

Décomposition de résidus de culture et de matériaux biosourcés : impact sur les communautés microbiennes des sols agricoles et les fonctions associées

Fida Mrad

▶ To cite this version:

Fida Mrad. Décomposition de résidus de culture et de matériaux biosourcés : impact sur les communautés microbiennes des sols agricoles et les fonctions associées. Sciences agricoles. Normandie Université, 2018. Français. NNT : 2018NORMR109 . tel-02420629

HAL Id: tel-02420629 https://theses.hal.science/tel-02420629

Submitted on 20 Dec 2019

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité SCIENCES AGRONOMIQUES, BIOTECHNOLOGIES AGRO-ALIMENTAIRES

Préparée au sein de l'Université de Rouen Normandie & UniLaSalle – Campus de Rouen

Décomposition de résidus de culture et de matériaux biosourcés : impact sur les communautés microbiennes des sols agricoles et les fonctions associées

Présentée et soutenue par Fida MRAD

	Thèse soutenue publiquement le 19/12/20 devant le jury composé de)18
Mme Nathalie GONTARD	Directrice de recherche / UMR IATE INRA	Rapporteur
M. Thierry LEBEAU	Professeur / Université de Nantes ; Directeur de l'Observatoire des Sciences de l'Univers Nantes-Atlantique	Rapporteur
Mme Julie JIMENEZ	Chargée de recherche / INRA de Narbonne	Examinateur
M. Xavier LATOUR	Professeur des universités / Université de Rouen	Examinateur
Mme Nadia LAURENT	Enseignante-chercheuse / UniLaSalle – Campus de Rouen	Encadrante de thèse
M. Richard GATTIN	Enseignant-chercheur, HDR/ UniLaSalle – Campus de Rouen	Directeur de thèse

Thèse dirigée par Richard GATTIN, UniLaSalle – Campus de Rouen









THÈSE

Pour obtenir le diplôme de doctorat

Spécialité SCIENCES AGRONOMIQUES, BIOTECHNOLOGIES AGRO-ALIMENTAIRES

Préparée au sein de l'Université de Rouen Normandie & UniLaSalle – Campus de Rouen

Décomposition de résidus de culture et de matériaux biosourcés : impact sur les communautés microbiennes des sols agricoles et les fonctions associées

Présentée et soutenue par Fida MRAD

	Thèse soutenue publiquement le 19/12/20 devant le jury composé de)18
Mme Nathalie GONTARD	Directrice de recherche / UMR IATE INRA	Rapporteur
M. Thierry LEBEAU	Professeur / Université de Nantes ; Directeur de l'Observatoire des Sciences de l'Univers Nantes-Atlantique	Rapporteur
Mme Julie JIMENEZ	Chargée de recherche / INRA de Narbonne	Examinateur
M. Xavier LATOUR	Professeur des universités / Université de Rouen	Examinateur
Mme Nadia LAURENT	Enseignante-chercheuse / UniLaSalle – Campus de Rouen	Encadrante de thèse
M. Richard GATTIN	Enseignant-chercheur, HDR/ UniLaSalle – Campus de Rouen	Directeur de thèse

Thèse dirigée par Richard GATTIN, UniLaSalle – Campus de Rouen











Je dédie ce manuscrit à ma grand-mère, mon oncle et Phino qui ont quitté ce monde pendant mon absence. J'aurais souhaité pouvoir passer plus de temps avec vous...

Et surtout à ceux qui sont encore là. Être loin de vous m'a fait réaliser à quel point le temps est précieux. Les beaux jours sont à venir :)

Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord **Philippe Choquet**, directeur général d'UniLaSalle, **Marie Lummerzheim**, directrice d'UnilaSalle sur le campus de Rouen, **Karine Laval**, directrice de la recherche à UniLaSalle Rouen, qui m'ont accueillie au sein de leur établissement pendant mes années de thèse.

Je remercie Mme **Nathalie Gontard**, directrice de la recherche à l'INRA de Montpellier, et M. **Thierry Lebeau**, professeur à l'université de Nantes qui ont accepté d'être rapporteurs de mes travaux, et pour leurs observations qui me permettront d'améliorer la qualité de ce mémoire. Je tiens à leur exprimer mes remerciements pour l'honneur qu'ils m'accordent en participant à ce jury.

Mes remerciements vont également à Mme **Julie Jimenez**, chargée de recherche à l'INRA de Narbonne, et à M. **Xavier Latour**, professeur à l'université de Rouen, pour avoir accepté d'examiner ce travail de thèse. Je vous témoigne mon sincère respect et ma profonde gratitude.

Je remercie M. **Richard Gattin**, directeur de cette thèse et enseignantchercheur à UniLaSalle et Mme **Nadia Laurent**, co-encadrante et enseignantechercheuse à UniLaSalle. Merci pour la confiance que vous m'avez accordée pour la réalisation de ce travail et pour vos corrections et lectures lors de la rédaction de ce manuscrit de thèse.

Certes, le chemin a été plus que laborieux, mais le ciel a ses miracles. Vous avez été les miens :

- <u>Grâce à vous, j'ai cru en l'équipe et à la recherche :</u>

J'aimerais tout d'abord commencer par vous, Mme Rafin et M. Veignie. Merci de m'avoir fait découvrir mon amour pour la recherche en master, pour votre accueil chaleureux à l'UCEIV à mon arrivée en France, et pour votre soutien perpétuel. Et Merci à la petite équipe nordique : Isa et Antoine, je pense à vous.

- <u>Grâce à vous, j'ai cru en une équipe dynamique :</u>

Lisouné, Jérôme, Caro, Hélène, Maeva, JB et Philippe, merci pour la bonne humeur, les conseils techniques, et surtout les coups de mains les jours de destruction des microcosmes, et de manips de fin de thèse. Sans oublier les sorties terrain.

Je remercie également tous les membres du labo (Wassila, Mélanie, Marie-Paule, Nawel, Adrien G.) qui ont mis de côté leurs obligations pour participer aux jours de rush, et m'ont soutenue. Et Wassila merci pour les échanges que nous avons pu avoir.

Merci également aux stagiaires qui étaient de passage, en particulier Sagalou et Sana. Je n'oublierai jamais votre gentillesse et vos coups de mains gratuits, en me voyant noyée dans les montagnes de microcosmes. Merci aux enseignants-chercheurs et aux membres de l'administration que j'ai pu croiser à l'école et avec qui j'ai pu échanger, notamment Salima, Jérôme, Adrien G., Asma, Cricri, Marie B, Conception, Bill, Jessica, Laurence, Elodie, Angélique, Sandrine, Béatrice, Geoffroy, Christelle, Dominique *(je n'oublie pas que tu as organisé mon premier anniversaire au labo)*, Pascal et Fabrice *(désolée de vous avoir souvent retenus le soir au labo)*. Une pensée pour vous Sylvie et Mag, merci d'avoir été là; Feriel et Laetitia merci.

Merci à vous les Marie : Marie Sauvadet et Marie-Pierre pour votre aide précieuse et votre disponibilité.

Mes remerciements vont aussi à Nathalie et Isabelle, directrices des unités T&A, et AGHYLE, à UniLaSalle.

En dehors du campus de Rouen, je remercie Lyes Lakhal, EC à UniLaSalle de Beauvais pour les analyses statistiques des spectres FTIR et ses conseils. Merci aussi à Marthe du laboratoire Ecodiv d'avoir toujours été très arrangeante lors de mes déplacements pour faire mes nombreux CHN.

<u>Grâce à vous, j'ai cru en la France :</u>

Je commence par vous, mes premiers collègues de bureau. Je suis très chanceuse d'avoir été la petite thésarde qui a partagé votre bureau de post-docs. Hélène et Hafida, vous êtes beaucoup plus que de simples collègues. Vous aurez toujours toute ma reconnaissance pour ce que vous avez fait pour moi, merci pour votre soutien inégalable. Angélique, je te remercie aussi pour les bons moments passés ensemble, je te souhaite plein de belles choses à venir. Momo, merci pour les moments d'amitié (avec Abbourti).

Je remercie les anciens thésards, Amira, Yoyo, Adrien B. pour nos discussions agréables et les randonnées. Les « nouveaux » thésards, je ne vous oublie pas ; Merci : Mehdouch (*next boss, surtout pour ton aide en FTIR et ATG*), Popo (*d'avoir toujours répondu à mes questions stats, et pour ta douceur*), Cyrinou (*pour ton soutien et ta serviabilité*), Alinou (*pour les verres et nos discussions*) et Chacha (*pour les bons moments*). Merci à tous pour votre amitié. Vous m'avez manqué pendant cette année d'ATER. Je vous souhaite beaucoup de courage pour venir à bout de vos projets de thèse. Allez, il ne reste que très peu :)

Une pensée pour toi bien sûr Naw, arrivée plus tard au labo mais depuis, ta présence m'est précieuse. Merci pour tes conseils, et tes coups de pieds pour en arriver là. Merci d'avoir été là dans les moments de détresse, et aussi de partager ma joie. J'en profite pour faire signe aux crazy artists : Isa, Régine, Cécile, et les gars, je suis très contente de vous avoir connus, merci pour votre soutien et pour tous les bons moments.

Quand on me pose des questions sur la France, je leur parle de beauté et d'étoiles. C'est parce que je pense à vous tous, les amis.

- <u>Grâce à vous, j'ai cru en la bonne ambiance :</u>

Merci les gars (Franck, Cédric, Davy et Walter) pour votre bureau qui remonte le moral et pour les chocolats. Merci d'avoir toujours été disponibles pour sauver la vie de mon PC, et merci aussi pour la musique ;)

- <u>Grâce à vous, j'ai cru au changement :</u>

Je tiens à remercier le Pr. Jean-Claude Mollet, directeur du laboratoire Glycomev, pour m'avoir permis d'effectuer mon ATER au sein de son laboratoire. Merci surtout d'avoir été compréhensif et de m'avoir fait confiance pendant mon service. Je remercie aussi les EC du labo avec qui le travail a été plus qu'agréable : merci Arnaud, Marie-Laure, Maïté, Elodie et Sophie.

Je pense très fort à mes nouveaux collègues qui m'ont si bien accueillie, apporté leurs conseils précieux et leur soutien inégalable. Je dédie ces mots à vous : Narimati, Yoyo, Maxime, Angelou, Carole et les thésards. Vous étiez la bouffée d'air qui m'a permis de croire en moi et de finaliser ce travail.

Je ne vous oublie pas les anciens glycoméviens : merci Romarin, Alexou, Gwen, Julie et Clément, pour tous les moments sympathiques.

<u>Grâce à vous, j'ai cru en la communauté :</u>

Une sincère pensée à toute la communauté libanaise que j'ai rencontrée pendant ce voyage. Nous avons tous partagé ce même rêve, d'aller toujours plus loin (physiquement et intellectuellement). Vous les courageux, avez été ma famille et mon pilier pendant ces 4 années :

Rimo et Zouzou, seret madiouneh ktir ! Merci pour absolument tout (les plats libanais, nos entretiens téléphoniques, les mails, les sorties). Sabouneh et Najo, merci pour votre soutien et beaucoup de courage pour la fin. Youyou, Ammoura, Abdallah, Pierrot, Mahmoudo merci les gars pour tout; Nayla, Léa et Grace, j'ai partagé de très bons moments avec vous; Lina, merci pour ta présence.

- <u>Grâce à vous, j'ai cru en mes rêves :</u>

Rien de tout cela n'aurait été possible sans le soutien de mes amis au Liban, qui n'ont pas hésité à prendre souvent des nouvelles et m'encourager pour venir à bout de ce projet.

Et bien évidemment ma famille. Papa, maman, je vous remercie pour tous vos sacrifices, pour votre amour, votre respect et vos encouragements infinis afin que chacune de nous suive sa voie. Mais je vous remercie plus que tout pour les valeurs humaines que vous nous avez inculquées. Comme disait Sainte Thérèse de Lisieux, « mes parents sont plus dignes du ciel que de la terre », et je tiens à vous dire au moins cette fois que je suis fière d'être votre fille.

A mes trois sœurs, je dis qu'il n'existe pas de meilleure équipe au monde. J'arrive à bout de ce projet pour nous, parce que nous 4, *we are no quitters*.

Je n'oublie pas la grande famille : oncles, tantes, cousins, dans les quatre coins du monde, qui ont toujours été des sources de réconfort et d'encouragement.

Enfin, j'ai connu beaucoup de gens pendant ces longues années de thèse. Pour tous ceux que je ne cite pas... *Merci*.

They never said it was easy... but I wasn't prepared for it to be this tough. I believe though that everything happens for a reason

Résumé de thèse

Décomposition de résidus de culture et de matériaux biosourcés : impact sur les communautés microbiennes des sols agricoles et les fonctions associées

La gestion des déchets constitue un problème majeur au niveau mondial. En agriculture, le retour au sol des résidus de culture est une pratique courante et constitue une opportunité intéressante pour maintenir la fertilité du sol et/ou pour stocker du carbone. La décomposition des matières végétales dans le sol est influencée par plusieurs facteurs (tels que la composition microbienne, la nature et qualité des matières végétales), et a pour acteurs principaux les microorganismes telluriques. Au-delà du retour au sol, d'autres voies de valorisation de la matière végétale non récoltée peuvent être envisagées, telle que sa transformation pour des usages non alimentaires. Dans le domaine du bâtiment, l'intérêt de l'utilisation de matériaux biosourcés (destinés à l'isolation thermique) est croissant et encouragé par les pouvoirs publics dans la construction ou la rénovation. Toutefois, à notre connaissance, la question de la gestion de la fin de vie de ces matériaux après déconstruction des bâtiments n'est pas encore abordée.

Afin de mieux comprendre le retour aux sols agricoles de matières végétales de natures diversifiées (paille de blé, paille de colza et tiges de tournesol), nous avons combiné différentes caractérisations biochimiques/physicochimiques tels que le fractionnement biochimique, l'analyse thermogravimétrique et la spectroscopie infra rouge, avec l'étude de la dynamique microbienne (abondance, diversité, fonction), complétées du suivi de minéralisation du carbone et de l'azote durant 3 mois d'incubation, en microcosmes.

La minéralisation des résidus de grandes cultures est principalement régie par des microbiodiversités initialement différentes, issues de la prairie permanente ou la grande culture, et dans une moindre mesure par leur qualité biochimique. Quant à la dynamique microbienne, elle est impactée par ces deux types de sols et la nature de apports. Dans le cas de coproduits contrastés de la tige de tournesol (moelle et écorce), la minéralisation du C est principalement dictée par leur qualité initiale. Concernant la mise en œuvre d'un matériau biosourcé à base de moelle de tige de tournesol, elle semble favoriser sa minéralisation dans le sol. Le retour au sol de ce type de matériau pourrait donc constituer un moyen intéressant de gestion de sa fin de vie. *Mots-clés : sol, résidus de culture, microbiodiversité, qualité biochimique, matériaux biosourcés*

Crop residues and bio-based materials decomposition: impact on agricultural soils microbial communities and the associated functions

Waste management is a major problem worldwide. In agriculture, the return of crop residues to the soil is a common practice and represents an interesting opportunity to maintain soil fertility and / or to store carbon. The decomposition of plant materials in soils is influenced by several factors (such as microbial composition, plant material's nature and quality), and soil microorganisms are its main actors. Moreover, other ways of valorization of non-harvested plant materials are possible, such as their transformation for non-food applications. In the building industry, the interest in using biobased materials (for thermal insulation) is growing and encouraged by the public authorities in construction or renovation projects. However, to our knowledge, the issue of management of these materials end-of-life is not yet addressed, after deconstructing the buildings.

In order to better understand different crop residues (wheat straw, rapeseed straw and sunflower stems) decomposition in agricultural soils, we have combined different biochemical / physicochemical characterizations such as biochemical fractionation, thermogravimetric analysis and infrared spectroscopy, with microbial dynamics monitoring (abundance, diversity, function), supplemented by carbon and nitrogen mineralization measures during 3 months incubation in microcosms.

Crop residues mineralization is mainly governed by initially different microbiodiversities (derived from permanent grassland or conventional cropping system), and to a lesser extent by their biochemical quality. However, microbial dynamics are influenced by both, types of soils and nature of inputs. As for the sunflower stem coproducts (pith and bark), C mineralization is mainly dictated by their initial quality. Concerning the manufacturing process of a sunflower pith biobased material, it seems to favor its mineralization in soil. The return of this type of material to soil could thus constitute an interesting means of managing its end-of-life. *Keywords:* soil, crop residues, microbiodiversity, biochemical quality, bio-based materials

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
ETAT DE L'ART	11
A) Les microorganismes : principaux acteurs dans le sol	17
I. Microorganismes et leurs rôles biologiques dans les sols	17
I.1. Description des microorganismes	17
I.2. Rôles biologiques des microorganismes	19
I.3. Microorganismes dans les sols agricoles	21
II. Les méthodes d'estimation des microorganismes	23
II.1. Quantification des microorganismes	25
II.1.1. Approches quantitatives globales	25
II.1.2. Approches quantitatives spécifiques	27
II.2. Analyse de la diversité microbienne	27
II.2.1. Diversité génétique microbienne	27
II.2.2. Diversité fonctionnelle métabolique	29
II.3. Mesure des fonctions microbiennes et des activités enzymatiques	31
B) Les matières végétales apportées au sol	35
I. Cultures et valorisation agronomique des résidus de culture	37
I.1. Importance économique des cultures de céréales et d'oléagineux	37
I.2. Composition de la matière végétale	39
I.3. Méthodes de caractérisation de la matière végétale	49
I.3.1. Fractionnement biochimique	49
I.3.2. Caractérisation par infrarouge moyen	51
I.3.3. Caractérisation par analyse thermogravimétrique	51
I.3.4. Suivi de la minéralisation du carbone et de l'azote	53
II. Coproduits de cultures et valorisation non agronomique : les matériaux biosourcés	55
C) Décomposition de matières végétales au sol	65
I. La flore microbienne au cœur des processus de décomposition	65
II. Dynamique microbienne en réponse aux apports de matières végétales	71
III. Facteurs influençant la décomposition	73
III.1. Facteurs liés aux apports organiques	73
III.2. Facteurs liés au sol et son environnement	79

III.2.1. Influence du climat et de la texture du sol	79
III.2.2. Impacts des pratiques agricoles	81
IV. La décomposition (ou biodégradation) dans le domaine des matériaux polymères	85
DEMARCHE DE THESE	95
MATERIELS ET METHODES	107
I. Le sol	109
I.1. Sites expérimentaux	109
I.2. Echantillonnage et préparation des échantillons de sol	109
I.3. Caractérisations initiales des échantillons de sols	111
I.3.1. Détermination des propriétés physiques	111
I.3.2. Analyse biologique initiale des sols	111
II. Les matières végétales	113
II.1. Origine de la matière végétale	113
II.2. Préparation des échantillons de matière végétale	115
II.2.1. Résidus de culture	115
II.2.2. Coproduits de la tige de tournesol	115
II.2.3. Agromatériau à partir de la moelle de tournesol	115
II.3. Caractérisations initiales des matières végétales	117
II.3.1. Détermination des teneurs en C et N	117
II.3.2. Détermination de la composition biochimique	117
II.3.3. Caractérisations physico-chimiques	121
III. Design expérimental	123
IV. Suivis des paramètres biologiques	125
IV.1. Quantification de la biomasse microbienne	125
IV.2. Quantification de la biomasse fongique et bactérienne	127
IV.3. Dosages enzymatiques in situ	127
V. Minéralisation du carbone et de l'azote	129
VI. Suivi des variables physicochimiques	129
VI.1. Caractérisations du sol	131
VI.2. Caractérisations des matières végétales	131
VII. Traitement statistique des données	131
RESULTATS EXPERIMENTAUX	135
A) Caractérisation initiale des sols et des matières végétales	137
I. Les sols	137

II. Les matières végétales	139
II.1. Caractérisation biochimique	139
II.2. Caractérisations physicochimiques	139
II.3. Détermination de la stabilité thermique des matières végétales	143
B) Décomposition de résidus de culture dans des sols de microbiodiversités différe	ntes
	149
I. Description de l'état biologique initial des sols étudiés	149
II. Suivis biologiques	153
II.1. Dynamique du carbone	153
II.2. Dynamique de l'azote	157
II.3. Dynamique microbienne	161
II.4. Diversité fonctionnelle métabolique et activités enzymatiques	163
III. Suivis physicochimiques	169
III.1. Evolution physicochimique du sol	169
III.2. Evolution physicochimique des résidus de culture	171
III.2.1. Perte de masse	171
III.2.2. Détermination des caractéristiques chimiques et structurales en surface	171
III.2.3. Détermination de la stabilité thermique	177
C) Décomposition au sol de coproduits du tournesol : impact de la qualité biochim intrinsèque	ique 183
I. Sols avant incubation	185
II. Dynamiques du carbone et de l'azote	185
II.1. Dynamique du carbone	185
II.2. Dynamique de l'azote	189
III. Interactions dans la minéralisation du carbone et de l'azote	189
IV. Suivi biologique du sol	191
IV.1. Dynamique microbienne dans le sol	191
IV.2. Suivi de l'activité β-glucosidase	195
V. Caractérisation du sol en fin d'incubation	195
(D) Décomposition au sol de la moelle de tournesol et de l'agromatériau correspon impact du process.	dant :
I. Sols avant incubation	201
II. Minéralisation du carbone et de l'azote	201
III. Suivi biologique du sol pendant la décomposition	203
III.1. Dynamique microbienne	203

