(s) (unité floristique représentative de la parcelle), disposer aléatoirement le quadrat au sol. A l'aide d'une cisaille (électrique à sabot ou manuel), prélever la biomasse végétale à hauteur de coupe (5 à 10 cm) d'une faucheuse/ensileuse. Pour des essais en prairie pâturée, une hauteur proche de 5 cm est convenable. Au minimum répéter, cette opération 3 fois. Il est souhaitable d'adapter le nombre de répétitions et la hauteur de coupe à l'objectif de l'essai.

¹ La taille du quadrat dépend de la quantité de biomasse requise pour les analyses. Pour des prairies de fauche au stade « foin », 3 m² de prairie brute coupée à ras du sol peut représenter jusqu'à 10 kg. Dans ce cas, un quadrat de petite taille permettra d'obtenir suffisamment de biomasse pour les analyses.

Etape 2^{bis}, 3^{bis}, 4^{bis} : Echantillonnage par transect (méthode souvent utilisée pour étudier l'évolution de la flore ou sa composition) :

Lorsqu'il n'est pas possible de définir une station, la technique d'échantillonnage par transect permet d'englober plus de diversité floristique. La disposition du transect doit couvrir une portion importante de la parcelle étudiée et permettre d'englober un maximum de diversité floristique.

Selon la longueur du transect et la quantité de biomasse requise pour analyse, prélever à l'aide d'une cisaille (électrique à sabot ou à la main) la biomasse à des intervalles réguliers (tous les 50 cm, 1 m...) sur une petite surface 5 à 10 cm².

² La longueur d'un transect est d'environ 70 % de la taille de la parcelle à échantillonner

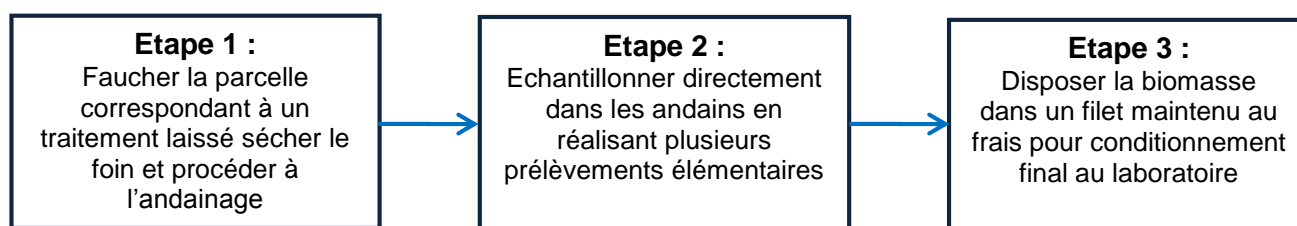
Etape 5 : Conditionnement au champ et au laboratoire :

Sur le terrain, la biomasse prélevée est pesée (détermination de la masse fraîche) et regroupée dans un filet, bac ou sachet permettant de laisser respirer l'échantillon. Il est souhaitable de conserver le contenant (filets, bac ou sachet) dans une glacière à l'abri de la lumière et de la chaleur.

Les échantillons sont de préférence envoyés ou apportés au laboratoire quelques heures après le prélèvement.

Pour des analyses chimiques (ex : contaminant ET, CTO), la biomasse prélevée peut-être séchée à l'étuve le temps nécessaire (48h) pour être totalement déshydratée et conservée à plus long terme dans une enveloppe en papier. Selon le taux d'humidité du fourrage, le temps de séchage peut aller de 24 à 48 heures, voire plus. Il est souhaitable de ne pas choisir une température de déshydratation trop élevée (> 80°C) afin de ne pas trop détériorer les tissus.

Méthode 2 : Echantillonnage après récolte directement sur le tas de foin



Etape 1 : Fauchage et andainage de la parcelle correspondant à un traitement.

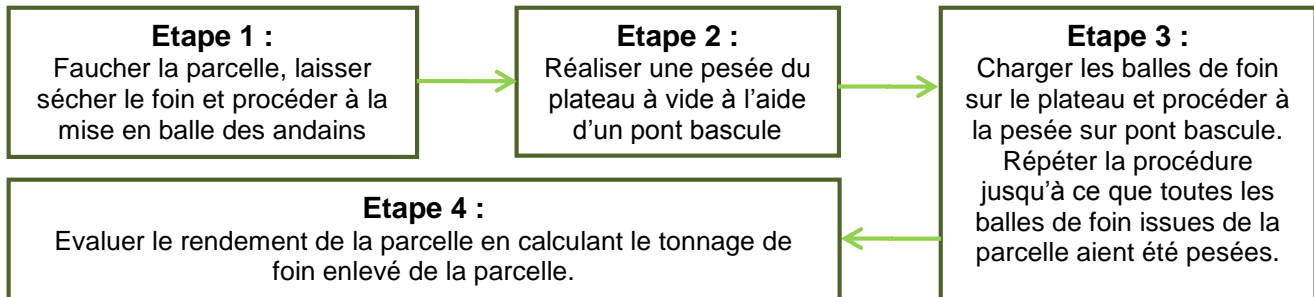
Etape 2 : Procéder à plusieurs prélèvements élémentaires directement dans les andains. Répartissez les prélèvements aléatoirement sur toute la surface de la parcelle.

Etape 3 : La biomasse prélevée est regroupée dans un filet, bac ou sachet permettant de laisser respirer l'échantillon. Il est souhaitable de conserver les filets dans une glacière à l'abri de la lumière et de la chaleur et de les envoyer ou apporter au laboratoire le plus vite possible. Pour les analyses de contaminants (ET, CTO), la biomasse prélevée est séchée à l'étuve le temps nécessaire (à définir selon humidité) pour être totalement déshydratée et conservée à plus long terme dans une enveloppe en papier.

Description de la méthode de prélèvement pour évaluation du rendement

Méthode 1 : Evaluation de rendement en prairie de fauche

Le meilleur moyen d'évaluer un rendement en prairie de fauche (foin ou enrubannage) consiste à peser le tonnage de fourrage directement récolté.



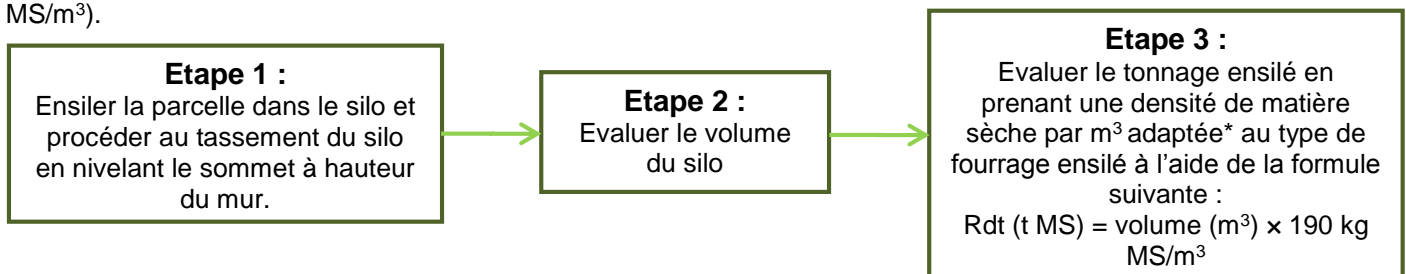
La pesée des balles de foin ou d'enrubannée reste la meilleure technique disponible pour évaluer le rendement d'une parcelle. Néanmoins, s'il est impossible de trouver un pont bascule à proximité du site expérimental, l'estimation du rendement pourra être faite comme suit :

$$\text{Rendement (t MS)} = \text{Nombre de balles} \times \text{Poids moyen d'une balle (kg)}^* \times \text{Taux de matière sèche du foin}$$

* Des valeurs de poids moyen d'une balle peuvent être obtenues dans les fiches R23 et R24 du Decelait 2010.

Méthode 2 : Evaluation de rendement après ensilage

Le meilleur moyen d'évaluer un rendement dans une prairie ensilée consiste à estimer le volume ensilé et à le convertir en rendement connaissant la densité de matière sèche contenue dans 1 m³ du silo (valeur suggérée 190 kg MS/m³).

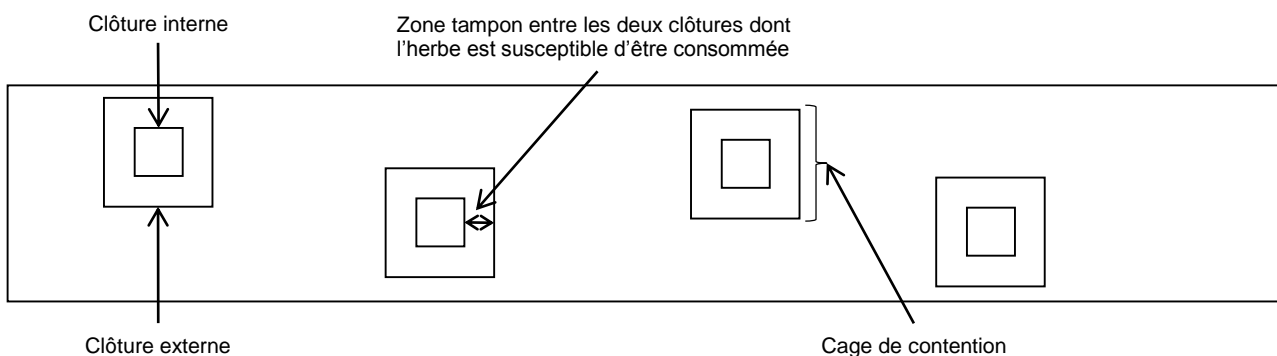


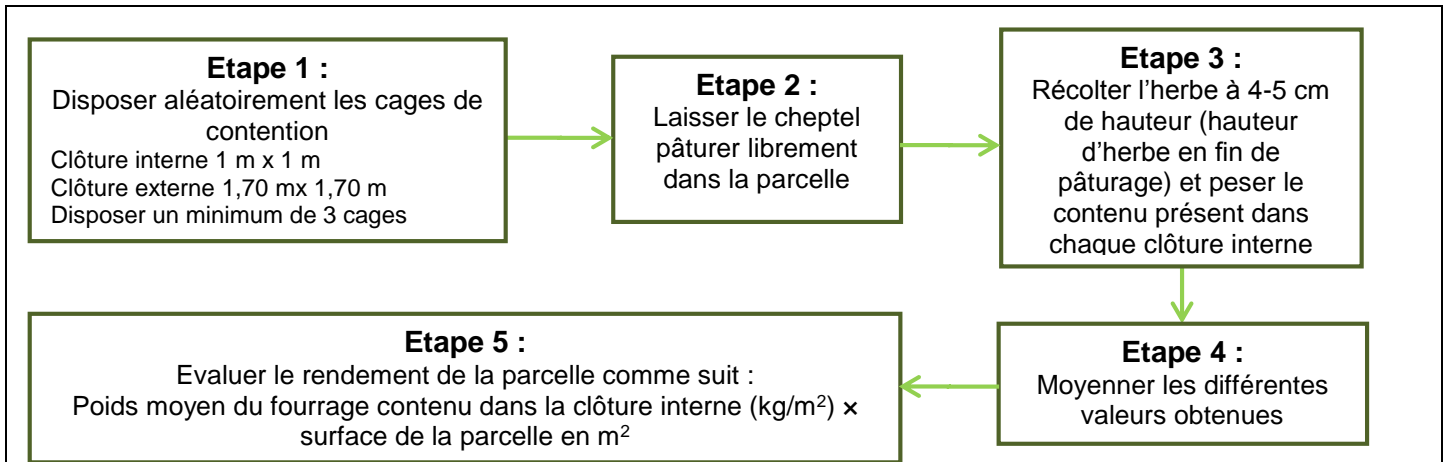
Etape 2 : Pour une méthodologie détaillée permettant d'évaluer le plus précisément possible le volume d'un silo couloir ou taupinière, se reporter aux fiches M9 et M10 du Décalait 2010.

*Des valeurs de densité peuvent être obtenues à partir des tables de densité des ensilages réalisées pour le Decelait 2010 (fiche R25 pour l'herbe et R26 pour le maïs).

Méthode 3 : Evaluation du rendement en système pâturé

Dans les prairies pâturées, l'évaluation du rendement est possible à l'aide de cages de contention disposées dans la parcelle (voir figure ci-dessous).

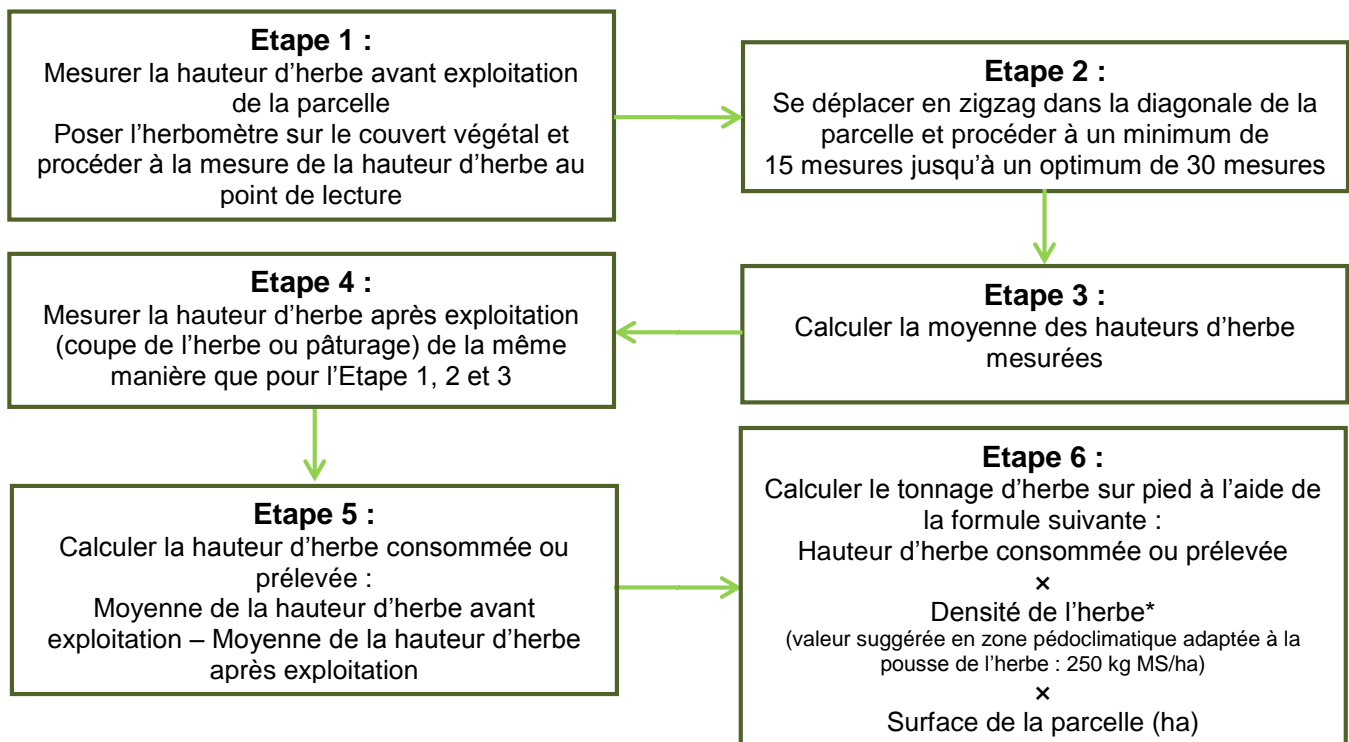




Méthode 4 : Evaluation du tonnage d'herbe sur pied à l'aide d'un herbomètre

L'herbomètre est un outil de mesure de la hauteur d'herbe qui permet de déterminer le rendement en matière sèche par hectare en fonction de la densité d'herbe. Il est composé d'un plateau de 30 cm x 30 cm pesant 405 g, solidaire d'un tube coulissant le long d'un axe.

La mesure s'effectue en posant l'appareil sur le couvert végétal jusqu'à ce que le pied rencontre le sol. Le plateau se stabilise alors à une hauteur qui dépend de la résistance de l'herbe à la pression exercée par le plateau.



* les grilles herbomètre ou les valeurs de densité sont à adapter en fonction de la région et de la saison, rapprochez-vous du service élevage de votre chambre d'agriculture pour connaître les valeurs adaptées à votre contexte.

Références bibliographiques – Sources - Personnes ressources (contact)

Décelait – Mai 2010 – Institut de l'Élevage
Chambre Régionale d'Agriculture de Bretagne - Pôle Herbivore
rabzh.herbivores@cotes-d-armor.chambagri.fr

Chambre d'agriculture des Ardennes - Service technique - Réseau d'élevage
Service.technique@ardennes.chambagri.fr

François Hubert et Patrice Pierre – Mai 2008 "Guide pour un diagnostic prairial", Un outil pour apprécier et comprendre la diversité floristique des prairies – Mai 2008 - <http://www.prairies-gnis.org/>

Mode opératoire : Prélèvements en végétation et à la récolte de plante à racine tubérisée (betterave sucrière)

<p>Objectifs, domaine d'application : Mesures de développement en végétation, mesure du rendement (quantité et qualité), mesure des quantités d'éléments absorbées et/ou exportées.</p>
<p>Mots-clefs : Matrice concernée (PRO, sol, plante), Plante Type de culture : Grandes cultures Culture : Cultures en rangs dont la partie récoltée est une racine tubérisée Organes concernés : Feuilles et racines Opération : mesure de croissance, rendement récolte, qualité récolte Types de mesures : Récoltes petites parcelles, manuelles ou mécanisées</p>
<p>Recommandations hygiène – sécurité : Gants de travail (récolte manuelle, manipulations de betteraves), Ceinture lombaire (récolte manuelle)</p>
<p>Remarque générale: Pour toute mesure, prélever sur plusieurs rangs contigus plutôt qu'un seul. Le prélèvement intermédiaire est supposé réalisé plantes entières, le prélèvement final est supposé ne porter que sur les parties marchandes (peut être complété par un prélèvement de feuilles).</p>
<p>Préparation de l'intervention Fiche de comptage. Matériel (consommables nécessaires) et préparation du matériel : Jalons plastiques, Sacs tissés 50 à 80 litres ou Big bags selon la culture, la surface élémentaire récoltée, le stade de récolte. Sacs échantillons ajourés (types sacs pomme de terre) pour échantillons racines et feuilles. Fourches (selon culture, fourche classique ou fourche à 2 dents pour betteraves. Coupeuret décolleteur Etiquettes (N° essai, date, n° placette). Pour des récoltes exigeant une chaîne de traitement et des analyses spécifiques, une prise en charge de la récolte par un laboratoire interprofessionnel peut être nécessaire.</p>
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention Pour une culture printemps-été, un prélèvement intermédiaire peut être planifié en début d'été. Récolte en fin été ou automne selon culture. Le rendement peut progresser en cours d'automne. Temps à prévoir : Récolte manuelle = 8 à 10 parcelles pour 1 personne x 1 jour, 80 parcelles par jour en arrachage mécanisé (matériel de récolte d'essais approprié). Prévoir éventuellement le transfert des sacs récoltés vers un centre de réception distant. Le passage sur une chaîne d'analyse rendement-qualité peut demander un temps de travail d'une journée pour 80 parcelles.</p>
<p>Méthode de prélèvements et mesures en cours de végétation : Délimitation des placettes de prélèvement, placettes incluant de préférence 3 ou 4 rangs contigus, et mesures des longueurs rang par rang. Les placettes devront être établies en maintenant toujours des bandes de bordure suffisamment larges pour les isoler des parcelles mitoyennes, ou de zones en sol nu, allées ou placettes d'un prélèvement antérieur. Un nombre de 3 rangs et/ou une marge de 1,5 m est une largeur minimale de bordure à respecter. Exemple schéma 1.</p>

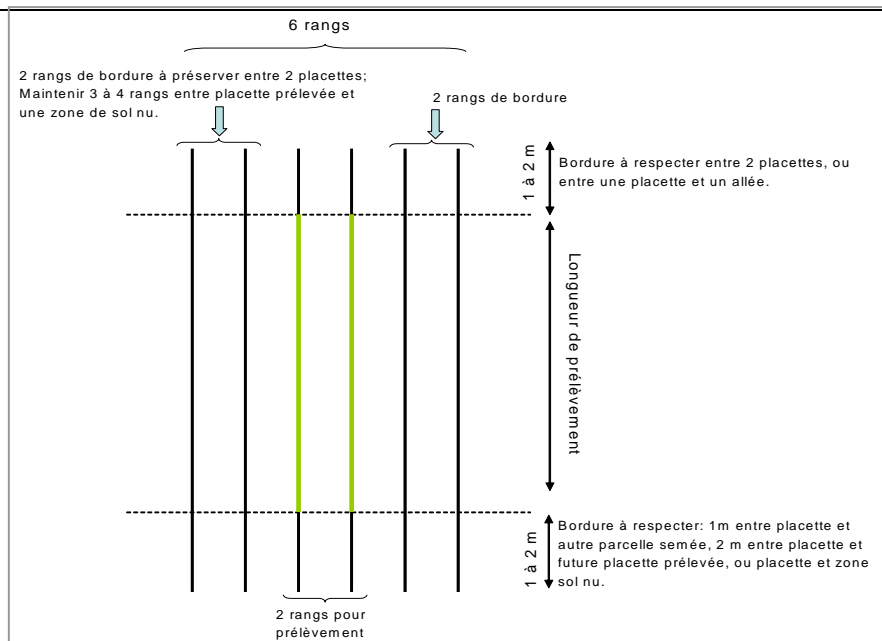


Schéma 1 : Exemple de disposition de rangs pour prélèvement en végétation. Récolte de betteraves (inter-rangs de 45 cm)

- **Définir et repérer les rangs de récolte finale**, qui doivent être maintenus intacts et pour lesquels on doit respecter une bordure de betteraves jusqu'à la date de récolte, telle que décrite précédemment.
- **Définir les rangs à prélever.**
- **Définir la surface à prélever.** On respectera une taille minimale de placette prélevée pour que le prélèvement représente au moins 60 plantes par parcelle élémentaire. Les placettes seront répétées autant de fois qu'il y a de répétitions dans le dispositif.
- **Arracher les plantes entières** à l'aide d'une fourche à betteraves. Si la surface du sol ou si les feuilles sont humides, on veillera à les déposer sur une surface sèche pour éviter le salissement (sur des bâches par exemple).
- **Compter** les plantes.
- **Séparer** feuilles et racines (scalpage).
- **Ramasser séparément feuilles et racines** dans des bacs de pesée.
- **Nettoyer le mieux possible les végétaux récoltés**, en particulier la terre adhérente sur racines.
- Peser les feuilles et peser les racines (poids frais).
- Constituer un **échantillon représentatif de 15 bouquets foliaires** et un **échantillon représentatif de 15 racines**. Le poids des échantillons sera compris entre 800 et 1500 g. Si les plantes sont développées, on réalisera l'échantillon à partir de $\frac{1}{2}$ ou $\frac{1}{4}$ de bouquets foliaires et $\frac{1}{2}$ ou $\frac{1}{4}$ de racines, en coupant symétriquement bouquets ou racines dans un plan vertical. On réalisera ainsi un échantillon de poids modéré qui restera représentatif du même nombre de plantes.
- **Peser les échantillons** (poids frais échantillon, feuilles et racines). Les placer rapidement en étuve pour séchage (70° , 48 heures minimum). Après séchage, peser les échantillons en sortie d'étuve (poids sec échantillon, feuilles et racines), l'échantillon de feuilles sera expédié à un laboratoire pour analyses.

Tableau 1 : Exemple de feuille d'enregistrement pour un prélèvement en végétation

LIEU :		Code essai :		Date : / /		Nb rangs :		Longueur récoltée / rang :	
N° parcelle	Nombre de plantes récoltées	Poids racines lavées (PTR)	Poids feuilles (PTF)	Poids éch. racines (PFR)	Poids éch. feuilles (PFF)	Poids ech sec racines (PSR)	Poids ech sec feuilles (PSF)		

Mesure de rendement à la récolte, prélèvement et mesures complémentaires :

En récolte finale, la mesure du rendement, complétée éventuellement par la mesure des quantités d'éléments exportées par la récolte, n'oblige pas au ramassage des feuilles (sauf de feuilles pour fourrage, ou besoin d'établir une biomasse totale produite). On suivra alors la partie fléchée en orange du schéma 2. Le ramassage des feuilles peut se faire soit en récoltant la totalité des feuilles, soit en établissant un rapport feuilles sur racines (méthode prioritaire en cas de récolte mécanique). (schéma 3, flèches vertes)

La mesure du rendement doit être établie à partir d'un nombre suffisant de plantes pour tenir compte des hétérogénéités entre plantes d'une même parcelle. Pour une récolte de betteraves, la recommandation est de récolter 500 à 600 plantes par objet. Le mode opératoire proposé correspond à une récolte par arrachage manuel. Des matériels de récolte mécanique existent et peuvent être mis en œuvre pour des nombres élevés de parcelles (compter 1 journée entière pour l'arrachage manuel et mise en sac de 40 placettes de 12 m² par 5 personnes).

Méthode pour la mesure du rendement :

- **Définir et repérer les rangs de récolte : Plusieurs rangs contigus, 3 rangs au minimum.**
- **Mesurer** les longueurs de rangs à arracher **et délimiter les placettes** de récolte.
- **Arracher les plantes entières** à l'aide d'une fourche à betteraves.
- **Compter** les plantes récoltées.
- **Les betteraves sont décolletées** au champ, à la base d'insertion des feuilles (décolletage haut, qui peut être ensuite ajusté lors du passage des sacs en centre de réception)
- **Mise en sac et étiquetage** des betteraves récoltées sur chaque placette.
- Transfert des sacs dans un **centre de réception** pour pesée brute, nettoyage des racines, pesée après nettoyage, analyses qualité. Des prises d'échantillons doivent être prévues en supplément pour des analyses supplémentaires, par exemple contenus en éléments N, P, K, ou analyses spécifiques au thème de l'essai.

Prélèvements et mesures complémentaires à la récolte :

Les mesures pour établir les quantités élémentaires prélevées par la plante, ou pour l'établissement de bilans, imposeront d'ajouter à la récolte des racines une récolte des feuilles.

3 possibilités selon le mode de récolte :

- 1) Pour une récolte manuelle, appliquer le même protocole que décrit précédemment pour un prélèvement en végétation.
- 2) En cas de récolte mécanique **broyant ou éparpillant les feuilles**, on **établira une mesure du rapport Feuilles/racines** préalable qui servira également pour la constitution d'un **échantillon de feuilles** à analyser. On procède alors comme suit :
 - Avant arrachage mécanique, **faire un arrachage soigné de 25 plantes sur 2 rangs adjacents aux rangs récoltés mécaniquement**. Aucun rang de bordure n'est nécessaire si l'opération est réalisée quelques jours après la récolte mécanique.
 - **Séparer** feuilles et racines (scalpage «type machine », le plus proche possible de celui réalisé par la machine de récolte).
 - **Ramasser séparément feuilles et racines dans des bacs ou sacs de pesée.**
 - **Nettoyer le mieux possible les végétaux récoltés, en particulier la terre adhérente sur racines.**
 - **Peser les 25 bouquets foliaires et peser les 25 racines (poids frais).**
 - Constituer un **échantillon représentatif de 10 bouquets foliaires**. on réalisera l'échantillon à partir de ½ ou ¼ de bouquets foliaires selon développement.
 - **Peser** les échantillons (poids frais échantillon de feuilles). Les placer rapidement **en étuve pour séchage** (70°, 48 heures minimum). Après séchage, peser les échantillons en sortie d'étuve (poids sec échantillon de feuilles), l'échantillon de feuilles sera expédié à un laboratoire pour analyse de teneurs en éléments recherchés (N, P, K, Ca, Mg, S).
 - **Pour obtenir un échantillon sur racines à soumettre à analyse**, on réalisera lors des traitements des sacs de betteraves récoltés, des **barquettes de râpure surnuméraires** qui seront séchées en étuve (conditions identiques), et analysées. **La quantité de râpure nécessaire est de 50 à 100 g pour un échantillon**. La râpure séchée sera portée en laboratoire pour **analyse de teneur en azote total**.
 - La production de feuilles sera établie en appliquant le **coefficient F/R** au poids de racine établi à la récolte (poids avant décolletage en cas de réception type sucrerie).

Logigrammes :

Schéma 2: Opérations unitaires (pour chaque placette élémentaire récoltée)

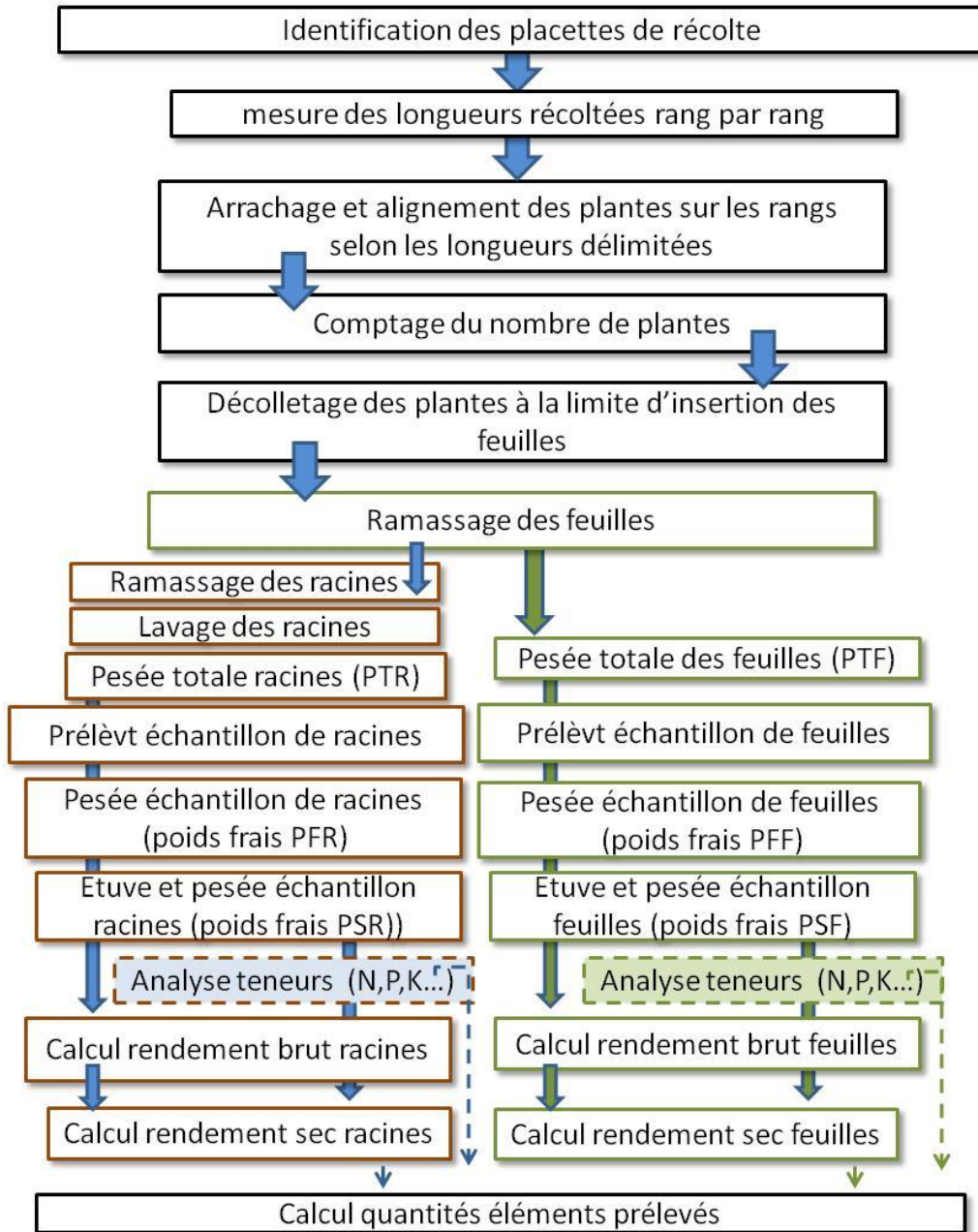
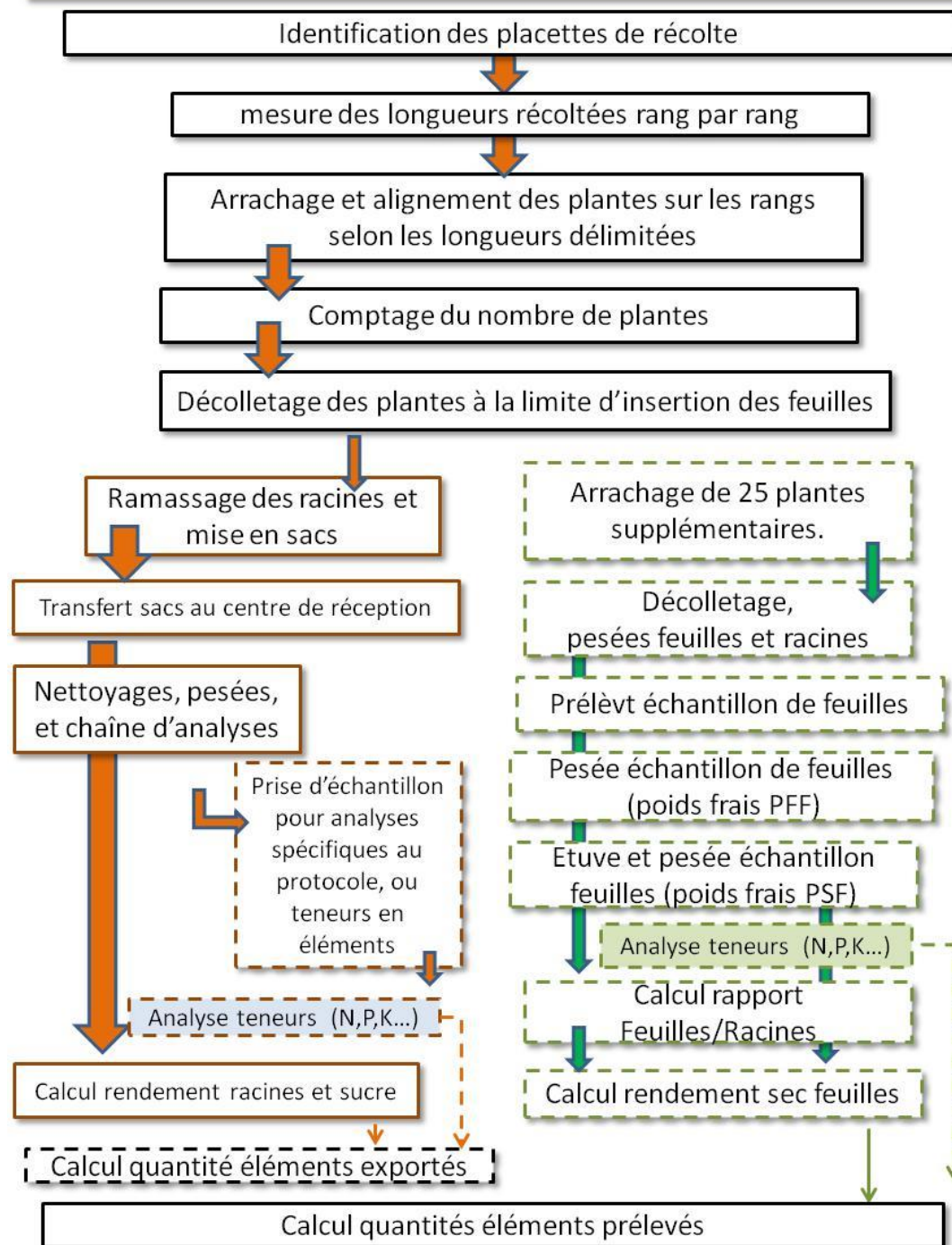