III.2. Activité βGLU	205
IV. Caractérisation du sol en fin d'incubation	205
DISCUSSION GENERALE ET PERSPECTIVES	209
I. Approche méthodologique	211
I.1. Les matières végétales	215
I.2. Parcelles et dispositif expérimentaux	217
I.3. Mesures biologiques	217
II. Discussion des résultats	219
II.1. Détermination de la qualité des matières végétales étudiées	219
II.2. Décomposition de résidus de culture dans des sols de microbiodiversités de	ifférentes 225
II.2.1. Confirmation du contraste initial des sols	225
II.2.2. Apports des pailles de blé et de colza, et des tiges de tournesol dans de divergents	ux sols 227
II.3. Impact de la qualité intrinsèque de la tige de tournesol sur sa décompositio sol	n dans le 239
II.4. Effet du process de mise en œuvre d'un agromatériau à base de moelle de t sur sa décomposition en sol	tournesol 247
II.4.1. Impact du process de mise en œuvre sur la composition de la moelle	247
II.4.2. Impact du process de mise en œuvre sur la minéralisation de la moelle dynamique microbienne	et la 249
III. Observations communes aux trois études de décomposition	257
III.1. Effet positif des apports de matières végétales	257
III.2. Cinétique de la minéralisation nette des matières végétales	259
III.3. Indices de stabilité en rapport avec la qualité des matières végétales, utilis thèse	és dans la 261
CONCLUSIONS GENERALES	
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	271
ANNEXES	

Liste des figures

Figure 1 : Représentation conceptuelle de l'approche utilisée dans le chapitre de l'état de l'ar	t
	3
Figure 2 : Le positionnement et la complexité externe et interne du sol14	4
Figure 3 : Principaux organismes du sol	5
Figure 4 : Estimation de la répartition de la biomasse microbienne totale du sol (somme de	e
tous les groupes microbiens : bactéries, champignons, archées, protistes et virus) à travers le	e
globe (a) et estimation de la contribution relative aux principaux groupes microbiens (b)18	3
Figure 5 : Exemple de l'activité de la β-glucosidase pendant la décomposition)
Figure 6 : Relation entre la teneur en carbone organique du sol (SOC %) et le pourcentage	e
d'agrégats stables à l'eau (WSA%)	4
Figure 7 : Principaux producteurs de céréales au niveau mondial en 2016/2017	5
Figure 8 : Résidus de culture laissés aux champs	3
Figure 9 : Structures anatomique et microscopique de la paille de blé40)
Figure 10 : Paroi d'une cellule végétale observée en microscopie40)
Figure 11 : Modèle simplifié de la paroi primaire d'une cellule végétale (en haut) e	t
distribution des constituants (en bas)40)
Figure 12 : Représentation schématique des composants essentiels du réseau pectique42	2
Figure 13 : Structure de l'unité de répétition de la cellulose (la cellobiose) reliée par le	S
liaisons glycosidiques β -(1-4)	2
Figure 14 : Structure lignocellulosique de la biomasse végétale44	4
Figure 15 : Structures des principales unités de répétition des hémicelluloses44	4
Figure 16 : Structures des monomères constitutifs de la lignine44	4
Figure 17 : Représentation prédictive d'un polymère de lignine d'un peuplier40	5
Figure 18 : Représentation schématique des proportions relatives des fractions très soluble	/
moins soluble des organes des végétaux40	5
Figure 19 : Classification générale des matériaux polymères, suivant leur composition et leu	r
aptitude à être biodégradés	5
Figure 20 : Consommation d'énergie en France par secteur d'activité	5
Figure 21 : Exemples d'isolants thermiques d'origine végétale60)
Figure 22 : Panneau de particules en parallélépipède à base de moelle de tournesol60)
Figure 23 : Morphologie de la tige de tournesol	2
Figure 24 : Synthèse des principales actions des organismes du sol sur la décomposition de	e
l'apport de matière végétale	4
Figure 25 : Cycles du carbone et de l'azote	5
Figure 26 : Schéma du priming effect dans le sol : (a) accélération de la décomposition de la	a
matière organique du sol ; (b) retard de la décomposition de la matière organique du sol68	8
Figure 27 : Perte de la masse totale, des contenus en lignine, hémicelluloses, cellulose et N de	e
la tige de différents types de plantes d'Arabidopsis thaliana après un an de décomposition. La	

perte de masse la plus importante est observée pour A. thaliana riche en lignine type Figure 28 : Baisse de la décomposition in situ de la paille de blé avec l'accroissement de l'altitude (A) sur un transect de 65 à 3968 mètres. 50 % de paille dégradée : en 1-2 mois à A(65) et A(165), en 3-4 mois à A(780) et A(1800), et en environ 2 ans à A(3400) et A(3968). Les températures sont comprises entre 5,5°C à A(3968) et 27,4°C à A(65)......80 Figure 29 : Minéralisation nette de l'azote pendant la décomposition in situ de paille de blé d'hiver, dans les sites NTk (sans labour) et CTk (labour conventionnel). Immobilisation plus Figure 30 : Exemple d'imagerie (microscopie électronique à balayage) d'un film de paillage en biodégradation (de gauche à droite, 0, 2, 4, 12 mois). Observation de l'apparition de grains Figure 34 : Démarche de la partie (D) des résultats.....102 Figure 35 : Parcelles de prélèvement du site d'Yvetot : prairie permanente (PP) et grande Figure 36 : Géolocalisation des parcelles du site atelier d'Yvetot......108 Figure 38 : Photographies des matières végétales préparées pour l'étude de décomposition en sol ((a) paille de blé, (b) paille de colza et (c) tiges de tournesol)......114 Figure 40 : Photographies de l'écorce (a) et la moelle (b) de la tige de tournesol séparées..114 Figure 41 : Mise en œuvre d'un panneau aggloméré sans liant à partir de moelle de tournesol, Figure 42 : Dispositif expérimental de la mise en place des microcosmes (témoins : sol sans matières végétales, et mélanges : sol + matières végétales) et mesures effectuées à plusieurs Figure 43 : Spectres FTIR des pailles de blé (courbe du bas) et de colza (courbe du haut), de Figure 44 : Exemple de détermination des pertes de masse 1 et 2 (PM1 et PM2) ainsi que des pics de températures correspondants, à partir des courbes TG et DTG pour la paille de blé 142 Figure 45 : Pertes de masse totale de la fraction organique (% MF), pour chacune des Figure 46 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir du profil métabolique Figure 47 : Suivi du C-CO₂ total cumulé (mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec) en prairie permanente et en Figure 48 : Suivi du C-CO₂ net cumulé en prairie permanent (PP) et grande culture (GC) Figure 49 : Suivi de l'azote minéral total (mg N.Kg⁻¹ sol sec) en prairie permanente et grande

Figure 50 : Exemple de l'immobilisation de l'azote dans la prairie permanente (PP, jaune) et
la grande culture (GC, vert), après ajout de résidus de colza156
Figure 51
Figure 52 : Carbone de la biomasse microbienne MBC (a), DNA total (b) dans les sols de
prairie permanente et de grande culture pendant 83 jours d'incubation
Figure 53 : Ratio F : B dans les sols de prairie permanente et de grande culture pendant 83
jours d'incubation
Figure 54 : Analyses en composantes principales (ACP) à partir des profils métaboliques
bactériens à 0 et 83 jours d'incubation, dans la prairie permanente (PP) et la grande culture (GC)
Figure 55 : Activité β-glucosidase (βGLU) dans les sols de prairie permanente et de grande
culture pendant l'incubation
Figure 56 : Activité xylanase dans les sols de prairie permanente et de grande culture pendant
l'incubation
Figure 57 : Exemple du blé dans GC : comparaison des dérivées secondes entre le blé avant
décomposition (spectre blé initial, noir) et décomposé (spectre GC moyen, rouge) ; et entre
résidu décomposé (spectre GC moyen, rouge) et un spectre quelconque de résidu décomposé
(1 spectre GC, bleu)
Figure 58 : Suivi du C-CO ₂ total cumulé (mg C-CO ₂ .Kg ⁻¹ sol sec) en grande culture pendant
83 jours d'incubation pour la tige complète de tournesol (vert), de l'écorce (bleu) et la moelle
(jaune)
Figure 59 : Suivi du C-CO2 net cumulé (% C organique apporté) en grande culture pendant
les 83 jours de décomposition de la tige complète de tournesol, de l'écorce et la moelle 186
Figure 60 : Vitesses de la minéralisation nette de la tige de tournesol et ses fractions (écorce
et moelle), dans le sol de grande culture (GC), pendant 83 jours d'incubation186
Figure 61 : Suivi de l'azote minéral total (mg N.Kg ⁻¹ sol sec) en grande culture pendant 83
jours d'incubation pour la tige complète de tournesol, de l'écorce et la moelle
Figure 62 : Minéralisation nette de N en sol de grande culture pendant 83 jours de
décomposition de la tige complète de tournesol (vert), de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune)
Figure 63 : ADN total quantifié dans le sol de grande culture pendant la décomposition de la
tige complète de tournesol (vert) de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune)
Figure 64 : Ratio E : B dans le sol de grande culture pendant la décomposition de la tige
complète de tournesol (vert) de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune)
Figure 65 : Activité & glucosidase (BCLU) dans le sel de grande culture pendent le
décomposition de la tige complète de tournesol (vert) de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune)
10/
Figure 66 : (a) Suivi du C-CO2 total cumulé (mg C-CO2 Kg ⁻¹ sol sec) pendant l'incubation
nour la moelle de tournesol l'agromatériau correspondant et le sol témoin (b) Suivi du C-
CO2 net cumulé (% C organique apporté) pendant la décomposition de la moelle de tournesol
et l'agromatériau correspondant 200
Figure 67 · (a) Suivi de l'azote minéral total (mg N K g^{-1} sol sec) en grande culture pendant
l'incubation pour la moelle de tournesol et l'agromatériau correspondant et le sol témoin
i neusansi pour la moene de courrespondant, et le sol temom

(sans apport). (b) Minéralisation nette en grande culture pendant l'incubation pour la moelle Figure 68 : Activité ß-glucosidase (ßGLU) dans le sol de grande culture pendant la Figure 69 : Approche méthodologique employée pour suivre la décomposition de matières Figure 71 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir de l'indice lignocellulosique (LCI), l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO), l'indice de thermostabilité (R1), Figure 72 : Relation entre la composition biochimique initiale (LCI) des résidus de culture et Figure 73 : Relation entre la composition biochimique initiale (ICI) des résidus de culture et Figure 74 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir de l'indice lignocellulosique (LCI), l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO), l'indice de thermostabilité (R1), Figure 75: Relation entre la composition biochimique initiale (LCI) des coproduits du tournesol et la quantité de C-CO2 émise à 83 jours dans le sol de grande culture GC240 Figure 76 : Exemple de développement fongique observé pendant le premier mois Figure 77 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir de l'indice lignocellulosique (LCI), l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO), l'indice de thermostabilité (R1),

Liste des tableaux

Tableau 1 : Services écosystémiques assurés par les sols en relation avec les processus et les
fonctions et exemples d'organismes impliqués dans la fourniture de ces services20
Tableau 2 : Principales techniques utilisées pour la caractérisation des communautés
microbiennes du sol
Tableau 3 : Liste des techniques permettant l'étude des structures génétiques des
communautés microbiennes, leurs principes, avantages et inconvénients
Tableau 4 : Principales enzymes faisant l'objet de recherches en enzymologie des sols)30
Tableau 5 : Evaluation des gisements des résidus de culture en milliers de tMS/an entre 2010
et 2013
Tableau 6 : Classification des polysaccharides des plantes 42
Tableau 7 : Principales méthodes de caractérisation des matières organiques exogènes48
Tableau 8 : Proportions en hémicelluloses, celluloses et lignines des tiges de blé, de colza et
de tournesol telles que citées dans la littérature50
Tableau 9 : Les principales bandes d'absorption dans la matière végétale brute, ainsi que
leurs vibrations caractéristiques, entre 3700-680 cm ⁻¹
Tableau 10 : Domaines de décomposition de la matière organique analysée par l'ATG52
Tableau 11 : Exemples des matériaux biosourcés du bâtiment les plus développés58
Tableau 12 : Propriétés mécaniques de l'écorce et moelle de tournesol à 33% d'humidité
relative : module d'élasticité ou module d'Young, et contrainte maximale de la moelle (en
compression) et de l'écorce (en traction)
Tableau 13 : Techniques ou références utilisées pour les caractérisations initiales des sols.110
Tableau 14 : Techniques ou références utilisées pour les caractérisations initiales des matières
végétales
Tableau 15 : Sol et matières végétales utilisées, et mesures biologiques effectuées au cours
des incubations 1, 2 et 3
Tableau 16 : Dates de mesures et nombres de microcosmes préparés pour les incubations 1, 2
et 3
Tableau 17 : Propriétés physicochimiques du sol de prairie permanente (PP) et de grande
culture (GC) pour l'incubation 1
Tableau 18 : Caractéristiques biochimiques des matières végétales déterminées par la
méthode Van Soest. Les fractions sont exprimées en pourcentage de matière organique
(%MO)
Tableau 19 : Teneurs en carbone et azote, et ratios C/N des matières végétales étudiées138
Tableau 20 : Pertes de masses 1 et 2 (PM1 et PM2) à partir de l'analyse thermogravimétrique
des matières végétales, exprimées en pourcentage de la perte de masse totale de la fraction
organique144
Tableau 21 : Etat biologique initial des sols PP et GC 148
Tableau 22 : Profils de diversité fonctionnelle potentiel dans la prairie permanente (PP) et la
grande culture (GC) sans apports, au jour 0150

Tableau 23 : Effet des 83 jours d'incubation sur l'AWCD et la richesse dans le sol de prairie
(PP) et la grande culture (GC) contenant des apports
Tableau 24 : Teneur en carbone labile (POXC), en carbone et azote totaux, et pH dans le sol
de prairie permanente (PP) en début (J0) et fin d'incubation (J83)168
Tableau 25 : Teneur en carbone labile (POXC), en carbone et azote totaux, et pH dans le sol
de grande culture (GC) en début (J0) et fin d'incubation (J83)168
Tableau 26 : Perte de masse après décomposition des résidus de blé, de colza et de tournesol
dans les sols de prairie permanente (PP) et de grande culture (GC)170
Tableau 27 : Coefficients de dissimilarité entre état initial et état dégradé pour le blé dans PP
et dans GC aux longueurs d'ondes des bandes spectrales
Tableau 28 : Coefficients de dissimilarité entre état initial et état dégradé pour le colza dans
PP et dans GC aux longueurs d'ondes des bandes spectrales
Tableau 29 : Coefficients de dissimilarité entre état initial et état dégradé pour le tournesol
dans PP et dans GC aux longueurs d'ondes des bandes spectrales174
Tableau 30 : Températures (T1 et T2) correspondant aux pertes de masse 1 et 2 pour les
résidus de blé, de colza et de tournesol, avant incubation (J0 ; en gras) et en fin d'incubation
(J83), après décomposition en sol de prairie permanente (PP) et grande culture (GC)176
Tableau 31 : Pertes de masse totales de la fraction organique (PMt, en %), pertes de masses 1
et 2 (PM1 et PM2, en % PMt) et ratio de stabilité R1 (PM2/PM1) pour les résidus de blé, de
colza et de tournesol, avant incubation (J0; en gras) et en fin d'incubation (J83), après
décomposition en sol de prairie permanente (PP) et grande culture (GC)176
Tableau 32 : Indice de stabilité des matières organiques (ISMO) et perte de masse de
l'écorce, la moelle et la tige de tournesol
Tableau 33 : Comparaison entre minéralisations observées du C et de l'N de la tige entière et
celles attendues à 21 et 83 jours d'incubation
Tableau 34 : ADN total et ratio F : B dans le sol de grande culture pendant 83 jours de
décomposition de la moelle de tournesol et l'agromatériau correspondant202
Tableau 35 : Augmentation (en %) de la minéralisation totale des sols avec résidus de culture
par rapport au témoin, par incubation
Tableau 36 : Corrélation de Pearson (Rho) entre les indicateurs de stabilité utilisés dans la
thèse et le taux final de C minéralisé en sol de culture

Liste des abbréviations

ADF : Détergent acide

- *ADL* : Acide sulfurique
- ADN : Acide désoxyribonucléique
- ANOVA : ANalysis Of Variance
- ACP : analyse en composante principale
- ATG : Analyse Thermogravimétrique
- ATR : Attenuated Total Reflectance
- AWCD : average well color development

C: carbone

C-CO₂ : Carbone du CO₂

- CBD : Convention on Biological Diversity
- CEC : Capacité d'échange cationique
- DTG : Thermogravimétrie Différentielle
- DOM : matière organique dissoute
- FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
- *GalA* : acide galacturonique
- *GC* : Grande culture
- hg : hectogramme
- HPLC : Chromatographie en Phase Liquide à Haute Performance
- *HSL* : substance humique analogue
- LCI: indice lignocellulosique
- MBC : Carbone de la biomasse
- Mn de tonnes : Million de tonnes
- MO: Matières Organique
- MOE : Matière Organique Exogène
- MPa: Mégapascal
- MS : Matière Sèche
- N: azote
- *NDF* : Détergent neutre
- PCL : Polycaprolactone
- PCR : Réaction en Chaîne par Polymérase

PE : Polyéthylène

- *PET* : Polyéthylène terephtalate
- PF : Phénol-formadéhyde
- pF: point de flétrissement
- PLA : Polylactide
- PLFA : acides gras phospholipidiques totaux
- PM1 : Perte de Masse 1
- PM2 : Perte de Masse 2
- *p*-NP : *para*-nitrophénol
- *PP* : Prairie permanente
- POXC : Carbone oxydable au permanganate
- RE-EPS : substances polymères extracellulaires facilement liées
- S-EPS : substances polymères extracellulaires solubles
- TC : total carbon
- TG : Thermogravimétrie
- *tMS* : tonnes de Matière sèche
- *TN* : total nitrogen
- T1 : température correspondant à la PM1
- *T2* : température correspondant à la PM2
- UF : Urée-formaldéhyde
- UFC : unités formant colonies

βGLU : β -Glucosidase

 λ : conductivité thermique
Organismes, normes et structures :

- ADEME : Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie
- AFNOR : Association Française de NORmalisation
- AGHYLE : Agroécologie Hydrogéochimie Environnement et Ressources
- ASTM : American Society for the Testing of Materials
- CGDD : Commissariat Général au Développement Durable
- EN: European Norm
- FAO: Food and Agriculture Organization (Nations Unies)
- GDA : groupement d'agriculteurs
- IAR : pole Industries et Agro-ressources
- ISO : International Organization for Standardization
- MEA : Millenium Ecosystem Assessment
- NF : Norme Française
- PBD : Plan Bâtiment Durable
- *T&A* : Transformations et Agroressources
- UE : Union européenne

INTRODUCTION GENERALE

Le XX^{ème} siècle est marqué par le début d'une intensification des activités humaines. La colonisation de nombreux espaces naturels et l'exploitation des ressources terrestres s'est fait aux dépends de nombreux écosystèmes pour subvenir aux besoins humains en alimentation mais aussi en bien-être. Cette domination de l'homme sur les écosystèmes a entraîné une altération de l'environnement dans lequel il vit, et notamment une perte importante de la biodiversité, ce qui a permis à certains auteurs de parler de sixième événement majeur d'extinction dans l'histoire de la vie (Barnosky et al., 2011). Une telle atteinte à la biodiversité ne peut avoir que des conséquences négatives sur le maintien des fonctions et des services écosystémiques dont l'humanité dépend. Ainsi, la préservation de la biodiversité n'est plus simplement question d'éthique (MEA, 2005;une https://www.millenniumassessment.org/ documents/document.766.aspx.pdf, consulté le 20/07/17), mais inclut la conservation de la diversité d'habitats, de communautés, d'espèces et de diversité génétique au sein d'une même espèce (CBD, 1992; https://www.cbd.int/doc/legal/cbd-fr.pdf, consulté le 20/07/17). Aujourd'hui, cette préoccupation est devenue centrale et la compréhension de la relation entre la biodiversité et le fonctionnement des écosystèmes a suscité depuis ces 20 dernières années un intérêt croissant dans les sciences environnementales et écologiques (Cardinale et al., 2012). Or, la biodiversité est considérée comme un facteur déterminant le fonctionnement des écosystèmes terrestres (Copley, 2000). En effet, la plupart des services environnementaux et écosystémiques sont menés par les communautés du sol qui présentent une diversité taxonomique, fonctionnelle et morphologique considérable.

Au sein des agroécosystèmes (52,46 % de la superficie terrestre en 2015 selon Trading economics; https://tradingeconomics.com/france/agricultural-land-percent-of-land-area-wb-data.html, consulté le 15/10/2018), les microorganismes (les bactéries et les champignons, en particulier) interfèrent dans plusieurs activités du sol, telles que la décomposition de la matière organique, la libération de nutriments, la synthèse et décomposition de l'humus (Van Veen & Kuikman, 1990; Beare *et al.*, 1995; Leyval *et al.*, 2009; Tardy *et al.*, 2015). Ainsi, une érosion de la microbiodiversité impacterait les cycles biogéochimiques, dont les dynamiques du carbone et de l'azote dans le sol. Or, il est nécessaire de préserver et d'améliorer la teneur en matière organique du sol. Ceci est primordial afin de favoriser le stockage du carbone et maintenir la productivité des agrosystèmes, pour un meilleur approvisionnement en ressources alimentaires et non alimentaires.