Schéma 3: Opérations unitaires (récolte finale, manuelle ou machine)



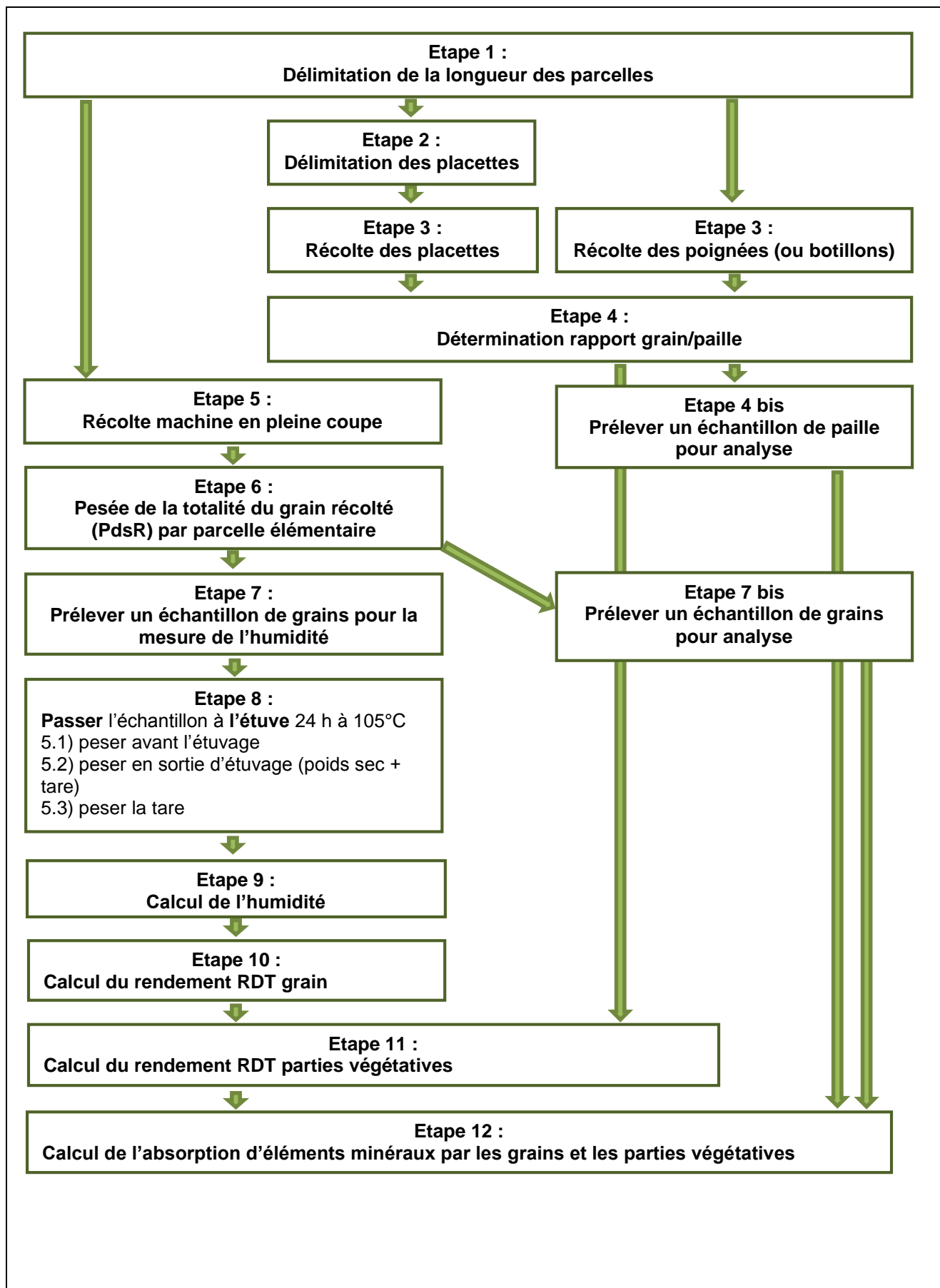
Références bibliographiques – Sources

Personnes ressources :

Betterave sucrière : Rémy Duval (ITB) duval@itbfr.org

Mode opératoire : Échantillonnage sur cultures à grains : céréales

<p>Objectifs, domaine d'application : Mesure du rendement partie aériennes et pailles éventuellement en vue de calcul d'éléments minéraux absorbés ou exportés</p>									
<p>Mots-clefs : Matrice concernée (PRO, sol, plante), Plante Type de culture : Céréales Culture : <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 33%;">Blé dur</td> <td style="width: 33%;">Escourgeon</td> <td style="width: 33%;">Seigle</td> </tr> <tr> <td>Blé tendre de printemps</td> <td>Orge de printemps</td> <td>Triticale</td> </tr> <tr> <td>Blé tendre d'hiver</td> <td>Orge d'hiver</td> <td></td> </tr> </table> Organes concernés : parties végétatives et grains Opération : mesure de rendement Types de mesures concernés : Récoltes de placettes ou poignées et Récolte machine</p>	Blé dur	Escourgeon	Seigle	Blé tendre de printemps	Orge de printemps	Triticale	Blé tendre d'hiver	Orge d'hiver	
Blé dur	Escourgeon	Seigle							
Blé tendre de printemps	Orge de printemps	Triticale							
Blé tendre d'hiver	Orge d'hiver								
<p>Recommandations hygiène – sécurité : Port de masque anti poussière recommandé, risques éventuels de rhinite ou d'allergie liée à la présence de poussières.</p>									
<p>Préparation de l'intervention</p> <ul style="list-style-type: none"> - Repérage terrain : délimitation précise de la longueur des parcelles (cf. protocole), dans chaque parcelle élémentaire concernée (cf. protocole) délimiter les placettes si nécessaire - Fiche de notation (ex. en Annexe) : - Matériel (consommables nécessaires) et préparation du matériel : Jalons plastiques, Sacs papier 40 cm par 80 cm identifié (N° de placette, N° de parcelle, Nom essai), sacs plastique numérotés et/ou petites boîtes d'aluminium numérotées ou petits flacons en verre pouvant être fermés hermétiquement avant la mise à l'étuve et pouvant aller à l'étuve (105°C). 									
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention Peu avant et pendant la récolte machine</p>									
<p>Description de la méthode :</p> <p>1) Délimitation de la longueur des parcelles dès le stade tallage avec un désherbant total sur 20 cm de largeur puis soit courant montaison en broyant une bande (une largeur de broyeur soit 1 à 3 m) de végétation soit juste avant la récolte en récoltant une bande à chaque bout de chaque parcelle en bout</p> <p>2) Délimitation des placettes : positionner les placettes (cf. protocole) dans la parcelle</p> <p>3) Récolte placettes : juste avant la récolte machine, couper les plantes présentes sur la placette au ras du sol à l'aide d'un cutter, mettre le bottillon ainsi constitué (inflorescence ou épis au fond du sac) dans un sac papier étiqueté (Nom essai, N° des parcelles, N° de placette)</p> <p>3bis) Récolte poignées (ou bottillons) pour les céréales : juste avant la récolte machine, constituer un bottillon d'une centaine de plantes prélevées sur l'ensemble de la parcelle par groupe d'une dizaine de plantes coupées au ras du sol au cutter mettre le bottillon ainsi constitué (inflorescence ou épis au fond du sac) dans un sac papier étiqueté (Nom essai, N° des parcelles). Il est également possible de couper 3 fois 1 m sur, à chaque fois, deux rangées de céréales avec un sécateur à gazon à la hauteur approximative de la machine. Cela permet d'avoir une 2^{ème} estimation du rendement qui permet de relativiser en cas de rendements illogiques.</p> <p>4) Détermination du rapport grains/ paille : Peser les bottillons individuellement (PdsB (g)), Couper les épis, les battre, récupérer les grains et les parties végétatives, Peser les grains (PdsGH (g)), en prendre un échantillon (≈ 20 g) pour passage à l'étuve (24 heures à 105°C) et déterminer la teneur en matière sèche : $MSG\% = ((P_{sec} + tare) - tare) / ((P_{humide} + tare) - tare)$. Calculer le poids de grains sec du bottillon (PdsGs (g) = PdsGH*MSG% Prélever un échantillon (≈ 500 g) de paille + partie végétative de l'épi pour passage à l'étuve l'étuve (24H à 105°C) et déterminer de la teneur en matière sèche : $MSPV\% = ((P_{sec} + tare) - tare) / ((P_{humide} + tare) - tare)$. Calculer le poids de parties végétatives sèches du bottillon : PdsPVs (g) = (PdsB- PdsGH) *MSPV% Calculer le rapport : grains /parties végétatives = G/PV = PdsGs (g) / PdsPVs (g)</p>									



4 bis) Prélever un échantillon (≈ 500 g) de paille + partie végétative de l'épi pour analyses éventuelles.

5) Récolte machine en pleine coupe sur une ou 2 longueurs de parcelle selon la largeur disponible, soit avec petite machine d'expérimentation pour des longueurs de parcelles de 5 à 10 m. soit avec une moissonneuse batteuse de l'exploitation sur des parcelles élémentaires de grandes dimensions.

6) Peser la totalité du grain récolté (PdsR) sur la machine pour les machines équipées soit sur une balance adaptée à la quantité à peser (portée de 30 kg pour les récoltes de petites parcelles sur 10 m de long avec machine pour expérimentation, pont bascule pour les récoltes avec des machines de grandes cultures).

7) Prélever un échantillon de grain pour la mesure de l'humidité récolte (20 à 50 g suffisent). L'échantillon doit être représentatif de l'ensemble de la récolte de la parcelle et doit donc être issu du mélange de plusieurs prélèvements dans le volume récolté.

7bis) Prélever un échantillon de grain pour analyses (cf. protocole) (quantité selon analyses à réaliser).

8) Passer l'échantillon à l'étuve 24H à 105°C : peser avant étuvage (poids humide + tare), pesée en sortie d'étuvage (poids sec + tare), peser la tare

9) Calcul de l'humidité : $H\% = 100 * ((\text{poids humide} + \text{tare}) - (\text{poids sec} + \text{tare})) / ((\text{poids humide} + \text{tare}) - \text{tare})$

10) Calcul du rendement RDTG sec (qx/ha) = $100 * \text{PdsR (kg)} * (100 - H\%) / (\text{longueur récoltée (m)} * \text{largeur de coupe (m)})$

11) Calcul du rendement des parties végétatives : $\text{RDT PV (T MS/ha)} = \text{RDTG sec} / (\text{G/PV}) / 10$

12) Calcul des quantités d'éléments minéraux absorbés : $\text{RDTG sec} * \text{teneur dans le grain} + \text{RDTPV sec} * \text{teneur dans les parties végétatives}$

Tableau 1 : Exemple de feuille d'enregistrement récolte machine

N° parcelle	Nom traitement	N° bloc	longueur récolté (m)	largeur récoltée (m)	poids récolté (kg)	Pds Hum + tare (g)	Pds sec + tare (g)	tare (g)	humidité (%)	rdt sec (qx/Ha)

			Echantillon grains						Echantillon partie végétative					
N° parcelle	N° bloc	N° bottillon	poids total humide (kg)	Pds Hum + tare (g)	Pds sec + tare (g)	tare (g)	MS (%)	poids sec (g)	Pds Hum + tare (g)	Pds sec + tare (g)	tare (g)	MS (%)	poids sec (g)	Rapport

Tableau 2 : Exemple feuille d'enregistrement pour bottillon :

Références bibliographiques – Sources - Personnes ressources

ARVALIS-Institut du végétal

Mode opératoire : Échantillonnage sur cultures à grains : tournesol : rendement et absorption d'azote par les parties aériennes

<p>Objectifs, domaine d'application Estimation de la biomasse aérienne (pailles et graines) et des quantités d'éléments minéraux absorbés dans les parties aériennes et exportées.</p>
<p>Mots-clés Plante, Oléagineux, Tournesol, Parties végétatives et graines</p>
<p>Recommandations hygiène – sécurité</p>
<p>Préparation de l'intervention Repérage terrain : délimiter les zones de récolte et de prélèvement de plantes. Les zones de prélèvement seront de préférence situées en dehors de la zone de récolte. Fiche de notation Matériel : jalons, sacs en plastique numérotés...</p>
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention <u>Estimation des quantités d'éléments minéraux absorbés dans les parties</u> aériennes (végétatives + graines) Au cours de la sénescence, les feuilles de tournesol jaunissent, puis se dessèchent et prennent un port « pendant ». Si elles ne sont soumises à aucune contrainte mécanique (vent, frottement...), elles ne tombent pas. Elles sont néanmoins très fragiles. Du fait de cette caractéristique, 2 méthodes sont possibles : - Réalisation des prélèvements entre la maturité physiologique (stade M1.3 ; environ 30 % d'humidité des graines) et la récolte maturité. Le choix de cette option nécessite de prendre soin de ne pas perdre de feuilles sèches avant et lors du prélèvement (c'est parfois très délicat). - Réalisation des prélèvements au stade M0 : les travaux passés ont montré que l'absorption maximale d'azote dans les organes en place était souvent atteinte au stade M0. L'avantage de ce stade est qu'il y a moins de risque de pertes de feuilles, mais les graines ne sont pas encore à maturité. Il faut donc procéder en 2 prélèvements, comme pour le colza (à M0 pour les plantes entières et à maturité pour les graines). Ces stades de référence sont « calés » vis-à-vis de l'azote. Nous n'avons pas réalisé le même travail sur les autres éléments. Nous proposons toutefois le même stade par extrapolation.</p> <p><u>Estimation du rendement graines et de la quantité d'azote exporté dans les graines</u> : pendant la récolte machine La quantité d'azote présent dans les parties aériennes végétatives est estimée : - Soit par différence entre la quantité d'azote estimée au stade M0 dans l'ensemble des parties aériennes et la quantité d'azote estimée dans les graines à maturité. - Soit par mesure sur les parties aériennes végétatives à maturité.</p>
<p>Description de la méthode</p> <p>Jusqu'au stade E1 1) Délimitation des placettes de prélèvement des parties aériennes : au moins 8 m² par modalité étudiée (si 4 blocs, au moins 2 m² par parcelle élémentaire sur 2 rangs). Mesurer précisément la surface des placettes : distance entre rangs et longueur sur les rangs.</p> <p>Au stade « M0 » 2) Prélèvement des parties aériennes des plantes sur les placettes (surface = s) : couper les tiges au niveau du sol et mettre les parties aériennes dans des grands sacs en plastique étiquetés (par exemple de type tissé). 3) Détermination du poids de matière sèche : peser l'ensemble des parties aériennes de toutes les plantes en frais par parcelle élémentaire (MVt ; précision 10 g). La masse de végétation est trop grande pour pouvoir faire sécher l'ensemble. Il faut donc réaliser un échantillonnage. La méthode recommandée est de broyer l'ensemble des plantes dans un broyeur de type « jardin », de bien homogénéiser le broyat obtenu (par exemple dans un bas en plastique) car il est constitué d'organes divers (feuilles, tiges, siliques, graines) pouvant avoir des teneurs en éléments minéraux très différentes (mélange soigneux à la main). Le broyage doit être réalisé peu de temps après la mesure de MVt. Prélever ensuite des poignées de broyat sur toute la profondeur du bac jusqu'à obtenir un échantillon d'environ 500 g de broyat frais (MVeCh) dont la masse est précisément mesurée (précision au g). Un échantillon est constitué par parcelle élémentaire. Les échantillons sont ensuite séchés pendant 36 heures à 70°C en étuve ventilée préchauffée. A la sortie de l'étude, les échantillons sont précisément pesés (précision 0,1 g) : MSeCh</p>

Le poids de matière sèche aérienne (MSt) est calculé de la façon suivante :

$$\text{MSt (g/m}^2\text{)} = \text{MVt (g/m}^2\text{)} \times (\text{MSech (g/m}^2\text{)} / \text{MVe ch (g/m}^2\text{)} / \text{s (m}^2\text{)})$$

4) Détermination de la teneur en éléments minéraux : conditionner les échantillons séchés précédents dans les sacs en plastique et les envoyer au laboratoire pour la détermination de la teneur en éléments minéraux (%).

La quantité d'un élément minéral est calculée de la façon suivante :

$$\text{elt_abs (g/m}^2\text{)} = \text{MSt} \times \text{teneur (\%)} / 100.$$

A maturité

1) Prélèvement des parties aériennes des plantes sur les placettes (surface = s) : couper les tiges au niveau du sol et mettre les parties aériennes dans des grands sacs en plastique étiquetés (par exemple de type tissé).

2) Séparer les graines du reste des parties aériennes (égrenage)

3) Détermination du poids de matière sèche des parties aériennes végétatives : peser séparément les parties aériennes végétatives de toutes les plantes en frais par parcelle élémentaire (MVveg ; précision 10 g).

La masse végétative est trop grande pour pouvoir faire sécher l'ensemble. Il faut donc réaliser un échantillonnage.

La méthode recommandée est de broyer l'ensemble des plantes dans un broyeur de type « jardin », de bien homogénéiser le broyat obtenu (par exemple dans un bac en plastique) car il est constitué d'organes divers (feuilles, tiges, siliques, graines) pouvant avoir des teneurs en éléments minéraux très différentes (mélange soigneux à la main).

Le broyage doit être réalisé peu de temps après la mesure de MVveg. Prélever ensuite des poignées de broyat sur toute la profondeur du bac jusqu'à obtenir un échantillon d'environ 500 g de broyat frais (MVe ch) dont la masse est précisément mesurée (précision au g). Un échantillon est constitué par parcelle élémentaire.

Les échantillons sont ensuite séchés pendant 36 heures à 70°C en étude ventilée préchauffée.

A la sortie de l'étude, les échantillons sont précisément pesés (précision 0.1 g) : MSech

Le poids de matière sèche végétative (MSveg) est calculé de la façon suivante :

$$\text{MSveg (g/m}^2\text{)} = \text{MVveg (g/m}^2\text{)} \times (\text{MSech (g/m}^2\text{)} / \text{MVe ch (g/m}^2\text{)} / \text{s (m}^2\text{)})$$

4) Détermination du poids de matière sèche des parties aériennes végétatives : peser séparément les graines de toutes les plantes en frais par parcelle élémentaire MVgr ; précision 1 g). Les échantillons sont ensuite séchés pendant 36 heures à 70°C en étude ventilée préchauffée.

A la sortie de l'étude, les échantillons sont précisément pesés (précision 0.1 g) : MSgrb.

Le poids de matière sèche de graines (MSgr) est calculé de la façon suivante :

$$\text{MSgr (g/m}^2\text{)} = \text{MVgrb (g/m}^2\text{)} / \text{s (m}^2\text{)}$$

5) Détermination de la teneur en éléments minéraux : conditionner les échantillons séchés précédents dans les sacs en plastique et les envoyer au laboratoire pour la détermination de la teneur en éléments minéraux (%).

La quantité d'un élément minéral est calculée de la façon suivante :

$$\text{elt_abs (g/m}^2\text{)} = \text{MSt} \times \text{teneur (\%)} / 100$$

A la récolte machine :

1) Délimitation et mesure de la surface des zones de récolte : réalisation d'une allée par broyage à un stade convenant à l'expérimentateur et/ou récolte d'une bande à chaque bout de parcelle. Mesure de la surface récoltée (s en m²)

2) Récolte machine en pleine coupe sur 1 ou 2 coupes selon la taille de la coupe et de la parcelle (au moins 12 m² par parcelle élémentaire avec une machine d'expérimentation et 100 m² par parcelle avec une machine agriculteur)

3) Détermination du poids brut de récolte : peser la totalité du grain récolté par parcelle élémentaire (Mb en kg ; précision : 10g). idem céréales pour la distinction entre machine d'expérimentation et d'agriculteur)

4) Détermination du rendement en graines propres et sèche (rdtGPS) : prélever un échantillon représentatif du grain récolté en plusieurs prises par parcelle élémentaire (50 g suffisent si les mesures suivantes sont réalisées sur place ; environ 300 g sont nécessaire si elles sont réalisées en laboratoire + teneur en éléments). Peser précisément chaque échantillon de graines (MVb) avec une précision au 1/10ème de g. Le débarrasser de ses impuretés, puis peser les impuretés (imp) en g ; précision 0,1 g. Faire sécher les échantillons débarrassés de leurs impuretés 24 heures à 105°C. Peser les échantillons secs (MSg), précision au 0,1 g.

Calcul de la teneur en impuretés (%) :

$$\% \text{imp} = \text{imp} / \text{MVb} \times 100$$

Calcul de la teneur en eau des graines propres

$$(\% \text{H}) : \% \text{H} = \text{MSg} / \text{MVb} \times 100$$

Calcul du rendement en graines propres et sèches (q/ha) :

$$\text{rdtGPS} = \text{Mb} \times (100 - \% \text{imp}) \times (100 - \% \text{H}) / 104 / 102 / \text{s} \times 104$$

5) Calcul du rendement des parties végétatives (MSveg en t/ha) :
 $MSveg = (MSt \times 104 / 106) - (rdtGPS/10)$

6) Calcul de la quantité d'élément dans les graines (en kg/ha) :
 $rdtGPS \times 100 \times \% \text{ élé} / 100$

Références bibliographiques – Sources

Personne ressource

Luc Champolivier (CETIOM) – Tél : 05 61 28 52 62 – champolivier@cetiom.fr

Échantillonnage sur cultures à grains : Colza d'hiver : rendement et absorption d'azote par les parties aériennes

<p>Objectifs, domaine d'application Estimation de la biomasse aérienne (pailles et graines) et des quantités d'éléments minéraux absorbés dans les parties aériennes et exportés.</p>
<p>Mots-clefs Plante, Oléagineux, Colza d'hiver, Parties végétatives et graines</p>
<p>Recommandations hygiène – sécurité</p>
<p>Préparation de l'intervention Repérage terrain : délimiter les zones de récolte et de prélèvement de plantes. Les zones de prélèvement seront de préférence situées en dehors de la zone de récolte. Fiche de notation Matériel : jalons, sacs en plastique numérotés...</p>
<p>Date/période et estimation de la durée de l'intervention <u>Estimation des quantités d'éléments minéraux absorbés dans les parties aériennes</u> (végétatives + graines) Une des caractéristiques du colza est qu'il perd ses feuilles au cours de son développement. La durée de présence des feuilles sur la plante est commandée par 2 facteurs : le temps thermique et l'intensité des remobilisations vers d'autres organes. A maturité physiologique, il n'y a plus de feuilles sur les tiges. C'est la raison pour laquelle on constate une diminution de la quantité d'azote présent dans les organes en place pendant la phase de maturation. En toute rigueur, il faudrait donc récupérer les feuilles qui tombent au cours du cycle (filet sous les plantes), mais il s'agit d'un travail très lourd réservé aux études de type écophysiole. Le CETIOM propose une solution alternative : ses travaux passés ont montré que le maximum de présence d'azote dans les organes en place se situait une quinzaine de jours après la fin de la floraison. Il propose donc de réaliser les prélèvements à ce moment-là (stade dit « G4 azote ») qui est celui où il a accumulé l'ensemble de ses références. A ce stade les graines sont en phase de remplissage. On ne peut donc estimer que la quantité absorbée dans la totalité des organes aériens. Ce stade de référence a été « calé » vis-à-vis de l'azote. Nous n'avons pas réalisé le même travail sur les autres éléments. Nous préconisons toutefois le même stade par extrapolation.</p> <p><u>Estimation du rendement graines et de la quantité d'azote exporté dans les graines</u> : pendant la récolte machine La quantité d'azote présent dans les parties aériennes végétatives est estimée par différence entre la quantité d'azote estimé au stade G4 dans l'ensemble des parties aériennes et la quantité d'azote estimée dans les graines à maturité.</p>
<p>Description de la méthode</p> <p>A partir de la reprise de végétation 1) Délimitation des placettes de prélèvement des parties aériennes : au moins 4 m² par modalité étudiée (si 4 blocs, au moins 1 m² par parcelle élémentaire sur 1 ou 2 rangs). Il est toutefois préférable de d'augmenter cette surface de prélèvement si l'on veut réaliser des analyses de variance (de l'ordre de 2 m² par parcelle élémentaire en 1 ou 2 placettes selon la distance entre rangs). Mesurer précisément la surface des placettes : distance entre rangs et longueur sur les rangs.</p> <p>Au stade « G4 azote » 1) Prélèvement des parties aériennes des plantes sur les placettes (surface = s) : couper les tiges au niveau du sol et mettre les parties aériennes dans des grands sacs en plastique étiquetés (par exemple de type tissé). 2) Détermination du poids de matière sèche : peser l'ensemble des parties aériennes de toutes les plantes en frais par parcelle élémentaire (MVt ; précision 10 g). La masse de végétation est trop grande pour pouvoir faire sécher l'ensemble. Il faut donc réaliser un échantillonnage. La méthode recommandée est de broyer l'ensemble des plantes dans un broyeur de type « jardin », de bien homogénéiser le broyat obtenu (par exemple dans un bas en plastique) car il est obtenu à partir d'organes divers (feuilles, tiges, siliques, graines) pouvant avoir des teneurs en éléments minéraux très différentes (mélange soigneux à la main). Le broyage doit être réalisé peu de temps après la mesure de MVt. Prélever ensuite des poignées de broyat sur toute la profondeur du bac jusqu'à obtenir un échantillon d'environ 500 g de broyat frais (MVeCh) dont la masse est précisément mesurées (précision au g). Un échantillon est constitué par parcelle élémentaire. Les échantillons sont ensuite séchés pendant 36 heures à 70°C en étuve ventilée préchauffée. A la sortie de l'étuve, les échantillons sont précisément pesés (précision 0,1 g) : MSeCh Le poids de matière sèche aérienne (MSt) est calculé de la façon suivante :</p> $MSt (g/m^2) = MVt (g/m^2) \times (MSeCh (g/m^2) / MVeCh (g/m^2) / s (m^2))$

3) Détermination de la teneur en éléments minéraux : conditionner les échantillons séchés précédents dans les sacs en plastique et les envoyer au laboratoire pour la détermination de la teneur en éléments minéraux (%). La quantité d'un élément minéral est calculée de la façon suivante : $\text{elt_abs (g/m}^2\text{)} = \text{MSt} \times \text{teneur (\%)} / 100$

A la récolte machine :

1) Délimitation et mesure de la surface des zones de récolte : réalisation d'une allée par broyage à un stade convenant à l'expérimentateur et/ou récolte d'une bande à chaque bout de parcelle. Mesure de la surface récoltée (s en m²)

2) Récolte machine en pleine coupe sur 1 ou 2 coupes selon la taille de la coupe et de la parcelle (au moins 12 m² par parcelle élémentaire avec une machine d'expérimentation et 100 m² par parcelle avec une machine agriculteur)

3) Détermination du poids brut de récolte : peser la totalité du grain récolté par parcelle élémentaire (Mb en kg ; précision : 10g). idem céréales pour la distinction entre machine d'expérimentation et d'agriculteur)

4) Détermination du rendement en graines propres et sèche (rdtGPS) : prélever un échantillon représentatif du grain récolté en plusieurs prises par parcelle élémentaire (50 g suffisent si les mesures suivantes sont réalisées sur place ; environ 300 g sont nécessaire si elles sont réalisées en laboratoire + teneur en éléments). Peser précisément chaque échantillon de graines (MVb au 1/10^{ème} de g). Le débarrasser de ses impuretés, puis peser les impuretés (imp) en g ; précision 0,1 g. Faire sécher les échantillons débarrassés de leurs impuretés 24 heures à 105°C. Peser les échantillons secs (MSg) précision au 0,1 g.

Calcul de la teneur en impuretés (%) :

$$\%imp = imp / MVb \times 100$$

Calcul de la teneur en eau des graines propres (%H) :

$$\%H = MSg / MVb \times 100$$

Calcul du rendement en graines propres et sèches (q/ha) :

$$\text{rdtGPS} = Mb \times (100 - \%imp) \times (100 - \%H) / 104 / 102 / s \times 104$$

5) Calcul du rendement des parties végétatives (MSveg en t/ha) :

$$\text{MSveg} = (\text{MSt} \times 104 / 106) - (\text{rdtGPS} / 10)$$

6) Calcul de la quantité d'élément dans les graines (en kg/ha) :

$$\text{rdtGPS} \times 100 \times \% \text{ él} / 100$$

Références bibliographiques – Sources

Personne ressource

Luc Champolivier (CETIOM) – Tél : 05 61 28 52 62 – champolivier@cetiom.fr

Mode opératoire : Échantillonnage des horizons supérieurs d'un sol pour analyses chimiques usuelles et microbiologiques

Objectifs, domaine d'application :

Obtenir un échantillon représentatif des caractéristiques physiques, chimiques et biologiques du sol d'une zone donnée (zone expérimentale, parcelle expérimentale, parcelle élémentaire) pour un (des) horizon(s) étudié(s) d'un sol.

Il existe une multitude de méthodes pour obtenir un échantillon de sol pour analyses chimiques. Dans ce guide, nous proposons 4 méthodes qui sont utilisables dans de nombreuses situations.

Mots-clefs :

Echantillonnage, représentativité, prélèvements élémentaires, homogénéisation, tarière, terre

Matériel :

Tarière (Edelman, gouge), seaux (un par horizon, si possible de couleurs différentes). Pour enlever la terre de la tarière (sol collant à tendance argileux), prendre un outil (couteau, marteau, tige rigide...) incapable d'interagir avec les mesures chimiques choisies.

Recommandations hygiène et sécurité :

Bleu de travail, bottes et gants.

Préparation de l'intervention :

Réaliser une fiche d'identification permettant d'assurer la traçabilité des échantillons selon le traitement et l'horizon pédologique étudié.

Les prélèvements sont réalisés de préférence :

- avant un nouvel apport de fertilisant ou après assimilation complète du fertilisant dans le sol
- à la même période que les années précédentes.

Il est important d'utiliser la même méthodologie et de se placer dans les mêmes conditions pour les suivis dans le temps.

Description de la méthode :

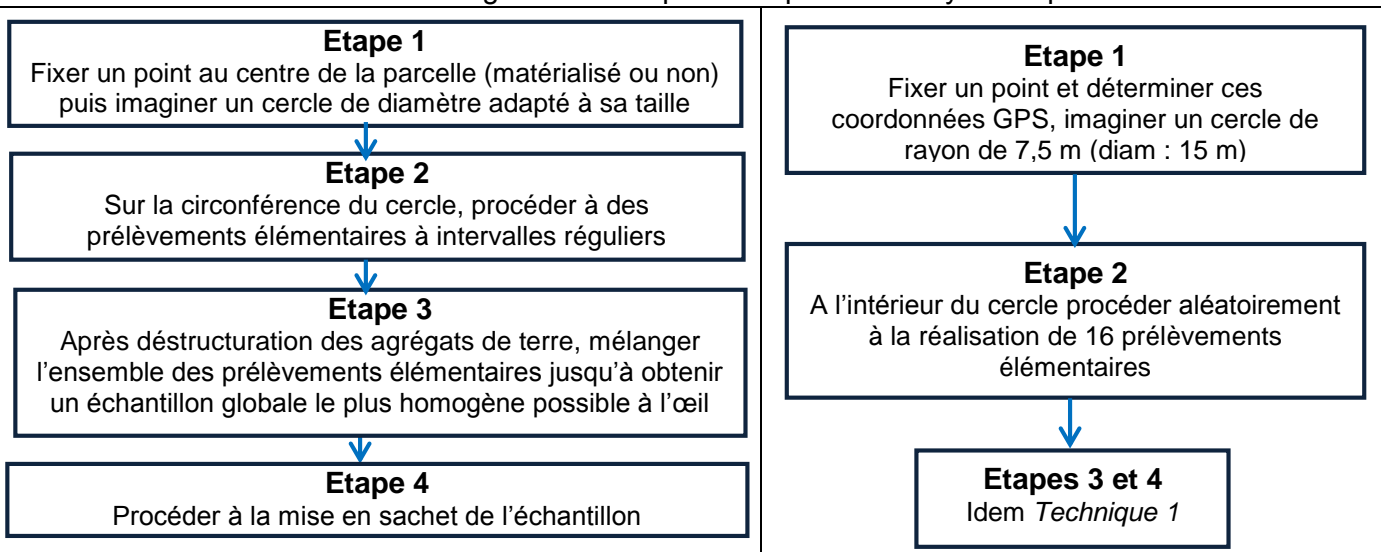
Il est indispensable de réaliser un échantillon de sol à partir d'un minimum de 15 prélèvements (pour des parcelles élémentaires petite $\approx 50 \text{ m}^2$ le nombre de prélèvements peut être réduit à 10, notamment pour les essais de longue durée). Eviter de réaliser les prélèvements dans des zones à antécédents particuliers (zone de remblai, zone anciennement décapée, ancien chemin, zone de dépôt de fumier...)

Selon les analyses à réaliser, prélever entre 500 g et 1 kg de terre (rapprochez-vous de votre laboratoire pour connaître la masse de sol nécessaire pour vos analyses).