Les cycles culturaux sont classiquement ponctués par une récolte par an, suite à laquelle une restitution au sol d'une partie des plantes (parties souterraines ou aériennes) a lieu. Ce retour au sol constitue, dans la plupart des zones de grandes cultures, la principale source de matières organiques entrantes (Moore *et al.*, 2004). Entre 0,3 et 2,0 tonnes de matière organique fraîche par hectare et par an sont réintroduites dans les sols sous forme de résidus de culture (Gobat *et al.*, 2010). Ceci constitue une voie de valorisation des résidus de cultures tout en réduisant l'utilisation d'intrants de synthèse.

La décomposition des résidus de culture dans le sol résulte d'un ensemble de processus, et les contextes d'études sont très diversifiés. D'une part, des paramètres environnementaux sont mis en évidence comme fortement influant sur les processus de dégradation des apports organiques végétaux (Recous *et al.*, 1995; Coûteaux *et al.*, 2002; Poll *et al.*, 2006). D'autre part, ces processus sont fortement conditionnés par la composition et la quantité de matières apportées (Sauvadet *et al.*, 2016). En effet, suivant la qualité biochimique et la quantité de résidus apportés, la stimulation des communautés du sol diffère selon leurs préférences alimentaires et caractéristiques métaboliques (Brown *et al.*, 2000; Wolters, 2000) et selon la composition des communautés du sol (Wallenstein *et al.*, 2010).

Une autre voie de valorisation de la matière végétale non récoltée est leur transformation pour des usages non alimentaires. En effet, en 2009, le Commissariat Général au Développement Durable (CGDD) a jugé la filière verte "biomasse, valorisation matériaux" comme étant à haut potentiel industriel. Par ailleurs, les matériaux à base végétale qui répondent à des ambitions écologiques, constituent une alternative aux matériaux pétrosourcés et permettent de lutter contre l'épuisement des ressources. En France, ces objectifs sont surtout portés par le pôle Industries et Agro-ressources (IAR) qui constitue le pôle de bioéconomie de référence. L'inconvénient de la filière agricole non alimentaire est qu'elle pourrait constituer un risque de compétition dans l'occupation des terres arables, comme par exemple la filière verte de production des biocarburants. D'où l'alternative d'utiliser des coproduits issus de l'agriculture (de type matières végétales broyées, provenant majoritairement de la partie aérienne de céréales ou d'oléagineux) afin d'élaborer des produits biosourcés. Ces agromatériaux peuvent être composés partiellement ou totalement de la matière végétale et trouvent leur utilisation dans plusieurs secteurs tels que le bâtiment, l'emballage, les films de paillage ou le transport.

Ainsi, le développement de ce type de matériaux biosourcés s'inscrit parfaitement dans une problématique globale de développement durable. C'est dans ce contexte qu'un congrès est

organisé à Paris le 7 décembre 2018, portant sur la question suivante « Valoriser plus de biomasses agricoles dans les filières de la bioéconomie et stocker du carbone dans les sols : est-ce compatible? » (SoléBium ; https://agriculture-de-conservation.com/Valoriser-plus-de-biomasses-agricoles-dans-les-filieres-de-la-bioeconomie-et.html, consulté le 22/10/2018). Parmi les matériaux biosourcés, les panneaux de particules destinés à l'isolation thermique des bâtiments seraient de première importance et permettraient notamment de réduire la consommation énergétique. Cependant, à notre connaissance, malgré l'intérêt croissant de la valorisation des matériaux biosourcés par les industriels du bâtiment, la question de la gestion de la fin de vie de ces matériaux après déconstruction des bâtiments n'est pas encore abordée. Or, d'après l'ADEME, (2017; https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/fiche _-technique-dechets-batiment-2017-09.pdf, consulté le 19/10/2018), en France, le gisement de déchets du Bâtiment/Travaux Publiques s'est élevé à 227,5 Mt en 2014, dont 42,2 Mt pour le Bâtiment et l'objectif de la Directive cadre déchets 2008/98/CE serait d'atteindre un seuil

de valorisation de ces matières de 70 % à horizon 2020.

C'est dans ce contexte général que s'inscrit ce travail de thèse. Il s'intéresse à la valorisation de parties aériennes de trois principales espèces cultivées en France (blé, colza et tournesol) par leur retour direct au sol (résidus et fractions de résidus) ou indirect (agromatériau), et à l'impact de ce retour sur le fonctionnement biologique de sols agricoles.

Le travail de thèse réalisé est retranscrit dans ce document en cinq chapitres :

- Le chapitre 1 correspond à une synthèse bibliographique présentant, après une brève introduction du sol, les microorganismes du sol, suivis par les matières organiques exogènes (ou apportées), notamment végétales, auxquelles va s'intéresser cette thèse. Cette partie se termine par les interactions microorganismes – décomposition des apports, ainsi que les processus impliqués ;
- Le **chapitre 2** met en exergue la **démarche** entreprise dans la thèse et les hypothèses proposées ;
- Le chapitre 3 est dédié à la description des techniques et méthodes expérimentales utilisées au cours de la thèse ;
- Le chapitre 4 expose en 4 parties, les résultats obtenus sur les caractérisations initiales des différents sols et matières végétales étudiés, puis les suivis de leur décomposition en microcosmes, de point de vue biologique et biochimique/physicochimique ;

 Le chapitre 5 est une discussion générale des résultats obtenus au cours de la thèse, tout en apportant des éléments de réponse aux différentes hypothèses émises, et s'ouvre sur des perspectives. ETAT DE L'ART



Figure 1 : Représentation conceptuelle de l'approche utilisée dans le chapitre de l'état de l'art

La Figure 1 présente les points abordés dans le chapitre Etat de l'art. Ce dernier commence par une brève introduction du pilier principal de cette thèse : le sol. La section (A) présente les microorganismes du sol, acteurs principaux de la décomposition des matières organiques, et les différentes méthodes d'estimation de leur abondance, diversité et activité. La section (B) introduit la notion de matières organiques notamment exogènes, en particulier les matières végétales (résidus de culture) et leur valorisation. Enfin, la section (C) traite de la décomposition des matières végétales dans le sol, donc par conséquent des interactions entre les microorganismes et les apports au sol.



Figure 2 : Le positionnement et la complexité externe et interne du sol (Gobat et al., 2010)

Le sol est une ressource naturelle, fragile et non renouvelable. Il fournit diverses fonctions environnementales, mais aussi des services écosystémiques indispensables aux sociétés humaines. Les principaux enjeux causant la dégradation des terres arables sont les pratiques de gestion non durables et les phénomènes climatiques extrêmes (FAO, 2015; http://www.fao.org/3/a-i4373f.pdf, consulté le 20/07/2017).

Pédologiquement, il s'agit de la couche superficielle de la croûte terrestre, localisée entre la lithosphère et l'atmosphère (Gobat et al., 2010), dont l'épaisseur peut varier de quelques millimètres à quelques mètres. Cette couche provient de la transformation lente des rochesmères initiales, sous l'action de phénomènes physiques, chimiques et biologiques, au cours des temps géologiques (Davet, 1996). Horizontalement, c'est un volume (pédosphère) qui s'étend à la surface des continents et occupe une position centrale par rapport aux quatre autres grands milieux naturels de la planète (Figure 2) : la lithosphère, l'hydrosphère, l'atmosphère et la biosphère (Tardy, 2014).

Deux fractions principales constituent le sol : la fraction inerte (phases gazeuse, liquide et solide majoritairement minérale) et la fraction vivante. Ces fractions présentent des possibilités d'interaction et sont indispensables pour le bon fonctionnement du sol. En plus de cette composition complexe, les sols peuvent présenter une variabilité de structure (modes d'assemblage des particules minérales/organiques) et de texture (granulométrie). Dans les sols cultivés, la structure varie sous l'effet des contraintes (outils, engins...), du climat et des êtres vivants présents. Tout cela induit une forte hétérogénéité des caractéristiques physico-chimiques et structurales à petite et grande échelle (agrégat, motte, parcelle, champ...), et permet une multitude d'habitats pour les organismes indigènes (Girard *et al.*, 2005).

Ainsi, le sol n'est pas seulement un substrat physico-chimique, mais aussi un support de vie (Davet, 1996). Constitué d'un grand réservoir de biodiversité, il participe notamment à la transformation des matières organiques (MO) et minérales.



Figure 3 : Principaux organismes du sol. *Extrait de* (Decaëns, 2010) Les groupes étudiés dans la thèse sont encadrés en rouge

A) Les microorganismes : principaux acteurs dans le sol

La grande hétérogénéité des sols, les paramètres microclimatiques ainsi que la diversité et les caractéristiques des organismes permettent le développement et le maintien d'un grand nombre de niches écologiques. Ainsi, on estime par exemple une abondance d'environ 260 millions d'organismes dans 1 m² de sol de prairie permanente, et plus d'êtres vivants que d'hommes sur terre dans 1 hectare de sol de forêt (Godat *et al.*, 1998). De plus, les organismes du sol présentent une forte diversité. On peut trouver en moyenne dans 1 g de sol : 50-100 espèces de protistes et de champignons, 30-80 espèces d'invertébrés (Adl & Gupta, 2006), et 20000-40000 espèces de bactéries (Tiedge, 1995). Malgré cela, la fraction de sol occupée par des organismes vivants (biocénose) reste inférieure à 0,000001% de la surface planétaire totale de sol (Young & Crawford, 2004).

Les organismes telluriques sont le plus communément classés par ordre de taille : microflore/faune, méso, macro et mégafaune (Decaëns, 2010) (Figure 3). Selon le mode d'alimentation de ces organismes, des relations (trophiques et non trophiques) conditionnent le fonctionnement des communautés du sol (Sauvadet, 2016). Aujourd'hui, la biodiversité est considérée comme un facteur déterminant le fonctionnement des écosystèmes terrestres qu'il est nécessaire de préserver (Copley, 2000).

I. Microorganismes et leurs rôles biologiques dans les sols

I.1. Description des microorganismes

Parmi les organismes du sol, plus de procaryotes (10^{16}) sont contenus dans une tonne de sol que notre galaxie ne contient d'étoiles (10^{11}) (Curtis & Sloan, 2005). Cette microflore est caractérisée par une grande diversité taxonomique et génétique renfermant des groupes connus tels que bactéries, champignons, algues, protozoaires et nématodes, sans oublier les archées et les virus.

La biomasse microbienne est fortement liée à l'humidité du sol (Fierer, 2017). En effet, à l'échelle mondiale, les écosystèmes les plus humides (comme les forêts tropicales) contiennent généralement de plus grandes quantités de biomasse microbienne permanentes (Figure 4a). Cependant, les taxons microbiens présentent des abondances différentes dans les sols, avec généralement une dominance par les bactéries et les champignons. Ces derniers



Figure 4 : Estimation de la répartition de la biomasse microbienne totale du sol (somme de tous les groupes microbiens : bactéries, champignons, archées, protistes et virus) à travers le globe (a) et estimation de la contribution relative aux principaux groupes microbiens (b). *Extrait de Fierer (2017)*

présentent habituellement 10^2 à 10^4 fois plus de biomasse que les autres groupes microbiens majeurs du sol (Figure 4b). A titre d'exemple, Torsvik *et al.*, (1998) ont estimé qu'un gramme de sol contient environ 10^9 bactéries, 10^5 champignons et protozoaires, 10^4 algues et 10^3 archées. Ces chiffres restent une estimation et peuvent évidemment varier en fonction des sols. Dans le sol, les communautés bactériennes comprennent une multitude d'individus unicellulaires. Les champignons quant à eux, sont presque exclusivement retrouvés sous forme filamenteuse. Leurs hyphes sont souvent organisés de façon grossière et impliqués dans un large réseau de mycélium (Brodie *et al.*, 2003).

Malgré la classification des organismes du sol définie par la communauté scientifique, l'inventaire des organismes de petite taille, notamment bactéries et champignons, reste limité par rapport à ceux vivant au-dessus du sol comme les végétaux. Ceci est dû à leur petite taille et aux difficultés techniques. Il est vrai que les outils biomoléculaires ont permis l'acquisition de plus de connaissances ces dernières années. En 2018, un premier atlas mondial regroupant les taxons bactériens les plus abondants dans les sols en groupes écologiques (suivant leur préférences environnementales) a été construit (Delgado-Baquerizo *et al.*, 2018). Cependant, la majorité des taxons bactériens et archéens du sol appartiennent à des lignées qui restent indéterminées. En effet, les espèces bactériennes et archées les plus abondantes ne représentent qu'un faible pourcentage de l'ADN des procaryotes (Fierer, 2017). Il en est de même pour les champignons du sol et les protistes. Par exemple, il s'est avéré dans une étude de diversité menée sur 596 échantillons du Central Park de New York, que les séquences du gène ARNr 16S de plus de 80 % des taxons bactériens et archéens ne correspondaient pas avec les bases de données de référence (Ramirez *et al.*, 2014).

Dans le sol, les microorganismes présentent une distribution hétérogène et conditionnée par plusieurs facteurs tels que les propriétés physicochimiques du sol (texture, structure, composition, ...) et la distribution spatio-temporelle des ressources nutritives (Pascault, 2010). Ainsi, la diversité et l'activité microbiennes se trouvent concentrées dans des « hotspots », zones à haute activité biologique. L'un des principaux « hotspots » est la détritusphère (10 premiers cm du sol) où les résidus organiques et les racines végétales sont abondants, favorisant la biomasse et les activités microbiennes (Nicolardot *et al.*, 2007).

I.2. Rôles biologiques des microorganismes

Grâce à leur incroyable diversité taxonomique, physiologique et métabolique, les microorganismes contribuent fortement aux nombreux services environnementaux et écosystémiques assurés par les sols (Tableau 1). Jouant un rôle majeur dans la dynamique de

Tableau 1 : Services écosystémiques assurés par les sols en relation avec les processus et lesfonctions et exemples d'organismes impliqués dans la fourniture de ces services (Haygarth et*Ritz, 2009*)

	Services éco systémiques	Bien associés, processus et fonctions	Exemples de contribution	
	Formation des sols	Altération du matériau parental et processus pédogénétiques	Lichens	
SUPPORT	Production primaire	Direct: Fixation du carbone Indirect: Interaction avec les plantes vasculaires	Cyanobactéries	
	Cylce du carbone et des éléments nutritifs	Biodégradation de la matière organique Transformations de l'azote et du phosphore	Macrofaune Nombreux protozoaires,nématodes Nombreux bactéries, archées et champignons	
	Plate-forme Stabilité structurale du sol		De nombreux	
LNE	Stockage de l'eau	The second second second second	microorganismes les vers de terre et d'autres organismes de la macrofaune	
WEME	Habitat	Dynamique de la structure du sol (porosité)		
NOIS	Biodiversité/ ressources génétiques	Réservoir de processus d'adaptation et d'évolution		
ROVI		Source de nouveaux composés pharmaceutiques	L'ensemble de la biocénose _ du sol	
APP	Approvisionnement alimentaire	Via la production primaire, champignons comestibles	•	
	Régulation de la qualité de l'eau	Purification via: la dynamique de la structure (porosité), la dynamique de la dégradation des xénobiotiques et des agents pathogènes	De nombreux organismes ex. via l'adhésion bactérienne, le pontage fongique, le creusement de galeries et la restructuration du sol	
NOIL	Régulation de l'approvisionnement en eau	Dynamique de la structure du sol (porosité)		
AULA	Contrôle de l'érosion	Dynamique de la structure du sol Stabilisation de la structure du sol		
REC	Régulation biologique	Réseaux trophiques Contrôle des bio-agresseurs: parasitisme et prédation	L'ensemble de la biocénose du sol	
	Régulation des gaz atmosphériques et du climat	Régulation des gaz à effet de serre	L'ensemble de la biocénose du sol	
REL	Récréatif Par les terrains sportifs et les espaces verts			
TUR	Santé et bien-être	Liens avec le système-sol dans sa globalité et services	L'ensemble de la biocénose du sol	
D	Patrimoine	Interactions avec l'archéologie		

la matière organique (Stockmann et al., 2013; Tian et al., 2017), les bactéries et les champignons ont été considérés comme acteurs principaux dans la séquestration du carbone dans les sols (Clemmensen et al., 2013). En effet, la minéralisation de composés organiques complexes en molécules plus simples et le processus d'humification sont majoritairement réalisés par les microorganismes hétérotrophes du sol. Ces derniers sont de ce fait à la base de nombreuses chaînes trophiques, car en minéralisant la matière organique tels que les polymères végétaux (environ 90% des apports organiques des sols), ils la rendent disponible à d'autres organismes (Lebrun, 2010). La plupart des processus intervenant dans la dégradation de la matière organique par les microorganismes est médiée par les enzymes que ces derniers produisent (Emmerling et al., 2002). Outre le cycle du carbone, les bactéries et les champignons sont impliqués dans le cycle de l'azote : fixation de l'azote atmosphérique, l'ammonification, la nitrification et la dénitrification ; et d'autres cycles biogéochimiques (Lévêque, 2001), tels que le soufre, le phosphore, ... Ainsi, la composante microbienne facilite l'assimilation des éléments par les plantes, et peut donc impacter aussi la santé et la croissance de ces dernières. De plus, ces microorganismes interviennent au niveau de la stabilité structurale des sols, soit directement en augmentant la cohésion entre les particules du sol sous l'action des hyphes fongiques, en particulier les champignons mycorhizogènes à arbuscules, soit indirectement via la sécrétion de substances hydrophobes ou agrégantes (Haygarth & Ritz, 2009). Ce rôle est d'autant plus important dans un contexte agricole où le maintien d'une structure poreuse dans le sol est essentiel pour permettre les échanges gazeux. Dans le cas des sols pollués, les communautés microbiennes peuvent également jouer un rôle crucial dans la décontamination tels qu'en présence de métaux lourds (Lebrun et al., 2015), de polluants organiques (Delsarte et al., 2018) ou encore de pesticides (Qiu et al., 2006).

I.3. Microorganismes dans les sols agricoles

De nombreux paramètres biotiques et abiotiques, dépendants des contraintes naturelles et des modes d'usage des sols, peuvent intervenir pour modeler la structure des communautés microbiennes dans les sols dans leur diversité et leur abondance (Meyer *et al.*, 2013; Tian *et al.*, 2017). En effet, les paramètres pédoclimatiques telles que les variations climatiques (Lauber *et al.*, 2013), la teneur en eau (Drenovsky *et al.*, 2004), les teneurs en carbone organique et en azote (Fierer *et al.*, 2007; Asuming-Brempong *et al.*, 2008) peuvent affecter l'abondance et la diversité microbienne (Thomson *et al.*, 2015).

En agriculture, les itinéraires techniques utilisées peuvent générer des changements au niveau des communautés microbiennes. Il peut s'agir de :

- Changement du couvert végétal ou cultures en continu (Asuming-Brempong *et al.*, 2008; McGovern *et al.*, 2014)
- Méthodes mécaniques employées comme le labour, perturbant les communautés microbiennes se trouvant principalement dans les premiers centimètres du sol (Bissett *et al.*, 2011; Sauvadet *et al.*, 2018)
- Stress chimique tel que l'apport de pesticides, contribuant à la baisse de la diversité microbienne (Karpouzas *et al.*, 2014)
- Apports de substances fertilisantes (Jangid et al., 2008a; Zhao et al., 2012)

Tout comme la structure des communautés microbiennes, l'activité des enzymes est dépendante des caractéristiques physicochimiques, des modes d'usages des sols et des pratiques culturales (Acosta-Martínez & Tabatabai, 2001; Riah-Anglet, 2014). Par ailleurs, les activités enzymatiques présentent une variabilité spatio-temporelle très importante dans les sols. Au sein d'un même sol, la variabilité spatiale est liée à la distribution des propriétés du sol telle que l'humidité et la matière organique (Monreal & Bergstrom, 2000).

En comparant les types de modes d'usage, des activités enzymatiques plus faibles de la β glucosidase, de l'acide phosphatase et de l'arylsulfatase ont été observées dans les systèmes cultivés les plus perturbés (culture < forêt < prairie) (Acosta-Martínez *et al.*, 2007). Néanmoins, une modification de la structure de la communauté microbienne ne conduit pas nécessairement à un changement de sa fonction (Nannipieri *et al.*, 2003; Griffiths *et al.*, 2004).

II. Les méthodes d'estimation des microorganismes

L'ensemble des services écosystémiques résulte de la complexité des assemblages taxonomiques et fonctionnels des communautés indigènes et des interactions entre les organismes du sol (Coleman & Whitman, 2005). Pour mieux comprendre les mécanismes impliqués dans ces services, il est nécessaire d'étudier les différentes composantes microbiennes : estimation de la biomasse, mais aussi analyse de la structure (génétique ou fonctionnelle). En effet, une description complète des communautés microbiennes inclurait non seulement l'étude du nombre d'espèces et de la quantité d'individus représentants chaque espèce (abondance), mais également le rôle des espèces (fonction) et leurs interactions au sein des communautés (Little *et al.*, 2008; Fuhrman, 2009; Aschi, 2016).