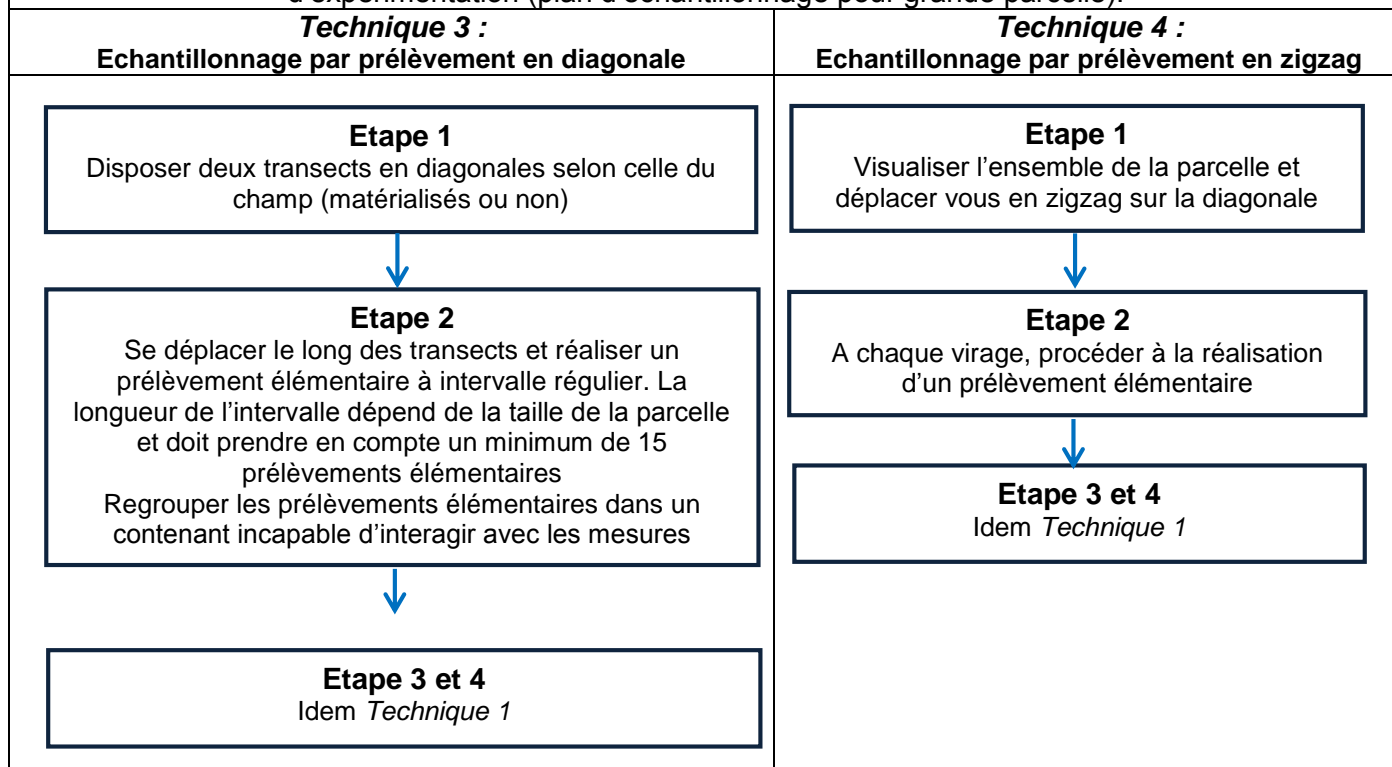
**Technique 1 :
Echantillonnage par prélèvement en cercle**

**Technique 2 :
Protocole réglementaire applicable pour les
analyses de sol liées au suivi des plans
d'épandage de PRO de type boues d'épuration**

Plan d'échantillonnage conseillée pour des petites à moyennes parcelles



Techniques alternatives présentées à titre indicatif mais jugées moins robustes que les techniques 1 et 2. Ces techniques peuvent être éventuellement utilisées pour juger de l'homogénéité de la zone d'expérimentation (plan d'échantillonnage pour grande parcelle).



Profondeur d'échantillonnage :

Il faut impérativement la noter pour pouvoir la reproduire dans le temps et ainsi pouvoir travailler sur des stocks, et pas seulement des teneurs.

Cette question peut être un des paramètres de mesure de l'expérimentation.

Sol travaillé (labour fréquent ou occasionnel) :

Au préalable, Il est préférable de repérer la profondeur de travail la plus profonde (par exemple : faire un profil de 30 cm de profondeur à la bêche et repérer la zone de transition) et de prélever sur une profondeur légèrement inférieure pour être sûr de ne prélever que de la terre travaillée dans laquelle le PRO est mélangé. Pour les besoins de certains protocoles, un deuxième horizon en-dessous de la profondeur travaillée la plus importante peut être prélevé, notamment pour des essais de moyenne ou longue durée.

Sol non travaillé (semis direct, prairie...) :

En cas de sol non travaillé en régime continu depuis au moins 5 ans, selon l'objet de l'expérimentation, des prélèvements de la couche 0-10 cm d'une part et sur l'ancienne profondeur de travail peuvent se réaliser.

Spécificité d'échantillonnage pour la mesure des reliquats azotés :

Pour le prélèvement, il est préférable d'utiliser une tarière hélicoïdale (de faible diamètre [20-25 mm] afin de pouvoir la dégager du sol plus facilement).

Dans ce cas, on mesure l'azote minéral pour une profondeur de 90 cm à 120 cm divisée en horizons : 0-30 cm, 30-60 cm et 60-90 cm (voire 90-120 cm).

Un minimum de 10 carottes élémentaires peut suffire pour des parcelles allant jusqu'à 100 m² (pour des parcelles de plusieurs hectares, il est préférable de passer à 12 prélèvements élémentaires par hectares) veillez à enlever les terres adhérentes aux faces externes de la tarière ainsi que le centimètre supérieur de la carotte (pour ne pas souiller le prélèvement par des horizons différents). Déposer chaque prélèvement dans un seau de couleur différente ou préalablement marqué.

Eviter de prélever les jours de pluie (problèmes de sursaturation hydrique en surface) et éviter de prélever des résidus de culture. Il est impératif de stocker les échantillons au frais à 4°C en glacière dès le prélèvement et soit les acheminer immédiatement au laboratoire pour analyse, soit les congeler directement.

Spécificité d'échantillonnage pour la mesure des stocks (MO, ETM...) :

Pour ce type de prélèvement, il est nécessaire de connaître le volume de sol prélevé par l'outil de carottage (voir mode opératoire suivant).

Spécificité d'échantillonnage pour la mesure d'indicateurs de qualité microbiologique (biomasse microbienne, activité enzymatique, génomique, ...) :

Pour ce type d'indicateurs, il faut respecter des conditions et périodes de prélèvement. Il faut éviter tout stress (hydrique et thermique)

- Ne pas prélever lorsque le sol est trop sec ou gorgé d'eau. L'idéal est de prélever un sol ressuyé (permettant le passage d'engins)
- Ne pas prélever en période trop froide ou trop chaude, l'optimum étant entre 5 et 25°C.

Les périodes de prélèvement adaptées se concentrent donc sur le printemps et l'automne.

Il faut également être conscient que l'incorporation de substrat carboné organique dans le sol (enfouissement des résidus de récolte, destruction d'un couvert, apport de PRO) aura un impact rapide sur ces indicateurs. Cela est un avantage lorsqu'on veut suivre une cinétique d'effet. Cependant si on veut comparer des effets globaux ou cumulatifs sur le moyen ou long terme, il faudra prélever au moins 2 mois après toute incorporation de matière organique.

Enfin les quantités de terre nécessaires sont généralement plus importantes que pour des analyses chimiques usuelles (entre 500 g et 4 kg). La conservation au frais et l'acheminement rapide au laboratoire est indispensable, et la congélation de l'échantillon est à proscrire.

Durée de l'intervention :

Très variable car dépend du nombre de parcelles à échantillonner et de la dureté du sol (sol dur = pénétration de la tarière lente)

Pour les grandes expérimentations, il est fortement conseillé de s'équiper d'une tarière électrique ou d'un préleveur à percussion mécanique rattaché ou non à un quad. Certaines entreprises ou laboratoire peuvent proposer ce type de prestation

Références bibliographiques – Sources – Personnes ressources (contact)

GEMAS (Groupement d'Etudes Méthodologiques et d'Analyses des Sols) : fservain@aisne.fr

ARVALIS - Institut du Végétal
Domaine du Magneraud
17700 St Pierre d'Amilly

ARVALIS institut du végétal
Station de La Jaillière
44370 La Chapelle St Sauveur

Chambres d'Agriculture de Bretagne
Service Agronomie
Rue Maurice Le Lannou
CS 74223
35042 RENNES Cedex

Chambre d'Agriculture des Ardennes
Service Agronomie
1, rue Jacquemart Templeux
CS 70733
08013 CHARLEVILLE MÉZIÈRES Cedex

SAS Laboratoire, Le prélèvement de terre : méthodes et outils, adaptation à la variabilité intra parcellaire, Académie d'Agriculture de France, 2009

Arvalis, Mesure du contenu en azote minéral du sol (M.O.n°8 v2), septembre 2002

CA Réunion - Prélever un échantillon de sol pour analyse au laboratoire p.192 à 195

Arrêté du 8 janvier 1998 (PRO d'origine urbaine)

Arrêté du 2 février 1998 (PRO d'origine industriel)

Normes AFNOR X31-100 et X31-115

Norme ISO 10381

Mode opératoire : Échantillonnage de sol pour mesures physiques

Echantillonnage d'un sol pour mesure de la masse volumique	
<p>Objectifs, domaine d'application : Obtenir un échantillon le plus représentatif de l'état physique d'une zone donnée (zone expérimentale, parcelle expérimentale, parcelle élémentaire) pour un (des) horizon(s) étudié(s) d'un sol. Il existe une dizaine de méthodes pour obtenir un échantillon de sol permettant de calculer la masse volumique apparente (ou densité apparente). Dans ce guide nous proposons celle du petit cylindre (100 cm³ environ) qui est utilisable dans de nombreuses situations, sauf celles à forte densité d'éléments grossiers ou en cas de sol très sec ou très dur. A titre indicatif nous décrivons brièvement la technique utilisant la sonde gamma γ</p>	
<p>Mots-clefs : Cylindre, échantillonnage, représentativité, densité apparente, stabilité structurale, porosité, structure, sol</p>	
<p>Matériel : Cylindre métallique ou PVC d'un volume connu ouvert aux deux extrémités, étuve, pelle de jardinage, bêche, sacs plastiques ou contenants refermables, balance, couteau plat, gros marteau, pièce de bois épaisse de 20/20 cm.</p>	
<p>Recommandations hygiène et sécurité : Bleu de travail, bottes et gants</p>	
<p>Préparation de l'intervention : Réaliser une fiche d'identification permettant d'assurer la traçabilité des échantillons selon le traitement et l'horizon pédologique étudié. PS : La mesure de la stabilité structurale peut-être réalisée après mesure de la masse volumique.</p>	
<p>Description de la méthode : Eviter de réaliser les prélèvements dans des zones à antécédents particuliers (zone de remblai, zone anciennement décapée, ancien chemin, zone de dépôt...) Réaliser le prélèvement dans des conditions d'humidité modérées (ex. condition de sol adaptées au semis, printemps...). Réaliser l'échantillon dans les mêmes conditions de terrain en évitant les conditions extrêmes</p>	
<p style="text-align: center;">Techniques 1 : Echantillonnage par la surface</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px auto; width: 80%; text-align: center;"> <p>Etape 1* Racler la surface du sol pour enlever les résidus de culture où les horizons non désirés.</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px auto; width: 80%; text-align: center;"> <p>Etape 2* Positionner le cylindre sur la surface du sol et faites le pénétrer jusqu'au sommet par rotation ou par enfoncement dans l'horizon à échantillonner à l'aide du marteau et de la pièce de bois.</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p>	<p style="text-align: center;">Techniques 2 : Echantillonnage par profil</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px auto; width: 80%; text-align: center;"> <p>Etape 1* Réaliser un profil de sol à la bêche de la profondeur voulue en limitant au maximum la compaction de la partie qui sera échantillonnée. Rendre le profil le plus vertical possible à l'aide d'un couteau</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p> <div style="border: 1px solid black; padding: 10px; margin: 10px auto; width: 80%; text-align: center;"> <p>Etape 2* Disposer le cylindre perpendiculairement au profil de manière à échantillonner la couche de sol voulue et enfoncer le cylindre de la même manière que pour l'étape 2 de la technique 1</p> </div> <p style="text-align: center;">↓</p>

Etape 3*
Enlever le cylindre rempli de terre en creusant tout autour et sous le cylindre avec la pelle et/ou le couteau. Egaliser le niveau de terre en bas du cylindre

Etape 4*
Disposer le cylindre de terre dans un contenant refermable ou conserver l'échantillon dans le tube

Etape 5*
Obtention de la masse sèche de terre après passage à l'étuve

Etape 1 : Dans le cas où un autre horizon que celui de surface devrait être échantillonné, procéder au décapage des horizons supérieurs à l'aide d'un outil approprié (couteau/truelle/pelle). Faites attention à ne pas compacter le sol.

PS : Ce prélèvement peut aussi se réaliser sur la face d'une fosse pédologique. Le positionnement vertical en fonction des horizons ou des zones compactées est facilité.

Etape 2 : Selon le type de sol (sol caillouteux ou non) l'enfoncement du tube peut s'avérer plus aisé par rotation ou par percussion.

Etape 3 : Il est souhaitable de creuser un peu plus profond que le tube pour pouvoir insérer une lame en dessous du cylindre.

Etape 4 : Il est préférable de laisser l'échantillon dans le tube ayant servi à son prélèvement en bouchant ses extrémités par un film plastique ou autres. Evitez de laisser de la terre sur la surface externe du cylindre. Certaines sondes (HUMAX) permettent d'obtenir un échantillon directement ensaché.

Etape 5 : Déshydratation de l'échantillon, pour mesure de la densité apparente : entre 48 et 56 heures à une température de 105 °C. Attention, si l'échantillon prélevé doit en partie faire l'objet d'autres mesures (C_{org} , N...), il est préférable de le déshydrater plus doucement à 35°C. En fin de cycle de séchage prévu, il est souhaitable de réaliser plusieurs pesées pour s'assurer que l'échantillon est bien sec (pas de variation de poids).

Profondeur d'échantillonnage :

La profondeur d'échantillonnage dépend très largement des objectifs de l'expérimentation. Certaines sondes ont une profondeur d'échantillonnage limitée (exemple Sonde HUMAX = 20cm)

Etape 3*
Enlever le cylindre rempli de terre, soit en creusant tout autour, soit en poussant le cylindre vers le bas et/ou vers le haut pour le désolidariser du sol

Etape 4*
Idem technique 1

Etape 5*
Idem technique 1

Etape 1 : La profondeur du profil est à déterminer selon les objectifs de l'expérimentation

Etape 2 : Idem technique 1.

Etape 3 : Il est souhaitable de creuser un peu tout autour du cylindre afin que la désolidarisation de la carotte de sol soit plus aisée.

Etape 4 : Il est préférable de laisser l'échantillon dans le tube ayant servi à son prélèvement en bouchant ses extrémités par un film plastique ou autres.

Etape 5 : Idem technique 1.

Réaliser les calculs :

Teneur massique en eau : $w [(g \text{ H}_2\text{O}) \cdot (g \text{ de sol sec})^{-1}]$: masse d'eau / masse de sol sec calculable à l'aide de la formule suivante :

$$W = (m_{\text{sol humide}} - m_{\text{sol sec}}) / m_{\text{sol sec}}$$

Teneur en eau volumique : $\theta [(cm^3 \text{ H}_2\text{O}) \cdot (cm^3 \text{ de sol})^{-1}]$: volume d'eau / volume d'eau calculable à l'aide de la formule suivante :

$$\theta = (m_{\text{sol humide}} - m_{\text{sol sec}}) / \rho_{\text{eau}} V$$

avec ρ_{eau} : masse volumique de l'eau normalement égale à $1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ et V est le volume de l'échantillon de sol

Densité apparente : $d_a [g \cdot \text{cm}^{-3}] m \approx \text{Poids sec échantillon} / \text{volume du cylindre}$ calculable à l'aide de la formule suivante :

$$d_a = m_{\text{sol sec}} / \rho_{\text{eau}} V = \rho_{\text{sol}} / \rho_{\text{eau}}$$

avec ρ_{eau} : masse volumique de l'eau normalement égale à $1 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ et V est le volume de l'échantillon, ρ_{sol} = masse volumique apparente du sol $[(g \text{ sol sec}) \cdot (cm^3 \text{ de sol})^{-1}]$

Utilisation d'une sonde à neutrons/gamma pour des mesures simultanées d'humidité et de densité:

Ce type de sonde permet de mesurer l'humidité du sol et sa densité apparente *in situ* grâce à des concepts de physique nucléaire.

Ce type de sonde comporte à la fois une source de neutrons rapides associée à un détecteur à neutrons et une source de rayonnement gamma couplé au détecteur correspondant. Ces sondes peuvent être conçues pour fonctionner en profondeur via l'installation de tubes d'accès ou en surface. En surface, seule la teneur en eau de la couche superficielle de sol (0–15 cm) est mesurée. Pour la masse volumique, la profondeur peut aller de 2,5 à 30 cm d'épaisseur selon les modèles.

Pour plus d'informations sur l'utilisation de ce type de sonde se reporter à la publication de l'AIEA mentionnée ci-dessous.

Durée de l'intervention :

Très variable car dépend du nombre de parcelle à échantillonner, de la dureté et du type de sol (sol dure = pénétration lente du cylindre, sol collant ou friable = plusieurs tentatives souvent nécessaires)

Références bibliographiques – Sources – Personnes ressources (contact)

INRA - AgrolImpact

Pôle du Griffon

180 rue Pierre-Gilles de Gennes 02000 BARENTON-BUGNY

Tél : 03 23 24 07 77

Fax : 03 23 24 07 76

Email : agroimpact@laon.inra.fr

Alaoui A., 2005: [Evaluation de la compaction des sols par la méthode TDR. Manuel d'utilisation.](#)

[L'environnement pratique. Office fédéral de l'environnement, des forêts et du paysage](#), Berne, 74 p.

AIEA, 2003 : [Les sondes à neutrons et à rayons gamma: leurs applications en agronomie](#) - Deuxième édition, 71 p.

Baize Denis, 1988 : Guide des analyses courantes en pédologie. INRA, 172 p.

Baize Denis et Bernard Jabiol, 1995 : Guide pour la description des sols. INRA

Baize Denis, 2000 : Guide des analyses en pédologie – 2^{ème} édition revue et argumentée. INRA, 262 p.

Duparque A. et Servain F. 2011 [Gérer l'état organique des sols dans les exploitations agricoles.](#)

[Résultats du projet « Gestion et Conversation de l'Etat Organique des Sols » coordonné par Agro-Transfert RT –](#)

Partie 2 : Suivre l'évolution de l'état organique des sols au champ.

Le Bissonnais Y. et Le Souder C., 1995 : [Mesurer la stabilité structurale des sols pour évaluer leur sensibilité à la battance](#), Etude et gestion des Sols, 2, 1, 1995, pages 43-56

Klute A., 1986 Methods of soil analysis. Part 1. Physical and mineralogical methods. 1986 p.

Mode opératoire : Échantillonnage d'eau en nappe perchée

Objectifs, domaine d'application

Prélever un échantillon d'eau souterraine en nappe perchée dans un piézomètre

Mots-clefs :

Nappe perchée, piézomètre, forage, pompage, purge
Normes de prélèvement : NF T 90 523-3 et NF ISO 56 67 -11
Normes de conservation : NF ISO 56 67 -3

Recommandations hygiène – sécurité :

Port de gants

Préparation de l'intervention

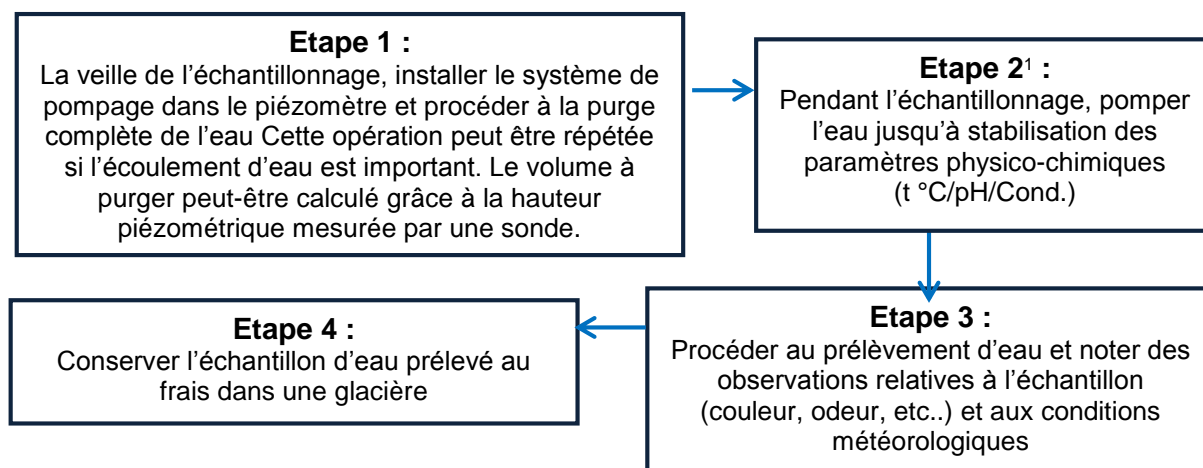
Matériel : Pompe, appareil de mesure (pH-mètre, thermomètre, conductimètre), contenant (stérile pour analyse microbiologique), glacière, matériel de rinçage entre 2 prélèvements et éventuellement sonde piézométrique

Date/période et estimation de la durée de l'intervention

Date : Hautes eaux en période de drainage des sols

Durée sans les trajets : Purge complète du piézomètre la veille ; avant prélèvement aspirer l'eau jusqu'à stabilisation du pH/t °C/conductivité (½ – 1 h) + 10 min (échantillonnage).

Description de la méthode :



Etape 1 : Installation de la pompe dans le piézomètre

La veille de l'échantillonnage, il est conseillé d'implanter le système de pompage et de procéder à la purge complète (si possible) de l'eau présente.

Etape 2 : Stabilisation des paramètres physico-chimiques avant prélèvement

Au moment de l'échantillonnage, procéder au pompage à un débit modéré. Dès que le débit de pompage se stabilise procéder à la mesure en continu du pH, de la température et de la conductivité.

¹ : Pour des piézomètres de diamètre faible et implantés à un mètre de profondeur, il est conseillé de récupérer la totalité de l'eau pompée afin de garantir un volume d'eau suffisant pour faire des analyses.

Etape 3 : Échantillonnage de l'eau

Au bout de quelques minutes, les paramètres mesurés en continu se stabilisent et l'eau pompée peut être échantillonnée car elle est considérée comme représentative de la masse d'eau à analyser.

Etape 5 : Conditionnement au champ et au laboratoire

Prélever entre 1 à 2 litres d'eau selon les analyses à effectuer et placer le contenant au frais dans une glacière et le faire parvenir au laboratoire dans un court délai.

Références bibliographiques – Sources – Personnes ressources :

Arvalis – Alain Dutertre : a.dutertre@arvalisinstitutduvegetal.fr

Mode opératoire : Méthode d'acquisition de données climatiques

Objectifs, domaine d'application		
Obtenir des données climatiques (T°C, pluviométrie, hygrométrie...) sur le site expérimental		
Mots-clés :		
Station météorologique, température, pluviométrie, évapotranspiration, hygrométrie, luminosité		
Recommandations hygiène – sécurité :		
Préparation de l'intervention		
Repérage terrain : situation la plus appropriée pour la micro station		
Date/période et estimation de la durée de l'intervention :		
Pendant l'essai sur toute ou partie de sa durée		
Description de la méthode :		
<p>Le climat a une influence déterminante sur les phénomènes physiques (évaporation, volatilisation...) et biologiques (photosynthèse, dégradation...) mis en jeu dans l'environnement. Pour certaines problématiques d'études (volatilisation de l'azote, transfert de micropolluants...), il est souhaitable de réaliser un suivi météorologique adapté à la problématique de l'essai et à l'échelle du dispositif expérimental choisie. Plusieurs paramètres peuvent être mesurés, nous préconisons de suivre au minimum : la pluviométrie et la température à un pas de temps journalier.</p>		
<u>Implantation d'une micro station météorologique :</u>		
<p>L'implantation d'un dispositif de suivi du climat est une solution optimale pour suivre les micro-conditions climatiques du site expérimental. Il existe dans le commerce une multitude de stations météorologiques. Certaines peuvent enregistrer les mesures ou les transmettre via un réseau sans fil afin d'être analysées à l'aide d'un ordinateur. Cette solution est optimale mais présente un coût d'autant plus élevé que la station sera sophistiquée et présentera des options (télétransmission, capacité de stockage, paramètres mesurés...). De plus dans certains sites, il ne faut pas négliger le risque qu'un tel appareil soit dérobé ou détérioré par des personnes malveillantes.</p> <p>Pour les expérimentations à budget serré, il est possible de limiter l'appareillage à un simple pluviomètre et thermomètre. Une multitude d'appareils existent sur le marché et les possibilités de mesure à l'aide d'appareils portables ne manquent pas. Cependant, les observations sur le climat sans système de stockage ou de transmission des données nécessitent une visite du site d'autant plus régulière que l'on désire caractériser finement les paramètres climatiques choisis.</p>		
Tableau 1 : Avantages et inconvénients des dispositifs de suivi météorologique		
	Solution optimale	Solution minimale
Dispositif	Station météo en kit	Pluviomètre, thermomètre
Avantages	<ul style="list-style-type: none"> - Prise automatique des mesures - Multiplicité des paramètres suivis (pluviométrie, hygrométrie, température, direction du vent...) - Enregistrement ou transmission des données à distance possible - Suivi régulier et à intervalle déterminé possible (minute, heure, jour...) 	<ul style="list-style-type: none"> - Coût faible - Facilité d'utilisation - Robustesse - Entretien facile - Appareillage peu visible
Inconvénients	<ul style="list-style-type: none"> - Plus ou moins complexe d'utilisation - Coût d'achat élevé - Capteurs sensibles et fragiles - Très visible, risque de vol 	<ul style="list-style-type: none"> - Visite régulière requise - Nombre plus limité de paramètres suivis - Temps de traitement informatique des données plus important (saisie, analyse...)
<p>Le suivi du climat à l'échelle du site de l'essai est satisfaisant si les dispositifs expérimentaux au sein du site sont suffisamment rapprochés. L'appareillage du suivi doit être placé dans un endroit dégagé et ne présentant aucun obstacle au vent ou à la pluie. Le pluviomètre doit être placé à un mètre cinquante (1,5 m) du sol et de manière parfaitement horizontale (à l'aide d'un niveau à bulle). Pour les</p>		

pluviomètres électroniques (à augets basculeurs), il est recommandé de mettre un épouvantail à proximité pour éviter que l'avifaune l'utilise comme perchoir, les fientes potentiellement déposées peuvent à terme perturber le système de mesure (trou d'arrivée de la pluie bouché, augets basculeurs bloqués...).

Acquisition des données issues d'une station météorologique située à proximité :

Afin d'éviter de mettre en place un dispositif de suivi des paramètres climatiques, il est possible de se procurer les données obtenues par la station météorologique la plus proche. Cette solution est acceptable lorsque la station est située à proximité.

Météo France offre la possibilité d'acquérir une multitude de données radars météo essentielles à partir des coordonnées géographiques (ex. : Lambert). Le tarif est de 0,04 ct € la donnée.

Tableau 2 : Analyses recommandées pour le suivi des conditions microclimatiques

Paramètres à mesurer au minimum	Paramètres complémentaires souhaitables
<ul style="list-style-type: none"> - Température moyenne journalière - Pluviométrie moyenne journalière 	<ul style="list-style-type: none"> - Fréquence d'observation de la T°C et de P_{mm} plus élevée (Heure) - Humidité relative - Evapotranspiration - Température du sol - Radiation Photosynthétique Active (RPA)

Si on souhaite faire des bilans hydriques, l'évapotranspiration potentielle (ETP) est une donnée indispensable. Finalement, les eaux du pluviomètre peuvent être récupérées afin d'être analysées pour évaluer la part des retombées atmosphériques humides dans les flux entrants mis en jeu.

Références bibliographiques – Sources

<https://donneespubliques.meteofrance.fr/>

Personnes ressources :

Mathieu Buffet (CA08) M.Buffet@ardennes.chambagri.fr

Mode opératoire : Préparation et conditionnement des échantillons de sol

Objectifs, domaine d'application

Ce mode opératoire décrit les étapes de préparation et conditionnement des échantillons prélevés sur des sites expérimentaux au champ et envoyés pour analyses ou conservés à long terme en échantillothèque, pour le compartiment sol.

Mots-clefs

Matrice concernée : **sol**

Opération : **préparation** et **conditionnement**

Types de mesures concernés : étapes visant à **préparer et conserver en vue d'analyses** (paramètres minéraux, organiques et biologiques) et **conserver à long terme** des échantillons de terre.

Recommandations hygiène – sécurité

Danger physique potentiel : poussières minérales ou végétales.

Le port du masque est conseillé en cas de risque d'inhalation de poussières lors des manipulations.

Risque biologique potentiel : non

Le port de gants peut être recommandé pour éviter des risques de contamination par des agents biologiques potentiellement contenus dans le sol suite aux apports de PRO, notamment en cas de blessure cutanée.

Préparation de l'intervention

Principe de la méthode

Après le prélèvement d'échantillons (mode opératoire de prélèvement des échantillons de sol), les échantillons sont préparés et conditionnés en vue d'analyses et/ou d'une conservation à long terme en échantillothèque.

L'**étape de préparation** consiste à préparer les échantillons de sol pour analyses et/ou stockage à long terme. Cette étape intègre notamment l'homogénéisation, le séchage et le prélèvement d'aliquotes représentatives du prélèvement initial en fonction du devenir de l'échantillon (envoi pour analyses ou stockage à long terme).

Les échantillons de sol sont gérés et stockés indépendamment par les gestionnaires de site. Chaque gestionnaire s'occupe de la préparation de ses échantillons (émottage, séchage, voire tamisage) après prélèvement ou les envoie directement au laboratoire chargé de préparer et d'analyser les échantillons.

L'**étape de conditionnement** consiste à mettre les échantillons dans des contenants adaptés par matrice en fonction de leur devenir (envoi pour analyses ou stockage à long terme dans l'échantillothèque). Le choix des contenants de stockage à long terme des échantillons a été fait en accord avec les recommandations des laboratoires d'analyses (LAS et USRAVE) et des recommandations faites pour la matrice sol dans la norme NF ISO 18512:2007. Le conditionnement choisi pour chaque matrice est le plus adapté à sa conservation à long terme compte tenu des paramètres suivis (organiques, inorganiques). Le **verre blanc** a été retenu comme matériau de conservation à long terme pour la matrice sol si les échantillons sont conservés à long terme à l'obscurité, sinon du verre brun devrait être utilisé, à défaut des contenants en polyéthylène ou polypropylène. Une feuille d'aluminium/téflon doit par ailleurs être apposée entre le bouchon et le pas de vis du flacon pour éviter tout risque de contact entre le bouchon et l'échantillon pour les suivis de composés organiques.

Matériels nécessaires

Le matériel nécessaire aux étapes de préparation et de conditionnement est mentionné dans le tableau 1. La quantité de matériel nécessaire est fonction de chaque site et des volumes d'échantillons prélevés par site lors de chaque campagne.

Tableau 1 : Matériel nécessaire aux étapes de préparation et conditionnement des échantillons de sol

	Destination	Type échantillon	Matériel	Volume
Préparation	Préparation		Caisses/bacs plastique	5 L
Conditionnement	Envoi analyses	Sol à caractériser	Sacs polypropylène Flacon plastique	3 L
		Reliquats N	Sacs polypropylène Flacon plastique	0,25 L
	Stockage	Sol en retour d'analyses tamisé à 2 mm	Bocaux verre Flacons polyéthylène	1 L
		Sol conservé à l'état brut sans analyses réalisées	Bocaux verre Flacons polyéthylène	3 L
		Sol du point 0 conservé à l'état brut sans analyses réalisées	Bocaux verre Flacons polyéthylène	5 L
	Stockage	Sol en retour d'analyses broyé à 250 µm	Flacons verre Flacons polyéthylène	20 mL

Contraintes de la méthode

La **durée entre le prélèvement et la préparation** des échantillons doit être la plus brève possible afin d'éviter tout risque d'évolution et d'altération des échantillons.

Une attention particulière doit être portée sur la **propreté des matériaux** de préparation (ex. bacs de séchage) et de conditionnement. Pour les matériaux de conditionnement, un rinçage à l'eau déminéralisée et un séchage sur grille propre sont recommandés avant chaque utilisation. Pour les bacs de séchage, un lavage à l'eau déminéralisée et un séchage sont également conseillés avant utilisation.

Il faut par ailleurs bien **identifier chaque échantillon** lors des étapes de préparation et de conditionnement afin d'éviter tout risque de mélange ou perte d'échantillon.

Date/période et estimation de la durée de l'intervention

Description de la méthode

Les étapes de préparation et conditionnement en vue d'analyses et d'un stockage à long terme en échantillothèque sont présentées sur la figure 1.

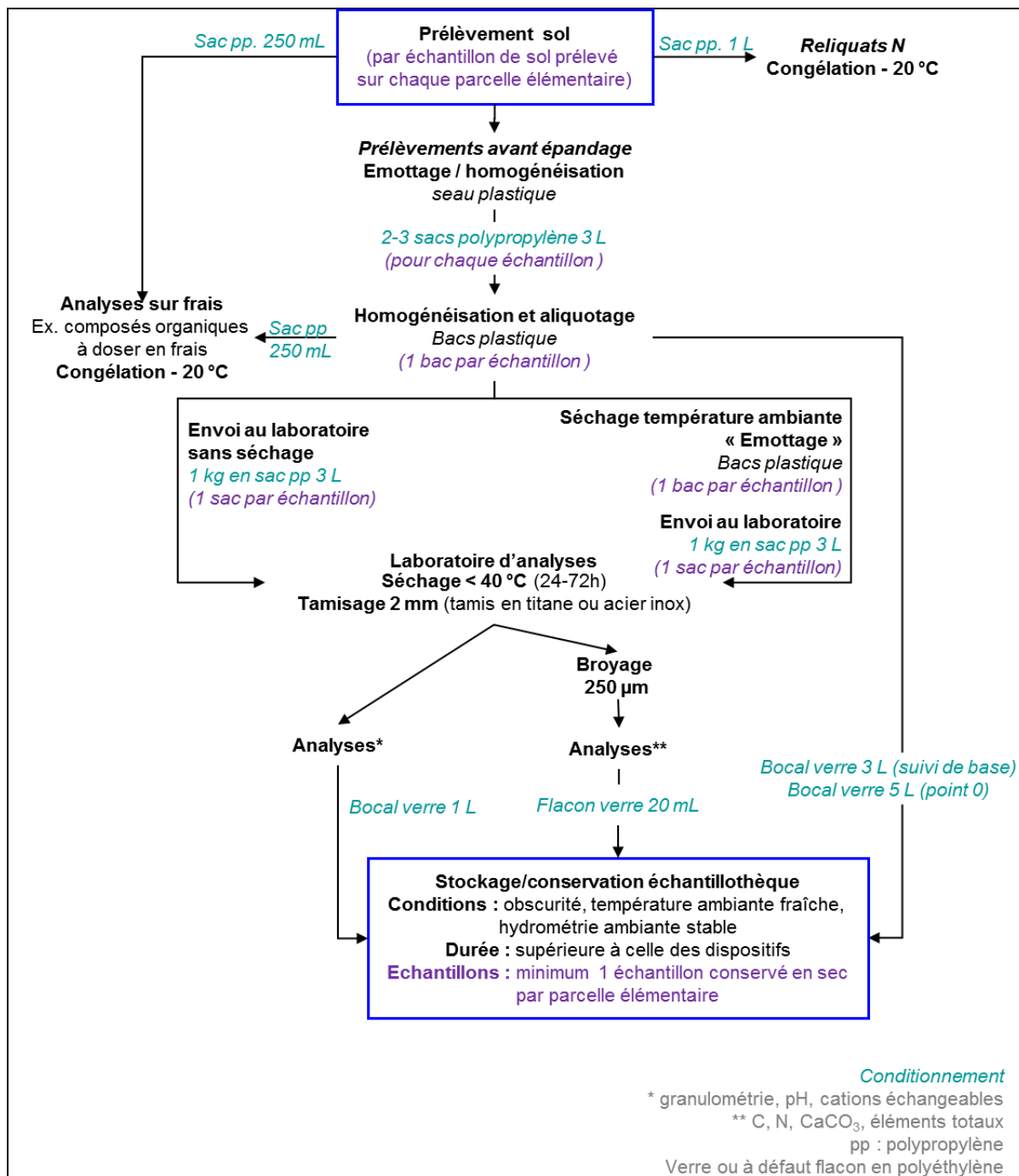


Figure 1 : Préparation et conditionnement des échantillons de sol en vue d’analyses (frais, secs) et de conservation (long terme)

Les échantillons de sol prélevés en vue d’analyses de **reliquats azotés** ne sont pas traités dans ce mode opératoire qui a pour vocation de décrire les étapes de préparation et conditionnement des échantillons de sol analysés pour le suivi systématique de chaque site et pour conservation à long terme. Brièvement, les échantillons prélevés pour les reliquats azotés sont conditionnés dans des sacs en plastique puis conservés à -20 °C jusqu’à analyses.

Homogénéisation, obtention d’un échantillon composite par parcelle élémentaire :

Après le prélèvement de sol avant épandage (horizon labouré) décrit dans le protocole de prélèvement de chaque site, les échantillons élémentaires prélevés sont émottés et homogénéisés dans un seau en plastique en vue d’obtenir un échantillon composite représentatif de la parcelle échantillonnée qui fait environ 10 kg en frais.

L'échantillon composite est ensuite réparti en 2-3 sacs en polypropylène de 3 L pour le transport au laboratoire ou lieu de préparation.

Conservation, séchage et aliquotage :

A l'arrivée au laboratoire (salle de préparation), l'échantillon composite (i.e. 2-3 sacs de 3 L issu du terrain) est réparti dans un bac en plastique pour (i) aliquotage pour envoi en analyses et/ou (ii) séchage à température ambiante puis envoi en analyses ou conservation à long terme.

L'homogénéisation puis l'aliquotage, avec ou sans séchage, sont réalisés de la même manière, homogénéiser avec une pelle en plastique, puis procéder à l'aliquotage par la méthode du quartage en prenant par exemple dans chacun des 4 quarts divisés par bac plastique pour répartir les sous-échantillons à aliquoter.

Pour un **envoi au laboratoire des échantillons en frais**, (i) pour des suivis biologiques de type activités enzymatiques ou biomasse microbienne, les échantillons devront être **conservés à 4 °C** sur une durée maximale de 2 semaines, idéalement sur une durée de 3-5 jours, (ii) pour des suivis biologiques de type communautés microbiennes ou le suivi de composés organiques (ex. résidus médicamenteux), les échantillons devront être **conservés à 4 °C** sur une durée maximale de 2 semaines (idéalement sur une durée de 3-5 jours) **ou à -20 °C** en attente d'analyses.

En cas de **séchage** sur place, un émottage est réalisé au court du séchage pour éviter les risques de formation de mottes de terre. Un séchage peut être effectué à une température ambiante sur une durée d'environ 2 semaines ou à une température inférieure à 40 °C sur une durée de 24-72h (NF ISO 11 464).

Les **aliquotes** suivantes sont prélevées en fonction des analyses réalisées :

- *Echantillons analysés en frais* : (i) 100-200 g environ sont conditionnés en sac en polypropylène de 250 mL ou des piluliers en plastique pour envoi au laboratoire qui réalisera les analyses de contaminants organiques émergents à effectuer sur échantillons frais (ex. résidus pharmaceutiques et hormonaux), (ii) 0,5 à 4 kg environ, en fonction du nombre de paramètres analysés, sont conditionnés en sac en polypropylène pour envoi au(x) laboratoire(s) qui réalisera(ont) les analyses de type biomasse microbienne et activités enzymatiques. Une attention particulière doit être apportée pour assurer une conservation optimale de ces échantillons avant envoi et/ou analyses (voir partie conservation ci-dessus). Une sous-aliquote différente doit être réalisée pour chaque type de suivi (à discuter avec le laboratoire d'analyses, ex. un aliquote pour la biomasse microbienne et un aliquote pour les activités enzymatiques).
- *Echantillons analysés en sec* : 1-1,5 kg est conditionné en sac en polypropylène de 3 L pour envoi au laboratoire qui réalisera les étapes de préparation des échantillons (séchage, tamisage, broyage) et les analyses (granulométrie, pH, CEC, cations échangeables, éléments totaux / extractibles, CaCO₃) ; procéder de même pour l'envoi dans un autre laboratoire
- *Stockage à long terme en sec* : un bocal en verre de 3 L (ou à défaut un flacon en polyéthylène) est rempli pour stockage à long terme en échantillothèque. Un bocal de 5 L sera rempli pour les échantillons issus du point 0 du site.

Il est conseillé de **conserver des échantillons pour stockage à long terme**, qu'ils soient conservés séchés à l'état brut ou issus des échantillons de retours d'analyses, idéalement il faudrait conserver des échantillons séchés sur place puis stockés tels quels à long terme et les échantillons en retours d'analyses.

Les **échantillons de retours d'analyses**, préférentiellement utilisés pour les **contre-analyses** pour s'assurer du même circuit de préparation, sont conditionnés au laboratoire en sachet en plastique ou sur demande en bocal en verre de 1 L et 20 mL (ou à par défaut en flacon en polyéthylène), respectivement pour les échantillons de sol tamisé à 2 mm et broyés à 250 µm. Après identification, ces échantillons de retour de laboratoire sont ensuite conservés à long terme en échantillothèque. Comme mentionné précédemment, ces échantillons sont utilisés préférentiellement pour les contre-analyses et les compléments d'analyses en vue d'avoir les mêmes lots d'échantillons ayant subi les mêmes préparations.

La masse de chaque échantillon entrant en échantillothèque peut être notée et archivée dans un fichier Excel ou en base de données.

NB : Les analyses de contaminants organiques autres que HAP et PCB sont réalisées sur des échantillons de sol prélevés frais et envoyés directement au laboratoire d'analyses sans préparation préalable.

Conditionnement des échantillons de sol

Le tableau 2 résume le conditionnement des échantillons de sol avec les types de contenants, les matériaux/volumes et les masses initiales à envoyer en analyses et/ou stocker à long terme. Pour tous les échantillons conservés en flacons/bocaux en verre, une feuille de téflon ou d'aluminium doit être apposée entre le bouchon et le pas de vis du bocal/flacon pour éviter tout risque de contact entre l'échantillon et le bouchon en plastique.

Tableau 2 : Contenants, matériaux, volumes et masses de conditionnement des échantillons en vue d'analyses et d'un stockage à long terme pour les échantillons de sol

Conditionnement des échantillons				
Destination	Type contenant	Matériau contenant	Volume contenant (L)	Masse initiale (kg)
Stockage long terme	Bocal	Verre blanc (avec feuille téflon sous bouchon)	3	
			5 (point 0)	
Envoi analyses	Sac zippé	Polypropylène (envoi en sec)	3	1 - 1,5
		Polypropylène (envoi en frais)	0,25 (organique)	0,1 - 0,2
		Polypropylène (envoi en frais)	1 - 5 (biologique)	0,5 - 4
Retour analyses	Bocal	Verre blanc (avec feuille téflon sous bouchon)	1	1 - 1,5
	Flacon	Verre blanc	20 mL	20 g

Du polyéthylène peut être utilisé pour les suivis hors contaminants organiques rémanents à défaut de pouvoir utiliser du verre.

Références bibliographiques – Sources

NF ISO 11464, 2006. Qualité du sol – Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques
 NF ISO 18512, 2007. Qualité du sol – lignes directrices relatives au stockage des échantillons de sol à long et à court termes
 ISO 14507, 2003. Qualité du sol – Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques
 SOERE PRO, Mode opératoire préparation et conditionnement des échantillons du SOERE PRO, Dossier « SOERE PRO - Mise en place de la démarche qualité de gestion des échantillons »

Personnes ressource

Aurélia Michaud – INRA EcoSys Sol (amichaud@grignon.inra.fr)

Mode opératoire : Préparation et conditionnement des échantillons de PRO

<p>Objectifs, domaine d'application</p> <p>Ce mode opératoire décrit les étapes de préparation et de conditionnement des échantillons prélevés sur des sites expérimentaux au champ et envoyés en analyses ou conservés à long terme en échantillothèque, pour le compartiment PRO.</p>
<p>Mots-clefs</p> <ul style="list-style-type: none"> - Matrice concernée : PRO - Opération : préparation et conditionnement - Types de mesures concernés : étapes visant à préparer et conserver en vue d'analyses (paramètres minéraux, organiques et biologiques) et conserver à long terme des échantillons de PRO
<p>Recommandations hygiène – sécurité</p> <p><u>Danger physique potentiel</u> : poussières minérales ou végétales. Le port du masque est conseillé en cas de risque d'inhalation de poussières lors des manipulations.</p> <p><u>Risque biologique potentiel</u> : microorganismes pathogènes (ex. Salmonelles, E. Coli, entérocoques, ...). Le port de gants peut être recommandé pour éviter des risques de contamination par des agents biologiques potentiellement contenus dans les PRO, notamment en cas de blessure cutanée.</p>
<p>Préparation de l'intervention</p> <p>Principe de la méthode</p> <p>Après le prélèvement d'échantillons (mode opératoire de prélèvement des PRO), ceux-ci sont préparés et conditionnés en vue d'analyses et/ou d'une conservation à long terme en échantillothèque.</p> <p>L'étape de préparation consiste à préparer les échantillons de PRO pour analyses et/ou stockage à long terme. Cette étape intègre notamment l'homogénéisation, le séchage et le prélèvement d'aliquotes représentatives du prélèvement initial en fonction du devenir de l'échantillon (envoi en analyses ou stockage à long terme).</p> <p>Les échantillons de PRO sont gérés et stockés indépendamment par les gestionnaires de site. Chaque gestionnaire s'occupe de la préparation de ses échantillons (émottage, séchage, voire tamisage) après prélèvement ou les envoie directement au laboratoire chargé de préparer et analyser les échantillons.</p> <p>L'étape de conditionnement consiste à mettre les échantillons dans des contenants adaptés par matrice en fonction de leur devenir (envoi en analyses ou stockage à long terme dans l'échantillothèque). Le choix des contenants de stockage à long terme des échantillons a été fait en accord avec les recommandations des laboratoires d'analyses (LAS et USRAVE) et des recommandations faites pour la matrice sol dans la norme NF ISO 18512:2007. Le conditionnement choisi pour chaque matrice est le plus adapté à sa conservation à long terme compte tenu des paramètres suivis (organiques, inorganiques). Le verre blanc a été retenu comme matériau de conservation à long terme pour les matrices PRO si les échantillons sont conservés à long terme à l'obscurité, sinon du verre brun devrait être utilisé, à défaut des contenants en polyéthylène ou polypropylène. Une feuille d'aluminium/téflon doit par ailleurs être apposée entre le bouchon et le pas de vis du flacon pour éviter tout risque de contact entre le bouchon et l'échantillon pour les suivis de composés organiques.</p> <p>Pour les échantillons de PRO conservés après séchage sans autre préparation, le polypropylène sera utilisé compte tenu du volume à conserver (seaux de 5-10 L).</p> <p>Matériels nécessaires</p> <p>Le matériel nécessaire aux étapes de préparation et de conditionnement est mentionné dans le tableau 1. La quantité de matériel nécessaire est fonction de chaque site et des volumes d'échantillons prélevés par site lors de chaque campagne.</p>

Tableau 1 : Matériel nécessaire aux étapes de préparation et conditionnement des échantillons de PRO

	Destination	Type échantillon	Matériel	Volume
Préparation	Préparation		Caisses/bacs plastique	30-50 L
			Etuve	
			Broyeur (couteau, Blixer, robot coupe)	
Conditionnement	Envoi analyses	PRO à caractériser (envoi en frais)	Sacs polypropylène	50 L
			Sacs plastique	
		PRO à caractériser (envoi en sec)		3 L
	Stockage	PRO pour effectuer des incubations (envoi en sec)	Flacon plastique	0,5 – 1L
		PRO conservé brut en sec	Seaux polypropylène	5-10 L
		PRO conservé brut congelé (-20 °C)	Seaux polypropylène	5-10 L
	PRO en retour d'analyses broyé	Bocaux verre Flacon polyéthylène	1L	

Contraintes de la méthode

La **durée entre le prélèvement et la préparation** des échantillons doit être la plus brève possible afin d'éviter tout risque d'évolution et d'altération des échantillons.

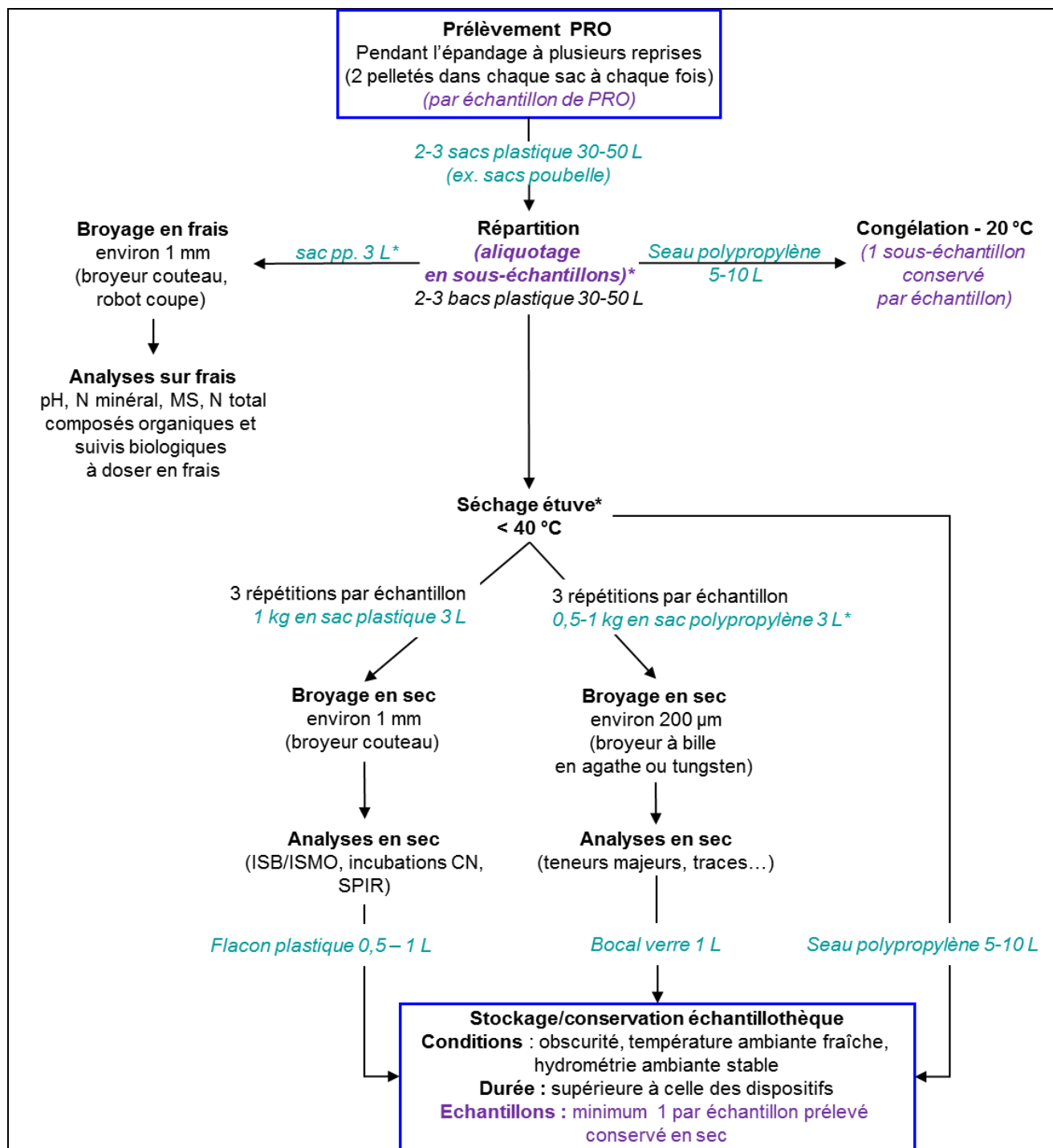
Une attention particulière doit être portée sur la **propreté des matériaux** de préparation (ex. bacs de séchage) et de conditionnement. Pour les matériaux de conditionnement, un rinçage à l'eau déminéralisée et un séchage sur grille propre sont recommandés avant chaque utilisation. Pour les bacs de séchage, un lavage à l'eau déminéralisée et un séchage sont également conseillés avant utilisation.

Il faut par ailleurs bien **identifier chaque échantillon** lors des étapes de préparation et conditionnement afin d'éviter tout risque de mélange ou perte d'échantillon.

Date/période et estimation de la durée de l'intervention

Description de la méthode

Les étapes de préparation et conditionnement en vue d'analyses et d'un stockage à long terme en échantillothèque sont présentées sur la figure 1.



Conditionnement

* Si envoi en frais dans un seul laboratoire pour toutes les analyses, envoyer directement en sacs poubelles l'équivalent de 5-10 kg frais par échantillon pp : polypropylène

Figure 1 : Préparation et conditionnement des échantillons de PRO en vue d'analyses (frais, secs) et de conservation (long terme, congélation)

Un prélèvement de PRO est effectué lors de l'épandage ou dans le lieu de production, celui-ci est décrit dans le mode opératoire décrivant le prélèvement de PRO.

Chaque échantillon de PRO prélevé et représentatif du tas épandu sur l'essai est réparti en 2-3 sacs en plastique noir de 30-50 L (type sacs poubelles).

Pour un **envoi au laboratoire des échantillons en frais**, (i) pour des suivis biologiques de type activités enzymatiques ou biomasse microbienne, les échantillons devront être **conservés à 4 °C** sur une durée maximale de 2 semaines, idéalement sur une durée de 3-5 jours, (ii) pour des suivis biologiques de type communautés microbiennes ou le suivi de composés organiques (ex. résidus médicamenteux), les échantillons devront être **conservés à 4 °C** sur une durée maximale de 2 semaines (idéalement sur une durée de 3-5 jours) **ou à - 20 °C** en attente d'analyses.

Conditionnement en vue d'envoi pour analyses :

Pour les **échantillons envoyés directement au laboratoire d'analyse sans préparation sur place ni aliquotage**, les sacs poubelles prélevés sont directement envoyés au laboratoire pour préparation et analyses. Par échantillon de PRO prélevé (prévoir 3 échantillons par produit), chaque sac poubelle donnera lieu à 2-3 sous-échantillons ou répétitions du PRO épandu. L'étape de préparation est ainsi réalisée au laboratoire d'analyses, y compris le séchage.

Pour les **échantillons envoyés directement dans différents laboratoires d'analyses sans préparation sur place**, il faut réaliser l'aliquotage sur place comme présenté sur la figure 1 en répartissant les PRO des sacs poubelle dans 2-3 bacs plastiques.

Pour un même échantillon prélevé, homogénéiser les 2-3 sacs poubelles pour s'assurer de l'homogénéité si ceci n'a pas été réalisé au cours du prélèvement, en répartissant de façon homogène une partie du contenu de chaque sac dans les différents bacs, faire de même avec tous les sacs poubelle correspondant au même échantillon, ensuite homogénéiser avec une pelle en plastique, puis procéder à l'aliquotage par la méthode du quartage en prenant par exemple dans chacun des 4 quarts divisés par bac plastique pour répartir les sous-échantillons à aliquoter :

- *Echantillons analysés en frais* : 3 répétitions par échantillon en sac en polypropylène de 3 L ; doubler ceci en cas d'envois dans plusieurs laboratoires, par exemple un laboratoire pour les analyses de des paramètres analysés en frais comme N minéral, matière sèche (MS), et un laboratoire chargé d'analyses de composés organiques (ex. résidus médicamenteux ou hormonaux), pour ces analyses un volume de PRO de 250 mL suffit, et de suivis microbiologiques. Une attention particulière doit être apportée pour assurer une conservation optimale de ces échantillons avant envoi et/ou analyses. Une sous-aliquote différente doit être réalisée pour chaque type de suivi (à discuter avec le laboratoire d'analyses, ex. une aliquote pour les résidus médicamenteux et une aliquote pour les suivis microbiologiques).
- *Echantillons analysés en sec* : 3 répétitions par échantillon en sac en polypropylène de 3 L ; doubler ceci en cas d'envois dans plusieurs laboratoires, par exemple un laboratoire pour les analyses de composition chimique et un laboratoire chargé des incubations et analyses d'ISB/ISMO.

Préparation et conditionnement en vue d'envoi pour analyses et préparation/conservation sur place :

Pour les **échantillons aliquotés, séchés et conservés sur place**, l'échantillon prélevé et transporté en sac en plastique noir est réparti dans 2-3 bacs en plastique gris de 30-50 L pour séchage sur place.

Après la répartition en bacs en plastique de séchage comme décrit précédemment, un sous-échantillon de PRO frais est prélevé puis transvasé dans un seau en polypropylène de 5-10 L pour congélation à - 20 °C (besoins d'analyses ultérieures sur frais) et un échantillon est prélevé pour analyses sur PRO frais (3 répétitions par échantillon de PRO prélevé). Les bacs en plastique sont ensuite placés **à l'étuve à 40 °C pour séchage**.

Après séchage de 2 semaines environ, les aliquotes suivantes sont réalisées comme décrit précédemment par la méthode du quartage :

- *Echantillons envoyés et analysés en sec* : 3 répétitions du PRO sont envoyées par échantillon prélevé dans des sacs en polypropylène de 3 L pour chacun des laboratoires réalisant les analyses
- *Echantillons analysés en sec sur place et/ou utilisés pour la SPIR* : un échantillon séché à 40 °C est broyé à 1 mm et conservé en échantillothèque dans un flacon en plastique de 0,5-1 L. Cet échantillon servira aux incubations et aux mesures Infra-rouge ;
- *Stockage à long terme en sec* : un sous-échantillon brut séché est conditionné en seau en polypropylène de 5-10 L en vue d'un stockage à long terme en échantillothèque.

Les **échantillons de retours d'analyses sont conditionnés au laboratoire** en bocal en verre de 1 L ou à défaut en flacon en polyéthylène de 1 L. Au retour du laboratoire, les échantillons sont identifiés et conservés à long terme en échantillothèque.

La masse de chaque échantillon entrant en échantillothèque peut être notée et archivée dans un fichier Excel ou en base de données.

NB : Les analyses de contaminants organiques autres que HAP et PCB sont réalisées sur des échantillons de PRO prélevés frais et envoyés directement au laboratoire d'analyses.

Les échantillons peuvent être **broyés** au laboratoire ou sur place :

- Broyage en frais ou sec, avec un broyeur à couteau, à une finesse d'environ 1 mm
- Broyage en frais, voire congelés pour des PRO pailleux (ex. fumiers), avec un Robot coupe, à une finesse d'environ 1 mm
- Broyage en sec, avec un broyeur à bille en agathe ou tungsten, à une finesse d'environ 200 µm.

Synthèse : conditionnement des échantillons de PRO

Le tableau 2 résume le conditionnement des échantillons de PRO avec les types de contenants, les matériaux/volumes et les masses initiales à envoyer en analyses et/ou stocker à long terme.

Pour tous les échantillons conservés en flacons/bocaux en verre, une feuille de téflon ou d'aluminium doit être apposée entre le bouchon et le pas de vis du bocal/flacon pour éviter tout risque de contact entre l'échantillon et le bouchon en plastique.

Tableau 2 : Contenants, matériaux, volumes et masses de conditionnement des échantillons en vue d'analyses et d'un stockage à long terme pour les échantillons de PRO

Destination	Conditionnement des échantillons			
	Type contenant	Matériau contenant	Volume contenant (L)	Masse initiale (kg)
Stockage long terme	Seau	Polypropylène	5-10	
Envoi en analyses	Sac	Plastique	30-50 (frais)	5-10 kg frais
		Polypropylène	3 (sec)	0,5-1 kg sec
Retour d'analyses	Bocal	Verre blanc (avec feuille téflon sous bouchon) Flacon polyéthylène	1	1 kg

Du polyéthylène peut être utilisé pour les suivis hors contaminants organiques rémanents à défaut de pouvoir utiliser du verre.

Références bibliographiques – Sources

SOERE PRO, Mode opératoire préparation et conditionnement des échantillons du SOERE PRO, Dossier « SOERE PRO - Mise en place de la démarche qualité de gestion des échantillons » (Michaud et al. 2010)

Personnes ressource

Aurélia Michaud – INRA EcoSys Sol (amichaud@grignon.inra.fr)

Mode opératoire : Préparation et conditionnement des échantillons de plantes

Objectifs, domaine d'application

Ce mode opératoire décrit les étapes de préparation et conditionnement des échantillons prélevés sur des sites expérimentaux au champ et envoyés en analyses ou conservés à long terme en échantillothèque, pour le compartiment plante.

NB : Des adaptations seront à apporter pour les plantes pérennes et/ou les plantes dont les parties récoltées sont des racines.

Mots-clés

- Matrice concernée : plante
- Opération : préparation, conditionnement
- Types de mesures concernés : étapes visant à préparer et conserver en vue d'analyses (paramètres minéraux, organiques et biologiques) et conserver à long-terme des échantillons de plantes.

Recommandations hygiène – sécurité

Danger physique potentiel : poussières minérales ou végétales.

Le port du masque est conseillé en cas de risque d'inhalation de poussières lors des manipulations.

Risque biologique potentiel : non

Le port de gants peut être recommandé pour éviter des risques de contamination par des agents biologiques potentiellement contenus dans les plantes suite aux apports de PRO (ex. les racines), notamment en cas de blessure cutanée.

Préparation de l'intervention

Principe de la méthode

Après le prélèvement d'échantillons (mode opératoire de prélèvement des échantillons de plante), les échantillons sont préparés et conditionnés en vue d'analyses et/ou d'une conservation à long terme en échantillothèque.

L'**étape de préparation** consiste à préparer les échantillons de plante pour analyses et/ou stockage à long terme. Cette étape intègre notamment l'homogénéisation, le séchage et le prélèvement d'aliquotes représentatives du prélèvement initial en fonction du devenir de l'échantillon (envoi en analyses ou stockage à long terme).

Les échantillons de plantes sont gérés et stockés indépendamment par les gestionnaires de site. Chaque gestionnaire s'occupe de la préparation de ses échantillons (séchage, voire battage et broyage) après prélèvement ou les envoie directement au laboratoire chargé de préparer et analyser les échantillons.

L'**étape de conditionnement** consiste à mettre les échantillons dans des contenants adaptés par matrice en fonction de leur devenir (envoi en analyses ou stockage à long terme dans l'échantillothèque). Le choix des contenants de stockage à long terme des échantillons a été fait en accord avec les recommandations des laboratoires d'analyses (LAS et USRAVE) et des recommandations faites pour la matrice plante dans l'article de Barbaste et al (2008). Le conditionnement choisi pour chaque matrice est le plus adapté à sa conservation à long terme compte tenu des paramètres suivis (organiques, inorganiques). Le **verre blanc** a été retenu comme matériau de conservation à long terme pour la matrice plante si les échantillons sont conservés à long terme à l'obscurité, sinon du verre brun devrait être utilisé, à défaut des contenants en polyéthylène ou polypropylène. Une feuille d'aluminium/téflon doit par ailleurs être apposée entre le bouchon et le pas de vis du flacon pour éviter tout risque de contact entre le bouchon et l'échantillon pour les suivis de composés organiques.

Matériels nécessaires

Le matériel nécessaire aux étapes de préparation et de conditionnement est mentionné dans les tableaux 1 et 2. La quantité de matériel nécessaire est fonction de chaque site et des volumes d'échantillons prélevés par site lors de chaque campagne.

Tableau 1 : Matériel nécessaire aux étapes de préparation des échantillons de plante

Etape	Matériel	Volume
Séchage	Etuve	Volume adapté au volume total des échantillons
Battage	Batteuse	
Lavage	Brosses douces, seau plastique, pinces coupantes, acide / javel dilué	
Aliquotage	Bacs en plastique	Volume adapté au volume de l'échantillon composite

Tableau 2 : Matériel nécessaire aux étapes de conditionnement des échantillons de plante

Destination	Type prélèvement	Matériel	Volume
Préparation	Résidus, grains blé	Sachets papier kraft	Fonction du volume prélevé
	Grains maïs, échantillons humides/volumineux	Sacs plastique tressé	Fonction du volume prélevé
Envoi analyses	Résidus	Sachet papier	0,5 – 1 L
	Parties récoltées*	Sacs polypropylène	0,5 – 1 L
Stockage	Parties récoltées* conservées à l'état brut sans analyses réalisées	Bocaux/flacons verre Flacons polyéthylène	0,5 – 1 L
	Parties récoltées* en retour d'analyses	Bocaux/flacons verre Flacons polyéthylène	0,5 L
	Résidus broyés en retour d'analyses	Bocaux/flacons verre Flacons polyéthylène	0,5 L

* Parties récoltées : ex. grains, tubercules

Contraintes de la méthode

La **durée entre le prélèvement et la préparation** des échantillons doit être la plus brève possible afin d'éviter tout risque d'évolution et d'altération des échantillons, notamment le développement de mycotoxines en cas de dosage.

Une attention particulière doit être portée sur la **propreté des matériaux** de préparation (ex. bacs de séchage) et de conditionnement. Pour les matériaux de conditionnement, un rinçage à l'eau déminéralisée et un séchage sur grille propre est recommandé avant chaque utilisation. En cas de transvasement des échantillons de plante frais dans des bacs de séchage, un lavage des bacs à l'eau déminéralisée et un séchage est également conseillé avant utilisation.

Préférer des gants vinyle non poudrés. Eviter les broyeurs contaminants. Eviter les batteuses contaminantes.

Il faut par ailleurs bien **identifier chaque échantillon** lors des étapes de préparation et conditionnement afin d'éviter tout risque de mélange ou perte d'échantillon (ex. numéro de parcelle et traitement, date, type de prélèvement résidus/grains). Pour les échantillons élémentaires provenant des différentes placettes de prélèvement, il peut être pertinent de les identifier en vue de vérifier, tout au long de la vie de ces échantillons élémentaires, la non-perte de certains, en vue d'obtenir *in fine* un échantillon composite représentatif de la parcelle élémentaire dans sa globalité.

Date/période et estimation de la durée de l'intervention

Description de la méthode

Différents exemples de circuits de préparation, conditionnement et aliquotage en vue d'analyses et d'un stockage à long terme d'échantillons de plante sont présentés sur la figure 1.

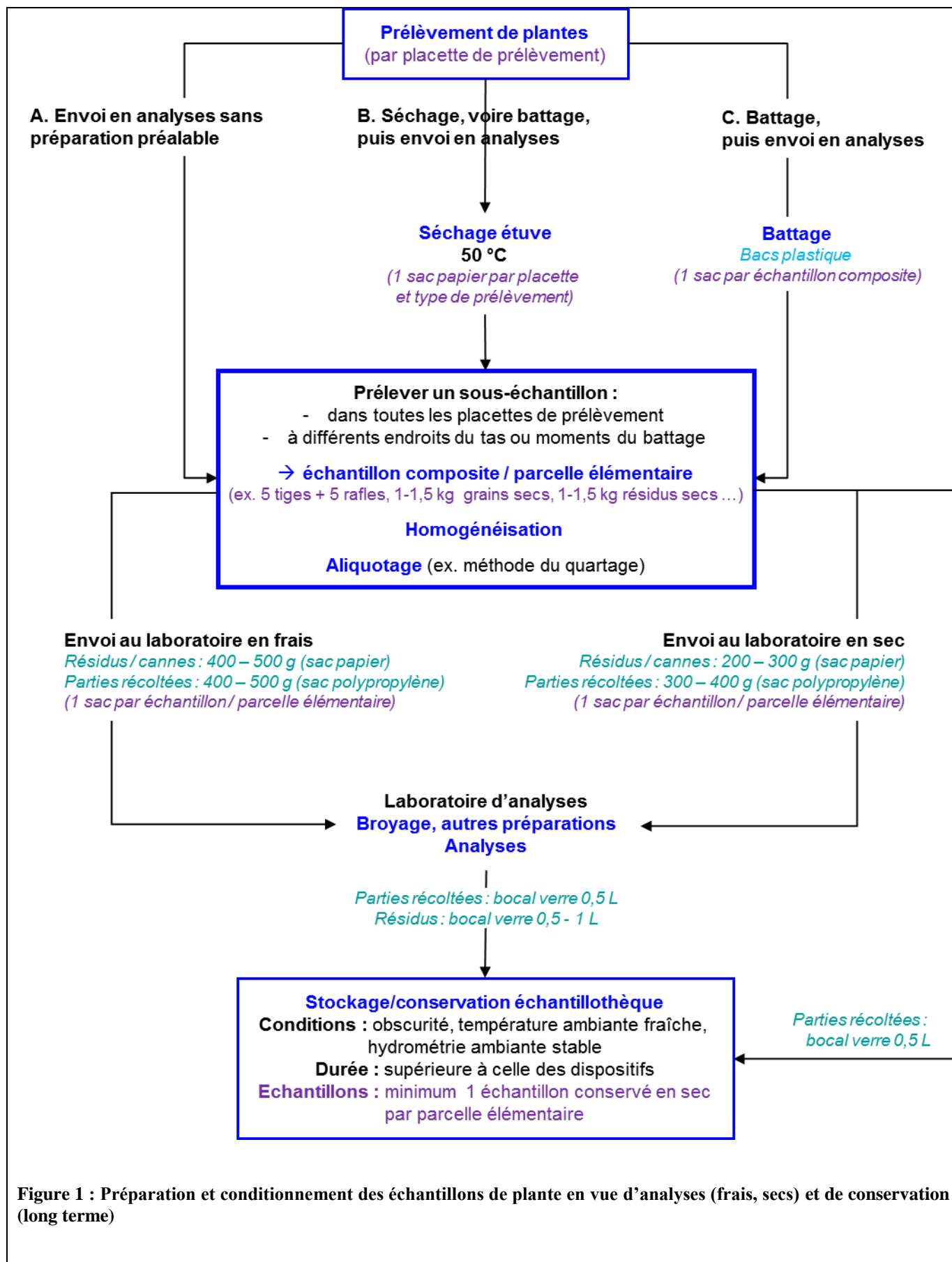


Figure 1 : Préparation et conditionnement des échantillons de plante en vue d'analyses (frais, secs) et de conservation (long terme)

Prélèvement et obtention de plusieurs échantillons élémentaires par parcelle élémentaire :

Le prélèvement de plante, qui est présenté dans les modes opératoires « **prélèvements de plantes** », est généralement effectué aux stades récolte, à 15 % d'humidité dans les grains ou à des stades précoces de développement (ex. fin de tallage, stades correspondant à la présence des racines dans l'horizon d'incorporation des PRO, stades de forts prélèvements d'éléments dans le sol). Il est conseillé de prélever sur différentes placettes de prélèvement en vue d'avoir une bonne représentativité de l'hétérogénéité de chaque parcelle élémentaire du dispositif (ex. 5 placettes de prélèvement par parcelle élémentaire).