Tableau 2 : Principales techniques utilisées pour la caractérisation des communautés microbiennes du sol

	Variables me	surées	Techniques	Références
Abondance	Microorganismes	ADN total	Extraction et dosage par	Gangneux et al., 2011
	totaux	C microbien	spectrofluorimétrie Fumigation-extraction	Vance et al., 1987; Wu et al.,
		Respiration	Infrarouge	1990 Terhoeven-Urselmans et al., 2008
				Cécillon et al., 2008
	Bactéries	Bactéries cultivables	Dénombrement	Calbrix et al. 2005
		Bactéries totales	PLFA	Bossio et al., 1998
			Quantification de l'ADN 16S par par PCR en temps	Gangneux et al., 2011 Plassart et al., 2008
			Infrarouge	Terhoeven-Urselmans et al., 2008
				Cécillon et al., 2008
	Champignons	Champignons totaux	PLFA	Anderson et al., 2008
			Quantification de l'ADN	Gangneux et al., 2011
			18S par PCR en temps réel	Plassart et al., 2008
			Mesure de l'ergosterol libre	Gong et al., 2001
			el lotal par HPLC DAD Mesure de l'ergostérol par	Legias et al., 2000 Terboeven Urselmans et al
			infrarouse	2008
				Cécillon et al., 2008
Diversité	Bactéries	Profil métabolique des	BIOLOG	Calbrix et al., 2005
		bactéries cultivables		
		Diversité des communautés	Mesure par T-RFLP	Liu et al., 1997
		Croupes bactériens des	Quantification de l'ADNr	Distance of all 2000 of 2011
		bactéries totales	16S spécifique à certains	rimppot et al., 2009 et 2011
		outeries toures	groupes bactériens par PCR	<u>_</u>
			et PCR en temps réel	
		Communautés actives	Quantification de l'ARNr	Sharma et al., 2006
			18S par PCR et PCR en	
4 4.7	Minnen	Manua da Bastaití	temps réel	S-Lf 1062
Activite	totaux	enzymatique	Elupropenase	A dam at Duncan 2001
			Linase	Gunta et al. 2002
			Cellulase	Trap et al. 2012
			Galactosidase	Eivazi et Tabatabai, 1988
			N-acetyl glucosaminidase	Trap et al, 2012
			Xylanase	Schinner and Von Mersi, 1990
			Arylsulfatase	Tabatabai et Bremner, 1970
			β-glucosidase	Eivazi et Tabatabai, 1988
			Urease	Sinsabaugh et al, 2000
				2001
			rnosphatase acide	Trap et al, 2012
			InfraRouge	Terhoeven-Urselmans et al., 2008
				Cécillon et al., 2008
	Bactéries	Bactéries actives	Quantification de l'ARNm	Henderson et al., 2010
			16S par PCR et PCR en temps réel	,
	Champignons	Champignons actifs	Quantification de l'ARNm	Kuramae et al., 2013
	1.9	10	18S par PCR et PCR en temps réel	,
Fonction	Microorganismes	<u>ــــــــــــــــــــــــــــــــــــ</u>	Minéralisation du carbone	Norme AFNOR 2009
	totaux		Minéralisation de l'azote	Norme AFNOR 2009

Le manque de connaissances sur l'implication de la diversité microbienne dans le fonctionnement biologique du sol est surtout dû au fait que l'écologie microbienne s'est longtemps heurtée à des difficultés notamment d'ordre technique. En effet, les caractéristiques des microorganismes et des sols n'ont pas simplifié la tâche aux écologues. Les microorganismes, comme leur nom l'indique, sont de petite taille, difficiles à distinguer morphologiquement, et présentent une grande diversité génétique et métabolique. Les sols à leur tour présentent une forte hétérogénéité et complexité physique et chimique compliquant l'accessibilité technique aux microorganismes (Maron *et al.*, 2011; Tardy, 2014). De plus, l'importance de la diversité microbienne dans les fonctions du sol a été en quelque sorte sousestimée, par rapport à l'influence des paramètres abiotiques, comme l'intensité des flux d'éléments (Tiedje *et al.*, 1999), ou en raison de la théorie de redondance fonctionnelle (Allison & Martiny, 2008). Cependant, aujourd'hui, les avancées technologiques (notamment génétiques) offrent de nouvelles opportunités pour la communauté scientifique pour comprendre les liens communautés microbiennes-fonctions du sol.

Pour éviter de faire une liste exhaustive de toutes les techniques recouvrées en écologie microbienne, le Tableau 2 pointe celles dont l'usage est courant.

II.1. Quantification des microorganismes

Un grand nombre de techniques existent aujourd'hui pour l'estimation de la biomasse microbienne totale ou la proportion relative de certains groupes microbiens. Nous nous focaliserons dans cette partie sur les principales méthodes qui permettent la quantification de la biomasse totale, bactérienne et fongique.

II.1.1. Approches quantitatives globales

Le concept de biomasse microbienne a été initialement proposé par Jenkinson, (1966). Malgré la faible proportion du C microbien par rapport au C total (0,5 à 5 %), la biomasse microbienne est considérée comme un bon indicateur de la qualité des sols. Les mesures de biomasse microbienne ont toujours été très utilisées (Chaussod *et al.*, 1992; McDaniel *et al.*, 2014) et sont généralement les seules prises en compte dans les modèles de minéralisation de la matière organique pour représenter la composante microbienne (Pascault, 2010).

Les principales méthodes sont la fumigation-extraction du carbone microbien, l'extraction et dosage de l'ADN total et les acides gras phospholipidiques totaux (PLFA), et la respiration par infrarouge. L'estimation de la biomasse étant une mesure quantitative et non qualitative, elle peut être complétée par des mesures plus informatives sur les processus étudiés, lors d'études microbiennes approfondies. Pour cela, l'une des méthodes d'extraction d'ADN

 Tableau 3 : Liste des techniques permettant l'étude des structures génétiques des communautés microbiennes, leurs principes, avantages et inconvénients. *Extrait de (Pascault, 2010)*

	Technique	Gène ciblé	Principe méthode	Principaux avantages et techniques de la méthode	Principaux inconvénients techniques de la méthode
Différentiation suivant la taille de la séquence	ARDRA (amplified rDNA restriction analysis) ou RFLP (restriction fragment length polymorphism)	ARNr 16S	Amplifiats digérés par enzymes de restriction et séparés sur gels d'agarose ou de polyacrylamide	Utile pour communautés microbiennes simples	- Nécessité de faire plusieurs restrictions multiples si pas assez sensible avec une - Perte d'information phylogénétique si profil génétique trop complexe.
	TRFLP (Terminal- Restriction fragment length polymorphism)	ARNr 16S ou autres gènes	Amplifiats marqués sur côté 5' digérés par enzymes de restriction, puis détection des T- RFs (terminal-restriction fragment) sur gel de polyacrylamide ou séquenceur capillaire	 Peut permettre assignation phylogénétique des microorganismes Bonne résolution pour comparaison de communautés complexes Permet de réduire la complexité des profils retrouvés pour l'ARDRA 	- Assignation de faible résolution - Surestimation diversité
	RAPD (Random Amplified Polymorphic DNA)	Différents endroits de l'ADN génomique	Utilisation d'amorces courtes ciblant au hasard dans le génome, puis migration sur gel d'agarose ou d'acrylamide	Rapide et sensible par comparaison de communautés complexes	 Manque de reproductibilité Pas d'information phylogénétique sur composition microbienne
	ARISA (Automated Ribosomal Intergenic Spacer Analysis)	ITS : Intergenic transcribed spacer entre les gènes 16S et 23S pour bactérie	Amplifiats marqués par un fluorochrome, sur séquenceur migration sur gel de polyacrylamide et séquences détectées par laser	 Plus haute hétérogénéité en longueur et en nucléotide des séquences Hautement résolutif 	 Amplification préférentielle des séquences les plus courtes Un organisme peut contribuer à un ou plusieurs signaux
Différentiation suivant la composition de la séquence	DGGE (Denaturing Gradient Gel Electrophoresis) et TGGE (Temperature Gradient Gel Electrophoresis) SSCP (Single Strand Conformation	Pas de gène précis ou ARNr 16S avec amorce en 5' avec clamp riche en GC Pas de gène précis	Dénaturation des amplifiats et électrophorèse des produits PCR en présence d'un gradient (agent dénaturant chimique ou physique) Analyse électrophorétique sur gel d'acrylamide non dénaturant	 Bandes d'intérêt peuvent être excisées du gel pour séquençage Abordable d'un point de vue économique Bandes d'intérêt peuvent être excisées du gel pour 	 Sensibilité et résolution limitées Comparaison inter-gels difficile Faible taille des séquences Faible efficacité PCR dû à l'amorce riche en GC. Fort taux de réassociation des simples brins
	Polymorphism)		ou sur séquenceur capillaire des amplifiats sous forme de fragments simple brin	séquençage	- Une espèce peut être représentée par plusieurs pics

donnant un meilleur rendement est le « bead beating » (Miller *et al.*, 1999; Nannipieri *et al.*, 2003b). L'efficacité de lyse des cellules étant variable, la technique repose sur la rupture physique des cellules par des microbilles en verre ou en céramique. Martin-Laurent *et al.*, (2001) ont montré que quelle que soit la méthode de « bead beating » employée, les échantillons d'ADN extraits permettent la caractérisation des communautés microbiennes à l'aide de méthodes moléculaires.

II.1.2. Approches quantitatives spécifiques

Les phospholipides (composants essentiels des membranes des cellules vivantes) sont utilisés comme indicateurs de la microflore du sol (Nannipieri et al., 2003). La méthode a l'avantage de permettre une différenciation des PLFA d'origine bactérienne de ceux d'origine fongique et de déterminer les proportions relatives de chacun de ces types microbiens dans la biomasse microbienne totale (Šantru°c^{*}ková *et al.*, 2003). De même, à partir de l'ADN total extrait et dosé, une estimation des ADN bactérien (ADNr 16S) et fongique (ADNr 18S) est possible par réaction en chaîne par polymérase (PCR) en temps réel. Des méthodes standards tel que le dénombrement des bactéries hétérotrophes aérobies cultivables du sol sont communément utilisées (Olsen & Bakken, 1987; Calbrix, 2005) mais demeurent informatives. D'autres outils tels que la cytofluorométrie en flux, la microscopie à fluorescence et le dosage de l'ergostérol, peuvent être également utilisées. Les deux premières permettent d'éviter les dénombrements de bactéries par exemple. En effet, seulement 0,1 à 1% des populations bactériennes observées au microscope peuvent être cultivées par les méthodes de microbiologie pasteuriennes traditionnelles (Torsvik et al., 1998), ce qui remet en question leur représentabilité. Le dosage de l'ergostérol, quant à lui, permet la quantification des champignons totaux, et peut se faire par chromatographie en phase liquide à haute performance HPLC DAD (Gong et al., 2001; Legras et al., 2006).

II.2. Analyse de la diversité microbienne

II.2.1. Diversité génétique microbienne

Toujours à partir de l'ADN extrait, une représentation globale de la structure génétique des communautés microbiennes peut être élaborée. En effet, des techniques de génotypage basées sur le principe de migration électrophorétique différentielle sur gels d'agarose ou polyacrylamide permettent de déterminer des « empreintes génétiques » des communautés microbiennes. Les techniques de migration des bandes suivant leur taille (ARDRA, t-RFLP, RAPD, ARISA) ou suivant leur séquence (DGGE, TGGE, SSCP) sont résumées dans le Tableau 3.

Le clonage/séquençage est une méthode qui offre une haute résolution phylogénétique pour l'identification des espèces (Torsvik *et al.*, 1998; Ranjard *et al.*, 2000), généralement à partir d'une amplification des gènes ribosomiques. Cette technique est coûteuse en temps et en argent. En effet, une centaine de clones sont séquencés par échantillon étudié. Malgré cela, les résultats obtenus informent de la diversité des populations majoritaires et permettent de mettre en évidence des modifications résultant de perturbations environnementales. Pour s'affranchir de l'étape de clonage et obtenir jusqu'à 400 000 séquences valides en un seul « run » (Christen, 2008), les dernières avancées technologiques se sont concentrées sur le séquençage à haut débit tel que le pyroséquençage. Toutefois, les séquences obtenues sont à l'heure actuelle très courtes (400bp maximum), laissant supposer une faible efficacité de l'affiliation taxonomique des séquences pour atteindre le niveau de l'espèce (Riah-Anglet, 2014).

II.2.2. Diversité fonctionnelle métabolique

Malgré le grand nombre de méthodes mises au point pour observer les communautés microbiennes, il est difficile de faire le lien entre la structure des communautés et leurs fonctions. Le système Biolog est un moyen permettant d'évaluer la richesse d'activités métaboliques globales des communautés bactériennes cultivables du sol à travers la métabolisation d'un panel de 31 substrats carbonés différents. Cette technique permet de comparer les activités potentielles moyennes ou average well color development (AWCD), ainsi que de comparer des matrices de données type analyse en composante principale (ACP). Couramment utilisé en écologie microbienne (Preston-Mafham *et al.*, 2002; Calbrix, 2005), il est proposé comme alternative aux outils moléculaires (Widmer *et al.*, 2001). Cependant, plusieurs limites de cette méthode existent dont :

- la sélection des microorganismes cultivables suivant les conditions expérimentales utilisées et notamment la durée et la température d'incubation (Garland & Mills, 1991)
- la favorisation des microorganismes à croissance rapide (Yao et al., 2000)
- la dépendance de la densité d'inoculum ajouté dans les puits (Garland, 1996)
- la réflexion d'une diversité fonctionnelle potentielle qui peut être différente de celle présente *in situ* (Garland & Mills, 1991). En effet, les sources de carbone dans les puits ne sont pas toujours représentatives de celles présentes *in situ* (Yao *et al.*, 2000). De plus, une espèce minoritaire ou inactive dans la population du sol peut présenter

Cycles biogéochimiques	Composé	Forme	Enzyme
Activités globales			Hydrolyse de la FDA
			Dehydrogenase
Carbone	Cellulose	Polysaccharide	Endocellulase
			β- glucosidase
	Galactose		β- glucosidase
	Hemicellulose		Xylanase
	Chitine		Endo-chitinase
			N-acetylglucosaminidase
			Amylase
	Lignine	Aromatique	Phenoloxidase
			Laccase
			Peroxidase
			LiP
			MnP
	Esters d'acides gras	Aliphatique	Lipase
Azote	Protéines	Peptidique	Endo-peptidase
	Peptides		Aminopeptidase
	-		Carboxypeptidase
	Amine	Non-peptidique	Amidase
			Urease
			(Adenosine) deaminase
			(Aryl)deaminase
Phosphore		Triester	Phosphotriesterase
-		Diester	Phosphodiesterase
			DNAase, RNAase
		Monoester	Phosphomonesterase
			Phytase
Soufre		Phenol Sulfate	Arylsulfatase

 Tableau 4: Principales enzymes faisant l'objet de recherches en enzymologie des sols

 (Caldwell, 2005)



Figure 5 : Exemple de l'activité de la β -glucosidase pendant la décomposition de (a) feuilles de chêne en sol de forêt *(Šnajdr et al., 2011)*, (b) feuilles d'érable en microcosmes de sol *(Rinkes et al., 2011)* et (c) feuilles (vert), tiges (noir) et racines (rouge) de maïs par un basidiomycète *Phanerochaete chrysosporium* en microcosmes *(Lashermes et al., 2016)*

un avantage compétitif dans le puits, menant à une surestimation de sa contribution réelle dans la population (Riah-Anglet, 2014).

Malgré ses désavantages, le système Biolog présente une capacité à détecter des perturbations subtiles dans des environnements très diversifiés (sédiments, rhizosphère...) dont les sols (Romaní *et al.*, 2006; Plassart *et al.*, 2008a). C'est pour cela que cet outil est devenu précieux en écologie microbienne, et plus particulièrement lorsqu'il est utilisé en parallèle avec d'autres méthodes.

II.3. Mesure des fonctions microbiennes et des activités enzymatiques

Pour étudier l'implication des microorganismes dans les processus qui ont lieu dans le sol (notamment la décomposition de la matière organique), plusieurs méthodes renseignant sur les activités microbiennes telluriques ont émergé. L'estimation de la minéralisation du carbone et de l'azote permet d'avoir une vue d'ensemble du fonctionnement biologique des sols. Dans le cas des apports organiques, ces mesures permettent d'estimer leur taux de décomposition, et sont par conséquent détaillées plus loin. Or, c'est grâce à la production d'enzymes, premiers indicateurs du fonctionnement du sol (Almeida *et al.*, 2015), que la dépolymérisation de l'intégralité des composés végétaux en molécules simples est possible (Romaní *et al.*, 2006). La production de ces protéines dépend des exigences métaboliques des organismes. Certaines sont sécrétées pour réguler la dégradation, la transformation et la minéralisation des matières organiques. En effet, elles catalysent toutes les réactions biochimiques et interviennent surtout dans les cycles biogéochimiques des éléments nutritifs du sol tel que le carbone, l'azote, le phosphore et le soufre (Criquet *et al.*, 2000; Caldwell, 2005; Sinsabaugh, 2010) (Tableau 4).

Parmi les catégories d'enzymes qui reflètent bien la dynamique de décomposition des matières végétales, citons les enzymes hydrolytiques du carbone. Elles sont généralement associées à la dégradation des constituants polysaccharidiques pariétaux (Bell *et al.*, 2014), notamment la cellulose (cellulase, cellobiohydrolase, *B*-glucosidase) et l'hémicelllulose (xylanase, *B*-xylosidase). Des variations dans l'activité de ce groupe d'enzymes sont observées suivant le dispositif expérimental utilisé. Mais généralement, un pic est souvent observé sur les premiers stades, que ce soit dans les expérimentations en sol (Šnajdr *et al.*, 2011) ou en microcosmes (Rinkes *et al.*, 2011; Lashermes *et al.*, 2016) (Figure 5).

Les méthodes de dosage des activités enzymatiques du sol ne sont pas universelles, et peuvent également créer des divergences entre les auteurs et des difficultés dans la

comparaison des résultats. Une approche classique consiste en la détermination d'une cinétique après optimisation et fixation des conditions expérimentales (pH, température, substrat). Une seconde approche tente d'imiter les conditions environnementales dans le sol afin de rapprocher au mieux l'activité enzymatique potentielle des conditions naturelles.

Les résultats dans la littérature peuvent également varier suivant d'autres paramètres comme la préparation des sols (tamisés ou non ; frais, séchés ou congelés) et la méthode de dosage (couplage des substrats avec le *para*-nitrophénol (*p*-NP) appelé colorimétrie ou avec le methyl-umbelliferone (fluorimétrie).


Figure 6 : Relation entre la teneur en carbone organique du sol (SOC %) et le pourcentage d'agrégats stables à l'eau (WSA%) (*Stengel et al., 1984*)

B) Les matières végétales apportées au sol

La matière organique fraîche (MOF) du sol est la matière organique (MO) provenant de la mort des êtres vivants, leurs déchets et leurs sécrétions avant sa transformation en humus. L'humus est un terme défini par (Stevenson, 1994) comme étant la fraction organique totale du sol hormis les produits non décomposés d'origines végétale et animale, les produits de leur décomposition partielle et la biomasse du sol. A titre d'exemple, 2 à 20 % du carbone apportés par les résidus et racines de plantes sont humifiés dans le sol (Lal, 2004). Ce processus est détaillé plus loin dans la section (C).

La MO du sol affecte ses propriétés et la disponibilité des nutriments pour la croissance microbienne et végétale. Stengel *et al.*, (1984) ont par exemple montré que la stabilité des agrégats dans le sol est liée à la teneur en carbone organique dans le sol (Figure 6).

L'équilibre du carbone organique dans le sol est principalement gouverné par deux processus biologiques : le taux de transfert de MO dans le profil du sol et l'activité microbienne du sol (Kutsch *et al.*, 2009). La décomposition et la minéralisation (détaillées plus loin) de la MO du sol entraînent la libération de CO₂ ainsi que d'autres traces de gaz (CH₄ et CO). Certains de ces gaz traces peuvent être fixés par les microorganismes du sol et recontribuer à la MO du sol (Kutsch *et al.*, 2009). Les pertes de carbone sont également attribuées à la lixiviation de composés carbonés organiques solubles, ainsi qu'aux pertes de particules dues à l'érosion et au ruissellement (Powlson *et al.*, 2011).

Des facteurs comme le mode d'usage peuvent impacter la teneur en matière organique des sols. Cette dernière peut être améliorée à travers l'apport de matières organiques exogènes (MOE), tels que boues, lisier, fumier, compost, et résidus de culture. En effet, les MOE ont été définies comme l'ensemble des matières organiques appliquées au sol dans le but de fertiliser, d'amender ou de restaurer les sols. En Europe, environ 1,6 milliard de tonnes de MOE sont produites chaque année : 61% d'origine animale, 25% d'origine végétale, 7% de déchets urbains (boues d'épuration, biodéchets et déchets verts) et 7% de déchets industriels (Houot *et al.*, 2009; Peltre, 2010).

Ainsi, les MOE peuvent influencer :

- Les propriétés chimiques des sols : augmentation de l'adsorption des éléments nutritifs dont les plantes ont besoin pour se développer par accroissement de la capacité d'échange cationique (CEC, ensemble des charges négatives dans les sols)



Figure 7 : Principaux producteurs de céréales au niveau mondial en 2016/2017 (passion céréales ; https://www.passioncereales.fr/dossier-thematique/les-c%C3%A9r%C3%A9ales-en-chiffres, consulté le 28/05/18)

- Les propriétés physiques des sols : amélioration de la structure du sol en augmentant par exemple la résistance à l'érosion. En particulier, les hyphes fongiques peuvent former des liaisons physiques reliant entre eux les macroagrégats ou produisent des polysaccharides extracellulaires s'attachant aux microagrégats et formant des macroagrégats (Tisdall, 1994)

- Les propriétés biologiques des sols : amélioration des ressources du sol en nutriments pour les microorganismes telluriques et augmentation de la teneur en carbone. Les interactions entre apports et microorganismes du sol sont appréhendées dans la dernière partie du chapitre bibliographique

- La séquestration du carbone dans les sols : par adoption de plusieurs pratiques culturales (réduction du labour, amélioration des rotations, irrigation, conversion de sols arables en prairies ou en forêts) mais aussi une utilisation efficace et adaptée des apports organiques (Smith *et al.*, 2000).