Les **échantillons élémentaires** prélevés sur chaque placette de prélèvement sont **conditionnés indépendamment** dans des sachets en papier qui sont destinés notamment au séchage en étuve (résidus, grains de blé) ou en plastique tressé destinés notamment pour le battage de grains (ex. maïs) ou pour des échantillons très humides.

Les échantillons ainsi prélevés sur chaque placette de prélèvement sont **transportés** en sacs en papier kraft ou plastique tressé avec 1 sac par type de prélèvement (résidus ou grains/tubercules) et idéalement placette de prélèvement.

Par ailleurs, pour les résidus de gros volume, il est préférable de les sectionner en petits fragments (ex. 10 cm de long) avant de les mettre dans les sacs en papiers (ex. cannes), ceci facilitera la gestion ultérieure des échantillons.

Conservation, préparation et aliquotage :

A l'arrivée au laboratoire (salle de préparation), chaque échantillon provenant des différentes placettes de prélèvement (i.e. 5 prélèvements élémentaires par parcelle élémentaire pour chaque type de prélèvement) peut être traité différemment en fonction du type de prélèvement (ex. racines, résidus, grains) et/ou des analyses réalisées sur les échantillons (ex. contaminants organiques, variables biologiques, variables chimiques) : (i) homogénéisation et aliquotage pour envoi en analyses sans séchage ou préparation préalable, ou, (ii) séchage en étuve, homogénéisation puis aliquotage, ou, (iii) battage, homogénéisation puis aliquotage.

L'homogénéisation puis l'aliquotage ne sont pas forcément réalisés de la même manière en fonction d'un séchage ou d'un battage éventuel.

- (i) **Homogénéisation pour obtenir un échantillon composite par parcelle élémentaire et aliquotage sans préparation préalable** : (1a) prélever un même volume dans chacun des sacs provenant de chacune des placettes de prélèvement (dont le contenu aura été préalablement homogénéisé) en vue d'obtenir un échantillon composite par parcelle élémentaire ou (1b) verser le contenu de chacun des sacs provenant de chaque placette de prélèvement dans un bac en plastique propre adapté au volume total de l'échantillon composite final obtenu par parcelle élémentaire, (2) bien homogénéiser avec une pelle en plastique ou avec les mains, puis, (3) procéder à l'aliquotage par la méthode du quartage en prenant par exemple dans 1 des 4 quarts divisés par bac plastique pour répartir les sous-échantillons à aliquoter.
- (ii) **Séchage en étuve, puis homogénéisation pour obtenir un échantillon composite par parcelle élémentaire et aliquotage** : (1) placer les sacs en papier contenant les prélèvements élémentaires (i.e. provenant de chaque placette de prélèvement) bien ouverts dans une étuve pour **séchage à 50 °C** (température adaptée à l'analyse de certains éléments pouvant être volatilisés, ex. le mercure), (2a) prélever un même volume dans chacun des sacs provenant de chacune des placettes de prélèvement (dont le contenu aura été préalablement homogénéisé) en vue d'obtenir un échantillon composite par parcelle élémentaire ou (2b) transvaser dans un bac en plastique propre au volume total de l'échantillon composite final obtenu par parcelle élémentaire, (3) bien homogénéiser avec une pelle en plastique ou avec les mains, puis (4) procéder à l'aliquotage par la méthode du quartage en prenant par exemple dans 1 des 4 quarts divisés par bac plastique pour répartir les sous-échantillons à aliquoter.
- (iii) **Battage, puis homogénéisation pour obtenir un échantillon composite par parcelle élémentaire et aliquotage** : (1) effectuer le battage des grains avec ou sans séchage préalable, (2) puis prélever plusieurs fois un même volume dans le tas de grain ainsi obtenu à différents moments du battage ou à différents endroits du tas mélangé préalablement, (3) bien homogénéiser l'échantillon composite par parcelle élémentaire ainsi obtenu, puis (4) procéder à l'aliquotage par la méthode du quartage en prenant par exemple dans 1 des 4 quarts divisés par bac plastique pour répartir les sous-échantillons à aliquoter.

Pour un **envoi au laboratoire des échantillons en frais**, les échantillons devront être **conservés** à 4 °C sur une durée maximale de x jours ou à -20 °C en attente d'analyses pour des composés organiques et des suivis biologiques (ex. communautés microbiennes).

En cas de **séchage** sur place, les sachets papiers sont placés bien ouverts dans une étuve à 50 °C dont le volume est adapté au volume total de tous les échantillons à faire sécher. La température de l'étuve doit être contrôlée. Des exemples de durées moyennes de séchage à 50 °C sont mentionnés ci-dessous :

- 2 semaines environ pour le séchage des cannes de maïs
- 3-4 jours environ pour le séchage des résidus de blé
- 2 semaines environ pour le séchage de grains de blé (avant battage) et de maïs (après battage)

Des exemples de quantités homogénéisées par parcelle élémentaire et des quantités envoyées en analyses sont mentionnées dans le tableau 3.

Tableau 3 : Exemples d'aliquotages

Culture / type prélèvement	Exemples de quantités homogénéisées (par parcelle élémentaire)	Destination	Masses (kg)
Maïs / grains	1 – 1,5 kg sec	Envoi en analyses	0,3 – 0,4 kg sec (ou équivalent en frais)
		Stockage à l'état brut	0,3 – 0,4 kg sec (ou équivalent en frais)
Maïs / résidus	5 tiges + 5 rafles (≈ 1-1,5 kg sec)	Envoi en analyses	0,3 – 0,4 kg sec (ou équivalent en frais)
Blé/orge / grains	1 – 1,5 kg sec	Envoi en analyses	0,3 – 0,4 kg sec (ou équivalent en frais)
		Stockage à l'état brut	0,3 – 0,4 kg sec (ou équivalent en frais)
Blé/orge / résidus	1 – 1,5 kg sec	Envoi en analyses	0,2 – 0,3 kg sec (ou équivalent en frais)
Betterave	1 – 1,5 kg sec	Envoi en analyses	0,3 – 0,4 kg sec (ou équivalent en frais)
		Stockage à l'état brut	0,3 – 0,4 kg sec (ou équivalent en frais)

Les **aliquotes** suivantes sont prélevées par échantillon composite en fonction des analyses réalisées :

- **Echantillons analysés en sec** : 300 – 400 g sec (calculer l'équivalent en frais) sont conditionnés en sac en polypropylène de 1 L pour envoi au laboratoire qui réalisera les étapes de préparation des échantillons (broyage) et les analyses (éléments totaux) ; procéder de même pour l'envoi dans un autre laboratoire et donc augmenter la quantité totale d'échantillon composite constitué.
- **Stockage à long terme en sec (parties récoltées conservées à l'état brut)** : 300 – 400 g sont conditionnés dans un bocal en verre blanc / brun de 0,5 L pour les parties récoltées (ou à défaut un flacon en polyéthylène) pour stockage à long terme en échantillothèque.
- **Echantillons analysés en frais** : 100-200 g environ sont conditionnés en sac en polypropylène de 250 mL ou des piluliers en plastique pour envoi au laboratoire qui réalisera les analyses à effectuer sur échantillons frais (ex. résidus pharmaceutiques et hormonaux, diversité/activités microbiennes), une attention particulière doit être apportée pour assurer une conservation optimale de ces échantillons en les conservant 3-4 jours maximum à 4 °C ou en les conservant à – 20 °C avant envoi et/ou analyses. Un sous-aliquote différent doit être réalisé pour chaque type de suivi réalisé (à discuter avec le laboratoire d'analyses, ex. un aliquote pour les résidus médicamenteux et un aliquote pour les suivis microbiologiques).

Remarque : Cas du **lavage de plantes** (ex. analyses chimiques / bactériologiques réalisées sur des racines, recherche de contaminants, pathogènes humains) :

Le matériel est lavé à l'eau de ville et rincé à l'eau déminéralisée. Il est ensuite passé à l'eau de javel diluée (2.6 % de chlore actif), puis rincé à nouveau à l'eau déminéralisée.

Les racines prélevées au champ sont stockées à 4°C avant et après lavage jusqu'à envoi pour analyses.

Les parties végétales lavées sont tout d'abord lavées à l'eau de ville sous pression, par exemple pour enlever la terre collée aux racines. Après ce premier lavage à l'eau de ville, elles sont ensuite lavées plus finement à l'eau déminéralisée (à l'aide de brosses douces, pour enlever les particules de sol adhérent aux racines). Un dernier lavage à l'eau déminéralisée sous pression est réalisé (jusqu'à obtention d'une eau « claire »).

Les échantillons en retour d'analyses :

Les **échantillons de retours d'analyses**, préférentiellement utilisés pour les **contre-analyses** pour s'assurer du même circuit de préparation, sont conditionnés au laboratoire en sachet en plastique, flacon en plastique ou sur demande en bocal en verre (résidus/cannes : 1 L ; parties récoltées : 0,5 L) (ou à par défaut en flacon en polyéthylène). Après identification, ces échantillons de retour de laboratoire sont ensuite conservés à long terme en échantillothèque. Comme mentionné précédemment, ces échantillons sont utilisés préférentiellement pour les contre-analyses et les compléments d'analyses en vue d'avoir les mêmes lots d'échantillons ayant subi les mêmes préparations.

La masse de chaque échantillon entrant en échantillothèque peut être notée et archivée dans un fichier Excel ou en base de données.

NB : Les analyses de contaminants organiques autres que HAP et PCB sont réalisées sur des échantillons prélevés frais et envoyés directement au laboratoire d'analyses sans préparation préalable.

Conditionnement des échantillons de plante

Le tableau 4 résume le conditionnement des échantillons de plante avec les types de contenants, les matériaux/volumes et les masses initiales à envoyer en analyses et/ou stocker à long terme.

Pour tous les échantillons conservés en flacons/bocaux en verre, une feuille de téflon ou d'aluminium doit être apposée entre le bouchon et le pas de vis du bocal/flacon pour éviter tout risque de contact entre l'échantillon et le bouchon en plastique.

Tableau 4 : Contenants, matériaux, volumes et masses de conditionnement des échantillons en vue d'analyses et d'un stockage à long terme pour les échantillons de PRO, sol et plante

Destination	Conditionnement des échantillons			
	Type contenant	Matériau contenant	Volume contenant (L)	Masse initiale (kg)
Stockage long terme	Bocal/flacon	Verre blanc (avec feuille téflon sous bouchon)	0,5 (grains)	
Envoi analyses	Sac zippé Sachet	Polypropylène Papier	1	0,3 – 0,4 (parties récoltées, résidus)
Retour analyses	Bocal/flacon	Verre blanc (avec feuille téflon sous bouchon)	1 0,5	0,2 – 0,3 (résidus) 0,2 – 0,3 (grains)

Du polyéthylène peut être utilisé pour les suivis hors contaminants organiques à défaut de pouvoir utiliser du verre.

Références bibliographiques – Sources - Personnes ressources (contact)

Barbaste M, Caria G, Ciesielski H, Proix N, Trolard F, 2005, Prélèvement, préservation et prétraitement des échantillons, Journées physico-chimie à Arras les 16-17 juin 2005, Cahier des techniques INRA 63 : 25-32
Orignac, D., P. Masson, et al.

(2011). "Prélèvements de terrain et préparations d'échantillons végétaux en vue de l'analyse d'éléments minéraux : Quels gants choisir ?" Cahier des techniques de l'INRA 72: 07-12.)

Desalme, S., T. Dalix, et al. (2011).

"Choix du broyeur en vue de l'analyse d'éléments en traces dans les plantes." Cahier des techniques de l'INRA 72: 19-30.

Sources : mode opératoire préparation et conditionnement des échantillons du SOERE PRO, dossier « SOERE PRO - Mise en place de la démarche qualité de gestion des échantillons » (Michaud et al. 2010)

Contact : Aurélia Michaud (amichaud@grignon.inra.fr)

Procédure statistique de validation et d'exploitation annuelle des données

Mots clés : dispositif en blocs, validation statistique, comparaison de moyenne, données, essais agronomiques, analyse de variance

Contenu de la procédure :

La procédure présentée ici présente de façon condensée les principales étapes à suivre pour tester la puissance de l'essai, la validité des jeux de données et évaluer les différences statistiques entre les traitements. Cette procédure reste généraliste et n'explore pas toutes les possibilités d'exploitation statistique des données.

I. Les étapes de validation d'un essai agronomique au champ

La validation d'un essai agronomique au champ comprend 2 aspects complémentaires :

1) La validation agronomique

Cette validation est faite par l'**expérimentateur** lui-même, **pour chaque année** d'expérimentation. Il s'agit de mettre en évidence un éventuel problème sur l'essai, tel qu'un accident de culture, une mauvaise manipulation lors de la réalisation de l'itinéraire technique, etc. L'expérimentateur vérifie également que la conduite de l'essai s'est bien faite dans le respect du protocole et que l'essai répond bien aux objectifs fixés. Toute variable jugée non interprétable doit être signalée comme telle. Il est possible de valider un essai pour des objectifs autres que ceux initialement fixés dans le protocole. Il faut néanmoins vérifier que le protocole et la conduite de l'essai permettent la fiabilité des données pouvant répondre à ces nouveaux objectifs.

2) La validation statistique des jeux de données et de l'essai

Cette étape comprend 2 niveaux :

- Validation statistiques des données : choix et validation du modèle permettant de décrire la variable d'intérêt par des variables quantitatives et/ou qualitatives
- Validation des hypothèses du protocole : utilisation du modèle pour l'interprétation des données

La validation statistique est une étape importante, en particulier lorsque l'on envisage de stocker ces données dans un système d'information. Elle permet la traçabilité et la fiabilité des données pour tout utilisateur. **Cette validation ne peut se faire sans le plan expérimental.** On notera que c'est une étape qui peut s'avérer chronophage et laborieuse et qu'il ne faut pas négliger lors de l'établissement du planning de travail.

La validation statistique d'un jeu de données s'effectue selon les 3 étapes suivantes :

- Validation préliminaire des données
- Vérification des hypothèses d'application des tests paramétriques
- Application des tests paramétriques : ANOVA – Comparaison de moyennes.

La logique de validation statistique des données est développée dans la suite du document. L'objectif n'est pas ici de détailler les différents calculs des tests statistiques mais de présenter la logique mathématique et statistique générale des tests. Les illustrations proviennent de sorties du logiciel Statbox Agri.

II. Validation statistique des données

II.1. Vérifications préliminaires

Pour un paramètre mesuré une année donnée, il est tout d'abord conseillé de vérifier que toutes les valeurs sont exprimées dans la même unité, et les convertir si besoin est.

Puis, avant toute approche purement statistique, il est bienvenu d'appréhender les données par de simples représentations graphiques et calculs :

- calcul de la moyenne et de la médiane du jeu de données,
- histogramme des données (dans le cas d'un jeu de données conséquent) : permet de connaître la distribution des données selon des classes et éventuellement de repérer des valeurs extrêmes,
- représentation graphique de certaines variables mesurées : permet de repérer individuellement des valeurs extrêmes.

Le boxplot (ou boîte à moustache) permet de voir l'asymétrie, l'aplatissement et la variabilité du paramètre observé. Cette figure représente les paramètres tels que la médiane et les quartiles. Cela permet également de mettre en évidence des valeurs suspectes. Si cela est jugé nécessaire par l'expérimentateur, il faut alors éliminer et remplacer la valeur (par la formule de Yates ou par la moyenne des autres répétitions).

Il est également important de vérifier les ordres de grandeurs et rechercher la cause des anomalies repérées (faute de frappe, valeur aberrante...). La présence d'éventuelles valeurs extrêmes peut être confirmée par l'analyse des résidus (voir plus loin).

Ex. : Boxplot (teneurs en P_2O_5 du sol) : sur la figure 1, on constate la présence d'une valeur extrême. Les questions à se poser : erreur de saisie ? Erreur due à l'analyse au laboratoire ? Effet pépète sur l'échantillon ? Etc.

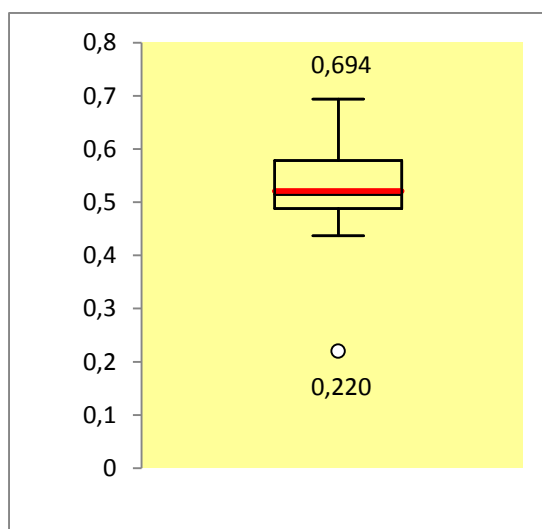


Figure 1 : variabilité de la teneur en P_2O_5 d'un sol (boxplot) : présence d'une valeur extrême (0,220)

II.2. Vérification des hypothèses pour l'application des tests paramétriques

Avant d'effectuer les tests paramétriques (ANOVA, Newman-Keuls) sur un jeu de données, il est nécessaire **de vérifier que les données remplissent les conditions d'applications de ces tests à savoir :**

- Indépendance des échantillons (vérification visuelle).
- Normalité (coefficient K-Pearson, histogramme de distribution),
- Absence de donnée suspecte / aberrante (test de Grubbs),
- Pas d'interaction bloc x traitement (cas des essais avec blocs : test de Tuckey),

- Egalité des variances des traitements entre elles (test de Bartlett) : la dispersion des valeurs de la variance ne doit pas être influencée par le traitement

L'ensemble de ces vérifications se fait sur les résidus, c'est-à-dire les valeurs mesurant l'erreur expérimentale. Autrement dit, il s'agit de vérifier que ces erreurs ne sont pas dues à un dispositif inadapté (interaction entre le bloc et le traitement), qu'elles ne sont pas influencées par le traitement (égalité des variances) et qu'elles sont indépendantes et distribuées normalement. On vérifie également qu'il n'existe pas d'erreur trop importante traduisant la présence d'une valeur suspecte.

II.2.1 Calcul des résidus

Le modèle de calcul des résidus est différent selon le type de dispositif. On ne développera ici que les calculs pour les dispositifs en blocs aléatoires complets (cas le plus fréquemment rencontré en expérimentation agronomique de plein champ étudiant l'effet des PRO). Les autres modèles sont disponibles en annexe.

Modèle de calcul des résidus : **BLOCS ALEATOIRES COMPLETS**

Valeur mesurée = effet moyen de l'essai + effet du traitement + effet du bloc + résidus

→ Calcul des effets

- L'**effet moyen** correspond à l'effet moyen de l'essai, c'est-à-dire à la moyenne de toutes les répétitions de tous les traitements.
- L'**effet traitement** correspond à l'écart entre la moyenne de toutes les répétitions du traitement et la moyenne de l'essai.
- L'**effet bloc** correspond à l'écart entre la moyenne de tous les traitements du bloc et la moyenne de l'essai.

Le tableau 1 présente la méthode de calcul des effets pour un dispositif présentant 3 répétitions (3 blocs) et étudiant les traitements A, B et C.

Tableau 1 : tableau de calcul des effets

	Bloc 1	Bloc 2	Bloc 3	Moyenne traitement	Effet traitement
Traitement A	Valeur A1	Valeur A2	Valeur A3	MA = (A1+ A2 + A3)/3	ME - MA
Traitement B	Valeur B1	Valeur B2	Valeur B3	MB = (B1+ B2 + B3)/3	ME - MB
Traitement C	Valeur C1	Valeur C2	Valeur C3	MC = (C1+ C2 + C3)/3	ME - MC
Moyenne bloc	MB1 = (A1+ B1 + C1)/3	MB2 = (A2+ B2 + C2)/3	MB3 = (A3+ B3 + C3)/3		
Effet bloc	ME - MB1	ME - MB2	ME - MB3		

On calcule ensuite chacun des résidus :

Résidus = valeur observée - valeur théorique

On a ainsi, par exemple :

$$\text{Résidus valeur A1} = \text{Valeur A1} - \text{ME} - \underbrace{(\text{ME} - \text{MA})}_{\text{Effet du traitement A}} - \underbrace{(\text{ME} - \text{MB1})}_{\text{Effet du bloc 1}}$$

Lorsque tous les résidus ont été calculés, on peut alors vérifier les conditions d'application des tests paramétriques.

II.2.2 Indépendance des résidus

La vérification de l'indépendance des résidus peut se faire visuellement, sur la cartographie des résidus.

Le logiciel Statbox répartit les résidus calculés **en classes de valeurs** à chacune desquelles correspond une couleur donnée. La cartographie des résidus correspond à la représentation des résidus sur le plan expérimental (voir figure 2). On accepte l'indépendance des résidus si la répartition semble aléatoire, et qu'il ne semble pas y avoir de gradient de valeur pour le paramètre considéré.

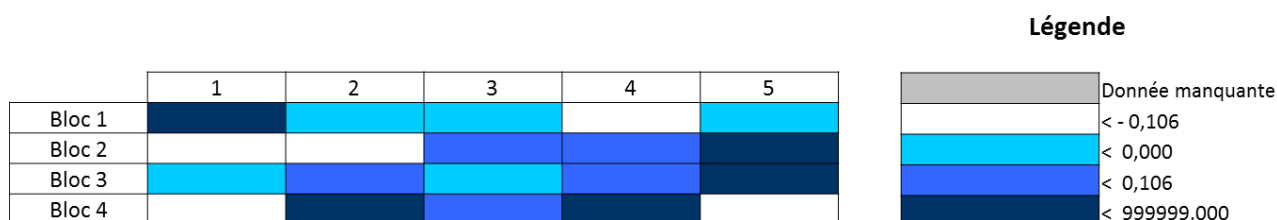


Figure 2 : cartographie des résidus

II.2.3 Vérification de la présence ou non de valeurs aberrantes / suspectes

Suite à la validation agronomique des données, certaines valeurs aberrantes peuvent tout de même demeurer dans le jeu de données. L'absence de donnée aberrante peut être confirmée par une représentation de type « boxplot » des données et par le test de Grubbs (qui mesure la perte de précision p).

II.2.4 = Normalité des résidus

Deux approches sont possibles pour évaluer si les résidus calculés suivent une loi normale.

Approche graphique : les résidus sont représentés sur un histogramme. La distribution des résidus doit être proche d'une forme en cloche, comme le montre la figure 3.

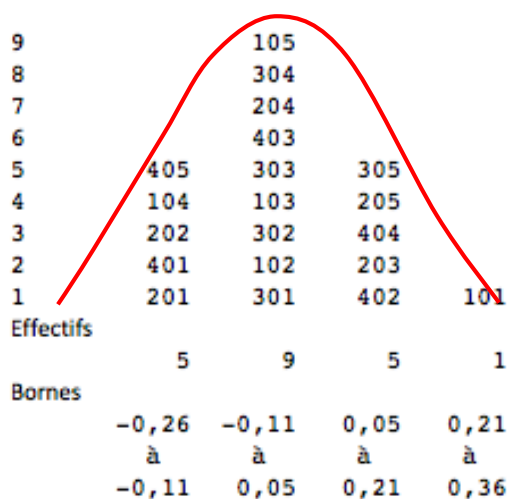


Figure 3 : Histogramme de distribution de résidus

Approche par le calcul des coefficients de symétrie et d'aplatissement : les outils statistiques peuvent calculer les coefficients de Pearson β_1 et β_2 puis les comparer respectivement à 0 et 3. Plus ils ont de chance d'être proches de ces valeurs, plus la distribution des résidus se rapproche d'une loi normale.

II.2.5. Vérification de l'égalité des variances dans les blocs et les traitements (test de Bartlett)

Pour pouvoir appliquer un test paramétrique sur un jeu de données, les résidus calculés doivent tous être du même ordre de grandeur, quels que soient leur bloc et traitement d'appartenance. On vérifie cette hypothèse en vérifiant l'homoscédasticité des résidus, c'est-à-dire l'égalité de leurs variances par un test du Khi Deux.

A l'aide d'outils statistiques, on teste l'hypothèse H_0 « les variances sont identiques pour tous les traitements (respectivement entre tous les blocs) » en calculant la statistique χ^2 .

- **Si $\chi^2 > 0,05$ on conclut à l'homogénéité des variances des traitements** (respectivement des blocs). On peut poursuivre l'analyse des résidus.
- **Si $\chi^2 < 0,05$ on conclut à l'hétérogénéité des variances des traitements** (respectivement des blocs).

II.2.6. Vérification de l'absence d'interaction blocs x traitements (cas des essais en blocs aléatoires complets)

Pour une bonne interprétation des résultats, il est nécessaire de vérifier l'hypothèse suivante : le bloc où se situe le traitement et le traitement lui-même n'interagissent pas et n'ajoutent donc pas un effet supplémentaire traitement x bloc (en plus des effets moyen, traitement, bloc), non calculable, influençant la valeur mesurée.

Pour ce faire, on effectue le test de Tukey. Ce test pose l'hypothèse H_0 qu'il n'existe pas d'interaction bloc x traitement et calcule la probabilité p que H_0 soit vraie.

- **Si $p > 0,05$, il n'y a pas d'interaction significative bloc x traitement.** On peut poursuivre l'analyse des données.
- **Si $p < 0,05$, il existe une interaction significative bloc x traitement.**

II.3. Cas des données qui ne remplissent pas les conditions des tests paramétriques : que faire ?

Malgré les précautions expérimentales prises, certains obstacles statistiques peuvent être rencontrés.

II.3.1. Présence de résidus suspects

Dans les cas où le test de Grubbs ou la représentation de type boxplot met en évidence un résidu suspect, plusieurs possibilités se présentent :

- 1) On élimine la valeur,
- 2) On la remplace par une estimation (formule de Yates, moyennes des autres répétitions),
- 3) On refait la totalité de l'analyse avec cette valeur.

Attention ! Avant de rejeter une valeur « statistiquement » aberrante, il appartient à l'expérimentateur d'en rechercher les causes. Si et seulement si cela est jugé nécessaire, on peut alors l'écarter.

Si trop de valeurs sont aberrantes (plus de 2), l'essai est invalidé pour la date et le paramètre mesuré considéré.

II.3.2. Anormalité des résidus

En cas de non normalité des résidus, il est possible de transformer la variable pour satisfaire les conditions d'égalité des variances. Le test de l'ANOVA s'effectue ensuite sur la variable transformée.

Choix du type de transformation :

- **Log (variable)** : cette transformation est utilisée pour les données de croissance, de multiplication, de contamination (distribution log-normale). Elle s'utilise également dans le cas où aucun effet traitement n'est visible, ou au contraire, un fort effet traitement est visible.
- **Racine carrée (variable)** : cette transformation est utilisée pour les comptages par unité de surface.
- **Arcsinus (variable)** : cette transformation est utilisée pour les mesures qualitatives (%), binaires (distribution binomiale).
- **Transformation de Bliss** : cette transformation est utilisée pour les données de proportions. On applique la transformation racine carré (variable) avant de transformer en arcsinus (ASIN dans Excel).

Si, même après transformation, les résidus ne présentent pas de distribution normale, il est nécessaire de passer aux tests non paramétriques tels que le test de Kruskal et Wallis (tests qui ne fixent pas de conditions sur la distribution des variables. Voir paragraphe V). Ces tests sont néanmoins moins puissants.

II.3.3. Hétéroscédasticité

On se place dans le cas où le test du Chi Deux met en évidence une inégalité des variances et blocs et/ou des traitements (i.e. $p < 0,05$).

Les causes possibles d'une hétéroscédasticité :

- blocs très différents : on peut exclure un bloc si besoin
- nature de la variable : il faut tester la transformation des données
- donnée suspecte : un résidu suspect est détecté sur la cartographie et/ou l'histogramme des résidus. La valeur aberrante peut être corrigée. Attention à ne pas supprimer hâtivement la donnée suspecte (indiquée dans Statbox) car cela peut signifier « attention, échantillon présentant une variabilité variant différemment en fonction de la modalité ».

II.3.4. Existence d'une interaction bloc x traitement

On se place dans le cas où une interaction bloc x traitement a été mise en évidence par le test de Tukey (i.e. $p < 0,05$).

Les causes possibles d'interaction blocs x traitements sont :

- des blocs trop différents les uns des autres,
- un gradient pour le paramètre considéré au sein d'un bloc (la cartographie des résidus renseigne sur l'existence d'un potentiel gradient intra-blocs.)
- voire des effets multiplicatifs (l'effet du traitement est augmenté par l'effet du bloc par exemple).

Dans ce cas, si cela se justifie d'un point de vue agronomique (erreur d'apport, dégât accidentel, passage d'animaux...), il est possible d'effectuer l'analyse en retirant :

- soit le bloc (si le nombre de répétitions le permet, i.e. >3)
- soit un traitement posant problème.

Néanmoins, si une interaction blocs x traitements est fréquemment rencontrée pour un ou plusieurs paramètres, il se peut que l'essai ne soit pas adapté.

III. Analyse annuelle des données (ANOVA)

Une fois que toutes les conditions d'application de l'ANOVA ont été vérifiées, on peut procéder à l'**analyse de variance** sur les données.

III.1. Etablir le tableau d'analyse de la variance

Le tableau 2 détaille les différentes étapes de calcul pour établir le tableau d'ANOVA.

Tableau 2 : tableau de l'analyse de la variance pour un essai en blocs

Source de variation des données	SCE Somme des carrés des écarts	DI Degré de liberté	CM Carré moyen (ou variance)	F
Totale	Estimation de la dispersion de l'effet total de l'essai SCE_{Total}	Nombre d'individus $N - 1$	$CM_T = SCE_{Total} / (N - 1)$	
Traitement	Estimation de la dispersion des effets des traitements SCE_{T_i}	Nb traitements $p - 1$	$CM_{T_i} = SCE_{T_i} / (p - 1)$	$F_{T_i} = CM_{T_i} / CM_R$
Bloc	Estimation de la dispersion des effets des blocs SCE_B	Nb blocs $b - 1$	$CM_B = SCE_B / (b - 1)$	$F_B = CM_B / CM_R$
Résiduelle	Estimation de la dispersion due aux fluctuations aléatoires SCE_R	$N - p - b - 1$	$CM_R = SCE_R / (N - p - b - 1)$	

SCE_{T_i} est d'autant plus grande que les traitements sont différents. Idem pour les blocs (SCE_B).

Cependant, on ne peut pas comparer directement les SCE entre elles, il faut les diviser par le nombre de valeurs indépendantes qui les composent : **leur degré de liberté (DI)**.

On calcule ensuite les variances (CM) de chaque source de variation. La variance résiduelle CM_R sert de référence pour tester les écarts entre les traitements d'une part et les blocs d'autre part. Elle permet de calculer la valeur F (test F-student).

III.2. Test de F-Student

L'objectif du test F-Student est de mettre en évidence l'existence ou non de différences significatives entre les traitements étudiés. Ce test n'identifie cependant pas les traitements effectivement différents ou identiques.

Il s'agit de tester l'hypothèse H_0 : « **les traitements sont identiques** » au risque α .

Le risque α est aussi appelé le risque de 1^{ère} espèce. Il correspond au risque de rejeter une hypothèse H_0 alors qu'elle est vraie.

Dans le cas d'une ANOVA sur les traitements, α est le risque de dire que les traitements sont significativement différents alors qu'ils sont identiques.

On fixe généralement $\alpha = 0,05$ (conclusions significatives) ou $\alpha = 0,01$ (conclusions très significatives). Pour vérifier l'hypothèse H_0 « tous les traitements sont identiques », on cherche ensuite à connaître la probabilité p qu'une valeur F suivant une loi de Fisher-Snedecor ($p - 1 ; N - p - b - 1$) dépasse la valeur F calculée (calculée automatiquement par les outils statistiques. Le cas échéant, se référer à une table de probabilité pF).

Si pF est inférieur au seuil α , on dit que les traitements sont significativement différents au niveau α .

Si $\alpha = 0,05$ et $pF < \alpha$ la différence entre les traitements est dite significative.

Si $\alpha = 0,01$ et $pF < \alpha$, la différence entre les traitements est dite très (ou hautement) significative.

F_{T_i} : permet de dire s'il y a une différence significative (non due au hasard) du facteur traitement sans pour autant identifier quels traitements sont significativement différents.

Si $pF < 0,05$ l'effet traitement est significatif.

Si $pF > 0,05$ l'effet traitement n'est pas significatif.

Si le test F-Student est concluant, on peut dire que pour le paramètre mesuré à la date considérée, l'essai a permis de mettre en évidence des différences significatives entre les traitements étudiés, dans les conditions seules de l'expérimentation.

F_B : permet de valider *a posteriori* le dispositif.

Si $pF < 0,05$ (significatif) les blocs sont bien disposés, l'effet expérimental est maîtrisé.

Si $pF > 0,05$ (non significatif) le terrain est homogène ou les blocs sont mal disposés. Si la probabilité de l'effet blocs est forte, il faut regarder pourquoi, voire enlever le bloc qui pourrait différer significativement des autres. Si $pF > 0,05$ suppression potentielle d'un bloc.

Remarque : s'il existe une trop grande différence entre les blocs, cela peut générer une interaction avec les traitements étudiés.

Attention ! L'analyse statistique effectuée doit correspondre au type de dispositif choisi car les sources de variation expérimentale prises en compte dans l'ANOVA ne sont pas les mêmes d'un dispositif à l'autre :

Randomisation totale

Sources de variation
Totale
Traitement
Résiduelle

Blocs aléatoires complets

Sources de variation
Totale
Traitement
Blocs
Résiduelle

Carré latin

Sources de variation
Totale
Traitement
Blocs-lignes
Blocs-colonnes
Résiduelle

α -plans

Sources de variation
Totale
Traitement
Blocs-lignes
Blocs-colonnes
Sous-blocs
Résiduelle

III.3. Notion de puissance de l'essai

La puissance d'un essai correspond à la probabilité de mettre en évidence une différence donnée entre traitements qui existe. On définit :

$$\text{Puissance} = 100 - \beta \text{ (erreur de 2}^{\text{ème}} \text{ espèce)}$$

On peut ainsi calculer la puissance d'un essai *a priori* qui consiste à savoir si l'essai est capable de mettre en évidence des différences entre traitements.