I. Cultures et valorisation agronomique des résidus de culture

I.1. Importance économique des cultures de céréales et d'oléagineux

Pouvant se développer dans des sols et sous des climats très variés, la culture des céréales occupe la moitié des terres arables mondiales. En France, 11 millions d'hectares/an, soit la moitié du sol labourable français, sont cultivés en céréales et 70 millions de tonnes sont récoltées. Riches en amidon (jusqu'à 60%), elles présentent une source d'énergie privilégiée. En plus de l'importance majeure des céréales en alimentation humaine, 9,8 millions de tonnes de céréales sont utilisées en alimentation animale, avec un maximum pour le blé tendre (55%) (Passion céréales ; https://www.passioncereales.fr/la-filiere/la-filiere-en-chiffres, consulté le 28/05/18). Au niveau mondial, l'Union européenne (UE) s'est positionnée en 2017 comme le 3^{ème} producteur de céréales après la Chine et les Etats-Unis (Figure 7).

Parmi les céréales, la production française de blé représente 29 504 454 tonnes, avec un rendement de 53 041 hg.ha⁻¹, pour une superficie récoltée de 5 562 553 ha (FAOSTAT, 2016 ; http://www.fao.org/faostat/fr/#data/QC, consulté le 29/05/18).

Les oléagineux sont également cultivés à l'échelle mondiale. En 2015, l'UE a été le premier producteur d'oléagineux dans le monde, avec 7,4 Mn de tonnes produites en France (FOPO ; http://www.fopoleopro.com/la-fop/chiffres-cles/, consulté le 28/05/18). Leur production est principalement dédiée à l'huile végétale utilisée en alimentation et en production de biodiésel. La trituration (broyage et pressage) des graines pour l'obtention de l'huile laisse un coproduit appelé tourteaux d'oléagineux, riches en protéines (jusqu'à 50%, pour le soja par exemple). Les tourteaux protéiques trouvent leur intérêt en alimentation animale. Plus de 20

Tableau 5 : Evaluation des gisements des résidus de culture en milliers de tMS/an entre 2010et 2013. Source : Ademe, (2015) https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/panorama-coproduits-residus-biomasse-chimie-biosources-annexe.pdf, consulté le 28/05/18)

Résidus de cultures	Volume total produit (%)	Source des données	Période de référence
Paille de céréales	66,0	ONRB, 2015	2013
Menues pailles de céréales	19,7	Calculé d'après Solagro/Inddigo, 2013	2010
Canne de mais	9,7	ONRB, 2015	2013
Pailles d'oléagineux	2,5	ONRB, 2015	2013
Pailles de protéagnieux	0,3	ONRB, 2015	2013
Fanes de betteraves sucrières	1,7	Calculé d'après Solagro/Inddigo, 2013	2010
Total (milliers de tMS.an ⁻¹)	111 253		



Figure 8 : Résidus de culture laissés aux champs : (a) paille de blé ; (b) chaume de maïs

millions de tonnes/an de tourteaux d'oléagineux sont produits par les pays de l'UE, dont 94% à partir de soja, de colza et de tournesol (http://www.terresunivia.fr/produitsdebouches /alimentation-animale/tourteaux-d-oleagineux, consulté le 28/05/18).

Concernant la culture de colza, l'UE a été en tête de production mondiale sur l'année 2014/2015. Les chiffres provisoires de l'année 2017, établis par les statistiques agricoles annuelles (Agreste), montrent pour une superficie développée de 1 408 420 ha, un rendement de 38 200 hg.ha⁻¹, correspondant à une production récoltée de 5 385 106 tonnes (Agreste, 2017; http://agreste.agriculture.gouv.fr/IMG/pdf/saa2018T2bspca.pdf, consulté le 08/08/18).

Pour le tournesol et sur l'année 2014/2015, l'UE est en 3^{ème} position dans la production mondiale, avec la France en 3^{ème} position au sein de l'UE après la Roumanie et la Bulgarie. Selon les données provisoires Agreste de l'année 2017, la production française de tournesol représente 1 620 241 tonnes, avec un rendement de 27 600 hg.ha⁻¹, pour une superficie développée de 586 699 ha (Agreste, 2017 ; http://agreste.agriculture.gouv.fr/IMG/pdf /saa2018T2bspca.pdf, consulté le 08/08/18).

Les grandes cultures génèrent aussi des quantités importantes de résidus de culture (Tableau 5). Il s'agit des parties aériennes des végétaux non récoltées, laissées sur le sol dans les champs après la récolte (tiges, chaumes, feuilles, etc.) (Figure 8). Le terme de « paille » est généralement employé pour désigner ces tiges et feuilles sèches débarrassées de grains et broyées avant d'être laissées au sol (après récolte par battage pour le tournesol par exemple). Tel est le cas des pailles de céréales (blé, orge, avoine...) et d'oléagineux (colza, tournesol, soja...). Une autre partie est exportée des parcelles pour servir de paillage aux animaux ou plus occasionnellement d'alimentation animale, de combustible ou de matériaux (Ademe, 2015; https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/panorama-coproduits-residus-biomasse-chimie-biosources-annexe.pdf, consulté le 28/05/18) (voir section II).

L'apport de résidus de culture, est une pratique très courante dans les agroécosystèmes. C'est d'une part un moyen de valorisation des « déchets » agricoles, et d'autre part une pratique pour entretenir et améliorer l'état des sols cultivés. Or, la décomposition de ces matières végétales dans le sol dépend en grande partie de leur composition biochimique (qualité).

I.2. Composition de la matière végétale

Sur le plan microscopique, les structures végétales des plantes annuelles sont constituées de couches concentriques appelées, en allant de la périphérie vers le centre : épiderme,



Figure 9 : Structures anatomique et microscopique de la paille de blé (*Zeitoun, 2011*)

Figure 10 : Paroi d'une cellule végétale observée en microscopie (X 45 000). *Extrait de Roland,* (2001)



Figure 11: Modèle simplifié de la paroi primaire d'une cellule végétale (en haut) et distribution des constituants (en bas). *Extraits de : Pérez et Mazeau, (2005) et Jacquemin, (2012)*

sclérenchyme, parenchyme et moelle, lorsque cette dernière est présente. Les cellules de l'épiderme et du parenchyme sont les plus petites et possèdent peu de caractéristiques fibreuses, celles du sclérenchyme sont les plus grandes et les plus rigides car les plus riches en cellulose (constituant pariétal détaillé plus loin). L'exemple de la paille de blé est illustré dans la Figure 9.

Généralement, la matière végétale est décrite par sa composition intrinsèque, notamment les constituants extracellulaires pariétaux. Structurellement, la paroi entre autres distingue la cellule végétale de la cellule animale. Outre son rôle d'exosquelette du végétal, elle est très dynamique et assure de nombreuses fonctions au niveau de la cellule mais aussi de la plante entière : barrière et défense (Höfte & Voxeur, 2017). Au sens strict, la paroi sépare le protoplaste du milieu extérieur. Elle forme un réseau tridimensionnel complexe composé principalement de polyosides et de lignine.

La paroi s'organise en structure plurilamellaire, biosynthétisée au cours de la différenciation des cellules, et présentant une composition différente pour chaque couche (Figures 10 &11).

La lamelle moyenne, riche en **pectines** (jouant un rôle majeur dans l'adhésion cellulaire) permet la séparation des cellules végétales très jeunes entre elles. La paroi primaire des cellules en cours d'élongation est formée par une phase amorphe d'**hémicelluloses**, et de **pectines**. Les hémicelluloses jouent un rôle structural au niveau de la paroi primaire, et par conséquent régulent la croissance cellulaire. Un réseau de fibres de **celluloses** peu organisées y baigne formant ainsi une structure lâche, plastique, élastique et hydrophile. La cellulose est le composé principal des résidus végétaux, et le polymère glucidique naturel le plus abondant sur terre (Liu *et al.*, 2015).

C'est en atteignant une maturité plus avancée du végétal que la paroi secondaire apparaît. Jusqu'à 70 % de la masse sèche des parois secondaires peut être composée de la macromolécule de **cellulose** (Van Dam et Gorsckova, 2003). Les strates de celluloses sont organisées en réseau plus ou moins cristallin, avec éventuellement une insertion **de lignine**, et confèrent à cette couche une grande résistance mécanique. On peut y trouver d'autres constituants lipidiques mais en moindre quantité : subérine et cutine. Enfin, la **membrane plasmique** isole le cytoplasme et délimite le protoplaste.

Tableau 6 : Classification des polysaccharides des plantes. (Jacquemin, 2012; Voiniciuc et al., 2018)

Classification générale	Classification structurelle	
Cellulose	(1 -> 4)-β-D-glucanes	
Substances pectiques	Homogalacturonanes,	
	rhamnogalacturonanes I et II	
	Xylogalacturonane	
	Arabinanes	
	Galactanes et arabinogalactanes	
Hémicelluloses	Xylanes (arabinoxylanes)	
	Glucomannanes, galactoglucomannanes	
	Xyloglucanes	
	β-D-glucanes	
Autres polysaccharides	(1 -> 3)-β-D-glucanes (callose)	
	Glucuronomannanes	
	Arabinogalactanes	



Figure 12 : Représentation schématique des composants essentiels du réseau pectique. *Extrait de Harholt et al., (2010)*



Figure 13 : Structure de l'unité de répétition de la cellulose (la cellobiose) reliée par les liaisons glycosidiques β -(1-4). *Extrait de* Höfte & Voxeur, (2017)

D'un point de vue biochimique (Tableau 6), les **pectines** sont des polysaccharides complexes, hétérogènes et fortement hydratés, dont le motif principal est l'acide D-galacturonique. Elles sont constituées principalement par : 1) *les homogalacturonanes* (HGs), chaînes régulières d'acide galacturonique (GalA) α -(1,4) ; 2) *le rhamnogalacturonane de type I* (RG-I), squelette principal formé par la répétition de motifs disaccharidiques α -(1,4)-D-(GalA)- α -(1,2)-rhamnose (Rha). Ce dernier pouvant être substitué sur le C4 par des chaînes latérales de galactanes, d'arabinanes ou d'arabinogalactanes (Lerouge *et al.*, 1996) ; 3) *le rhamnogalacturonane de type II* (RG-II), polysaccharide pectique le plus complexe structurellement, formé d'au moins une douzaine de monosaccharides différents et de plus d'une vingtaine de liaisons (Ridley *et al.*, 2001). D'autres pectines minoritaires sont également présentes : arabinanes, galactanes, arabinogalactanes (Figure 12).

La **cellulose** appartenant à la famille des β -D-glucanes, est un homopolymère linéaire constitué de l'enchaînement d'unités D-glucopyranoses liées entre elles par les liaisons glycosidiques β -(1-4) (Höfte & Voxeur, 2017) (Figure 13).



Figure 14: Structure lignocellulosique de la biomasse végétale. *Extrait de Ratanakhanokchai et al., (2013)*



Figure 15 : Structures des principales unités de répétition des hémicelluloses



Figure 16 : Structures des monomères constitutifs de la lignine

L'assemblage de 36 chaînes individuelles de cellulose *via* des liaisons hydrogène et des forces de Van der Walls forme des microfibrilles de cellulose. Les microfibrilles s'associent elles-mêmes en macrofibrilles (Figure 14). L'agencement de ces dernières, forme une fibre de cellulose complète (constituée de zones cristallines ordonnées et de zones amorphes désordonnées).

Les **hémicelluloses** sont étroitement associées à la cellulose. Contrairement à la cellulose, ils sont composés de différents polysaccharides : chaîne principale de résidus pyranoses liés en β -(1,4). Les résidus pyranoses sont constitués d'acides uroniques comme l'acide glucuronique et d'oses neutres tels que le xylose, le mannose, l'arabinose, le glucose et le galactose.

Les hémicelluloses regroupent plusieurs classes qui seront présentes selon le type cellulaire et les espèces végétales (Figure 15). Les xyloglucanes (XyGs) sont constitués de chaînes de β-(1,4)-D-glucose sur lesquelles sont branchées des chaînes latérales de xylose, xylosegalactose ou d'un trisaccharide (xylose-galactose-fucose) (Scheller & Ulvskov, 2010). Les xylanes sont les polymères ayant en commun un squelette de résidus D-xylose liés en β -(1,4) dont certains sont substitués par des chaînes latérales de résidus arabinosyles ou de 4-Ométhylglucuronosyles. Ils alors appelés arabinoxylanes (AX) sont ou glucuronoarabinoxylanes (GAX). Les glucomannanes consistent en un squelette de Dglucose et de D-mannose liés en β -(1,4) rencontrés dans les parois primaires et secondaires. Des unités galactose peuvent se brancher aux résidus mannose pour former la famille des galactomannanes.

Quant aux **lignines**, leurs structures biochimiques peuvent être très variables. Il s'agit d'un polymère polyphénolique formé à partir d'unités phénylpropane (C9) avec comme « monomères » principaux les alcools coumarilique, synapilique et coniférylique (Figure 16).



Figure 17 : Représentation prédictive d'un polymère de lignine d'un peuplier. *Extrait de Vanholme et al., (2010)*



Figure 18 : Représentation schématique des proportions relatives des fractions très soluble / moins soluble des organes des végétaux

Ces unités sont unies par des liaisons aryl-alkyl-éther pour former un composé complexe (Figure 17). La structure de la lignine est très hétérogène et varie en fonction des différentes espèces végétales. Elle incruste le réseau polyosidique préexistant.

La paroi cellulaire végétale se compose également de **protéines** et de **glycoprotéines** qui se rajoutent aux polysaccharides dont les *protéines/glycoprotéines enzymatiques*, telles que les peroxydases impliquées dans la rigidification de la paroi et dans la biosynthèse de la lignine.

La qualité biochimique d'un résidu végétal est en général variable suivant plusieurs facteurs. En effet, sa composition globale résulte de la composition chimique des différentes cellules qui le constituent. Les cellules végétales possèdent une fraction relativement soluble (composés constitutifs extraits par des solutions « peu agressives »). Les cellules possèdent aussi une fraction relativement moins soluble, généralement appelée insoluble et assimilée aux composés lignocellulosiques, constituants essentiels de la paroi cellulaire. La proportion relative entre ces deux fractions varie en fonction du type cellulaire et de la maturité du végétal (Machinet, 2009). A un stade de croissance donné, les proportions des fractions très soluble / peu soluble peuvent augmenter généralement, en passant des organes aériens aux organes racinaires (Figure 18).

Dans le cas du blé, la teneur en composés peu solubles (pariétaux) des racines représente environ 90% de la matière sèche, tandis que celle des parties aériennes est d'environ 50% (Bertrand *et al.*, 2006). La qualité biochimique est également impactée par le stade de croissance. Entre le stade anthèse (floraison) et la maturité physiologique (grains secs dans lesquels l'amidon a fini de migrer), la teneur des composés peu solubles augmente de 50% à 85%, au niveau des entrenœuds du blé (Bertrand, 2013).

Tableau 7 : Principales méthodes de caractérisation des matières organiques exogènes.Extrait de Peltre, (2010)

Méthodes	Principe Subil lo minéralisation du part	Type d'informations	Avantages et inconvénients
	Suivi la mineralisation du carbone au cours d'incubation de mélange sol-compost.	la MO du compost (opposé de la stabilité).	Avantages: - Traduit le comportement d'un compost après incorporation dans du sol.
Minéralisation Incubation	(meurode normalisee)		 L'ajustement de fonctions manematiques permet d'estimer les proportions de C facilement minéralisable et résistant face à la biodégradation. Utilisable comme estimateur du K1, coefficient isohumique ou proportion de la MO des MOEs s'incorporant à la MO des sols.
			Inconvénients: - Durée de manip longue pour accéder précisément aux constituents et failement minéralisable
	Extraction des acides fulviques	Traduit la concentration en	Avantages:
Fractionnement	(soluble dans base et acide) et acides humiques (soluble dans base et précipité par acide)	composés plus ou moins solubles. Traduit le degré d'humification	 Réalisation rapide Utilisation du rapport AH/AF comme indicateur de stabilité Inconvénients:
numique	pouvant être suivi par une purification des substances obtenues	lorsque l'extraction est suivie d'une purification.	 Les substances assimilées aux substances humiques peuvent aussi être des biomolécules présentant la même réactivité aux extractants
	Attaques successives d'un	Donne les proportions de MO	Avantages:
Fractionnement	échantillon à l'eau chaude, au détergent neutre chaud, au détergent acide chaud et à l'acide	sous forme de MO soluble, hémicellulose, cellulose et lignine.	 Donne la concentration des principaux constituants de la MO. Permet de calculer des indices de stabilité des MOEs. Inconvénients:
biochimique	concentré à froid permettant de séparer la MO en différentes fractions.		 Méthode assez lourde. Présence d'autres composés dans les différentes fractions (lipides dans le soluble, protéines, substances humiques dans la
	(méthode normalisée)		fraction lignine,)
	L'echantilion est soumis à un rayonnement électromagnétique	Presence de classes de groupes chimigues : composés	Avantages: - Donne des informations sur la nature chimique des
	dans la gamme du moyen	aromatiques ou aliphatiques,	constituants.
	Infrarouge (400-4000 cm-1). Les fréquences absorbées	amides,	- Methode rapide Inconvénients:
Spectroscopie	correspondent aux fréquences de		- Interprétation des spectres difficile sur MO complexes
	vibration des liaisons chimiques.		 Vibration des minéraux à certaines longueurs d'onde Pollution par l'humidité ambiante de la pastille utilisée
			- Préparation des pastilles
			 Broyage fin nécessaire (< 200 µm) Appareillage
	Même principe que l'IRTF mais	Idem IRTF	Avantages:
	avec un module supplémentaire permettant d'utiliser la réflexion diffuse.		 Mêmes avantages que L'IRTF Préparation de l'échantillon plus simple (permet l'analyse de poudres).
			- Non destructif
Spectroscopie			Inconvénients:
DRIFT			- Moins précis que l'IRTF
			- Broyage fin nécessaire (< 200 µm)
			 Vibration des minéraux à certaines longueurs d'onde Non guantitatif
			- Appareillage.
	Absorption par certains noyaux	Caractérisation structurelle des	Avantages:
DWN	présentes dans le champ	composes.	- Pas d'extraction préalable indispensable
KMN	électrique oscillant auquel est		Inconvénient:
	soumis rechantilion.		- Appareillage - Non quantitatif
	Dégradation thermique de	Caractérisation de	Avantages:
	en absence d'oxygène couplée à	macromolecules organiques.	 Identification des macromolecules organiques qui ne sont pas directement chromatographiables
	un chromatographe et un		- Pas de traitement chimique préalables de l'échantillon
Pyrolyse	spectromètre de masse.		Inconvénients: - Sélective pour composés volatils
. j.c.jec			- Origine commune possible de certains composés
			Co-élution de certains pics Interprétation des chromatogrammes fastidieuse
			- Non quantitatif
	Désagrégation en millou aqueur	Distribution granulomátrique de	- Appareillage.
	de la matière organique et	la matière organique	- Séparation physique de la MO
Fractionnomont	estimation de sa distribution dans		- Permet d'estimer la contribution des classes granulométriques
granulométrique	ues classes granulometriques		- Analogie avec la MO des sols par rapport aux problématiques
53			de stockage du C
			- Solubilisation d'une partie de la matière organique dans l'eau
	L'échantillon est soumis à un	Information chimique sur le	Avantages :
	rayonnement électromagnétique dans la gamme du proche	matériel utilisable grâce à des méthodes d'analyse de	- Rapide
SDIP	infrarouge (800-2500 nm). Les	données multivariées	- Une seule analyse pour prédire diverses caractéristiques
orin	longueurs d'onde absorbées	(chimiométrie) pour prédire des	Inconvénient :
	vibration des liaisons chimiques.	obtenues avec d'autres méthodes	- Appareillage.

I.3. Méthodes de caractérisation de la matière végétale

Plusieurs méthodes sont actuellement utilisées pour caractériser les matières végétales dont la plupart ont été initialement mises au point pour caractériser la matière organique du sol, mais peuvent également être utilisées pour les MOE. Le Tableau 7 propose une synthèse des principales méthodes de caractérisation des MOE.

Dans cette partie, il ne s'agit pas de faire une liste exhaustive des méthodes de caractérisation de la matière végétale. Les méthodes utilisées dans la thèse sont brièvement détaillées cidessous.

I.3.1. Fractionnement biochimique

Pour la biomasse végétale, la quantification des différentes fractions est généralement estimée par la méthode proposée par Van Soest, (1963). Il s'agit d'une méthode classique d'extractions chimiques successives effectuée sur la matière végétale. Une première extraction (double) à l'eau chaude puis au détergent neutre permet d'obtenir la fraction soluble. La masse de résidu restante est ensuite soumise à des extractions acides (détergent acide, acide sulfurique, de force chimique croissante) pour l'extraction des composés cellulaires pariétaux. Ainsi, la cellulose et les hémicelluloses sont extraits, et la lignine constitue la masse restante récalcitrante aux traitements (après déduction de la fraction minérale par combustion à 550°C). Des exemples des teneurs des différentes proportions lignocellulosiques trouvées dans la littérature pour le blé, le colza et le tournesol sont présentés dans le Tableau 8.