On calcule également la puissance d'un essai *a posteriori*, basée sur la moyenne de l'essai, et qui indique l'efficacité de l'essai à mettre en évidence des différences entre traitements.

On considère qu'un essai est puissant si la puissance *a postérieure* est supérieure à 80 %.

III.4. Précision de l'essai

Lorsque l'existence d'une différence entre les traitements a été mise en évidence, il est important de savoir avec quelle précision l'essai a permis d'établir cette différence. Cela se vérifie à l'aide de l'écart type résiduel (ETR), décrit dans le paragraphe suivant.

L'écart type résiduel (ETR) mesure tout ce qui n'est pas sous contrôle de l'expérimentateur :

- Plus l'ETR du paramètre considéré est élevé, plus la variabilité de celui-ci est forte et donc moins il est précis
- Plus l'ETR est faible, plus l'essai est précis.

On considère que l'ETR est trop élevé en fonction de la variable que l'on analyse. Par exemple, si on analyse un rendement de blé, un ETR valant 3 signifie qu'il existe une variabilité de ± 3 quintaux (unité d'expression de la variable) du rendement qu'on ne sait pas expliquer statistiquement. Si cela paraît acceptable d'un point de vue agronomique, on peut alors dire que l'essai est précis.

A contrario, pour une teneur en Ntotal, une valeur d'ETR égale à 3, soit une variabilité de 3 mg N / kg MS non expliquée pourrait être considérée comme trop importante.

Si un essai ne peut pas être considéré comme précis, il se peut qu'il ne soit pas adapté pour le paramètre analysé.

IV. Mise en évidence des groupes homogènes de traitements

IV.1. Test Newman-Keuls : comparaison des moyennes, groupes homogènes

Le test paramétrique de Newman-Keuls permet de faire des comparaisons multiples de moyennes pour un paramètre, en comparant les moyennes 2 à 2. Ce test étant assez complexe, on se propose d'expliquer ici comment l'interpréter à partir d'une sortie du logiciel Stabox Agri.

FACTEUR 1 : Nature du PRO
Valeur des PPAS

Nombre de moyennes	PPAS
2	0,261
3	0,319
4	0,355
5	0,381

Groupes homogènes

Id	Modalité	Moyenne paramètre x	Groupes homogènes
2	Traitement 1	2,266	A
3	Traitement 2	2,047	A B
5	Traitement 3	1,735	B C
4	Traitement 4	1,613	C
1	Témoin	1,594	C

Figure 4 : résultat du test de Newman-Keuls pour le paramètre x (sortie StatboxAgri®)

La figure 4 présente les résultats du test de Newman-Keuls pour un paramètre x. Le test met en évidence 4 groupes homogènes de traitements. D'après ce test on peut ainsi conclure :

- le groupe A a un effet différent du groupe C sur le paramètre x i.e. le traitement 1 se distingue du traitement 4 et du témoin ;
- le groupe AB est différent des groupes BC et C i.e. le traitement 2 est différent du traitement 3 d'une part et du traitement 4 et du témoin d'autre part ;
- le groupe BC est différent du groupe C i.e. le traitement 3 est différent du traitement 4 et du témoin.

IV.2. Comment conclure ?

Les conclusions ne sont applicables qu'aux seules modalités des facteurs étudiés dans l'expérimentation.

Dire qu'un essai est significatif c'est affirmer qu'il est statistiquement significatif, avec un risque de se tromper au risque α (i.e. dans 5 % des cas, voire 1% des cas).

La formulation de la conclusion est importante. Comme le précise Vilain (1999), il faut toujours resituer dans son contexte les résultats :

- Différences significatives : « **dans les conditions expérimentales de l'essai**, des différences significatives d'effet sur le paramètre x entre le groupe X et le groupe Y a été mise en évidence pour le seuil de signification retenu (α) **pour la date de mesure considérée**. ».
Cette conclusion n'est pas généralisable à d'autres contextes.
- Pas de différence : « dans les conditions expérimentales de l'essai, aucune différence (ou une différence significative) n'a été mise en évidence pour le seuil de signification retenu (α). »

On notera que l'absence de mise en évidence de différences entre les traitements ne prouve cependant pas leur inexistence. Il est possible qu'une ou plusieurs moyennes diffèrent mais que leur différence n'ait pas pu être montrée dans les conditions opératoires présentes. Aucun moyen ne permet de savoir si un effet existe réellement, ou si les conditions n'ont pas permis de le mettre en évidence (M. Vilain, 1999).

V. Autres points

V.2. Traitements statistiques non paramétriques

Lorsque les conditions de l'ANOVA ne sont pas respectées, les tests non paramétriques peuvent être appliqués. Certains de ces tests peuvent être réalisés via XLStat et Statbox Agri. R reste l'outil statistique le plus adapté aux jeux de données atypiques.

Type d'échantillons	Qualitatif			Quantitatif
	Binomial (2 choix possibles)	Nominal (pas possible d'ordonner)	Ordinal (possibilité ordonner)	
1 échantillon	Test binomial	Chi ² de bonne adéquation		
2 échantillons appariés	Test de McNemar		Test du signe	Test de Wilcoxon
2 échantillons indépendants	Test exact de Fisher	Test Chi ² de Pearson	Test de Mann & Whitney	
> 2 échantillons appariés	Test de Cochran		Test de Friedman Test de Page (colonnes ordonnées, hyp unilatérale)	
> 2 échantillons indépendants	Test Chi ² de Pearson	Test Chi ² de Pearson	Test de Kruskal & Wallis Test de Jonckheere – Terpstra (colonne ordonnées)	
Mesure association variables	Coefficient de contingence Kappa de Cohen		Coef corrélation par rangs de Spearman Coef de concordance de Kendall	

Dans le cas des petits échantillons, les conditions d'application de l'analyse de variance ou du test t (pour 2 échantillons) risquent de ne pas être remplies, on a donc recours aux tests non paramétriques.

Les tests statistiques NP ne portent pas sur les valeurs, mais sur les rangs des valeurs, ce qui enlève de l'importance aux valeurs hors normes.

Les valeurs sont classées par rangs. Quand 2 valeurs sont égales, un rang moyen est fait.

Les rangs sont ensuite additionnés par échantillon et comparés.

Il y a donc un changement d'échelle, ces analyses peuvent donc être appliquées à des données qualitatives ordinales (que l'on peut ordonner). Cependant il y a perte d'information. Ces tests ne sont pas parfaits, c'est donc préférable de procéder en paramétrique quand c'est possible.

2 échantillons indépendants : Test U de Mann-Whitney ou test de Wilcoxon-Mann-Whitney
Quand effectifs faibles et/ou distributions pas normales.

Le test calcule une statistique U qui est d'autant plus faible que la différence des rangs est importante.

2 séries appariées : Test de Wilcoxon

Les différences sont affectées à des rangs. Les rangs sont calculés sur les différences.

Plus de 2 groupes :

- indépendants : Test de Kruskal
- appariés : test de Friedman

V.2. Regroupement d'essais

Autant que possible, les essais précis sont intégrés dans des réseaux d'essais.

Par rapport aux essais uniques (hors réseau), le lieu ou les années sont à prendre en compte : même essai répété en différents lieux ou sur plusieurs années. Idéalement, les lieux doivent être choisis au hasard et les résultats doivent être valables sur un ensemble de la région dans laquelle ils sont établis (pas seulement pour les quelques lieux étudiés).

Dans un réseau d'essais, chaque essai est considéré comme un bloc et les données sont moyennées par lieu et traitement. C'est pourquoi il est préférable d'intégrer des essais d'une précision comparable (ETR du même ordre de grandeur) et avec un nombre de blocs comparable. En effet, s'il n'y a pas le même nombre de blocs, il n'y a pas la même précision entre essais.

Les modèles utilisés pour faire de telles études sont présentés dans la procédure « [statistique d'analyse de données d'essais en réseau et approche temporelle](#) »

VI. Analyses et interprétations statistiques : CE QU'IL FAUT RETENIR

1) Ne jamais se lancer dans l'analyse des résultats de l'ANOVA sans :

- Valider l'essai d'un point de vue agronomique
- Valider statistiquement les données acquises et vérifier les conditions d'application des tests paramétriques

2) Toujours faire prévaloir l'avis d'un agronome à un test statistique

3) En cas d'anomalie statistique, il est possible d'appliquer des tests non paramétriques cependant moins puissants

4) Pour aller plus loin dans l'exploitation des résultats d'un essai :

- **Tests multivariés et régressions** (ACP, AFD, régressions simples voire multiples) : corréler certains paramètres entre eux
- **Analyses statistiques temporelles** : mettre en évidence des tendances, des évolutions dans le temps
- **Analyses en réseau d'essais** : généraliser et comparer les résultats à des situations pédoclimatiques différentes.

Exemples de logiciels :

XLStat

STATBOX Agri : développé par ARVALIS. Très opérationnel et « convivial », facile d'utilisation

R : gratuit – demande de savoir manipuler des scripts

Ressources bibliographiques – formations :

Stage interentreprises, « Expérimentation : de la conception d'un protocole d'essai à l'interprétation des résultats », Arvalis, 2012.

« Expérimentation agronomique planifiée », P Letourmy, 1999 :

« Méthodes expérimentales en agronomie, Pratique et analyse », M Vilain, 1999.

« Principe d'expérimentation, planification des expériences et analyse de leurs résultats », P Dagnelie, 2003.

« Notions fondamentales en statistiques », Anastats, 2008

Personne ressource : Alix Bell alixbell9@gmail.com

Procédure statistique d'analyse de données d'essais en réseau et approche temporelle

I. Mise en place d'un réseau d'essais

I.1. Qu'est-ce qu'un réseau d'essais – Intérêt Définition

De nombreux essais agronomiques ont été mis en place dans divers contextes pédo-climatiques et systèmes de culture.

Une approche statistique en réseau d'essais des résultats existants permettrait de comparer les réponses possibles d'un traitement étudié donné selon le contexte.

Si l'on prend l'exemple des effluents d'élevage, largement étudiés en France, on constate que les traitements étudiés (doses apportées, périodes d'apport, etc.), les itinéraires techniques (travail du sol, fertilisation minérale...), les méthodes de prélèvement et d'analyse peuvent différer d'un essai à l'autre. L'ensemble de ces paramètres influencent le résultat obtenu. Il devient alors difficile de savoir si les écarts de réponses entre les essais sont attribuables au contexte de l'essai lui-même ou aux différences constatées dans les méthodes de conduites de chaque essai.

Or, tout l'intérêt d'une étude en réseau d'essais est de pouvoir mettre en évidence des similarités ou des différences de réponse d'un traitement étudié en fonction du contexte de l'environnement considéré : par exemple, le type de sol, la température ou encore le taux de précipitations peuvent jouer sur le comportement des PRO au champ.

C'est pourquoi on définit un réseau d'essais comme « un ensemble d'essais avec le même protocole (mêmes traitements, même itinéraires techniques, mêmes méthodes de prélèvement et d'analyse des échantillons) et réalisés dans différents environnements ».

I.2. Conditions à remplir

Afin d'imputer en toute légitimité les effets observés à une différence d'environnement (type de sol, climat...), il faut être sûr que les protocoles expérimentaux et les conduites de sites sont similaires. Les différences observées seront ainsi bel et bien attribuables à une différence d'environnement.

C'est pourquoi certaines conditions expérimentales sont à vérifier avant de regrouper des essais, ou d'en mettre en place ceux-ci doivent posséder :

- un objectif commun (définition des paramètres agronomiques à analyser les plus importants),
- même type de dispositif (bloc complet, randomisation totale, split-plot...),
- des randomisations indépendantes,
- les mêmes unités expérimentales,
- des PRO de même type (même matières entrantes) et dont le procédé de traitement est similaire,
- la plupart des traitements en commun,
- une conduite de site équivalente en particulier pour les raisonnements d'apports de PRO et les méthodes d'apports de PRO (précision des quantités apportées et donc des flux entrant d'éléments),
- des méthodes de prélèvement et d'analyse en laboratoire similaires.

Idéalement, il serait avantageux que toutes les modalités étudiées soient dans tous les essais et que le nombre de répétitions soit identique dans tous les essais. Ceci permet en effet d'avoir des essais avec des précisions comparables (ETR).

II. Démarche et outils statistiques utilisés pour analyser les réseaux d'essais

II.1. Validation agronomique et statistique de chaque essai

Avant d'agrèger les données, il est impératif de valider les données de chaque essai d'un point de vue agronomique et statistique, selon la procédure décrite dans la partie « [Validation et analyse statistique annuelle des données](#) ».

II.2. Etude visuelle

Avant toute analyse, il est judicieux de représenter graphiquement les données. Des boîtes à moustaches de la variable étudiée réalisées en fonction du traitement et de l'essai permettent d'avoir une première idée sur le traitement donnant les meilleurs résultats (en moyenne), ainsi que sur la variabilité des résultats dans chaque essai.

Par ailleurs, afin de voir si le meilleur traitement (en moyenne) est aussi le meilleur traitement dans chaque essai, il peut être intéressant de réaliser un graphique d'interaction, c'est-à-dire représenter pour chaque traitement la moyenne obtenue de la variable étudiée dans chaque essai.

L'étude visuelle permet aussi de repérer les points aberrants, ce qui est important car une observation sortant des valeurs « habituelles » peut biaiser les résultats obtenus.

II.3. Définitions préliminaires

On appelle « modèle mixte » un modèle contenant des effets fixes et des effets aléatoires.

Un effet est fixe lorsqu'on s'intéresse seulement aux modalités étudiées dans l'expérience, par exemple lorsqu'on étudie l'effet sur un sol agricole de l'épandage de différents composts, on souhaite étudier ces composts précisément.

Un effet est considéré comme aléatoire lorsque l'on veut généraliser ce que l'on observe à toute une population. Par exemple on peut avoir un effet des composts légèrement différent en fonction de la parcelle considérée, et vouloir inclure la variabilité due à ce facteur dans le modèle, mais l'effet parcelle ne nous intéresse pas en soit, on veut pouvoir généraliser à toutes les parcelles sur lesquelles l'expérience aurait pu être réalisée.

II.4. Je veux généraliser mes conclusions aux essais dont les caractéristiques sont proches

II.4.1. Modèle utilisé pour l'analyse des données parcellaires

Un essai sera considéré comme fixe si l'on souhaite généraliser à l'ensemble des essais dont les caractéristiques (contexte pédoclimatique, conduite culturale...) sont proches. On souhaite étudier de façon précise l'interaction entre l'essai et le facteur étudié et trouver des solutions spécifiques à chaque situation. On suppose ici que les données à la parcelle sont obtenues avec la même précision.

Si les dispositifs expérimentaux de chaque essai sont des plans en blocs complets, le modèle utilisé sera :

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + D_{ik} + \varepsilon_{ijk}$$

où Y_{ijk} est la donnée observée du traitement i , sur le bloc k dans l'essai j ,

μ est la moyenne générale,

α_i est l'effet du traitement i ,

β_j est l'effet de l'essai j ,

$(\alpha\beta)_{ij}$ est l'interaction traitement i , essai j ,

D_{ik} est l'effet (aléatoire) du bloc k dans l'essai j ,

et ε_{ijk} est l'erreur résiduelle (de variance σ^2).

Ce modèle est appelé « analyse de la variance » (ANOVA). Il suppose que l'on a des essais dont la précision est comparable (égalité des ETR) et avec un nombre de blocs comparables.

II.4.2. Etude de l'interaction traitement : essai

Dans ce cas, l'interaction traitement : essai est testée par rapport à la résiduelle. Si celle-ci est significative, on poursuit l'étude pour essayer d'expliquer pourquoi les traitements étudiés ont des comportements différents en fonction de l'essai. Plusieurs stratégies sont possibles :

- si l'on souhaite constituer des groupes d'essais homogènes : ACP non normée ou classification sur le tableau des interactions (essais en individus, traitements en variables)
- si l'on souhaite voir dans quels essais tel traitement amène aux meilleurs résultats : ACP non normée sur le tableau des interactions (traitements en individus, essais en variables)
- si l'on souhaite modéliser l'interaction, on peut réaliser une régression factorielle de celle-ci en fonction de covariables caractérisant les traitements ou les essais. Une première étape de sélection de variables peut être envisagée (Technique Stepwise).

II.4.3. Méthode particulière : le modèle AMMI

Il existe un modèle permettant à la fois de visualiser l'ensemble des données et d'explorer graphiquement le modèle : le modèle AMMI (Additive Main effect Multiplicative Interaction). Le modèle est le suivant :

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + D_{jk} + \sum_{s=1}^p \lambda_s g_{js} e_{is} + \varepsilon_{ijk}$$

où Y_{ijk} est la donnée observée du traitement i , sur le bloc k dans l'essai j ,

μ est la moyenne générale,

α_i est l'effet du traitement i ,

β_j est l'effet de l'essai j ,

D_{jk} est l'effet (aléatoire) du bloc k dans l'essai j ,

λ_s est la valeur propre de l'axe s de l'ACP,

g_{js} et e_{is} les vecteurs propres pour le i ème traitement et le j ème essai de l'axe s de l'ACP,

et ε_{ijk} est l'erreur résiduelle (de variance σ^2).

Les effets principaux sont estimés à l'aide d'une analyse de variance, les interactions sont analysées à l'aide d'une ACP (ou d'un biplot symétrique, qui affecte la moitié de la variance aux individus et l'autre moitié aux variables) effectuée sur la matrice des résidus E , contenant à la fois l'interaction et les résidus. Celle-ci est obtenue en soustrayant à chaque observation y_{ij} la moyenne générale μ , l'effet du traitement α_i et l'effet de l'environnement β_j , on a donc :

$$E = Y_{ij} - \hat{\mu} - \hat{\alpha}_i - \hat{\beta}_j \text{ avec } \dim(E) = (\text{nombre de traitements}, \text{nombre d'essais}).$$

On a ainsi accès à la probabilité critique de chaque effet, et on peut étudier graphiquement dans quel environnement tel traitement amène aux meilleurs résultats concernant la variable étudiée.

II.4.4. Modèle utilisé pour l'analyse des données moyennées par traitement et par essai

En pratique, il est aussi possible de travailler sur les données moyennées. Chaque essai peut alors être considéré comme un bloc, la résiduelle contient l'interaction traitement-essai et l'erreur. Le modèle utilisé est alors :

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \varepsilon_{ijk}$$

où Y_{ijk} est la donnée observée du traitement i dans l'essai j ,

μ est la moyenne générale,

α_i est l'effet du traitement i ,

β_j est l'effet de l'essai j

Si l'on souhaite tester l'interaction traitement-essai, il suffit de calculer la variance résiduelle pondérée.

Les résultats obtenus sur les données parcellaires et les données moyennées sont identiques dans le cas d'essais en blocs possédant le même nombre de blocs, toujours en faisant l'hypothèse que la variabilité est la même dans tous les essais. L'avantage de travailler sur les données parcellaires est que les tests prennent en compte une différence de nombre de blocs par essai. Si l'on souhaite travailler sur les données moyennées, il faut que les essais soient de précisions comparables et aient entre autre le même nombre de blocs.

II.5. Je veux généraliser mes conclusions à une population représentative d'un champ d'application plus vaste

L'essai sera considéré comme aléatoire si l'on estime que les essais regroupés forment un échantillon représentatif d'une population d'essais plus vaste que les essais considérés (une région par exemple), on souhaite généraliser les conclusions à l'ensemble de tous les essais pouvant être issus de la population considérée. Dans ce cas, la localisation des essais doit être choisie au hasard. On cherche à estimer les moyennes de la variable étudiée en fonction du type de produit épanché sur l'ensemble de la population d'essais (les essais considérés + les essais de la population non-observés). On veut ici étudier les écarts moyens entre traitements sur un ensemble de situations, et on les teste par rapport à l'interaction traitement-essai qui est ici un effet aléatoire. Il est ici plus difficile de mettre en évidence des différences entre traitement que dans le cas où l'essai est un effet fixe. Si les dispositifs expérimentaux de chaque essai sont des plans en blocs complets, le modèle utilisé sera :

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + B_j + C_{ij} + D_{jk} + E_{ijk}$$

où Y_{ijk} est la donnée observée dans l'essai i , sur le bloc k et pour le traitement j ,

μ est la moyenne générale,

α_i est l'effet du traitement i ,

B_j est l'effet de l'essai j (aléatoire),

C_{ij} est l'interaction entre le traitement i et l'essai j (aléatoire),

D_{jk} est l'effet bloc k de l'essai j (aléatoire),

et E_{ijk} est l'erreur résiduelle du traitement i , sur le bloc k de l'essai j (de variance $n\sigma^2$)

Si l'on travaille sur les données moyennées, le modèle sera :

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + B_j + E_{ijk}$$

où Y_{ijk} est la donnée observée dans l'essai i , sur le bloc k et pour le traitement j ,

μ est la moyenne générale,

α_i est l'effet du traitement i ,

B_j est l'effet de l'essai j (aléatoire)

et E_{ijk} est l'erreur résiduelle du traitement i , sur le bloc k de l'essai j (de variance $n\sigma^2$)

II.6. Prise en compte d'une covariable explicative

Dans les modèles décrits précédemment, il est possible de prendre en compte une autre variable explicative si on sait que celle-ci influence les valeurs observées de la variable étudiée. Cela peut-être par exemple le type de climat, le type de sol, le procédé de transformation utilisée, la dose d'apport etc.

III. Outils statistiques utilisés pour analyser les réseaux d'essais en prenant en compte une dimension temporelle

Certains réseaux d'essais sont construits pour voir l'effet à long terme d'apports répétés de PRO dans différents contextes. Deux stratégies sont possibles pour répondre à cette problématique.

III.1. Analyse de variables résumés (valeur finale –valeur initiale, coefficient de régression)

Il est possible de ne pas prendre en compte l'évolution dans le temps de la variable étudiée et d'analyser une variable résumé telle que l'écart entre la valeur finale et la valeur initiale ou bien le coefficient de régression associée à la droite reliant la variable étudiée avec la dimension temporelle. La stratégie à adopter pour étudier cette variable résumé est identique à celle décrite précédemment dans la partie II.

III.2. Analyse temporelle

Dans d'autres cas, on peut vouloir étudier précisément l'évolution dans le temps de la variable étudiée (teneur en carbone organique dans le sol, rendements...). Si l'on regroupe des essais conduits dans des contextes agro-pédo-climatiques très différents, il semble judicieux de passer par l'étude de la variable d'intérêt pondérée par sa valeur initiale dans le sol (valeur observée année l/valeur observée année initiale).

Par ailleurs, si le témoin a un comportement « étrange » sur certains essais, il peut être nécessaire de passer par l'étude de la variable d'intérêt pondérée par la valeur observée chez le témoin (valeur observée l'année l pour le traitement i/valeur observée année l pour le témoin).

Deux approches sont possibles : une paramétrique, l'autre non paramétrique.

III.2.1. Analyse graphique

Une première étude visuelle est toujours recommandée. Pour chaque essai, il est intéressant de représenter la réponse moyenne des traitements en fonction du temps puis la réponse de chaque parcelle en fonction du temps en les discriminant en fonction du traitement correspondant. Ces graphiques permettent :

- de savoir si la relation entre la variable d'étude et le temps est linéaire ou non
- de voir si l'on obtient des résultats variables en fonction de la parcelle considérée.

III.2.2. Modèles utilisés

Les modèles utilisés sont similaires à ceux décrits en II, excepté qu'on rajoute le facteur année. Un test pour savoir si cette dernière doit être considérée en tant que variable qualitative ou quantitative est nécessaire. Il faut comparer le modèle avec l'année en tant que variable quantitative et le modèle avec l'année en tant que variable qualitative selon un critère choisi.

Sur les données parcellaires le modèle sera :

$$Y_{ijklm} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \omega_l + (\alpha\beta)_{ij} + (\alpha\omega)_{il} + (\beta\omega)_{jl} + (\alpha\beta\omega)_{ijl} + D_{jk} + P_{jkm} + \varepsilon_{ijklm}$$

où Y_{ijk} est la donnée observée (pondérée ou non) l'année l dans l'essai i, sur le bloc k et pour le traitement j,

μ est la moyenne générale,

α_i est l'effet du traitement i,

β_j est l'effet de l'essai j (qui peut être considéré comme fixe ou aléatoire),
 ω_l l'effet de l'année l,
 $(\alpha\beta)_{ij}$ est l'interaction entre le traitement i et l'essai j,
 $(\alpha\omega)_{il}$ est l'interaction entre le traitement i et l'année l,
 $(\beta\omega)_{jl}$ est l'interaction entre l'essai j et l'année l,
 $(\alpha\beta\omega)_{ijl}$ est l'interaction entre le traitement i, l'essai j et l'année l,
 D_{jk} est l'effet du bloc k de l'essai j (aléatoire),
 P_{jkm} est l'effet de la parcelle m du bloc k de l'essai j,
 et E_{ijklm} est l'erreur résiduelle du traitement i, sur la parcelle m du bloc k de l'essai j (de variance $n\sigma^2$)

Sur les données moyennées le modèle sera :

$Y_{ijkl} = \mu + \alpha_i + \beta_j + \omega_l + (\alpha\beta)_{ij} + (\alpha\omega)_{il} + (\beta\omega)_{jl} + D_{jk} + \epsilon_{ijkl}$
 où Y_{ijk} est la donnée observée (pondérée ou non) l'année l dans l'essai i, sur le bloc k et pour le traitement j,
 μ est la moyenne générale,
 α_i est l'effet du traitement i,
 β_j est l'effet de l'essai j (qui peut être considéré comme fixe ou aléatoire),
 ω_l l'effet de l'année l,
 $(\alpha\beta)_{ij}$ est l'interaction entre le traitement i et l'essai j,
 $(\alpha\omega)_{il}$ est l'interaction entre le traitement i et l'année l,
 $(\beta\omega)_{jl}$ est l'interaction entre l'essai j et l'année l,
 D_{jk} est l'effet du bloc k de l'essai j (aléatoire),
 et E_{ijkl} est l'erreur résiduelle du traitement i du bloc k de l'essai j (de variance $n\sigma^2$)

III.2.3. Non indépendance des observations

Une des hypothèses de base à respecter en statistiques est l'indépendance des observations. Or nous suivons les mêmes parcelles dans le temps : les données que nous avons sont donc par essence liées les unes aux autres. Nous devons donc comparer les modèles avec et sans structure d'autocorrélation, et voir lequel reconstitue au mieux les données.

III.2.4. Non égalité des variances

Une variabilité entre les sites étudiées peut être présente (variabilité naturelle dû au contexte pédoclimatique, protocole expérimentale, regroupement d'essai à la précision différente...) et amener à une hétéroscédasticité des résidus (variance non homogène) en fonction du site. Celle-ci est à prendre en compte, on aura alors :

$$E_{ijkl} \sim N(0, \sigma_j) \text{ pour } j = \text{essai } 1, \dots, \text{essai } j$$

Il est aussi possible de considérer une variabilité différente des résidus en fonction des modalités du facteur traitement, année...

Les modèles avec et sans prise en compte d'une hétéroscédasticité sont comparés selon un critère pré-défini.

1) Que faut-il essayer lorsque les hypothèses du modèle ne sont pas validées ?

Avant d'exploiter le modèle retenu, il est nécessaire de valider les hypothèses faites au départ, c'est-à-dire :

- La normalité de chaque effet aléatoire
- L'homoscédasticité des résidus pondérés pour chaque variable explicative incluse dans le modèle
- L'indépendance des effets aléatoires deux à deux (difficile à prouver sur R)

Si une de ces conditions n'est pas respectée, les probabilités critiques obtenues ne sont pas exploitables, car elles sont calculées en supposant les hypothèses faites vraies. Dans ce cas, plusieurs pistes sont à exploiter :

- Etudier les résidus sortant comme aberrant, voir si cette donnée est vraiment aberrante agronomiquement. Un point très écarté des autres peut diriger les analyses et biaiser les résultats
- Transformer la variable étudiée (fonction racine, log), ce qui stabilise la variance des résidus, réduit l'effet des points aberrants et peut linéariser la relation entre la variable étudiée et les variables explicatives
- Exclure un des sites donnant des résultats vraiment différents des autres
- Une approche non paramétrique dans le cas où une dimension temporelle est présente, stratégie que nous allons aborder dans le paragraphe suivant.

2) Modèle semi-paramétrique

Il est possible qu'en fonction du site, la variable étudiée ait une évolution très différente dans le temps, due par exemple au climat, au type de sol... Par conséquent, il peut être intéressant d'ajuster pour chaque site ce qu'on appelle une « spline cubique de régression pénalisée de degré 3 », c'est-à-dire un polynôme de degré 3 spécifique à chaque site pour décrire la relation entre la variable étudiée et l'année. Le modèle sera alors :

$$Y_{ijklm} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + f1_j(\text{année}) + D_{jk} + P_{jkm} + \epsilon_{ijklm}$$

où Y_{ijk} est la donnée observée l'année l dans l'essai i , sur le bloc k et pour le traitement j ,

μ est la moyenne générale,

α_i est l'effet du traitement i ,

β_j est l'effet de l'essai j ,

$(\alpha\beta)_{ij}$ est l'interaction entre le traitement i et l'essai j ,

$f1_j(\text{année})$ la fonction de lissage associée au site j et à l'année t ,

D_{jk} est l'effet du bloc k de l'essai j (aléatoire),

P_{jkm} est l'effet de la parcelle m du bloc k de l'essai j ,

et ϵ_{ijklm} est l'erreur résiduelle du traitement i , sur la parcelle m du bloc k de l'essai j

Mais il est aussi possible que la variable étudiée ait une évolution très différente en fonction du traitement appliqué. Le modèle sera alors le même que celui décrit précédemment, sauf qu'on estimera un polynôme de degré 3 spécifique à chaque traitement pour décrire la relation entre la variable étudiée et l'année. Ainsi on aura $f2_i(\text{année})$ à la place de $f1_j(\text{année})$.

3) Approche non paramétrique multifactorielle : les arbres de régression

Il est possible qu'on veuille prendre en compte plusieurs covariables explicatives des différents compartiments considérés. Par exemple, on peut vouloir expliquer les rendements obtenus par les flux en éléments (Carbone, azote...) entrants par les produits épandus, par l'itinéraire technique effectué, les exportations par les plantes et/ou encore le contexte pédoclimatique. Pour savoir quelle variable permet le mieux d'expliquer la variable d'intérêt, il existe une méthode appelée « arbre de régression ».

Document de référence :

P. LETOURMY, Expérimentation agronomique planifiée, chapitre 3

ANNEXES

Annexe 1 : Liste des analyses pour la matrice SOL

Annexe 1.1 : MATRICE SOL - Caractérisation physique

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Préparation	Séchage < 40°C et tamisage 2 mm et/ou broyage < 250 µm	NF ISO 11464	sols	Brut
		NF EN 16179	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
Matière sèche/humidité	gravimétrie après séchage à 105°C +/- 5°C	NF ISO 11465	sols	Brut
		NF EN 15934	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	Brut
Matière sèche/humidité sur le terrain	sonde à neutrons	NF ISO 10573	sols	Mesure <i>in situ</i>
	tensiométrie	NF ISO 11276		
masse volumique	Méthode du cylindre	NF ISO 11272	sols	Cylindre de sol
capacité de rétention en eau	presse de Richard	NF ISO 11274	sols	Séché et tamisé à 2 mm
		Méthode INRA (QUETIN et GAILLARD, 1998)		Motte de terre intacte
plasticité / atterberg		XP CEN ISO/TS 17892-12	sols (essais géotechnique)	Brut
granulométrie	sédimentation	NF X31-107	sols	Séché et tamisé à 2 mm
densité apparente	Méthode du cylindre	NF X31-501	sols	Cylindre de sol
	Densitomètre à membrane	NF X31-502		Mesure <i>in situ</i>
	Méthode au sable	NF X31-503		
	gamma densimétrie	NF X31-507		
stabilité structurale		NF X31-515	sols	Brut (mottes intactes)
perméabilité	infiltromètre à disque	X31-513	sols	Mesure <i>in situ</i>
	infiltromètre sous pression	X31-514		

Granulométrie

La mesure de la granulométrie selon la NF X31-107 peut se faire avec ou sans destruction des carbonates (du calcaire). En sol non carbonaté, les deux méthodes sont équivalentes. Par contre, en sols carbonatés, les 2 méthodes fournissent des informations différentes et elles conduisent à des résultats d'autant plus divergents que la teneur en carbonate est élevée. Il est donc important de bien choisir la technique d'analyse.

Il est préférable de recourir à l'analyse de la granulométrie après destruction des carbonates pour les calculs d'indice (battance, compaction) ou de taux de minéralisation (K2) et chaque fois que l'on voudra approcher la teneur en argile minéralogique.

La granulométrie sans destruction des carbonates peut être plus pertinente pour le calage de certaines fonctions de pédotransfert et chaque fois que l'on voudra mesurer la répartition granulométrique sans tenir compte de la nature minéralogique des fractions.

Dans le cadre d'essais liés à la physique de sols carbonatés, l'analyse selon les deux méthodes peut présenter un intérêt et permettre de mieux estimer la répartition réelle des constituants minéraux du sol.

Annexe 1.2 : MATRICE SOL - Statut acido-basique

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
pH	extrait eau ou KCl 1/5 volume	NF ISO 10390	sols	Séché et tamisé à 2 mm
	extrait eau ou CaCl ₂ 1/5 volume	NF EN 15933	Boues, bio- déchets traités, sols et déchets	
calcaire total		NF ISO 10693	sols	Séché et tamisé à 2 mm ou broyé < 250 µm
calcaire actif		NF X31-106	sols	Séché et tamisé à 2 mm
fer actif			sols	Séché et tamisé à 2 mm
IPC	Juste et Pouget	FD X31-146	sols	Séché et broyé à 315 µm
CEC	metson	NF X31-130	sols	Séché et tamisé à 2 mm
	cobalthexammine	NF ISO 23470		
Aluminium échangeable	extraction KCl		sols	Séché et tamisé à 2 mm

Capacité d'Echange Cationique (CEC)

La CEC Metson (CEC potentielle à pH neutre) est mesurée dans un milieu tamponné à pH 7. Ce paramètre évolue peu dans le temps, car dépendant principalement de la teneur et de la nature des argiles d'une part et de la teneur en matière organique d'autre part. Cette analyse, associée à la mesure des cations échangeables, est utilisée pour calculer un taux de saturation qui contribue à la caractérisation du statut acido-basique des sols.

La CEC cobalthexammine (CEC effective au pH du sol) se mesure dans un milieu non tamponné. Comparativement à la CEC Metson, elle prend en compte les variations de pH du sol. Elle est plus faible que la CEC Metson en pH acide, et plus élevée en pH alcalin. Elle est beaucoup mieux corrélée avec la somme des cations échangeables et par conséquent ne permet pas de calculer le taux de saturation.