Toutefois, le protocole de Van Soest peut mener à une surestimation de la teneur en holocellulose (cellulose + hémicellulose) des résidus par rapport à la lignine (Machinet *et al.*, 2011). En effet, plusieurs extractions successives sur la même matière amènent le risque de solubiliser partiellement la lignine pendant les premières étapes d'extraction (Monties, 1984). Néanmoins, ce protocole reste très utilisé dans la littérature, et permet une estimation rapide des différentes fractions biochimiques des résidus et par conséquent, de leur qualité.

Pour les matières organiques riches en composés labiles et pauvres en lignocellulose, d'autres méthodes de fractionnement peuvent être employées. Par exemple, Jimenez *et al.*, (2014) ont optimisé le protocole d'extractions chimiques séquentielles de Muller *et al.*, (2014), sur une durée de 5 jours, donnant des informations sur la bioaccessibilité de la matière organique des boues, selon les solutions d'extractions qui suivent un gradient de pH. Les fractions obtenues sont les suivantes, allant du plus au moins accessible : la matière organique dissoute (DOM),

Tableau 8 : Proportions en hémicelluloses, celluloses et lignines des tiges de blé, de colza et de tournesol telles que citées dans la littérature

	Hémicelluloses	Celluloses	Lignines	Références
Blé	29	43	13	Magro, 1995 (%MS)
	32	41	10	Maréchal, 2001 (%MS)
	37	31	9	Bouajila et al., 2015 (%MO)
Colza	-	37	11	Trinsoutrot, 2000 (%MS)
	42	-	20	Niu <i>et al.</i> , 2016 (%MS)
	44	23	7	Bouajila <i>et al.</i> , 2015 (%MO)
Tournesol	43	32	11	Peiretti et Meineri, 2010 (%MS)
	17	48	17	Iqbal, 2013 (%MS)

Tableau 9 : Les principales bandes d'absorption dans la matière végétale brute, ainsi queleurs vibrations caractéristiques, entre 3700-680 cm⁻¹

Bande	Attributions	Molécules associées	Références
900; 680	vibration d'étirement C-O-C (la liaison	cellulose	
	glycosidique b) et de la liaison C-OH		Dallel, (2012);
			Nges et al., (2016)
1030-1050	COC, CO, OH	polysaccharides,	
		notamment dans cellulose	Yang et al., (2007)
1184-1490		polysaccharides structuraux	Xin et al., (2016)
1720-1750	groupement carbonyle C=O	pectines, cellulose, lignine	Dallel, (2012);
			Yang et al., (2007)
2960; 2830	vibration d'élongation de la liaison C-H	cellulose et hemicellulose	Dallel, (2012);
-	et du groupement CH2		Paiva et al., (2007)
3000-3600	groupement O-H (étirement de la liaison hydroxyle)	polysaccharides	Dallel, (2012)

les substances polymères extracellulaires solubles (S-EPS), les substances polymères extracellulaires facilement liées (RE-EPS), et la substance humique analogue (HSL).

I.3.2. Caractérisation par infrarouge moyen

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est une technique qui permet de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans l'échantillon considéré. Cette technique est basée sur le fait que les molécules possèdent des fréquences spécifiques auxquelles elles vibrent, en correspondance avec des niveaux d'énergies appelés modes vibratoires (Dallel, 2012). La FTIR permet de connaître la nature des groupements chimiques présents à la surface, par identification de bandes d'absorption caractéristiques. En effet, chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes.

La mesure FTIR se fait rapidement. Il est cependant préconisé d'effectuer un broyage préalable des échantillons (< 200 μ m). De plus, une préparation de pastilles est nécessaire sauf si la FTIR est en mode de réflexion ATR (Attenuated Total Reflectance). Etant donné que la matière végétale présente les mêmes types de composés chimiques (pectines, cellulose, hémicellulose, lignine), l'allure des spectres infrarouges est généralement très identique. L'interprétation des spectres peut s'avérer très difficile, notamment pour ce type de MO complexes.

Le Tableau 9 regroupe, sur l'intervalle de longueurs d'ondes 3700-680 cm⁻¹, les principales bandes d'absorption dans la matière végétale et leurs vibrations caractéristiques.

I.3.3. Caractérisation par analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une méthode qui permet d'analyser la stabilité thermique des matières organiques. Elle permet de suivre en continu leur variation de masse en fonction de la température. Quatre phases de perte de masse peuvent être observées suivant les plages de températures (T°C) : la déshydratation (T ° < 130), la dépolymérisation des composés plus ou moins labiles et de ceux moyennement biodégradables (130 < T° < 350), suivie par la dégradation des composés les plus récalcitrants (400 < T° < 520). Aux alentours de 700°C, la décomposition des carbonates ainsi que des matières organiques liées aux minéraux a lieu.

Groupe de composés	Température de combustion (°C)	Composés dégradés
Eau	< 130	-eau adsorbée, eau structurelle
		-composés labiles de chaînes périphériques de polysaccharides -aliphatiques
Fortement biodégradables	130-300	-polypeptides -polysaccharides, polyethers, décarboxylation d'acides carboxyliques,déshydratation d'hydroxylates aliphatiques
Moyennement biodégradables	300-350	- labile comprenant le carbone carboxylique et aliphatique
Récalcitrants	400-520	-chaînes aliphatiques latérales de noyaux aromatiques
	695-750	-décomposition des carbonates -matières organiques fortement liées aux minéraux

Tableau 10 : Domaines de décomposition de la matière organique analysée par l'ATG(Achour, 2008)

Le Tableau 10 synthétise les principaux domaines de décomposition de la matière organique. D'une manière générale, pour les composés lignocellulosiques, ce sont les hémicelluloses et une partie des celluloses qui sont dégradées entre 130°C et 350°C, et les lignines avec les celluloses plus difficilement dégradables qui sont thermiquement détruites entre 400°C et 520°C (Yang *et al.*, 2007). Dans une étude de stabilité thermique des anas de lin sous air, Sharma, (1989) a constaté une dégradation des pectines à 234°C, de l'hémicellulose à 265°C, de la cellulose à 362°C et de la lignine à 472°C.

La mise en œuvre de cette technique est rapide et simple. Elle nécessite une préparation minimale des échantillons à analyser (échantillons solides et broyés finement, masse allant de 5 à 15 mg). Cependant, les conditions opératoires (masse de prise d'essai, vitesse de chauffe, etc.) peuvent être variables et influer sur l'allure des thermogrammes, d'où la nécessité de les prendre en compte pour la répétabilité des mesures et aussi pour la comparaison avec les résultats décrits dans la littérature. De plus, l'interprétation des résultats n'est pas toujours directe, notamment en raison de la complexité des matières organiques, et l'analyse est souvent plus complète en la couplant à d'autres techniques comme la FTIR.

I.3.4. Suivi de la minéralisation du carbone et de l'azote

Le suivi de la minéralisation des matières organiques permet d'étudier le comportement de ces dernières au contact des microorganismes du sol. En effet, la mesure de minéralisation peut se faire sur des mélanges sol + compost, comme précisé précédemment dans le Tableau 7 mais également sur des mélanges sol + matière organique. En microcosmes, elle est réalisée à travers une incubation du mélange et de témoin sans apport, en conditions contrôlées (température, teneurs en azote et oxygène généralement non limitantes). Il s'agit dans ces suivis de doser le CO₂ dégagé par la respiration microbienne, le plus souvent piégé par de l'hydroxyde de sodium (NaOH), ainsi que l'azote minéral (NH4⁺, NO3⁻) du sol par une solution de KCl. La minéralisation du C et de l'N des matières organiques est normalisé en France (norme AFNOR, 2009). Il semble cependant que la minéralisation du C des MOE soit plus faible au cours d'incubations de laboratoire comparé à leur minéralisation au champ (Lashermes *et al.*, 2009). Ceci pourrait être lié au travail du sol ou aux alternances de dessiccation/réhumectation qui ont lieu au champ. En effet, la dessiccation du sol entraîne la mort des microorganismes non adaptés mais augmente la disponibilité des ressources pour les organismes survivants (Peltre, 2010).

Le taux de minéralisation du carbone à 3 jours, combiné aux données de fractions biochimiques, permet de calculer l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO) dans les sols cultivés, détaillé plus loin dans le matériel et méthodes (XPU 44-163, 2009).

II. Coproduits de cultures et valorisation non agronomique : les matériaux biosourcés

Par définition, une macromolécule est une molécule de masse molaire élevée, constituée d'une répétition en grand nombre d'unités de faibles masses molaires appelées monomères (Frajman & Urbain, 2007), identiques ou non. D'après le dictionnaire (Universalis, 2016), dans le domaine des matériaux, les composés macromoléculaires sont souvent appelés matériaux polymères ; ils sont utilisés en particulier sous forme de matériaux de structure mais également dans des domaines comme le génie biomédical.

Les matériaux polymères peuvent être conçus à partir de :

- matières premières pétrochimiques ou polymères pétrosourcés : polymères synthétisés par des procédés industriels (polyéthylène PE, polycaprolactone PCL...)
- matières premières renouvelables : polymères produits par les êtres vivants, animaux ou végétaux, appelés également biopolymères. Il s'agit des polysaccharides (amidon, celluloses, lignines...), protéines (gluten, collagène...), lipides (huiles végétales...), produits, issus de fermentation bactérienne de sucres et de l'amidon. Il existe d'autres matériaux, totalement ou partiellement (ajout d'additifs chimiques) issus des produits biosourcés de la sylviculture et de l'agriculture (Norme NF EN 16575, 2014) tels la laine de mouton, ou le bois et la paille. Ces matériaux sont appelés matériaux biosourcés, tel décrit les normalisations AFNOR que dans (https://normalisation.afnor.org/thematiques/materiaux-biosources-construction/, consulté le 25/04/2018).

Parmi ces matériaux biosourcés, ceux pouvant être décomposés sous l'action des microorganismes, sans libération de sous-produits toxiques pour l'environnement, sont dit biodégradables (ADEME, 2016). Les matériaux biosourcés et biodégradables, composés majoritairement de matière première d'origine agricole sont appelés **agromatériaux** (ADEME, 2006).

d'un mélange de matières premières : ils sont constitués d'un liant (matrice), et d'un renfort, constitué de fibres (Chatain, 2001) tels que bois, lin, chanvre, pailles, utilisées à l'état brut ou à l'état transformé, et sont appelés matériaux composites. C'est un assemblage d'au moins deux composants, de structure différente et dont les qualités individuelles se combinent et se complètent pour donner des performances globales



Figure 19 : Classification générale des matériaux polymères, suivant leur composition et leur aptitude à être biodégradés. (*Preventpack, 2012; http://www.preventpack.be/fr/dossier /biopackaging, consulté le 14/10/2018*)



Figure 20 : Consommation d'énergie en France par secteur d'activité. *Extrait du rapport d'activité Plan Bâtiment Durable, (2013 ; http://www.planbatimentdurable.fr/IMG/pdf /Rapport_d_activite_2013_Plan_batiment_durable_electronique.pdf; consulté le 22/04/18)*

 améliorées (Mati-Baouche, 2015). A titre d'exemple, il existe des assemblages tels que PCL + amidon (substances aux performances mécaniques similaires aux plastiques), biopolymères + fibres tels que le lin et le chanvre (matériaux pour les tableaux de bord des voitures),

Ainsi, d'une manière très générale, les matériaux polymères peuvent être classés suivant leur composition et leur caractère biodégradable (Figure19).

La filière « biomasse, valorisation matériaux » dont l'une des pistes est de développer des matériaux biosourcés à partir de matière végétale ou agromatériaux, a été jugée à haut potentiel industriel par le Commissariat Général au Développement Durable (CGDD) en 2009. Pour éviter la compétition entre ces produits et les ressources alimentaires pour l'occupation des terres arables, une alternative à ces filières agricoles non alimentaires a été mise en place. Elle consiste à utiliser des coproduits issus de l'agriculture (par exemple les tiges de céréales ou d'oléagineux) afin d'élaborer des matériaux biosourcés. Selon la définition de l'ADEME, un coproduit est une matière qui est créée au cours même du processus de fabrication d'un produit, intentionnellement ou non. Le coproduit et le produit dont il est issu doivent répondre à des caractéristiques spécifiques. Se situant entre le produit noble et le déchet, le coproduit est destiné à un usage particulier. Le terme « paille » est généralement utilisé pour désigner les tiges et les feuilles sèches. Le terme de « coproduits » peut également être utilisé pour désigner ces coproduits de la récolte, ainsi que leurs fractions (par exemple fractions de la tige de tournesol : moelle et écorce).

La valorisation des coproduits en agromatériaux peut se faire à travers différents secteurs comme le bâtiment, l'emballage, les films de paillage, transport, cosmétique, sport et loisirs. En France, après 4 années consécutives de baisse de plus de la moitié, la facture énergétique rebondit de 23 % en 2017 et s'établit à 38,6 milliards d'euros (CGDD, 2017 ; http://www.statistiques.developpement-

durable.gouv.fr/fileadmin/documents/Produits_editoriaux/Publications/Datalab_essentiel/201 8/datalab-essentiel-143-bilan-energetique-france-en-2017-avril2018.pdf; consulté le 19/10/2018). Selon le rapport du Plan Bâtiment Durable (PBD, 2013), 43 % des consommations d'énergie sont générés par le secteur du bâtiment, contre 32 % pour les transports et 23 % pour l'industrie (Figure 20).

Il est donc devenu essentiel de rénover de façon massive les bâtiments et de trouver des solutions alternatives aux isolants d'origine pétrochimique. Or, l'utilisation des matériaux

Tableau 11 : Exemples des matériaux biosourcés du bâtiment les plus développés. Source :Bâtir pour la planète ; http://www.batirpourlaplanete.fr/wp-content/uploads/2015/08/Guide-materiaux biosources.pdf, consulté le 12/08/2018)

Matières premières	Matériaux biosourcés	Domaines d'application
Bois (fibres, copeaux)	Laine de bois et panneaux de	Isolation des murs par l'intérieur et
	fibres de bois	l'extérieur
		Isolation des combles perdus
		Isolation des rampants de toiture
	Bois en vrac	Isolation des murs
		Isolation des combles perdus
Ecorce de chêne-liège	Panneaux et rouleaux de liège	Isolation des planchers
		Isolation des murs par l'intérieur et
		l'extérieur
		Isolation des combles perdus
		Isolation des rampants de toiture
	Granulats de liège	Remplissage : combles, murs
		Béton allégé (mélange de béton et de
		granulats) : chape isolante
Paille	Bottes de paille	Remplissage des murs
		Remplissage en toiture
		Isolation thermique par l'extérieur
	Enduit (mélange terre et	Revêtement de façade intérieur ou
	paille)	extérieur
	Panneaux de paille	Cloisons intérieures
		Isolation des murs par l'intérieur
		Isolation des plafonds
		Isolation des rampants de toiture
Chanvre (chènevotte, fibres)	Béton de chanvre	Isolation répartie des murs
-		Isolation des sols
	Eléments préfabriqués en	Isolation répartie des murs
	béton de chanvre	
	Mortier et enduit	Revêtement de façade intérieur ou
		extérieur
	Laine de chanvre	Isolation des murs
		Isolation des combles perdus
		Isolation des rampants de toiture
	Chènevotte en vrac	Isolation des murs
		Isolation des combles perdus
Laine de mouton	Rouleaux et panneaux de laine	Isolation des murs
		Isolation des combles perdus
		Isolation des rampants de toiture
	Laine de mouton en vrac	Isolation des murs
		Isolation des combles perdus
	Echevaux	Calorifugeage de gaines et de tuyaux
		Calfreutrement

biosourcés permet de lutter contre les émissions de gaz à effet de serre, la consommation d'énergie et l'épuisement des ressources. Le Tableau 11 et la Figure 21 illustrent des exemples de matériaux biosourcés du bâtiment.

Parmi ces exemples, les panneaux agglomérés constituent un exemple de matériaux biosourcés du bâtiment faits à partir de coproduits de culture. Le fait que ces derniers soient abondants et renouvelables pourrait limiter l'utilisation du bois, ressource traditionnelle pour la fabrication de panneaux, et soumise actuellement à une forte concurrence entre les secteurs du bâtiment et de l'énergie

La plupart des panneaux agglomérés sont formulés avec pour liants des colles synthétiques de type urée-formaldéhyde (UF) ou phénol-formadéhyde (PF) ou encore à base de diisocyanate. Ces colles présentent plusieurs inconvénients : toxicité, coût et origine fossile. De ce fait, les recherches se poursuivent dans le but de remplacer les colles synthétiques par des colles naturelles : composés à base de tanins (Pizzi *et al.*, 2009), de lignines (Privas & Navard, 2013), de protéines (Lazko *et al.*, 2013), de polysaccharides (Sun *et al.*, 2013; Mati-Baouche, 2015).



Figure 21 : Exemples d'isolants thermiques d'origine végétale. (a) Laine de chanvre *(technichanvre ; http://www.technichanvre.com, consulté le 25/04/2018);* (b) Panneaux de fibres de bois *(ISONAT ; http://www.isonat.com, consulté le 25/04/2018);* (c) bottes de pailles



Figure 22 : Panneau de particules en parallélépipède à base de moelle de tournesol. *Extrait de Lenormand et al., (2017)*

Tableau 12 : Propriétés mécaniques de l'écorce et moelle de tournesol à 33% d'humidité relative : module d'élasticité ou module d'Young, et contrainte maximale de la moelle (en compression) et de l'écorce (en traction) (*Sun et al., 2013*)

Coproduit	Module d'élasticité (MPa)	Contrainte maximale (MPa)
Ecorce	5,5 x 10 ³	28,7
Moelle	0,6	1,27 x 10 ⁻²

Une des voies innovantes de la fabrication de panneaux agglomérés est « l'activation » des composés intrinsèques contenus dans la matière première végétale. En effet, les tiges végétales étant un assemblage de polymères, « l'activation » de certains polymères permet d'utiliser la propriété intrinsèque de la matière végétale. Ceci génère une adhésion des particules et rend possible l'élaboration de panneaux agglomérés à bas coût, sans ajout de liant (Lenormand *et al.*, 2014) (Figure 22). Les panneaux sont obtenus à partir d'un pressage à chaud. Ce procédé permettrait le ramollissement des lignines et l'obtention de panneaux à haute performance (Halvarsson *et al.*, 2009), avec un temps de compression relativement long. Complété par une injection de vapeur, ce procédé permettrait une optimisation des propriétés des matériaux (Xu *et al.*, 2004; Lenormand *et al.*, 2014). Selon ces auteurs, ces panneaux présenteraient une plus grande résistance à l'humidité, qu'ils expliquent par la dégradation des hémicelluloses hygroscopiques en sucres libres qui peuvent alors se polymériser et former des polysaccharides moins hygroscopiques. De plus, ils auraient de meilleures propriétés adhésives qui seraient dues à la dégradation, pendant le pressage, des hémicelluloses en sucres solubles aux propriétés adhésives.

Dans le cas du tournesol, les spécificités de la tige permettraient d'envisager d'autres voies de valorisation que la valorisation agronomique (Mati-Baouche, 2015), comme leur valorisation en matériaux biosourcés.

En effet, une tige de tournesol est composée de moelle au centre et d'écorce en périphérie. La moelle et l'écorce se séparent spontanément lorsque la tige est sèche. Sun, (2014) a mesuré un module d'élasticité (ou module d'Young) et une contrainte maximale (en compression) dans l'écorce supérieurs à la moelle (Tableau 12).

Figure 23 : Morphologie de la tige de tournesol. *Extrait de Mati-Baouche, (2015)*



Cet auteur a ainsi montré que les performances mécaniques au sein de la tige de tournesol sont apportées par l'écorce. Ceci a été expliqué par les différences entre moelle et écorce dans la composition biochimique et la morphologie cellulaire : l'écorce est composée de différents tissus : le sclérenchyme, le parenchyme et le xylème alors que la moelle est composée uniquement de parenchyme (Figure 23).

La moelle de tournesol a suscité un intérêt particulier pour son potentiel en isolation thermique (Marechal & Rigal, 1999 ; Pennec *et al.*, 2013). En effet, la moelle présente une faible masse volumique (35 kg.m⁻³) et une grande porosité. Sur du vrac de broyats de moelle non compacté, les auteurs s'accordent à trouver des valeurs de conductivité thermique λ pouvant atteindre 0,04 W.m⁻¹.K⁻¹, ce qui correspond aux λ des isolants minéraux tels que la laine de roche ou le polystyrène expansé (Evon, 2008; Pennec *et al.*, 2013). Une potentielle voie de valorisation de la moelle serait la fabrication par moulage d'agromatériaux biodégradables de faible masse volumique pour " le calage " en aéronautique (Evon, 2008). Le domaine d'application du bâtiment peut également être considéré. En effet, Lenormand *et al.*, (2017) ont montré que les panneaux agglomérés faits à partir de moelle de tournesol sans liant constituent des isolants thermiques très performants (avec des conductivités allant de 0,038 à 0,042 W.m⁻¹.K⁻¹).



Figure 24 : Synthèse des principales actions des organismes du sol sur la décomposition de l'apport de matière végétale. *Extrait de Sauvadet, (2016)*

C) Décomposition de matières végétales au sol

La décomposition de la matière organique fraîche (n'ayant pas encore subi de transformation) tels que les résidus de culture, est une des fonctions du sol. Elle résulte de processus abiotiques associés à des processus biotiques. En effet, les composés les plus solubles sont fragmentés par le gel ou lessivés par les eaux de pluies pour se retrouver dans la solution de sol (Swift *et al.*, 1979). Cependant, l'essentiel de cette matière organique n'est pas soluble, et la contribution des processus abiotiques est seulement de 5% (Lavelle *et al.*, 1993). La majeure partie de la matière organique subit une dégradation biotique, avec pour acteur principal la microflore du sol, qui réalise 85 à 90 % de la dégradation (Ekschmitt *et al.*, 2008).

I. La flore microbienne au cœur des processus de décomposition

Dans le sol, plusieurs facteurs jouent en faveur de la flore microbienne dans sa participation à la décomposition de la matière organique fraîche, notamment les actions des organismes du sol (Figure 24). D'abord, la matière organique est fragmentée mécaniquement ou ingérée par la faune, puis elle est enfouie dans le sol. La faune rend ainsi la matière organique particulaire résultante plus accessible, pour la majorité des microorganismes (dont les non mobiles), et aussi plus facilement dégradables.

La faune prédatrice des microorganismes, quant à elle, peut stimuler l'activité microbienne (Trap *et al.*, 2015). En effet, la prédation peut agir indirectement sur la dégradation de la matière organique. Elle modifie la structure des communautés microbiennes (par pression sélective), permet une accélération du turnover microbien et une excrétion de déchets rendant alors les nutriments plus disponibles (Sauvadet, 2016). Ainsi, les microorganismes occupent une position centrale dans les processus de décomposition. Dans le cas des composés végétaux, leur dépolymérisation en molécules plus simples se fait souvent sous l'effet d'enzymes extracellulaires spécialisées produites par les microorganismes et appelées exoenzymes.

Les cycles biogéochimiques sont régis par un ensemble de mécanismes physiques, chimiques et biologiques. Comme évoqué précédemment, dans le cas des cycles du carbone et de l'azote, ce sont les activités enzymatiques qui prédominent et confèrent ainsi à ces 2 cycles, la particularité d'être intimement liés. Ce couplage se fait sous le contrôle des communautés



Figure 25 : Cycles du carbone et de l'azote. Extrait de Amin, (2012)

microbiennes hétérotrophes qui ont pour ressources trophiques la matière organique fraîche ou apportée (Recous *et al.*, 2017).

Ces deux cycles sont notamment responsables de la disponibilité des éléments nutritifs pour les plantes et jouent un rôle important dans le fonctionnement des agrosystèmes. Le carbone de la matière organique transformée par les microorganismes peut suivre 3 voies : 1) la minéralisation, 2) l'assimilation par la biomasse et 3) la stabilisation (Figure 25).

1) Une *minéralisation* dite primaire ou oxydation en CO_2 , des composés solubles et de faible poids moléculaire a lieu avec une forte intensité suite à l'introduction des résidus dans le sol. La minéralisation de composés plus récalcitrants (comme la lignine) se fait plus lentement dans un second temps (Chen *et al.*, 2009; Pascault, 2010; Rinkes *et al.*, 2011).

A son tour, l'azote organique du sol est transformé en azote soluble assimilable suivant 2 étapes : l'ammonification (transformation de l'azote en ammoniac) et la nitrification (transformation de l'ammoniac soluble en nitrites puis nitrates). Ainsi, le CO₂ est libéré dans l'atmosphère, tandis que l'azote minéral (NH_4^+ , NO_2^- , NO_3^-) se retrouve principalement dans la solution de sol. Cet azote sera soit puisé pour subvenir aux besoins des plantes et autres organismes telluriques, soit lixivié et transféré vers les nappes phréatiques (notamment dans les systèmes d'agriculture intensive). L'azote peut également être adsorbé, perdu par volatilisation (NH_3) (Sommer *et al.*, 1991), ou dénitrifié (retour à l'état gazeux).

La minéralisation est marquée par une phase de prolifération microbienne. Après avoir atteint son maximum (et par conséquent représenté une part importante de la matière organique), une phase de décroissance microbienne est observée. Cette décroissance entraîne la libération de substances nutritives, organiques et minérales, provenant à la fois de la mort des microorganismes et de la dégradation des matières organiques fraîches.

2) L'assimilation du C et de l'N par les organismes décomposeurs, et son incorporation sous formes organiques correspond à l'*organisation*. Les proportions de C minéralisé/assimilé sont variables, et la minéralisation du C par les microorganismes du sol est estimée entre 40 - 60 % du C dégradé (Bernard *et al.*, 2012). Celle de l'N est fortement dépendante de la qualité biochimique du résidu apporté. Un ratio C/N important du résidu de culture entraîne l'utilisation par la microflore de l'N du résidu ainsi que de l'N minéral du sol, au détriment des plantes : il s'agit de l'*organisation nette* ou *immobilisation*. Tandis qu'un résidu à C/N faible apportera de l'N excédentaire par rapport aux besoins de la microflore et l'excédent sera libéré sous forme minérale dans le sol : il s'agit de la *minéralisation nette* (Trinsoutrot-



Figure 26 : Schéma du priming effect dans le sol : (a) accélération de la décomposition de la matière organique du sol ; (b) retard de la décomposition de la matière organique du sol. *Extrait de Blagodatskaya & Kuzyakov, (2011)*

Gattin, 1999). Les parties assimilées sont restituées dans le milieu lors de la mort des organismes.

3) La 3^{ème} voie de transformation du C est la stabilisation connue également sous le nom d'*humification*, d'une partie des résidus. Il peut se faire d'une manière directe (oxydations lentes et condensations physico-chimiques de composés cellulosiques et ligneux), ou indirectement (après transformation en produits microbiens ou animaux (Cotrufo *et al.*, 2013). Généralement, l'humus ne s'accumule pas indéfiniment (Davet, 1996), et sa décomposition correspond à la minéralisation secondaire. En effet, une partie de l'humus est régulièrement consommée par les organismes, et devient par la suite minéralisée ou assimilée.

Certains traitements, comme l'ajout de C organique dans le sol, entraînent des modifications du turnover de la matière organique du sol. Ce processus est appelé Priming effect (Figure 26).

Le turnover est déterminé par les changements de minéralisation du carbone et de l'azote, mais l'origine du carbone ou N excédentaire n'est pas directement connue. L'effet indirect des facteurs abiotiques, principaux moteurs du turnover du carbone, n'est pas considéré dans la plupart de ces études (Blagodatskaya et Kuzyakov, 2011). Par ailleurs, l'implication de l'activité microbienne dans le priming effect est relevée dans la littérature. Généralement, un turnover microbien est initié par l'apport de matière organique fraîche et s'accompagne de l'activation de divers microorganismes précédemment « inactifs », répondant spécifiquement au substrat ajouté. D'une part, l'amplitude du priming semble dépendre du type de résidu apporté. Sall et al., (2007) ont montré une minéralisation du C plus importante avec les parois de graines de colza (riches en solubles, pauvres en lignines) qu'avec les racines (pauvres en solubles, riches en lignines). D'autre part, elle serait également liée à la microbiodiversité (contribution relative des champignons et des bactéries). Bell et al., (2003) ont étudié la dégradation de résidus de blé dans 4 sols de rotations culturales différentes. Quel que soit le sol, un priming a suivi l'ajout de résidus, et a été expliqué par une dégradation de la fraction soluble par les bactéries. Elle est suivie par une dégradation des composés plus complexes par les champignons, pouvant prolonger le priming, augmentant ainsi le ratio champignons : bactéries. L'accélération de l'activité microbienne suite à l'apport de matière organique peut améliorer la dégradation de la matière organique du sol par cométabolisme et production plus importante d'enzymes.
Néanmoins, le priming effect reste dépendant de la quantité de substrat carboné ajouté. Blagodatskaya &Kuzyakov, (2011) n'ont noté par exemple aucun priming effect ou même des effets négatifs pour une quantité de substrat carboné ajouté représentant plus de 200% du carbone de la biomasse microbienne.

II. Dynamique microbienne en réponse aux apports de matières végétales

A l'échelle microbienne, l'apport organique dans les sols favorise d'une part l'augmentation de la biomasse microbienne (Bending *et al.*, 2002; McDaniel *et al.*, 2014), et d'autre part, modifie la dynamique microbienne. En effet, des successions entre bactéries et champignons ont été mises en évidence par différents auteurs (Bastian *et al.*, 2009; Rinkes *et al.*, 2011). Pendant la décomposition des résidus de culture, les bactéries répondraient rapidement aux apports tandis que les champignons participeraient dans les stades plus tardifs (lorsque la récalcitrance du résidu augmente) (Poll *et al.*, (2008). Sur le même principe, les microorganismes aux caractéristiques écologiques type stratèges-r (copiotrophes) interviendraient préférentiellement dans le stade précoce de la décomposition, à l'inverse des stratèges-K (oligotrophes) (Fierer *et al.*, 2007; Bastian *et al.*, 2009).

L'apport de matière organique semble impacter non seulement l'abondance/structure microbiennes mais aussi les activités enzymatiques. Certains auteurs ont montré que la quantité d'enzyme produite pouvait être dépendante du type de résidu (Sinsabaugh *et al.*, 2002; Amin *et al.*, 2014; Fanin & Bertrand, 2016).

D'autres études ont évalué l'évolution de la structure et de l'activité microbienne pendant la décomposition de résidus de culutre. Rinkes *et al.*, (2011) ont observé des différences de taux de croissance, ainsi qu'un shift dans les groupes fonctionnels de microorganismes (mesures de PLFA) aux différentes capacités enzymatiques en cours de décomposition de résidus d'érable, en microcosmes.

Par ailleurs, des études plus récentes évaluant la décomposition et la dynamique microbienne suivant divers facteurs (comme la quantité de résidus apportés) ont été effectuées au champ. Sauvadet *et al.*, (2016) ont montré que la structure des organismes du sol et des activités enzymatiques mesurées, à différentes échelles trophiques, étaient influencés par la quantité de résidus de pois. En effet, l'ajout d'une double quantité de résidus dans le sol a entraîné des modifications de la structure des organismes du sol accompagnées d'une décomposition plus importante pour une même quantité d'enzyme produite. Dans le même sens, une autre étude à grande échelle a été effectuée sur l'impact de résidus de quantités différentes sur la

dynamique microbienne, à plusieurs profondeurs du sol, sur une durée de 3 ans (Sanaullah *et al.*, 2016). Les auteurs ont observé qu'au cours de la dégradation des résidus de blé, la structure microbienne était liée aux quantités de résidus apportées. En plus des PLFA, les activités enzymatiques reflétaient dans une certaine mesure les changements survenus (dont l'épuisement de la matière fraîche). Des études de décomposition de mélanges de différents résidus de culture ont également souligné des modifications de la dynamique microbienne. A titre d'exemple, Santonja *et al.*, (2017) ont observé une augmentation de l'abondance microbienne et de la diversité fongique, accompagnées d'une plus faible diversité bactérienne, en apportant des mélanges de feuilles de plusieurs espèces (chêne, ciste, ajonc et romarin).

Ainsi, la décomposition de la matière végétale dans le sol est influencée par plusieurs facteurs dont certains ont été brièvement décrits ci-dessus. Certains facteurs sont relatifs à la matière végétale en décomposition, d'autres sont liés au sol et son environnement. Les facteurs relevés le plus souvent dans la littérature pour influer sur la décomposition sont développés dans la partie suivante.

III. Facteurs influençant la décomposition

III.1. Facteurs liés aux apports organiques

La localisation ainsi que la taille des apports végétaux sont des facteurs pouvant influencer leur vitesse de décomposition. En milieu naturel, ces paramètres dépendent du travail du sol, et sont détaillés dans la section II.2.

La **qualité des résidus végétaux** est un des facteurs clés à prendre en considération dans les études de décomposition. Les propriétés chimiques intrinsèques de la matière végétale influencent sa dégradabilité (Swift *et al.*, 1979; Heal *et al.*, 1997). Pendant de nombreuses années, le ratio C/N avait été principalement utilisé pour prédire la vitesse de décomposition de la matière organique et de la minéralisation de l'azote (Jensen, 1929; Nicolardot *et al.*, 2001; Johnston *et al.*, 2009). Généralement, un ratio bas indiquerait un turnover de la matière organique plus rapide qu'un ratio plus élevé, et le ratio théorique pour une activité microbienne optimale est de 20-25 (Swift *et al.*, 1979). De plus, l'apport d'un résidu au C/N élevé favoriserait généralement le développement de champignons, contrairement à un résidu au C/N faible qui lui, sera majoritairement dégradé par les bactéries (Rousk & Bååth, 2007; Rousk *et al.*, 2010). Toutefois, l'influence du ratio C/N dépend de la disponibilité en N minéral du sol (Recous *et al.*, 1995) (section II.2). Ceci remet en question l'efficacité de cet indicateur dans la prédiction de la décomposition des résidus, notamment dans les



Figure 27 : Perte de la masse totale, des contenus en lignine, hémicelluloses, cellulose et N de la tige de différents types de plantes d'*Arabidopsis thaliana* après un an de décomposition. La perte de masse la plus importante est observée pour A. *thaliana* riche en lignine type aldéhyde. *Extrait de Talbot et al., (2012)*

agroécosystèmes (Trinsoutrot Gattin *et al.*, 2000; Jensen *et al.*, 2005), où les apports azotés sont assez courants pour favoriser la croissance des cultures.

Lors d'études portant sur la décomposition de la matière végétale, les proportions des composés pariétaux constitutifs (notamment celluloses, hémicelluloses et lignines) sont couramment déterminées à l'état initial, et dans certains cas suivies en cours de dégradation. Ces composés ont la particularité de présenter des degrés de dégradabilité variables, et étant plus récalcitrants que la fraction soluble, conditionnent la décomposition des résidus après les premiers stades (Machinet *et al.*, 2011). En effet, la fraction soluble (acides aminés, sucres simples, lipides...) influence positivement la décomposition (Le Guillou, 2011), surtout sur les premiers stades (Trinsoutrot Gattin *et al.*, 2000). Ainsi, au cours du temps, une plus grande proportion de composés récalcitrants persiste dans le résidu, qui devient lui-même de plus en plus récalcitrant (Wickings *et al.*, 2012), car la composition globale du résidu dépend de la composition des différentes cellules comme vu précédemment (partie B). De plus, une influence négative de la lignine (Fang *et al.*, 2007) ou positive des carbohydrates et acides aminés (Martens, 2000) sur la décomposition des résidus de culture, ont été proposées.

Par ailleurs, la détermination chimique globale de la qualité ne suffit pas toujours pour prédire la décomposition de la matière car elle ne tient pas compte de la localisation et de l'accessibilité des substrats à décomposer pour les microorganismes des sols.

Selon le domaine considéré, les définitions et les concepts d'accessibilité peuvent varier. D'après Aquino *et al.*, (2008), la bioaccessibilité est définie comme étant l'accès possible à la molécule selon plusieurs facteurs tels que le temps de contact substrat/microorganismes ou éventuellement le prétraitement appliqué aux boues par exemple. Néanmoins, dans le cas des substrats lignocellulosiques, il s'agit plutôt de la notion d'accessibilité physique. Par exemple, dans le cas de la protection de la cellulose par de la lignine ou par les parois végétales jouant le rôle de barrières, une rupture chimique ou physique est nécessaire pour rendre la cellulose accessible et permettre par la suite son absorption par les microorganismes (Muller *et al.*, 2014). Par conséquent, la dégradabilité va en partie dépendre de la capacité des microorganismes à absorber les molécules et sera limitée par l'accessibilité des molécules et leur complexité. En effet, les différents modes de liaisons interpolymères peuvent varier selon la quantité et la qualité des polymères constitutifs (Bertrand, 2013). Par exemple les résidus d'*Arabidopsis thaliana* riches en lignine type aldéhyde ont présenté une perte de masse plus importante que ceux riches en lignine type guaiacyl, *p*-hydroxyphenyl- ou syringyl (Figure 27) (Talbot *et al.*, 2012). Ceci a été expliqué par les faibles niveaux de réticulation entre les

lignines et les polysaccharides, soulignant que de telles interactions peuvent contrôler la décomposition des matières végétales.

Ainsi, de plus en plus d'études de décomposition s'accompagnent actuellement d'analyse de monomères ou même d'agents réticulant au sein des parois, comme les acides phénoliques chez les graminées (Bertrand *et al.*, 2006; Machinet *et al.*, 2011; Sauvadet *et al.*, 2017).

Un indice de la susceptibilité de la matière végétale à l'attaque microbienne appelé indice lignocellulosique (LCI) peut être calculé à partir du fractionnement biochimique. Il correspond au rapport entre la concentration de la matière végétale en lignine et la somme de la concentration en lignine, cellulose et hémicellulose (Melillo *et al.*, 1989). Ce ratio continue toujours à être utilisé dans la littérature dans les études de décomposition de résidus de culture, notamment lors de suivis de minéralisations (Fanin et Bertrand, 2016; Sauvadet *et al.*, 2017). Un ratio plus élevé permettrait de prédire une plus grande résistance aux attaques microbiennes.

Cependant, les indicateurs de dégradabilité sont très variés. Entre la méthodologie fine (détermination de monomères, etc.), coûteuse en temps, et le Van Soest et ratio C/N donnant souvent des informations approximatives sur la décomposition, la littérature ne fait pas encore l'objet d'un consensus.

La qualité des résidus végétaux, en plus d'être un prédicteur de leur décomposition, est un facteur important dans la séquestration finale du C dans le sol. En effet, des qualités contrastées peuvent induire différentes structures de la communauté microbienne du sol, influençant la décomposition du carbone organique, et par conséquent la capacité de séquestration du carbone organique dans le sol. Yan *et al.*, (2018) ont observé une dégradation plus importante du résidu de culture le plus labile dans leur expérience (*Spartina alterniflora*), favorisant des groupes microbiens qui ont augmenté la respiration du sol, et diminuant ainsi la séquestration de carbone, comparée à l'apport de *Phragmites communis,* plus récalcitrant.

Dans les agrosystèmes, la situation la plus courante est le mélange de résidus de cultures. Ainsi, l'influence de **mélanges de résidus de culture** (par exemple feuilles + tiges, présentant des qualités diverses et contrastées) sur leur décomposition suscite l'intérêt des chercheurs. Les suivis de minéralisation soulignent certaines interactions (Robinson *et al.*, 1999; Redin *et al.*, 2014). Ces dernières sont déterminées par la comparaison du C-CO₂ et de l'azote minéral de la minéralisation nette du mélange « Observés » (pendant une expérimentation) avec les valeurs « attendues » (théoriquement, suivant les proportions relatives constituant le mélange). Ces interactions peuvent être classées en 3 types (Robinson *et al.*, 1999) : (1) les valeurs mesurées et attendues ne diffèrent pas de manière significative et la contribution de chaque type de résidu est additive; (2) les valeurs mesurées sont significativement plus grandes que les valeurs attendues, indiquant que les deux types ensemble ont un effet positif (ou synergique); et (3) les valeurs mesurées sont significativement plus faibles que prévu, ce qui indique que les deux types de résidus ensemble ont un effet négatif (ou antagoniste) sur la minéralisation.

La littérature montre que les effets de mélanges de matières végétales non additifs sont prédominants, contrairement aux réponses purement additives (Hättenschwiler *et al.*, 2005). L'interaction synergique (qui est une réponse non additive, menant à une minéralisation « observée » plus importante que celle « attendue ») a été surtout expliquée par un transfert de nutriment de la matière la plus labile à la matière la plus récalcitrante d'un mélange (Wardle *et al.*, 1997). D'après cette théorie, les décomposeurs disposent de ressources facilement décomposables, ce qui aboutit à une disponibilité généralement élevée des nutriments dans le mélange et permet le transfert des nutriments vers l'apport le plus stable, améliorant ainsi sa décomposition.

Cependant, les interactions relevées dans la littérature restent variables, en raison par exemple du type de mesures effectuées pour suivre la décomposition du mélange de résidus de culture. Tel que précisé par Gartner & Cardon, (2004), la dégradation du C est souvent uniquement déterminée par la perte de masse, excluant ainsi le cycle des nutriments (Harguindeguy *et al.*, 2008), ce qui n'est pas le cas dans notre étude.

III.2. Facteurs liés au sol et son environnement

Des paramètres environnementaux sont mis en évidence comme fortement influant sur les processus de dégradation des apports organiques végétaux dans le sol, et certains sont détaillés dans cette partie.

III.2.1. Influence du climat et de la texture du sol

Le climat, principal facteur de décomposition, impacte deux paramètres majeurs du sol : l'humidité et la température. **L'humidité** du sol joue un rôle crucial, en particulier dans l'activité des microorganismes. Dans leurs conditions expérimentales, certains auteurs ont montré que des teneurs importantes en eau dans le sol favorisent l'activité enzymatique et les taux de PLFA (Poll *et al.*, 2006), tandis que d'autres ont observé que moins de précipitations mènent à une diversité microbienne plus élevée et à une libération d'azote net moindre



Figure 28 : Baisse de la décomposition *in situ* de la paille de blé avec l'accroissement de l'altitude (A) sur un transect de 65 à 3968 mètres. 50 % de paille dégradée : en 1-2 mois à A(65) et A(165), en 3-4 mois à A(780) et A(1800), et en environ 2 ans à A(3400) et A(3968). Les températures sont comprises entre 5,5°C à A(3968) et 27,4°C à A(65). *Extrait de Couteaux et al., (2002)*

pendant la décomposition (Santonja *et al.*, 2017). Une teneur optimale pour l'activité microbienne est estimée à 60 % du remplissage de la porosité du sol (Linn & Doran, 1984).