Annexe 1.3 : MATRICE SOL - Caractérisation de la matière organique

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
carbone organique	Méthode Anne (oxydation sulfochromique)	NF ISO 14235	sols	Séché et broyé < 250 µm
matière organique	carbone organique X 1.72 ou 2		sols	calcul
Matières organiques	perte au feu à 550°C +/- 25°C	NF EN 15935	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	Séché à 105°C +/- 3°C
Carbone total et carbone organique	combustion sèche par analyseur élémentaire)	NF ISO 10694	sols	Séché et broyé < 250 µm
		NF EN 15936	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	Séché et broyé < 250 µm
Azote "total" Dumas	combustion sèche par analyseur élémentaire	NF ISO 13878	sols	Séché et broyé < 250 µm
		NF EN 16168	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
Azote Kjeldahl		NF ISO 11261	sols	Séché et broyé < 250 µm
		NF EN 16169	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	séché
C/N	carbone organique / azote total		sols	calcul

Matière organique

Pour la matrice sol, la matière organique n'est pas mesurée directement, mais calculée à partir de la mesure de carbone organique. Le facteur de conversion n'est pas universel entre les laboratoires (1.72 ou 2), il est donc important de le connaître, mais le plus souvent, il est préférable d'utiliser directement les teneurs en carbone.

Carbone organique

La méthode de référence agronomique reste la méthode Anne. La méthode par combustion sèche est également utilisée, mais elle mesure le carbone total. Dans les sols carbonatés, il faut donc soit détruire le calcaire avant la mesure, soit soustraire le carbone provenant du calcaire (ce qui augmente l'incertitude de la mesure). Les 2 méthodes sont très bien corrélées, même si des différences ont été constatées dans les sols très organiques.

Azote « total » et « organique »

Les méthodes Dumas et Kjeldahl sont équivalentes pour la matrice sol. La vraie mesure de l'azote organique nécessiterait en plus la mesure de l'azote minéral (pour le soustraire à l'azote total). Mais cette forme étant minoritaire pour les sols, l'azote total est assimilé à l'azote organique.

Annexe 1.4 : MATRICE SOL – Indicateurs de la qualité biologique des sols

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
minéralisation carbone	incubation	NF EN ISO 16072	sols	Brut tamisé à 5 mm
biomasse microbienne	respiration induite	FD ISO 14240-1	sols	Brut tamisé à 5 mm
	fumigation-extraction	FD ISO 14240-2	sols	Brut tamisé à 5 mm
fractionnement granulométrique MO	tamissage	NF X31-516	sols	Séché et tamisé à 2 mm
activité enzymatique	FDA hydrolase		sols	Brut tamisé à 5 mm
métabolites microbiens	Autoclavage		sols	Brut tamisé à 5 mm
aptitudes métaboliques	Plaque Biolog ®		sols	Brut tamisé à 5 mm
activité nitrifiante			sols	Brut tamisé à 5 mm
minéralisation azote	incubation	NF ISO 14238	sols	Brut tamisé à 5 mm
Vers de terre	Dénombrement et identification	NF ISO 23611-1	sols	Mesure <i>in situ</i>
micro-arthropodes (Collembola et Acarina)	Dénombrement et identification	NF ISO 23611-2	sols	Mesure <i>in situ</i>
enchytraéides	Dénombrement et identification	NF ISO 23611-3	sols	Mesure <i>in situ</i>
nématodes	Dénombrement et identification	NF ISO 23611-4	sols	Mesure <i>in situ</i>
Biomasse Moléculaire Microbienne	Quantification ADN microbien		sols	Brut tamisé à 5 mm
Densité bactéries et champignons	qPCR et calcul ratio bactéries / champignons		sols	Brut tamisé à 5 mm
Diversité bactéries et champignons	diversité taxonomique par pyroséquençage		sols	Brut tamisé à 5 mm

Comparé aux analyses physico-chimiques, ces indicateurs sont relativement récents dans les catalogues des laboratoires d'analyses de routine. Certains indicateurs sont toujours en développement, et des projets nationaux et européens récents pourront faire émerger de nouveaux indicateurs.

Les référentiels d'interprétation de ces indicateurs sont en cours de construction. Il est recommandé de solliciter l'expertise du laboratoire pour l'interprétation de ces résultats.

Annexe 1.5 : MATRICE SOL – Éléments nutritifs

 Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Conductivité	extrait eau 1/5 masse / volume	NF ISO 11265	sols	séché tamisé 2 mm
		NF EN 15937	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
Azote nitrique, ammoniacal	extrait KCl 1/5 masse / volume	NF ISO 14256-2	sols	brut
Phosphore Olsen	Extraction hydrogène carbonate de sodium	NF ISO 11263	sols	séché tamisé 2 mm
Phosphore Joret Hébert	Extraction oxalate d'ammonium	NF X31-161	sols	séché tamisé 2 mm
Phosphore Dyer	Extraction acide citrique	NF X31-160	sols	séché tamisé 2 mm
Phosphore Duchaufour	double extraction acide sulfurique / NaOH		sols	Séché et broyé < 250 µm
Cations échangeables (K Ca Mg Na)	acétate d'ammonium	NF X31-108	sols	séché tamisé 2 mm
	cobaltihexamine	NF ISO 23470		
Oligo-éléments (Cu, Mn, Zn, Fe)	Extraction EDTA	NF X31-120	sols	séché tamisé 2 mm
	Extraction DTPA	NF X31-121		
Bore eau bouillante	extraction CaCl ₂ chaud	NF X31-122	sols	séché tamisé 2 mm
Molybdène Grigg	extraction acide oxalique et oxalate d'ammonium		sols	séché tamisé 2 mm
Soufre total	combustion sèche	NF ISO 15178	sols	Séché et broyé < 250 µm
Eléments totaux (P, K, Ca, Mg, Na, S, Fe, Al)	extraction eau régale	NF ISO 11466	sols	Séché et broyé < 250 µm
		NF EN 16174	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
	extraction acide fluorhydrique	NF X31-147	sols	
	Dosage par Emission Plasma optique ICP AES	NF EN ISO 11885 NF ISO 22036	sols sols	Extrait eau régale ou acide fluorhydrique
Eléments solubles eau (N P K Ca Mg Na S oligo)	extrait eau 1/5 masse / volume		sols	Brut ou séché tamisé 2 mm

Il n'existe pas de corrélation étroite entre les différentes méthodes de mesure pour un même élément (cas du phosphore). De même, la mesure du stock total ne permet pas d'estimer un stock disponible (et inversement).

Annexe 1.6 : MATRICE SOL – Innocuité

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
mercure	Amalgame et analyseur élémentaire	NF EN 12338		Séché et broyé < 250 µm
extraction éléments traces métalliques	extraction eau régale	NF ISO 11466	sols	Séché et broyé < 250 µm
		NF EN 16174	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
	extraction acide fluorhydrique	NF X31-147	sols	
	extraction DTPA	NF ISO 14870	sols	
dosage éléments traces métalliques	Dosage par Emission Plasma optique ICP AES	NF EN ISO 11885	sols	Extrait eau régale ou acide fluorhydrique
		NF ISO 22036	sols	
Chrome VI		NF EN 15192	sols	Séché et broyé < 250 µm
HAP		XP X33-012		Séché et broyé < 250 µm
PCB		XP X33-012		Séché et broyé < 250 µm
Indice Hydrocarbure C10-C40	Chromatographie (phase gazeuse ou liquide)			Séché et broyé < 250 µm
Dioxines / furanes				Séché et broyé < 250 µm
Résidus de produits phytosanitaires				Séché et broyé < 250 µm

Éléments traces métalliques

L'extraction à l'acide fluorhydrique est la méthode qui se rapproche le plus d'une extraction totale. Compte tenu de la dangerosité de l'acide fluorhydrique peu de laboratoires utilisent cette méthode en routine.

L'extraction à l'eau régale, bien qu'un peu moins agressive, est très utilisée et conduit en moyenne à des résultats assez proches. Les écarts peuvent cependant être significatifs pour certains éléments liés aux constituants du sol, en particulier pour les sols siliceux.

Annexe 2 : Liste des analyses pour la matrice PRO

Annexe 2.1 : MATRICE PRO – Caractérisation physique

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
matière sèche / humidité	gravimétrie après séchage à 103°C +/- 2°C	NF EN 13040	Amendements organiques et supports de culture	
	gravimétrie après séchage à 105°C +/- 2°C	NF EN 12880	Boues et sédiments	brut
	gravimétrie après séchage à 105°C +/- 5°C	NF EN 15934	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
masse volumique / capacité de rétention en eau / porosité		NF EN 13041	Amendements organiques et supports de culture	brut
quantité / volume		NF EN 12580	Amendements organiques et supports de culture	Brut (mesure <i>in situ</i>)
granulométrie		NF EN 15428	Amendements organiques et supports de culture	brut
plasticité / Atterberg		XP CEN ISO/TS 17892-12		brut

Les produits résiduels organiques sont d'origine, de nature, d'aspect et de composition très variés. Les méthodes d'analyses sont adaptées aux différentes familles de produits, en particulier, 2 grandes catégories se dégagent :

- Les méthodes adaptées aux amendements organiques et supports de culture
- Les méthodes adaptées aux boues et sédiments.

Le plus souvent équivalentes, ces techniques d'analyses peuvent parfois conduire à des résultats différents.

Les engrais organiques et des effluents d'élevage, ne sont pas toujours clairement définis dans les domaines d'application des normes d'analyse. Il est préférable de se référer à l'expertise des laboratoires pour choisir les méthodes les plus adaptées.

Dans le cadre d'une expérimentation avec des produits de nature différente, il est parfois difficile de choisir entre la caractérisation de tous les produits avec une seule méthode ou le recours à des méthodes différentes mieux adaptées à chacun des produits. Là encore, l'expertise des laboratoires pourra se révéler utile. On peut cependant dire que le recours à une unique méthode robuste facilite les comparaisons alors que l'usage de méthodes spécifique peut être plus pertinent dans le cadre de l'élaboration de références.

Matière sèche

La différence entre la méthode « amendements organiques » et la méthode « boues » est tenue (séchage à 103°C +/- 2°C et à 105°C +/- 2°C respectivement). On peut donc les considérer équivalentes.

Annexe 2.2 : MATRICE PRO – Caractérisation chimique

 Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
pH	extrait eau 1/5 volume	NF EN 13037	Amendements organiques et supports de culture	
	extrait eau 1/1.5 volume	NF U44-172	Supports de culture	brut
	extrait eau 1/20 masse	NF EN 12176	Boues et sédiments	
	extrait eau ou CaCl ₂ 1/5 volume	NF EN 15933	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
calcaire total		NF ISO 10693		Séché et broyé < 250 µm
effet alcalinisant en incubation		NF EN 14984		brut
solubilité carbonique (si présence de CaCO ₃)		annexe A.4 de la NF U44-001		brut
valeur neutralisante (si présence de CaCO ₃)		NF U44-173		brut
valeur neutralisante (si présence de CaCO ₃)		NF EN 12945		brut
carbonates résiduels dans les sols		XP CEN/TS 16375		Séché et broyé < 250 µm

Annexe 2.3 : MATRICE PRO – Caractérisation de la matière organique

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Matières organiques	perte au feu à 450°C +/- 10°C	NF EN 13039	amendements organiques et supports de culture	séché broyé 2 mm
	perte au feu à 550°C +/- 25°C	NF EN 12879	Boues et sédiments	brut
	perte au feu à 550°C +/- 25°C	NF EN 15935	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	séché
Carbone organique total	combustion sèche par analyseur élémentaire	NF EN 13137	Déchets, boues et sédiments	brut
	combustion sèche par analyseur élémentaire	NF EN 15936	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	Séché et broyé < 250 µm
fractionnement biochimique et stabilité biologique (ISMO)	fractionnement Van Soest + minéralisation carbone 3 jour	XP U44-162	amendements organiques et supports de culture	Séché et broyé 1 mm
minéralisation carbone	incubation	XP U44-163	amendements organiques et supports de culture	Séché et broyé 1 mm
C/N				calcul
substances humiques	extraction NaOH / HCl			Broyé 1 mm
maturité du compost	test auto échauffement	NF EN 16087-2	amendements organiques et supports de culture	brut
	test cresson	XP U44-165		
	respirométrie / OUR	NF EN 16087-1		

Matière organique

L'utilisation de la méthode « amendements organiques » ou de la méthode « boues » peut occasionner un résultat différent, la température de calcination étant assez différente. Les études comparatives réalisées montraient cependant un écart compris dans l'incertitude de mesure des méthodes. Ce point mériterait des études plus poussées.

Carbone organique

Ce paramètre est souvent calculé : $MO / 2$. Les études comparatives avec le carbone Dumas semblent confirmer l'universalité de ce coefficient.

Rapport C/N

Il faut bien préciser le calcul utilisé : C organique / N total ou C organique / N organique.

Indice de stabilité de la MO et minéralisation carbone

Les 2 analyses sont complémentaires, la minéralisation carbone donnant une information sur la cinétique de dégradation.

Annexe 2.4 : MATRICE PRO – Eléments nutritifs

 Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
conductivité	extrait eau 1/5 volume	NF EN 13038	Amendements organiques et supports de culture	brut
	extrait eau 1/1.5 volume	NF U44-172	Supports de culture	
	extrait eau 1/5 masse / volume	NF EN 15937	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
azote "total" Dumas	combustion sèche par analyseur élémentaire	NF EN 13654-2	Amendements organiques et supports de culture	Séché et broyé < 250 µm
		NF EN 16168	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
Azote Kjeldahl		NF EN 13654-1	Amendements organiques et supports de culture	brut
		NF EN 13342	Boues et sédiments	brut
		NF EN 16169	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	séché
Azote nitrique N-NO3	Extraction KCl et dosage colorimétrique	méthode Griess		brut
Azote ammoniacal N-NH4	Distillation directe	méthode Berthelot		brut
Azote uréique		NF U42-191		
extraction éléments totaux (P K Ca Mg Na, S, oligo-éléments)	extraction eau régale	NF EN 13650	Amendements organiques et supports de culture	Séché et broyé < 500 µm
		NF EN 13346	Boues et sédiments	
		NF EN 16174	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
extraction éléments soluble CaCl2 / DTPA (P K Ca Mg Na, S, oligo-éléments)	extraction chlorure de calcium / DTPA (CAT)	NF EN 13651	Amendements organiques et supports de culture	brut
extraction éléments solubles eau (P K Ca Mg Na, S, oligo-éléments)	extraction eau	NF EN 13652	Amendements organiques et supports de culture	brut
dosage P K Ca Mg Na, S, oligo-éléments	Dosage par Emission Plasma optique ICP AES	NF EN ISO 11885		Extrait eau régale, CAT ou eau
minéralisation azote	incubation	XP U44-163	Amendements organiques et supports de culture	Séché et broyé 1 mm
	incubation	XP U42-163	Engrais organique	
biodisponibilité N P K	test sur plante en chambre de			

culture

Azote

Les teneurs en azote total et en azote organique sont obtenues par calcul à partir des mesures d'azote minéral et d'azote Dumas ou Kjeldahl.

Il faut noter que durant le séchage des échantillons, une part variable de l'ammonium est volatilisée. Ce biais associé aux analyses réalisées sur échantillons séché est d'autant plus important que les teneurs en ammonium sont fortes et les pH élevés.

Bien que donnant des résultats comparables, la méthode Dumas et la méthode Kjeldahl ne sont pas totalement équivalentes.

La méthode Dumas utilise un échantillon séché et broyé à 200 µm. Le résultat de l'azote Dumas correspond donc à l'azote organique + l'azote nitrique + une part variable de l'ammonium.

Conventionnellement, les calculs sont les suivants :

Azote total = Azote Dumas + N-NH₄

Azote organique = Azote Dumas – N-NO₃

La méthode Kjeldahl est en général appliquée sur des échantillons bruts, mais elle peut aussi s'appliquer sur des échantillons secs. L'azote organique est minéralisé en azote ammoniacal, qui est ensuite dosé en retour. L'azote Kjeldahl correspond donc à l'azote organique + l'azote ammoniacal.

Les calculs sont donc les suivants :

Azote total = Azote Kjeldahl + N-NO₃

Azote organique = Azote Kjeldahl – N-NH₄

L'analyse de l'azote selon Kjeldahl est la méthode de référence. Appliquée sur échantillon brut, elle est particulièrement adaptée pour de fortes teneurs en N-NH₄. Cependant, dans ces conditions, lors de l'analyse d'échantillons hétérogènes, il est souvent difficile d'obtenir un aliquote représentatif.

La méthode Dumas est adaptée aux échantillons pauvres en N-NH₄ (comme les sols et les composts), où elle donne des résultats équivalents à la méthode Kjeldahl. **La méthode Dumas n'est pas adaptée aux échantillons riches en N-NH₄**, car tout l'azote ammoniacal n'est pas perdu lors du séchage et du broyage. La valeur d'azote total est alors surestimée par le calcul à partir de l'azote Dumas.

Minéralisation azote

Jusqu'à récemment, la méthode de référence était celle des amendements organiques (XP U44-163). La dose d'ajout de PRO dans la terre de référence était donc calée sur le carbone (apport de 2 g de carbone par kg de terre, ce qui correspond à des apports de 4 à 6 t C / ha, soit plusieurs dizaines de t de matière brute / ha). De plus, on se plaçait en condition d'azote minéral non limitant (35 mg/kg, soit plus de 100 kg d'azote minéral / ha).

Cette méthode n'était donc pas adaptée aux engrais organiques (ou aux fertilisants organiques azotés en général), puisque leur dose d'apport est calée sur l'azote. C'est pour cela que la norme XP U42-163 a été mise au point. La méthode est identique à celle des amendements organiques, sauf sur 2 points :

- La dose d'ajout du PRO dans la terre de référence est de 64 mg N / kg de terre sèche, ce qui correspond à un apport d'environ 200 kg N / ha
- Aucun ajout d'azote minéral

Cette méthode décrit également la manière de procéder pour les échantillons liquides.

Ces méthodes restent des approches de laboratoire. Elles ne sont donc pas forcément représentatives de conditions de terrain. Notamment, l'échantillon est séché et broyé à 1

mm. Ces tests permettent donc d'estimer un potentiel de minéralisation, mais ne peuvent pas directement être utilisés pour définir des coefficients d'équivalence engrais. La correspondance entre ces analyses en laboratoire et les essais au champ fait l'objet de travaux de recherche.

Biodisponibilité N P K

Bien qu'il n'existe pas de norme, les méthodes sont partagées entre les différents laboratoires (exemple : méthode Chaminade pour le phosphore). La biodisponibilité de l'azote et du phosphore sont les mieux maîtrisées. L'étude des autres éléments est plus délicate, notamment parce qu'il faut des milieux carencés dans l'élément à étudier (à moins de travailler sur un substrat artificiel).

Il est conseillé d'échanger avec le laboratoire pour connaître sa méthode de travail et définir ensemble le protocole du test (espèce(s) végétale(s) testée(s), durée du test, doses d'apport testées, ...).

Annexe 2.5 : MATRICE PRO - Innocuité

Retour [chapitre](#)

Innocuité / éléments traces métalliques

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
mercure		NF EN 12338		
extraction éléments traces métalliques	extraction eau régale	NF EN 13650	Amendements organiques et supports de culture	Séché et broyé < 250 µm
		NF EN 13346	Boues et sédiments	
		NF EN 16174	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	
dosage éléments traces métalliques	Dosage par Emission Plasma optique ICP AES	NF EN ISO 11885		Extrait eau régale
	spectrométrie d'absorption atomique	NF EN ISO 15586		

Innocuité / Composés Traces Organiques

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
HAP et PCB		XP X 33-012		
indice hydrocarbure C10-C40				
hydrocarbures aromatiques et halogénés volatils	Chromatographie (phase gazeuse ou liquide)	NF ISO 22155		
Phtalates				
LAS				
Nonylphenols				
Dioxines / Furanés				

Innocuité / Contaminants physiques

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Inertes (plastiques, verres, métaux, cailloux)	Tri manuel et densimétrique après traitement à l'eau de Javel	NF U44-164	Amendements organiques et supports de culture	Brut
	Tri manuel après traitement à l'eau de Javel ou lavage à l'eau ou séchage	XP CEN/TS 16202	Boues, bio-déchets traités, sols et déchets	Brut

Innocuité / micro-organismes pathogènes

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Escherichia Coli		NF ISO 16649-2		
Escherichia Coli sur échantillon liquide		NF EN ISO 9308-3		
Escherichia Coli par microplaques	milieu liquide	XP X33-019		
Dénombrement micro-organismes aérobies à 30°		NF ISO 4833		
coliformes thermotolérants		NF T 90-413		
Entérocoques	microplaques	NF EN ISO 7899-1		
Entérobactéries		NF V08-054		
Enterobacteriaceae		NF ISO 21528-2		
Clostridium perfringens		NF EN ISO 7937		
Listeria monocytogenes		NF EN ISO 11290-1 / A1		
Listeria monocytogenes	simplification de la NF EN ISO 11290-1 (1 seule gélose)	NF V 08-055		
Oeufs d'helminthes	triple flottation	X P X33-017		
Nématodes (oeufs et larves)		LV02-9201		
Salmonelles	enrichissement dans eau peptonnée (non sélectif) puis 2 enrichissements en milieux sélectifs (rappaport et NIKTTM) et repiquage sur milieu solide	NF EN ISO 6579		
Salmonelles		FD CEN/TR 15215		
Salmonelles sur échantillon liquide	2 enrichissements en milieux sélectifs (sélénite sistine et rappaport)	XP X33-018		
Dénombrement Staphylocoques coagulase positive		NF EN ISO 6888-2		
Dénombrement des levures et moisissures		NF V08-59		
Confirmation de dénombrement d'Aspergillus		LV02-9701		
micro-organismes anaérobies sulfito-réducteurs (spores)		NF EN 26461-2		
Enterovirus				

Innocuité / éléments lixiviables

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
test de lixiviation	rapport 2 L/kg et fractions < 4 mm	NF EN 12457-1		
	rapport 10 L/kg et fractions < 4 mm	NF EN 12457-2		
	rapport 2 L/kg et 8 L/kg et fractions < 4 mm	NF EN 12457-3		
	rapport 10 L/kg et fractions < 10 mm	NF EN 12457-4		
HAP sur lixiviat		NF EN ISO 17993		
PCB sur lixiviat		NF EN ISO 6468		
Eléments traces métalliques sur lixiviat		NF EN ISO 17294-2		
Chrome VI sur lixiviat		NF T90-043		
Fluorures sur lixiviat		NF T90-004		
Chlorures sur lixiviat		NF EN ISO 10304-1		
Sulfates sur lixiviat		NF EN ISO 10304-1		
Indice phénols		NF T90-109		

Innocuité / test d'écotoxicité

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
émergence et de la croissance de plantes supérieures		XP U44-167	Amendements organiques	
évaluation de la croissance de plantules		XP U44-166	Supports de culture	
test de croissance sur choux chinois		NF EN 16086-1	Amendements organiques et supports de culture	
test de croissance sur cresson		NF EN 16086-2	Amendements organiques et supports de culture	
phytotoxicité amendement organique solide (élongation racinaire)		ISO 11269-1		
phytotoxicité amendement organique liquide (test lemna minor)		ISO 20079		
Effets des sols contaminés sur la croissance des végétaux supérieurs		NF ISO 11269-2		
essai d'évitement avec des vers de terre (<i>Eisenia fetida</i> et <i>Eisenia andrei</i>)		NF ISO 17512-1		
Détermination de la minéralisation de l'azote et de la nitrification dans les sols, et de l'influence des produits chimiques sur ces processus		prNF ISO 14238		
Essai de germination des spores des champignons mycorhizogènes		XP ISO TS 10832		
Inhibition de la croissance des algues d'eau douce avec des algues vertes unicellulaires		prNF EN ISO 8692		

Annexe 3 : Liste des analyses pour la matrice PLANTE

Annexe 3.1 : MATRICE PLANTE – Caractérisation physique et matière organique

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Teneur en matière sèche	105°C, 50°C 65°C (viticulture)			
Cendres brutes	480°C			
Humidité	50°C, 80°C, 105°C			
C	Dumas, Combustion sèche			
N	Dumas, Combustion sèche			
Rapport C/N	calcul			
fractionnement biochimique (lignine, cellulose, hémicellulose)	Van Soest, Weende			

La température de séchage diffère suivant les organes considérés et les éléments à analyser. La température courante de séchage est 80°C, mais il ne faut pas dépasser les 50°C si on veut mesurer le soufre.

La mesure des cendres correspond également à la mesure de la matière organique (MO = 100 – cendres). Le rapport C/N peut se calculer à partir de la mesure de cendres, en considérant que le carbone = MO / 2.

Annexe 3.2 : MATRICE PLANTE – Eléments nutritifs

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
N	Dumas, Combustion sèche			
Extraction P K Ca Mg Na S Oligo-éléments	Minéralisation voie humide,			
	Minéralisation voie sèche			
	Total HF			
Dosage P K Ca Mg Na S Oligo-éléments	ICP			

Par défaut, le laboratoire mesure une teneur en élément. Pour calculer la quantité prélevée par la plante, il faudra demander au laboratoire de mesurer le poids sec (et éventuellement le poids brut).

Annexe 3.3 : MATRICE PLANTE – Innocuité

Retour [chapitre](#)

ETM, CTO, agents pathogènes

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Extraction éléments traces métalliques	Minéralisation voie humide,			
	Minéralisation voie sèche			
	Total HF			
Dosage éléments traces métalliques	ICP			
HAP		XP X33-012		
PCB		XP X33-012		
NEP				
Phtalates	Chromatographie (phase gazeuse ou liquide)			
LAS				
Dioxines / Furanes				
Résidus pharmaceutiques, hormones				
Résidus produits phytosanitaires				
Escherichia Coli		NF V 08-053		
Clostridium perfringens		NF V 08-056		
Entérocoque		NF T 90-432		
Œufs d'Helminthes		NF V 08-055		
Listeria monocytogènes		NF ISO 6579		
Salmonelles		NF V 08-052		
Mycotoxines				

Phytopathogènes

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
aphanomyces				
nématodes				
piétin				
Septoriose				
Fusariose				
phytophthora				
Court-Noué				
Flavescence dorée				
...				

Annexe 3.4 : MATRICE PLANTE – Qualité des récoltes

Retour [chapitre](#)

paramètre	descriptif méthode	norme	domaine d'application	préparation échantillon
Amidon				
Glucides				
Protéines	Azote x 6.25			
acidité totale				
pH				
teneur en anthocyanes pour les raisins				
force boulangère pour les céréales				
Richesse en vitamines pour les fruits et légumes				
Taux de nitrate pour les légumes				

Annexe 4 : fiche de relevé des caractéristiques initiales de la parcelle expérimentale

* Informations à renseigner de façon obligatoire

* Nom du dispositif : _____.

Localisation de la parcelle expérimentale

Parcelle d'agriculteur

*Nom : _____.

*Prénom : _____.

*Adresse : _____.

*Téléphone : _____.

Plateforme expérimentale

*Nom de la plateforme : _____.

*Adresse : _____.

*Téléphone : _____.

*Pays : _____ *Région : _____.

*Commune : _____.

Coordonnées géographiques (GPS) : _____.

Système de projection des coordonnées GPS : _____.

*Hétérogénéités constatées sur la parcelle expérimentale

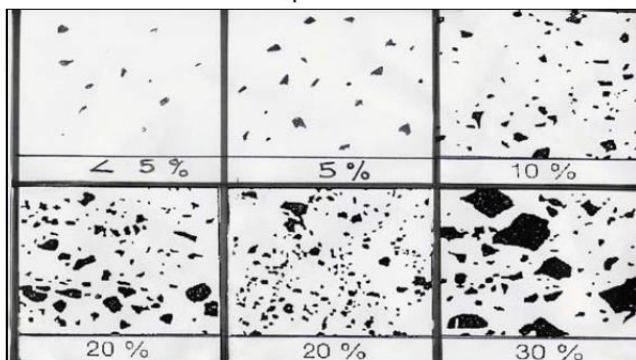
Gradient de fertilité : N P K Autre (préciser) : _____.

Salissement de la parcelle expérimentale : _____.

Pierrosité : _____.

Grille d'estimation de la pierrosité du sol

Coefficient correcteur pour densité labo de 1.4



% de cailloux	densité	
	1.4	1.3
peu		
< 5%	1	0.95
5%	0.95	0.90
10%	0.90	0.85
beaucoup		
15%	0.85	0.80
20%	0.80	0.75
25%	0.75	0.70
30%	0.70	0.65

Hydromorphie : _____.

Gradient pH : _____.

Drainage : _____.

Texture : _____.

Profondeur de sol : _____.

Autre (préciser) : _____.

Sol de la parcelle expérimentale

*Renseigner au moins un des 3 noms de sol suivants :

Type pédologique de sol : _____.

Type de sol selon la classification régionale ARVALIS : _____.

Nom régional du sol : _____.

Substrat pédologique : _____.

*Profondeur moyenne de sol : _____.

Réserve utile (mm) : _____.

*Pente : _____ Orientation de la pente / exposition de la parcelle : _____

Etat initial de l'horizon de surface / couche travaillée:

*Épaisseur de la couche travaillée / de l'horizon de surface (cm) : _____.

*Méthode de mesure : _____.

Fractions granulométriques	Valeurs en g/kg MS
Argile :	
Limons fins :	
Limons grossiers :	
Sables fins :	
Sables grossiers :	

*Teneur en calcaire total initiale (%) : _____.

*Texture du sol : _____.

*pH initial : _____.

*Teneur en MO initiale (% - 1,72 x C_{org}) : _____.

Éléments grossiers (% cailloux) : _____.

Caractéristiques de la plantation (arboriculture fruitière, viticulture)

*Densité de plantation (nombre de cep/ha) : _____.

*Aménagement avant plantation : _____.

*Ecart inter-cep (cm) : _____.

*Ecart inter-rang (cm) : _____.

*Orientation des rangs : _____.

*Espèce (arboriculture fruitière) :

*Variété(s)⁽¹⁾ : _____.

*Clone(s)⁽¹⁾ : _____.

*Porte-greffe(s)⁽¹⁾ : _____.

*Enherbement sur le rang⁽¹⁾ : oui non

*Enherbement inter-rang⁽¹⁾ : oui non

*Date/année(s) de plantation des ceps⁽¹⁾ : _____.

(1) dans le cas où la variété, le clone, le porte-greffe, l'année de plantation des ceps ou les modalités d'enherbement du rang et de l'inter-rang ne sont pas les mêmes sur toute la parcelle expérimentale, on veillera à reporter précisément sur le plan du dispositif ces caractéristiques et à construire le dispositif de manière à ce que ces caractéristiques soient identiques au minimum à l'échelle du bloc.

Aspects « contaminants » : environnement de la parcelle expérimentale

Distance de l'axe routier à grand trafic le plus proche (m) : _____.

Distance en km de l'agglomération (ville) la plus proche : _____.

Présence d'une activité industrielle ou autre : Ancienne Toujours en activité

Type d'émission de l'activité : _____.

Direction des vents dominants : _____.

Annexe 5 : fiche de relevé de l'historique de la parcelle expérimentale

* Informations à renseigner de façon obligatoire

Faits remarquables dans l'historique de la parcelle (remonter jusqu'à 10 ans si possible)

Aucun fait remarquable

Ancien chemin

Année : _____ Remarque : _____

Ancien brûlis

Année : _____ Remarque : _____

Ancien sol de vigne

Année : _____ Remarque : _____

Apport de scories

Année : _____ Remarque : _____

Arrachage de ceps

Année : _____ Remarque : _____

Arrachages de haie

Année : _____ Remarque : _____

Défrichement

Année : _____ Remarque : _____

Retournement de prairie

Année : _____ Remarque : _____

Autre

Année : _____ Remarque : _____

Historique du travail du sol (sur 5 ans minimum)

Date/ période de travail du sol	Type de travail du sol	Profondeur (cm)

Retour au chapitre [Réglementation](#)

Domaine	1er Année de publication	Additifs ou Amendements	Mise en application obligatoire - Arrêté du	Type de Matières Fertilisantes et Supports de Cultures	Exemple	Domaine d'application		Seuils en Eléments Traces Métalliques													Seuils en micro-organisme pathogènes					Seuils en Inertes				
						Teneur minimale ou maximale	Autres exigences	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Mn	Ni	Pb	Se	Zn	Fluoranthène	Benzo(b)fluoranthène	Benzo(a)pyrène	Total 7 PCB	Entérocoques	Escherichia coli	Clostridium perfringens	œufs d'helminthes viables	Listeria monocytogenes	Salmonelles	Films + PSE > 5 mm	Autres plastiques > 5 mm	Verres + métaux > 2mm
								mg/kg MS													g de MB					Absence dans un poids			% MS	
44	44-095	2002	octobre 2008, 18 mars 2004, 18 février 2011	Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux	Compost de MIATE: Composts de boues issues d'un procédé de traitement physique, chimique ou biologique des eaux et toutes matières qui en contiennent (autres que les compost objet de la présente norme)	N < 3% MB, P2O5 < 4,5% MB, K2O < 3% MB, (N + P2O5 + K2O) < 7 %; Mention avec engrais si N ou P2O5 ou K2O > 1%	MS ≥ 50% MB, MO ≥ 20% MB, MO/Norg < 40% MB, MO ≥ 30% MS	18	3	120	300	2	60	180	12	#	4	2,5	1,5	0,8	10 ⁵	10 ⁴ ; Culture s maraichères: 10 ³	10 ³ ; Culture s maraichères: 10 ²	Abs dans 1 g de MB	Abs dans 1 g de MB	Abs dans 1 g de MB	< 0,3	< 0,8	< 2	
				Composts contenant des matières d'intérêt agronomique, issues du traitement des eaux avec engrais	Compost de MIATE: Composts de boues d'épuration issus d'un procédé de traitement physique, chimique ou biologique des eaux et toutes matières qui en contiennent (autres que les compost objet de la présente norme) complémenté, après compostage par un engrais																									
	PR 44-295	dernier projet publié en mai 2014		Composts contenant des matières d'intérêt agronomique issues du traitement des eaux ayant une teneur en P2O5 comprise entre 3 et 4,5%	Compost de MIATE: Composts de boues d'épuration issus d'un procédé de traitement physique, chimique ou biologique des eaux et toutes matières qui en contiennent (autres que les compost objet de la présente norme) complémenté, après compostage par un engrais	N < 3% MB, 3% < P2O5 < 4,5% MB, K2O < 3% MB	MS ≥ 50% MB, MO ≥ 20% MB, MO/Norg < 40% MB, MO ≥ 30% MS	18	3	120	300	2	60	180	12	#	4	2,5	1,5	0,8	10 ⁵ ; Culture maraichères: 10 ⁵	10 ⁴ ; Culture s maraichères: 10 ³	10 ² ; Culture s maraichères: 10 ²	Abs dans 1 g de MB	Abs dans 1,5 g de MB, Abs dans 25g de MB	Abs dans 1g de MB, Abs dans 25g de MB	< 0,3	< 0,8	< 2	
Légende						Annexe informative na non approprié : pas de valeurs fixées Pour les micro-organismes pathogènes, seul les seuils qui diffèrent selon les cultures sont mentionnées. Le seuil est le-même si il n'y a pas de mention.																								

Retour au chapitre [Réglementation](#)

Domaine	1er Année de publication	Additifs ou Amendements	Mise en application obligatoire - Arrêté du	Type de Matières Fertilisantes et Supports de Cultures	Domaine d'application		Seuils en Eléments Traces Métalliques													Seuils en Composés Traces Organiques			Seuils en micro-organisme pathogènes					Seuils en Inertes	
					Teneur minimale ou maximale	Autres exigences	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Mo	Ni	Pb	Se	Zn	Fluoranthène	Benzo(b)fluoranthène	Benzo(a)pyrène	Total 7 PCB	Entérocoques	Escherichia coli	Clostridium perfringens	Oufs d'helminthes viables	Listeria monocytogenes	Salmonelles	Films + PSE > 5 mm	Autres plastiques > 5 mm	Verres + métaux > 2mm
							mg/kg MS													g de MB		Absence dans un poids de terre donné		% MS					
44	44-2003 septembre 1988 et mars 2012	mars 2005,	5 mars 2003 modifié par 10 avril 2007 // 20 décembre 2012	Amendements calciques et/ou magnésiens – Engrais (mars 2005 (Amendement A1)) // Matières fertilisantes ayant des caractéristiques mixtes // Amendements minéraux basiques – Engrais	Classe I: Matières fertilisantes ayant des caractéristiques mixtes par constitution; Type 1: Craie phosphatée, Type 2: Amendements calcique phosphaté sidérurgique	35% CaO total, 3% P2O5 total	VN ≥ 35 et finesse de mouture différente selon type	60	90	120	na	2	na	120	150	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	na	
	44-2004 2011	projet de révision complète de la norme en août 2013	20/12/2012	Engrais ou amendements minéral basique // Amendement minéral basique - Engrais avec additif agronomique	Matières de la norme NFU 42-001, 42-002-1, 42-002-2, 42-003-1, 42-003-2, 42-004, 44-001, 44-203, règlement 2003/2003 avec substance humique (type 1) ou avec préparation micorbiennne (type 2) ou avec stimulateur de croissance et/ou développement des plantes (type3)	5% P2O5 et type 2, 3, 4: 90% soluble dans le citrate d'ammonium et 75% dans l'eau; et type 5: 30% P2O5 soluble dans le citrate d'ammonium	VN ≥ 25 et pour type 1a et 1b finesse de mouture 80 maille 0,160 mm et 95 maille 0,630	Cf les normes mentionnées dans la colonne de gauche																					

Retour au chapitre [Réglementation](#)

44 44-551	2002	février 2004, janvier 2008, août 2008	5 septembre 2003 modifié par 2 septembre 2007 // modifié par 6 avril 2010 // 2 septembre 2010	Supports de culture	Exemple	Domaine d'application		Seuils en Eléments Traces Métalliques										Seuils en Composés Traces Organiques			Seuils en micro-organisme pathogènes				Seuils en Inertes					
						Teneur minimale ou maximale	Autres exigences	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Mo	Ni	Pb	Se	Zn	Fluoranthène	Benzo(b)fluoranthène	Benzo(a)pyrène	Total 7 PCB	Entérocoques	Escherichia coli	Clostridium perfringens	Oeufs d'helminthes viables	Listeria monocytogenes	Salmonelles	Films + PSE > 5 mm	Autres plastiques > 5 mm	Verres + métaux > 2mm
								mg/kg MS										g de MB			Absence dans un poids de terre donné				% MS					
					Classe 1: Supports de culture minéraux et de synthèse minérale ou organique // Classe 2: Supports de culture avec matières organiques végétales prépondérantes // Classe 3 : Supports de culture des classes 1 ou 2 avec additifs	N < 2,5% MS, P2O5 < 2% MS, K2O < 2,5% MS, (N + P2O5 + K2O) < 5 % MS	Dépend du type : Classe 1 - 12 types // Classe 2 - 17 types // Classe 3 - 3 types	na	2	150	100	1	na	50	100	#	na	na	na	na	10 ⁴ à 10 ⁵ /g MB	10 ³ à 10 ⁴ /g MB	10 ² à 10 ³ /g MB	Abs dans 1 g de MB	Uniquement pour les cultures consommées crues: Abs dans 1g MB	Abs dans 1g MB	na	na	na	
					Légende	Annexe informative																								
						na non approprié : pas de valeurs fixées																								
						Pour les micro-organismes pathogènes, seul les seuils qui diffèrent selon les cultures sont mentionnées.																								
						Le seuil est le-même si il n'y a pas de mention.																								

Annexe 7 : Plan d'épandage

Retour au chapitre [Réglementaire](#)

Proposition d'une TYPOLOGIE PRO basée sur le code de l'environnement et la dernière nomenclature ICPE - Septembre 2014					
Grand type de PRO	Type de PRO		Exemples	Rubrique ICPE	Texte(s) réglementaire(s) correspondant(s)
					Filière plan d'épandage
Boues de station d'épuration urbaine ou industrielle	Boues urbaines	Boues de STEU*	<i>Boues de STEU liquides, pâteuses, déshydratées chaulées</i>	Article R214-1, Titre II du Code de l'environnement	Arrêté du 8 janvier 1998 modifié pris en application décret 97-1133 du 8 décembre 1997 relatif à l'épandage des boues issues du traitement des eaux usées
	Matières de vidanges	Matières de vidange d'installation d'assainissement non collectif*	<i>Boues de fosse septique, Boues de fosse toutes eaux</i>	Article 4 décret 97-1133 du 08/12/97 relatif à l'épandage des boues issues du traitement des eaux usées	
	Boues industrielles	Boues de papeteries*	<i>Résidus fibreux de papeterie, écumes de papeterie</i>	Rubrique ICPE 2430, 2440 et 2445	Arrêté du 03 Avril 2000 relatif à l'industrie papetière
		Boues de station d'épuration collective d'eaux résiduaires industrielles**	<i>Boues d'épuration collective d'eaux résiduaires industrielles</i>	Rubrique ICPE 2750 et 3710	Arrêté correspondant à la rubrique ICPE concernée renvoyant aux prescriptions de l'arrêté du 2 Février 1998 modifié
		Boues de station d'épuration mixte (>10 000EH avec plus de 70% de DCO d'origine industrielle)**	<i>Boues d'épuration issues d'eaux résiduaires urbaines et industrielles</i>	Rubrique ICPE 2752	
*Installation alimentant le fond de compensation des risques liés à l'épandage de boues: Loi 2006-1772 du 30 décembre 2006 - Titre II, Chapitre 1er et Code des assurances-Partie Législative, Livre IV-Titre II, Chap V: Fonds de garantie des risques liés à					
**installations pouvant traitées des eaux résiduaires des rubriques 2220, 2225, 2226, 2230, 2240, 2250, 2251, 2252, 2253, 2255 (supprimée au 1 Juin 2005 - SEVESO 3), 2260, 2265, 2270, 2275 et éligible au fond de garantie des risques liés à l'épandage de b					

Retour au chapitre [Réglementaire](#)

Proposition d'une TYPOLOGIE PRO basée sur le code de l'environnement et la dernière nomenclature ICPE - Septembre 2014					
Grand type de PRO	Type de PRO	Exemples	Rubrique ICPE	Texte(s) réglementaire(s) correspondant(s)	
				Filière plan d'épandage	
Sous-produits agro-industriels	Animale	Sous-produits issues de l'abattage d'animaux	<i>Contenu de panse d'herbivores, Effluents de lavage des abbatoirs</i>	Rubrique ICPE 2210	Arrêté du 30 Avril 2004 déclaration ou autorisation
		Résidus de préparation de produits alimentaires d'origine animale	<i>Farines d'os, farine de plume</i>	Rubrique ICPE 2221 Rubrique ICPE 3642-Autorisation	Arrêté du 9 Août 2007 déclaration // Arrêté du 23 Mars 2003 enregistrement
		Résidus de dépôt de sous-produits d'origine animale	<i>Effluents de lavage des salles, déchets animaux hygiénisés</i>	Rubrique ICPE 2731	Arrêté 12 Février 2003 autorisation
		Effluents d'atelier de réception, stockage, traitement et de transformation du lait	<i>Eaux de lavage de l'atelier, lactoserum</i>	Rubrique ICPE 2230	Arrêté du 2 Février 1998 modifié
	Végétale	Résidus de préparation de produits alimentaires d'origine végétale	<i>Effluents de lavage de légumes, Eaux de cuissons de légumes</i>	Rubrique ICPE 2220 Rubrique ICPE 3642-Autorisation	Arrêté du 17 Juin 2005 déclaration // Arrêté du 14 décembre 2013 enregistrement
		Effluents de sucreries, raffinerie de sucre et malteries	<i>Eaux terreuses de lavage des betteraves, Effluents de sucrerie</i>	Rubrique ICPE 2225	Arrêté du 2 Février 1998 modifié
		Effluents d'amidonneries, féculeries, dextrineries	<i>Effluents d'amidonnerie, Effluents de féculerie</i>	Rubrique ICPE 2226	
		Effluents de production par distillation d'alcools de bouche d'origine agricole	<i>Vinasses</i>	Rubrique ICPE 2250	Arrêté du 14 Janvier 2011 enregistrement // Arrêté du 25 Mai 2012 déclaration
		Effluents de préparation et de contonnement de vins	<i>Effluents de caves coopératives</i>	Rubrique ICPE 2251	Arrêté du 15 Mars 1999 déclaration // Arrêté du 26 Novembre 2012 enregistrement // Arrêté du 3 Mai 2000 autorisation
		Effluents issus du broyage, concassage, criblage des substances végétales, et produits organiques naturels	<i>Eaux de ruissellement des surfaces imperméables</i>	Rubrique ICPE 2260	Arrêté du 23 Mai 2006
	*Installation alimentant le fond de compensation des risques liés à l'épandage de boues: Loi 2006-1772 du 30 décembre 2006 - Titre II, Chapitre 1er et Code des assurances-Partie Législative, Livre IV-Titre II, Chap V: Fonds de garantie des risques liés à				
	**installations pouvant traitées des eaux résiduaires des rubriques 2220, 2225, 2226, 2230, 2240, 2250, 2251, 2252, 2253, 2255 (supprimée au 1 Juin 2005 - SEVESO 3), 2260, 2265, 2270, 2275 et éligible au fond de garantie des risques liés à l'épandage de b				

Retour au chapitre [Réglementaire](#)

Proposition d'une TYPOLOGIE PRO basée sur le code de l'environnement et la dernière nomenclature ICPE - Septembre 2014					
Grand type de PRO	Type de PRO		Exemples	Rubrique ICPE	Texte(s) réglementaire(s) correspondant(s)
					Filière plan d'épandage
Compost de déchets non dangereux ou matière végétale	Compost de matière végétale, d'effluents d'élevage, de matières stercoaires	Compost déchets verts	<i>Compost de déchets verts, Compost de déchet verts et d'effluents d'élevage</i>	Rubrique ICPE 2780-1	Arrêté du 12 Juillet 2011 - déclaration // Arrêté du 20 avril 2012 - enregistrement // Arrêté du 22 avril 2012 - autorisation
	Compost de fraction fermentescible de déchets triés à la source ou non, de boues de STEU, de papeteries, d'industries agroalimentaires, seuls ou en	Compost de boues de STEU, Compost de biodéchets ménagers collectés selectivement ou extrait par tri-mécano-biologique	<i>Compost de boues de STEU, Compost de déchets verts et de fraction fermentescible d'ordures ménagères extraites par tri mécano biologique ou collecté selectivement</i>	Rubrique ICPE 2780-2	Arrêté du 12 Juillet 2011 - déclaration // Arrêté du 22 avril 2012 - autorisation
		Compost d'ordures ménagères	<i>Compost d'ordures ménagères résiduelles, compost d'ordures ménagères brutes</i>	Rubrique ICPE 2780-3	Arrêté du 22 avril 2012 - autorisation
Digestats d'unité de méthanisation de déchets non dangereux ou de matière végétale brute	Digestats d'unité de méthanisation de matière végétale brute, d'effluents d'élevage, matières stercoaires, lactoserum et déchets végétaux d'industries agroalimentaires	Digestats d'unité individuelle agricole	<i>Digestat d'effluents d'élevages cométhanisé avec des cultures intermédiaires à vocation énergétique</i>	Rubrique ICPE 2781-1	Arrêté du 10 novembre 2009-Déclaration // Arrêté du 12 août 2010- Enregistrement // Arrêté du 10 novembre 2009-Autorisation
		Digestats d'unité collective agricole	<i>Digestats de matière végétale brute, d'effluents d'élevage et de déchets végétaux d'industries agroalimentaires</i>		
		Digestats d'effluents non traité d'IAA	<i>Digestats de vinasse, de matières premières végétales brutes</i>		
	Digestats d'unité de méthanisation d'autres déchets non dangereux	Digestats de boues urbaines ou industrielles cométhanisé avec d'autre(s) matière(s) organique(s)	<i>Digestat de boues de STEP cométhanisé avec des déchets verts, Digestats de fcom extraite par tmb cométhanisé avec des effluents d'IAA</i>	Rubrique ICPE 2781-2	Arrêté du 10 novembre 2009-Autorisation
*Installation alimentant le fond de compensation des risques liés à l'épandage de boues: Loi 2006-1772 du 30 décembre 2006 - Titre II, Chapitre 1er et Code des assurances-Partie Legislative, Livre IV-Titre II, Chap V: Fonds de garantie des risques liés à					
**installations pouvant traitées des eaux résiduaires des rubriques 2220, 2225, 2226, 2230, 2240, 2250, 2251, 2252, 2253, 2255 (supprimée au 1 Juin 2005 - SEVESO 3), 2260, 2265, 2270, 2275 et éligible au fond de garantie des risques liés à l'épandage de b					

Retour au chapitre [Réglementaire](#)

Proposition d'une TYPOLOGIE PRO basée sur le code de l'environnement et la dernière nomenclature ICPE - Septembre 2014				
Grand type de PRO	Type de PRO	Exemples	Rubrique ICPE	Texte(s) réglementaire(s) correspondant(s)
				Filière plan d'épandage
Effluents d'élevages brutes	Effluents d'élevage bovins ou volailles	<i>Fumier de bovins, Lisiers de bovins en mélange avec les eaux grises (salle de traite) et vertes (surface hors caillebotis), purins, fientes, fumières de fientes</i>	Rubrique ICPE 2101(-1 ou -3 ou -4) ou 2111	Arrêté du 27 décembre 2013 - déclaration // Arrêté du 27 décembre 2013 - autorisation
	Effluents d'élevage bovins ou porcs	<i>Effluents de vaches laitières</i>	Rubrique ICPE 2101-2 ou 2102	Arrêté du 27 décembre 2013 - déclaration // Arrêté du 27 décembre 2013 - enregistrement // Arrêté du 27 décembre 2013 - autorisation
	Effluents d'élevages intensifs volailles/porcs	<i>Lisiers de porcs, Fientes de volailles</i>	Rubrique ICPE 3660	Arrêté du 27 décembre 2013 - autorisation
	Effluents d'élevage de lapins	<i>Crottes raclées, fumiers de fèces</i>	Rubrique ICPE 2110	Arrêté du 30 octobre 2006 - déclaration // Arrêté du 31 octobre 2006 - autorisation
	Sous-produits de couvoirs	<i>effluents, coquilles d'oeufs et des sous-produits d'écloserie transformés au sens du règlement CE n° 1774/2002 du 3 octobre 2002</i>	Rubrique ICPE 2112	Arrêté du 10 février 2005
	Effluents d'élevage d'animaux carnassiers à fourrure	<i>crottes avec litière ou fumiers</i>	Rubrique ICPE 2113	Arrêté du 15 septembre 1986
	Effluents d'élevage de chiens	<i>crottes raclées ou avec litière</i>	Rubrique ICPE 2120	Arrêté du 08 décembre 2006-déclaration // Arrêté du 08 décembre 2006 - autorisation
	Boues de curage de bassin dédiés à	<i>Boues de curage</i>	Rubrique ICPE 2130	Arrêté du 01 janvier 2008-autoirisation
	Effluents des établissements zoologiques à caractère fixe et	<i>Crottes raclées et fumiers divers</i>	Rubrique ICPE 2140	Arrêté du 25-03-2004
Boues de station d'épuration collective de déjections animales	Boues de station d'épuration collective de déjections animales	<i>Boues de station d'épuration collective de lisier de porcs</i>	Rubrique ICPE 2751	Arrêté correspondant à la rubrique ICPE concernée renvoyant aux prescriptions de l'arrêté du 2 février 1998 modifié
*Installation alimentant le fond de compensation des risques liés à l'épandage de boues: Loi 2006-1772 du 30 décembre 2006 - Titre II, Chapitre 1er et Code des assurances-Partie Législative, Livre IV-Titre II, Chap V: Fonds de garantie des risques liés à				
**installations pouvant traitées des eaux résiduaires des rubriques 2220, 2225, 2226, 2230, 2240, 2250, 2251, 2252, 2253, 2255 (supprimée au 1 Juin 2005 - SEVESO 3), 2260, 2265, 2270, 2275 et éligible au fond de garantie des risques liés à l'épandage de b				

Annexe 7 : Nomenclature provisoire des PRO

1. Liste des 5 origines des PRO

Libelle origine	Définition
Urbaine (+ activité humaine)	Un produit est considéré d'origine urbaine dès qu'il est issu d'activités humaines hors agricoles et hors industries. Cette origine inclut notamment les produit provenant de boues de station d'épuration, des déchets des collectivités (ex. ordures ménagères, déchets verts) et des coupes de route.
Agroindustrielle industrielle	Un produit est considéré d'origine agroindustrielle ou industrielle dès qu'il y a une transformation ou que le produit est issu de ce type d'activités. Cette origine inclut ainsi les produits provenant des industries, par exemple papetières, des agroindustries et dès qu'une transformation a eu lieu (ex. vinasse, marc, farine de plumes).
Agricole	Un produit est d'origine agricole dès qu'il est issu d'une activité agricole. Cette origine inclut ainsi l'ensemble des effluents d'élevage et les produits végétaux pouvant être utilisés (ex. BRF).
Origine mixte	Un produit est d'origine mixte dès qu'il provient d'un mélange de matières premières de différentes origines (ex. mélange de matières premières urbaines et industrielles, urbaines et agricoles).
Autre origine	Un produit est considéré dans une autre origine dès qu'il ne provient pas des origines urbaine, (agro)industrielle ou agricole.

2. Liste des grands types de PRO

Libelle grand type_fr	code grand type	Libelle origine_fr	commentaire_fr
Amendement organique autre	Amendement_org	Urbaine	normé, teneurs NPK différentes des engrais organiques
Amendement organique autre	Amendement_org	Agroindustrielle industrielle	
Amendement organique autre	Amendement_org	Agricole	
Amendement organique autre	Amendement_org	Origine mixte	
Amendement organique autre	Amendement_org	Autre origine	
Boue agroindustrielle industrielle	Boue_AgroIndustrie_Industrie	Agroindustrielle industrielle	
Boue station epuration	Boue_STEP	Urbaine	
Compost agroindustriel industriel	Compost_AgroIndustrie_Industrie	Agroindustrielle industrielle	
Compost matiere animale vegetale	Compost_M_Animale_Vegetale	Agricole	
Compost matiere animale vegetale	Compost_M_Animale_Vegetale	Agroindustrielle industrielle	
Compost matiere animale vegetale	Compost_M_Animale_Vegetale	Origine mixte	
Compost matiere animale vegetale	Compost_M_Animale_Vegetale	Autre origine	
Compost origine autre origine	Compost_autre_mixte	Autre origine	
Compost origine mixte	Compost_origine_mixte	Origine mixte	
Compost urbain	Compost_Urbain	Urbaine	
Digestat composte	Digestat_composte	Urbaine	
Digestat composte	Digestat_composte	Agroindustrielle industrielle	
Digestat composte	Digestat_composte	Agricole	
Digestat composte	Digestat_composte	Origine mixte	
Digestat composte	Digestat_composte	Autre origine	
Digestat methanisation agroindustriel industriel	Digestat_AgroIndustrie_Industrie	Agroindustrielle industrielle	
Digestat methanisation autre origine	Digestat_autre_mixte	Autre origine	
Digestat methanisation matiere animale vegetale	Digestat_M_Animale_Vegetale	Agricole	
Digestat methanisation matiere animale vegetale	Digestat_M_Animale_Vegetale	Agroindustrielle industrielle	
Digestat methanisation matiere animale vegetale	Digestat_M_Animale_Vegetale	Origine mixte	
Digestat methanisation matiere animale vegetale	Digestat_M_Animale_Vegetale	Autre origine	

Libelle grand type_fr	code grand type	Libelle origine_fr	commentaire_fr
Digestat méthanisation origine mixte	Digestat_origine_mixte	Origine mixte	
Digestat méthanisation urbain	Digestat_Urbain	Urbaine	
Effluent élevage - compost	EE_Compost	Agricole	
Effluent élevage - coproduits traitement lisier	EE_Coproduit_Traitement_Lisier	Agricole	
Effluent élevage - digestat méthanisation	EE_Digestat	Agricole	
Effluent élevage - fientes	EE_Fientes	Agricole	
Effluent élevage - fumier	EE_Fumier	Agricole	
Effluent élevage - Lisier	EE_Lisier	Agricole	
Effluent élevage autre	EE_Autre	Agricole	
Effluent élevage peu chargé	EE_Peu_Charge	Agricole	
Engrais organique	Engrais_org	Urbaine	normé, teneurs NPK relevant de la norme des engrais organiques
Engrais organique	Engrais_org	Agroindustrielle industrielle	
Engrais organique	Engrais_org	Agricole	
Engrais organique	Engrais_org	Origine mixte	
Engrais organique	Engrais_org	Autre origine	
Matière animale	M_Animale	Agricole	
Matière animale	M_Animale	Agroindustrielle industrielle	ex. farine plumes
Matière animale	M_Animale	Origine mixte	
Matière animale	M_Animale	Autre origine	
Matière organique urbaine autre	MO_Urbaine_Autre	Urbaine	
Matière végétale	M_Vegetale	Agricole	ex. BRF
Matière végétale	M_Vegetale	Agroindustrielle industrielle	ex. marc de raisin
Matière végétale	M_Vegetale	Origine mixte	
Matière végétale	M_Vegetale	Autre origine	
Matières organiques autre origine	MO_autre_mixte	Autre origine	
Matières organiques origine mixte	MO_origine_mixte	Origine mixte	
Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Sousproduit_AgroIndustrie_Industrie	Agroindustrielle industrielle	

3. Nomenclature provisoire des PRO

Libelle nom nomenclature_fr	Libelle grand type_fr	Libelle origine_fr	Filière	Précision filière	Précision PRO
Acides humiques	Amendement organique	Agroindustrielle industrielle	production d'additifs		
Activateur biologique		Agroindustrielle industrielle	production d'additifs		
Algues	Matiere vegetale	Agroindustrielle industrielle	recyclage végétaux		
Amendement organique vegetal	Amendement organique	Agroindustrielle industrielle	production amendements organiques		déchets végétaux composté
Amendement organique vegetal et animal	Amendement organique	Agroindustrielle industrielle	production amendements organiques		mélanges déchets animaux et végétaux
Boue alimentaire biologique	Boue agroindustrielle industrielle	Agroindustrielle industrielle	fruits et légumes		
Boue de distillerie	Boue agroindustrielle industrielle	Agroindustrielle industrielle	distillerie		
Boue de laiterie	Boue agroindustrielle industrielle	Agroindustrielle industrielle	laitière		
Boue de papeterie	Boue agroindustrielle industrielle	Agroindustrielle industrielle	papier carton		
Boue IAA autres (preciser le type d'IAA malterie, feculerie...)	Boue agroindustrielle industrielle	Agroindustrielle industrielle	autres IAA		
BRF (bois rameal fragmente)	Matiere vegetale	Agricole	recyclage végétaux		déchets végétaux frais
Compost de dechets vegetaux agricoles	Matiere vegetale	Agricole	recyclage végétaux		déchets végétaux composté
Compost de dechets vegetaux autre origine	Matiere vegetale	Autre origine	recyclage végétaux		déchets végétaux composté
Compost de marc de raisin	Compost agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	viticole		marc
Compost de marc de raisin epepine	Compost agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	viticole		marc
Compost de marc de raisin non epepine	Compost agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	viticole		marc
Compost de marc de raisin frais	Compost agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	viticole		marc
Cendres de combustion	Matière minérale	Agroindustrielle industrielle	energie		
Dechets vegetaux autres IAA (preciser)	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	autres IAA	conserverie	déchets végétaux frais
Eaux usees (cuverie, pressurage...)	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	viticole		
Effluents vinicoles	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	viticole		
Engrais organique vegetal	Engrais organique	Agroindustrielle industrielle	production engrais organiques		déchets végétaux composté
Engrais organique animal	Engrais organique	Agroindustrielle industrielle	production engrais organiques		déchets animaux
Engrais organique vegetal et animal	Engrais organique	Agroindustrielle industrielle	production engrais organiques		mélanges déchets

Libelle nom nomenclature_fr	Libelle grand type_fr	Libelle origine_fr	Filière	Précision filière	Précision PRO
					animaux et végétaux
Engrais organique compose	Engrais organique	Origine mixte	production engrais organiques		mélanges déchets animaux et végétaux
Farine de plumes hydrolysees	Matiere animale	Agroindustrielle industrielle	Animale	volailles	
Farine de poisson	Matiere animale	Agroindustrielle industrielle	Animale	poissons	
Farine de sang	Matiere animale	Agroindustrielle industrielle	Animale		
Farine os	Matiere animale	Agroindustrielle industrielle	Animale		
Farine animale	Matiere animale	Agroindustrielle industrielle	Animale		
Guano oiseau marin	Engrais organique	Autre origine	industrie d'extraction		
Guano chauve-souris					
issus de silos	Matiere vegetale	Agroindustrielle industrielle	stockage grains	nettoyage de grains	
Marc de raisin	Matiere vegetale	Agroindustrielle industrielle	distillerie		marc
Marc de raisin epepine	Matiere vegetale	Agroindustrielle industrielle	distillerie		marc
Marc de raisin non epepine	Matiere vegetale	Agroindustrielle industrielle	distillerie		marc
Marc de raisin frais	Matiere vegetale	Agroindustrielle industrielle	distillerie		marc
Plumes brutes hygienisees	Matiere animale	Agroindustrielle industrielle	Animale	volailles	
Residus extractions huile olive	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	autres IAA	Huilerie	
Tourteau de ricin	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	autres IAA	Huilerie	
Tourteaux vegetaux autres	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	autres IAA	Huilerie	
Vinasses autres	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	autres IAA		vinasse
Vinasses de betterave	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	autres IAA	sucrierie	vinasse
Vinasses de distillerie vinicole	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	distillerie		vinasse
Vinasses de distillerie de rhum	Sous produit et effluent agroindustriel industriel	Agroindustrielle industrielle	distillerie		vinasse
BRF (bois rameal fragmente)	Matiere vegetale agricole	Agricole			
Compost de dechets vegetaux agricoles	Matiere vegetale agricole	Agricole			
Lisier de porc mixte (naisseur, engraisseur)	Effluent elevage - Lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Lisier de porc engraissement	Effluent elevage - Lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux

Libelle nom nomenclature_fr	Libelle grand type_fr	Libelle origine_fr	Filière	Précision filière	Précision PRO
Lisier de truies (gestantes + allaitantes)	Effluent élevage - Lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Fumier d'engraissement litière paille	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Fumier stockage long à base de paille	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Fumier sur base paille composté	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Refus de vis compacteuse sur lisier brut (frais et composté)	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Refus de décanteuse centrifugeuse sur lisier de porc brut composté	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Lisier de porc composté avec paille (compost de 4 mois)	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Lisier de porc composté avec déchets verts (compost de 6 mois)	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Boue biologique issue traitement BA après décanteuse-centrifuge (DC)	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Eau résiduaire issue traitement BA après DC	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Fraction liquide issue raclage en V	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Digestat de lisier de porc seul	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Digestat de lisier de porc avec co substrat	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Porcine	Dechets animaux
Lisier de bovins	Effluent élevage - Lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Lisier de bovins dilué	Effluent élevage - Lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Lisier de bovins dilué pailleux	Effluent élevage - Lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Lisier de bovins pailleux	Effluent élevage - Lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Fumier très mou	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Fumier mou	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Fumier mou à compact	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Fumier compact	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Fumier très compact	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Purin	Effluents bruts	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Refus tamis issu du traitement biologique du lisier de bovins	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Compost de fumier de bovin jeune (moins de 4 mois)	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux

Libelle nom nomenclature_fr	Libelle grand type_fr	Libelle origine_fr	Filière	Précision filière	Précision PRO
Compost de fumier de bovin mûr (plus de 4 mois)	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Digestat de lisier de bovins + co-substrat	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Digestat de fumier de bovins + Co substrat	Effluent élevage - coproduits traitement lisier	Agricole	Animale	Bovine	Dechets animaux
Lisier de canards	Effluent élevage - Lisier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Lisier de poules pondeuses	Effluent élevage - Lisier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fientes humides	Effluent élevage - fientes	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fientes préséchées sur tapis	Effluent élevage - fientes	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fientes séchées en fosse profonde	Effluent élevage - fientes	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fientes séchées sous hangar	Effluent élevage - fientes	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier sortie bâtiment_Poulet de chair	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions sèches_Poulet de chair	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions très humides_Poulet de chair	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier sortie bâtiment_Poulets label	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions sèches_Poulets label	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions très humides_Poulets label	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier sortie bâtiment_Dindes	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions sèches_Dindes	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions très humides_Dindes	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier sortie bâtiment_Pintades	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions sèches_Pintades	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Fumier stocké en conditions très humides_Pintades	Effluent élevage - fumier	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Compost de fumier de poulets	Effluent élevage - compost	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Compost de fumier de dindes	Effluent élevage - compost	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Compost de fumier de pintades	Effluent élevage - compost	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Digestion de fumier ou de lisier	Effluent élevage - digestat méthanisation	Agricole	Animale	Avicole	Dechets animaux
Boue brute	Boue station épuration	urbaine			

Libelle nom nomenclature_fr	Libelle grand type_fr	Libelle origine_fr	Filière	Précision filière	Précision PRO
Boue liquide	Boue station epuration	urbaine		activée	siccité de 0 à 10 %
Boue liquide	Boue station epuration	urbaine		lit bactérien	siccité de 0 à 10 %
Boue liquide	Boue station epuration	urbaine		disques biologiques	siccité de 0 à 10 %
Boue liquide chaulée	Boue station epuration	urbaine			
Boue activée liquide	Boue station epuration	urbaine			siccité de 0 à 10 %
Boue	Boue station epuration	urbaine		décanteur digesteur	siccité de 0 à 10 %
Boue digérée anaérobie liquide					
Boue liquide épaissie gravitairement	Boue station epuration	urbaine			siccité de 0 à 10 %
Boue liquide épaissie mécaniquement	Boue station epuration	urbaine			siccité de 0 à 10 %
Boue physico-chimique	Boue station epuration	urbaine			siccité de 0 à 10 %
Boue activée deshydratée	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée sur filtre bande	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée sur filtre presse	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée par centrifugation	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée autre procédé	Boue station epuration	urbaine			
Boue physico-chimique chaulée	Boue station epuration	urbaine			
Boue activée deshydratée chaulée	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée sur filtre bande chaulée	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée sur filtre presse chaulée	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée par centrifugation chaulée	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée deshydratée chaulée autre procédé	Boue station epuration	urbaine			siccité de 15 à 40%
Boue activée séchée	Boue station epuration	urbaine			
Boue activée séchée sur lit de séchage	Boue station epuration	urbaine			siccité de 35 à 40%
Boue activée séchée thermiquement	Boue station epuration	urbaine			siccité >85%
Boue activée séchée par séchage solaire	Boue station epuration	urbaine			siccité de 65 à 90%
Boue activée séchée par lit de séchage planté	Boue station epuration	urbaine			siccité de 35 à 40%
Boue activée séchée sur lit de séchage chaulée	Boue station epuration	urbaine			
Boue séchée thermiquement chaulée	Boue station epuration	urbaine			

Libelle nom nomenclature_fr	Libelle grand type_fr	Libelle origine_fr	Filière	Précision filière	Précision PRO
Boue de lagunage	Boue station epuration	urbaine			
Boue de désencrage		urbaine			
Boue de curage		urbaine			
Matière de vidange	Boue station epuration	urbaine			
Compost de boue (ou MIATE)	Compost urbain	urbaine			
Compost de boue	Compost urbain	urbaine			
Compost de boue	Compost urbain	urbaine			
Boue digérée anaérobie deshydratée	Boue station epuration	urbaine			
Boue digérée deshydratée sur filtre bande	Boue station epuration	urbaine			
Boue digérée deshydratée sur filtre presse	Boue station epuration	urbaine			
Boue digérée deshydratée par centrifugation	Boue station epuration	urbaine			
Boue digérée deshydratée autre procédé	Boue station epuration	urbaine			
Boue physico-chimique chaulée	Boue station epuration	urbaine			
Boue activée deshydratée chaulée	Boue station epuration	urbaine			
Boue activée deshydratée sur filtre bande chaulée	Boue station epuration	urbaine			
Boue activée deshydratée sur filtre presse chaulée	Boue station epuration	urbaine			
Boue activée deshydratée par centrifugation chaulée	Boue station epuration	urbaine			
vidange de dispositif d'assainissement individuel	Boue station epuration	urbaine			
Compost de biodéchets	Compost urbain				
Compost de biodechets de gros producteurs	Compost urbain	urbaine			
Compost déchets verts de moins de 6 mois	Compost urbain	urbaine			
Compost dechets verts de 6 mois et plus	Compost urbain	urbaine			
Compost de déchets verts et biodéchets	Compost urbain	urbaine			
Compost d'ordure ménagère résiduelle + déchets verts	Compost urbain	urbaine			
Mélange de Compost d'ordures ménagères résiduelles et de déchets verts	Compost urbain	urbaine			
digestat de biodéchets urbains	Digestat methanisation urbain	urbaine			
digestat de biodéchets des gros producteurs	Digestat methanisation urbain				
digestat d'ordures ménagères résiduelles	Digestat methanisation urbain				
digestats de déchets urbains en mélange	Digestat methanisation urbain	urbaine			

Libelle nom nomenclature_fr	Libelle grand type_fr	Libelle origine_fr	Filière	Précision filière	Précision PRO
digestats de mélanges territoriaux	Digestat méthanisation urbain	urbaine			
compost de digestat de biodéchets	Compost de digestat	urbaine			
compost de digestat d'ordure ménagère résiduelle	Compost de digestat	urbaine			
compost de digestat urbain	Compost de digestat	urbaine			
compost de digestat territorial	Compost de digestat	urbaine			
cendres de combustion		urbaine			
Vegethumus	Amendement organique	urbaine			