Pour décrire la décomposition obtenue en fonction de la **température**, des fonctions sont élaborées telles que le coefficient de température Q_{10} (Kätterer *et al.*, 1998). Il représente le taux d'augmentation de la décomposition pour chaque élévation de 10 degrés de température, et est soit de 1 (réaction indépendante de la température), soit supérieur à 1 (si les deux augmentent de façon synchrone).

Certaines études de minéralisation de matières organiques ont montré une corrélation positive avec la température du sol (Coûteaux *et al.*, 2002; Bauer *et al.*, 2008). Citons pour exemple l'étude de Couteaux *et al.*, (2002) qui a montré une baisse de la décomposition de résidus de blé avec l'accroissement de l'altitude (et donc diminution de la température) (Figure 28).

L'inconvénient de ce type d'études est qu'elles ne permettent pas un affranchissement des autres paramètres pouvant influencer la décomposition, comme les conditions pédologiques inhérentes. Par exemple, le **pH** peut impacter le développement des organismes telluriques (changements physiologiques des populations microbiennes ou de biodiversité) et l'efficacité des enzymes de dégradation, et ainsi leur fonctionnalité. Il peut être très lié à la **typologie du sol**. Selon Aranda *et al.*, (2015), en fonction de la typologie initiale des sols (carbonaté vs silicique), l'apport de compost pendant 17 ans a eu un effet tampon : il a fait diminuer le pH dans un sol et augmenter dans l'autre, influençant la qualité des sols.

III.2.2. Impacts des pratiques agricoles

Dans les agroécosystèmes, les modes de travail des sols (labour, travail simplifié,...) et de gestion (comme l'exportation de résidus de culture) peuvent changer les processus de décomposition (Bertrand, 2013) et même les fonctions de stabilisation du carbone dans le sol (Sauvadet *et al.*, 2018). Le **labour** par exemple, peut faire varier la structure du sol en microagrégats. Il mène à une rupture mécanique des agrégats de sol (Chen *et al.*, 2009), et cette modification de structure peut impacter la décomposition des matières organiques (Balesdent *et al.*, 2000). Selon Oorts, (2006), les zones compactées du profil du sol présentent une minéralisation du carbone inférieure aux zones non compactées.



Figure 29 : Minéralisation nette de l'azote pendant la décomposition *in situ* de paille de blé d'hiver, dans les sites NTk (sans labour) et CTk (labour conventionnel). Immobilisation plus importante dans le cas du non labour. *Extrait de Van Den Bossche et al., (2009)*

Concernant les résidus de culture, des modes de travail du sol différents peuvent influencer directement leur taille et leur positionnement en milieu naturel. Les avis ne s'accordent pas complètement concernant l'impact de ces paramètres sur la décomposition de résidus de culture. Pour certains, ces paramètres conditionnent la dégradation en sols cultivés (Coppens et al., 2006; Poll et al., 2008). Ces observations ont été expliquées par le fait que l'enfouissement et la fragmentation des résidus permettent une décomposition dans un milieu avec de moindres variations de température et d'humidité (Angers & Recous, 1997; Coppens et al., 2007). En parallèle, la surface de contact avec les microorganismes (généralement non mobiles) est favorisée, permettant ainsi une meilleure colonisation du résidu (Nicolardot et al., 2007). Pour d'autres, il n'y a pas eu de différence dans la cinétique de minéralisation du C entre résidus positionnés à la surface ou incorporés dans le sol (Abiven et al., 2007). Ils ont expliqué cela par l'N non limitant dans leurs microcosmes, ainsi que la structure de leur sol ferralitique en micro-agrégats qui augmenterait le contact entre la surface du sol et le résidu et donc gommerait les causes des différences potentielles de minéralisation. Quant aux auteurs Li et al., (2013), ils ont même observé une décomposition plus importante en surface. Ces derniers ont expliqué cela par le contrôle de l'humidité et de la température tout au long de l'incubation en microcosmes (réduisant la possibilité de variations), et l'oxygène, associé à la décomposition, qui serait moins disponible dans le sol qu'en surface. Dans la même optique, Van Den Bossche et al., (2009) ont comparé la minéralisation de l'azote pendant la décomposition de résidus dans des sols provenant de sites labourés avec une intensité différente. Ils ont observé plus d'immobilisation lors de la dégradation du blé d'hiver dans un sol non labouré par rapport au labour conventionnel (Figure 29). Ceci a été expliqué par une biomasse plus importante ainsi qu'un changement probable dans la population microbienne.

Le mode d'usage des sols a été relevé comme un facteur influençant les communautés microbiennes telluriques (partie (A) de l'état de l'art), en particulier dans la couche arable (van Leeuwen *et al.*, 2017). Or, les communautés microbiennes sont reconnues pour influencer la décomposition de la matière végétale *in situ* ou en conditions contrôlées, mais les tendances de minéralisation ne sont pas toujours évidentes à dégager. Certains ont observé une minéralisation identique du résidu (White & Rice, 2009), alors que d'autres ont montré une minéralisation plus importante dans les sols moins perturbés (Chen *et al.*, 2009).

Certaines hypothèses se posent concernant un avantage que pourraient avoir les communautés microbiennes dans la décomposition d'une matière végétale, en fonction de l'historique d'usage des sols. Une des hypothèses est que les communautés microbiennes d'un sol habitué à recevoir un type de résidus de culture, auraient l'avantage de le dégrader

plus rapidement que d'autres communautés. Il s'agit du « home-field advantage » (Keiser *et al.*, 2014). Une autre hypothèse est que les communautés microbiennes d'un sol habitué à recevoir un type de résidus de culture plus récalcitrants, auraient l'avantage de dégrader des matières plus labiles lorsqu'elles y sont confrontées. Il s'agit du « functional breadth » qui suggère que ces communautés auraient acquis une amplitude fonctionnelle plus importante (Strickland *et al.*, 2009; Fanin *et al.*, 2016).

L'apport d'**azote** est assez répandu pour la fertilisation du sol. En plus de favoriser le développement des plantes, il intervient également dans la décomposition des résidus végétaux réintroduits dans les sols. Son influence dépend de la demande des organismes du sol en azote. Cette demande est conditionnée d'une part par les exigences métaboliques propres aux organismes telluriques (généralement établies plus importantes chez les bactéries que chez les champignons (Boer *et al.*, 2005)), et d'autre part par la richesse en N des résidus. En effet, comme vu précédemment, la décomposition par les microorganismes de résidus de C/N bas (teneur en azote élevée) est plus facile grâce à leur disponibilité en azote, et ce dernier pourra être directement prélevé sur les produits de dégradation du résidu (sauf s'il est difficilement accessible), et non dans le sol (Davet, 1996 ; Trinsoutrot Gattin *et al.*, 2000).

L'augmentation de la teneur en azote disponible dans le sol est généralement associée à plus de biomasse microbienne et d'activité enzymatique (Recous *et al.*, 1995). Ces mêmes auteurs ont déterminé un seuil (40 mg N / Kg sol sec) au-dessus duquel la teneur en azote minéral du sol n'améliore plus la cinétique de décomposition des résidus aux rapports C/N élevés.

Par ailleurs, ce facteur à lui seul ne permet pas de prédire la décomposition. Des études récentes ont mis en évidence que la teneur en azote du sol, combinée avec d'autres facteurs comme la température ou la richesse du résidu en lignine, pouvaient ensemble influencer la décomposition. Les tendances globales montrent que des teneurs élevées en azote du sol diminuent les activités enzymatiques de dégradation de la lignine et modifient la dynamique de la biomasse (Freedman & Zak, 2014; Rinkes *et al.*, 2016), et que des résidus riches en lignine peuvent même être mieux décomposés que ceux pauvres en lignine, lorsque le contenu en N du sol est plus faible (Stewart *et al.*, 2015).

IV. La décomposition (ou biodégradation) dans le domaine des matériaux polymères

Les indicateurs de décomposition des résidus de culture et les tests associés ont été transposés aux produits résiduaires organiques (Recous *et al.*, 2017). La prédiction de leur minéralisation est étudiée bien que les matières organiques les constituant aient subi des



Figure 30 : Exemple d'imagerie (microscopie électronique à balayage) d'un film de paillage en biodégradation (de gauche à droite, 0, 2, 4, 12 mois). Observation de l'apparition de grains et de fissures. *Extrait de Moure-Jamal, (2006)*

transformations comme le compostage ou la digestion, et ne contiennent plus les tissus végétaux intacts (Lashermes *et al.*, 2010).

Actuellement, les écosystèmes deviennent pollués par toutes sortes de déchets, même dangereux, par des polluants organiques solides ou liquides, des matériaux non dégradables ou biodégradables, et ce, notamment dans les sols (Ren *et al.*, 2018). Ainsi, l'utilisation et le développement exponentiels de produits biosourcés tels que les bioplastiques, les biolubrifiants et les biosolvants au cours de la dernière décennie (Weiss *et al.*, 2012) pourraient atténuer ces problèmes. Pour ces raisons, l'attention se porte surtout sur la biodégradabilité de ce type de matériaux.

Au terrain, le matériau est enfoui dans le sol, puis retiré à intervalles réguliers pour réaliser des mesures tel qu'un suivi visuel et microscopique (Figure 30), perte de masse, etc. L'inconvénient de ce test est que le retrait et la manipulation de l'échantillon peut s'avérer très difficile pendant la biodégradation.

Toutefois, à ce jour, aucune spécification standard n'est disponible pour les plastiques biodégradables en sol en conditions aérobies mais des méthodes d'essais existent (Briassoulis & Mistriotis, 2018). Parmi les méthodes d'essai standard les plus pertinentes, on trouve les normes ASTM D 5988-12 (2012), ISO 17556-12 (2012), et la norme française NF U52-001 (2005) (Briassoulis et Mitriotis, 2018).

Cependant, comme pour la décomposition des résidus de culture, la biodégradation dans le sol peut être impactée par plusieurs facteurs comme par exemple les facteurs pédoclimatiques. Dans une étude récente en bioréacteurs (« boîtes » en polypropylène contenant le sol), Briassoulis & Mitriotis, (2018) ont testé la biodégradation de deux produits biosourcés : papier Whatman (cellulose) et huile de tournesol comestible (lubrifiant naturel), dans 5 types de sols (limoneux, limono-sableux, argileux, argilo-limoneux, limoneux organique). Ces auteurs suggèrent que les sols naturels pourraient être utilisés pour des tests de biodégradation standards de produits biosourcés, en particulier les sols présentant une texture équilibrée en argile, limon et sable. Dans une étude différente, en serres, Janczak *et al.*, (2018) ont évalué la biodégradation en milieu compost (non stérilisé), de deux polymères chimiquement différents, sous forme de films extrudés : le polylactide (PLA, biodégradable) et le polyéthylène terephtalate (PET ; conventionnel). Dans ce même milieu, trois espèces végétales ont été cultivées (colza, miscanthus et saule). De plus, le milieu a été inoculé par des souches rhizosphériques bactériennes ou fongiques, sélectionnées pour leur capacité à

produire des enzymes hydrolytiques. Les résultats ayant montré une stimulation de la croissance végétale en présence de souches rhizosphériques, et la formation de biofilm sur le PLA et le PET, cette étude met surtout en évidence la possibilité de développer une méthode de dépollution des sols contaminés par des déchets plastiques.

La biodégradation de polymères peut se faire aussi dans d'autres environnements que le sol. En effet, les matériaux biodégradables sont classés en trois catégories principales selon l'environnement dans lequel ils se biodégradent : les matériaux qui se biodégradent dans des conditions de compostage industriel (matériaux compostables), les matériaux qui se biodégradent dans le sol (biodégradables dans le sol), et ceux se dégradant en eau douce (biodégradable en eau douce) (Briassoulis & Dejean, 2010).

Les normes existantes aujourd'hui pour mesurer la biodégradation des matériaux, peuvent varier suivant le matériau considéré (textile, emballage, plastique, lubrifiant, détergents et médical) et le milieu de dégradation (eaux douces, mer, sols et compost) (ADEME, 2014). Quelques exemples sont cités ci-dessous :

- La norme NF EN 13432 (2000) en France concernant la valorisation par compostage et biodégradation des « Emballages et déchets d'emballage »
- La norme NFU 52-001 « Matériaux biodégradables pour l'agriculture et l'horticulture », qui a pris effet depuis le 20 février 2005
- La norme NF EN ISO 14855-1 (2008) « Evaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques dans des conditions contrôlées de compostage » (méthode par analyse de dioxyde de carbone libéré)
- La norme ISO 14852 (1999) « Evaluation de la biodégradabilité aérobie ultime des matériaux plastiques en milieu aqueux » (méthode par analyse de dioxyde de carbone libéré).

En plus des normes, il existe des labels spécifiques aux matériaux biodégradables, garantissant leurs propriétés de biodégradabilité, et sont donnés par des organismes certificateurs. Les matériaux annoncés biodégradables doivent se dégrader (suivant les normes) sans engendrer de sous-produits toxiques pour l'environnement. La labélisation est coûteuse : l'organisme certificateur va faire effectuer des tests par des laboratoires agréés, demander des frais de gestion, déposer et défendre une marque, etc.

Les matériaux biosourcés destinés pour le bâtiment ne sont que récemment mis sur le marché (une dizaine d'années). A l'heure actuelle, les gisements biosourcés en fin de vie issus de ce

secteur sont mis en décharge ou incinérés (ADEME, 2014). A notre connaissance, dans une démarche de déconstruction des bâtiments, aucune étude n'a porté sur l'interaction microorganismes du sol-panneau aggloméré, et il nous semble donc intéressant de commencer à éclaircir cet aspect au vu du développement des filières vertes.

En conclusion de ce chapitre bibliographique, les microorganismes telluriques sont les acteurs principaux de décomposition de la matière organique dans les sols.

Un grand nombre de techniques permet leur quantification, l'analyse de leur structure et la mesure de leurs activités, et chacune possède ses avantages et ses biais. Pour cela, le choix des méthodes dépend des objectifs de chaque étude ainsi que des moyens mis à disposition. Cependant, il est souvent préférable de coordonner l'utilisation de plusieurs variables pour compenser les biais inhérents à chaque méthode. De plus, ce n'est que récemment que les niveaux d'analyse d'abondance, de structure et de fonctions ne font plus l'objet de travaux indépendants. Il est en effet important de mener une analyse simultanée afin d'essayer de compléter les réponses obtenues, en lien avec la dynamique microbienne.

Concernant les **matières végétales** apportées ou présentes dans le sol, elles ont généralement un impact positif sur le fonctionnement des sols.

Les méthodes de caractérisation des matières végétales sont nombreuses mais le plus souvent employées de manière indépendante. En effet, les études se basent généralement soit sur un suivi de minéralisation, soit sur un fractionnement ou dosage biochimique, soit sur des techniques chimiques. Néanmoins, vu les niveaux d'informations différents fournis par chaque technique, il semble intéressant de pouvoir les combiner pour une caractérisation plus complète.

La décomposition des résidus de culture résulte de plusieurs processus et est sous l'influence de nombreux facteurs.

La plupart des études récentes de décomposition se basent sur la dynamique microbienne, avec une caractérisation chimique ou biochimique de la matière. Quant à la biodégradation de matériaux en sol ou en compost, les mesures se limitent généralement à des suivis de minéralisation ou de pertes de masses, sans focalisation particulière sur les microorganismes, qui assurent cette biodégradation.

Pour l'ensemble de ces raisons, nous avons souhaité mener un **travail interdisciplinaire** permettant d'étudier la décomposition de matières végétales et d'agromatériaux dans des sols à vocation agricole, à travers de multiples méthodes de caractérisation et de suivi biologique. La démarche employée dans cette thèse est détaillée dans le chapitre suivant.

DEMARCHE DE DE THESE



Figure 31 : Matières végétales utilisées dans chaque incubation

Le campus UnilaSalle à Rouen (anciennement connu sous le nom d'Esitpa) est divisé en deux équipes de recherches : équipe 1, Agroécologie Hydrogéochimie Environnement et Ressources (AGHYLE) – équipe 2, VAM I² N de l'unité Transformations et Agroressources (T&A). La première est spécialisée dans les sols agricoles et la microbiologie, et la deuxième dans la formulation et la caractérisation de matériaux (dont les agromatériaux).

Mon travail de thèse est à l'interface entre les deux thématiques des équipes 1 et 2. Il s'intéresse à la valorisation de matières végétales par leur retour au sol direct ou indirect, et l'impact de cette valorisation sur le fonctionnement biologique des sols. L'objectif général de ma thèse est de contribuer à l'apport d'éléments de compréhension quant aux interactions entre matières végétales diversifiées et communautés microbiennes du sol pendant la décomposition, en suivant les minéralisations du carbone et de l'azote.

Les expérimentations de décomposition en sol ont toutes été menées en conditions contrôlées (microcosmes) et sur de courtes durées (3 mois). Cette approche permet de se focaliser sur les paramètres de décomposition étudiés en s'affranchissant des autres paramètres pouvant influencer la décomposition (températures, précipitations ...).

Les microorganismes sont considérés comme des acteurs principaux de la minéralisation des matières organiques (Ekschmitt *et al.*, 2008). Ce sont les principaux organismes pouvant dépolymériser l'intégralité des composés végétaux en molécules simples (Romani *et al.*, 2006 ; Paul, 2007) grâce à la production d'enzymes de dégradation spécialisées. Dans mes travaux de thèse, les microorganismes sont considérés comme un ensemble formant une communauté du sol (représentative de la parcelle prélevée), et non comme une entité isolée (approche par isolement et mise en culture sur milieu synthétique). La décomposition de la matière organique étant une « fonction » large qui inclut de nombreux processus (Pascault, 2010), nous nous sommes limités à <u>l'étude de variables biologiques globales</u>, notamment au travers de l'estimation de la biomasse microbienne totale participant à la décomposition, avec un zoom quantifiant les abondances bactérienne et fongique. Nous avons également mesuré des activités enzymatiques (β -glucosidase et xylanase) en lien avec les fonctions de décomposition, représentées par les dynamiques du carbone et de l'azote.

Le choix des matières végétales s'est porté sur trois grandes cultures provenant de différentes régions françaises et générant, comme détaillé dans l'état de l'art, de grandes quantités de résidus de récolte : la paille de blé, la paille de colza et les tiges de tournesol (Figure 31). Ces matières ont été utilisées dans des études préalables au sein de notre laboratoire (unité T&A) pour des caractérisations et valorisation en agromatériaux, et ont présentées des compositions



Figure 32 : Démarche de la partie (B) des résultats. Les flèches en bleu indiquent : les effets possibles des communautés microbiennes sur les cinétiques de décomposition de la paille de blé, de colza et des tiges de tournesol (minéralisations du C et de l'N). Les flèches en jaune désignent : l'impact des résidus sur la dynamique microbienne du sol (abondance, structure et activités enzymatiques associées à la décomposition).

biochimiques contrastées. Suivant les hypothèses posées dans chaque chapitre des résultats, toutes les matières végétales ou une partie d'entre elles ont été utilisées dans l'incubation I, II et III.

Les résultats des différentes expérimentations sont exposés dans le chapitre 4 « Résultats », qui sera divisé en 4 parties :

A) La caractérisation biochimique et physico-chimique initiale des matières végétales étudiées et des sols utilisés

Cette partie présente les résultats obtenus suite à la caractérisation biochimique et physicochimique initiale de la paille de blé et de colza, des tiges de tournesol et de leurs coproduits (moelle et écorce), et d'un agromatériau fait à base de moelle de tournesol. Leur décomposition est par la suite étudiée dans cette thèse. La caractérisation s'est faite par un ensemble de techniques détaillées dans le matériel et méthodes : fractionnement biochimique détermination des teneurs totales en C et N constituant la matière végétale, Van Soest, analyse thermogravimétrique (ATG), et détermination des propriétés chimiques en surface par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

B) Décomposition au sol de résidus de culture de blé, de colza et de tournesol : impact de communautés microbiennes initialement distinctes

Cette partie repose sur 2 hypothèses (Figure 32) :

<u>Hypothèse 1</u> : Des communautés microbiennes initialement distinctes induiraient une cinétique de dégradation différente des résidus de culture

<u>Hypothèse 2</u> : Des résidus de différentes cultures (de compositions biochimiques contrastées) auraient des impacts différents sur la dynamique microbienne du sol et les activités enzymatiques

Afin d'étudier la décomposition de résidus de culture par des communautés microbiennes initialement distinctes, nous avons choisi de partir de sols agricoles présentant les mêmes conditions pédoclimatiques mais des microbiodiversités contrastées. Pour cela, deux parcelles du site de l'établissement public local d'enseignement et de formation professionnelle agricole d'Yvetot (Normandie) ont été retenues. Elles présentent un historique agricole de long terme connu : une parcelle de culture conventionnelle arable (GC > 15 ans de rotation du blé, maïs, lin ou betterave) et une prairie permanente (PP > 30 ans de pâturage). En effet, il a préalablement été démontré que des modes d'usage différents telles que les prairies



Figure 33 : Démarche de la partie (C) des résultats. Les flèches en jaune désignent : l'impact possible des différents coproduits sur leur minéralisation (en interaction avec la microbiodiversité tellurique, en bleu) ; et l'effet de leur qualité contrastée sur la dynamique microbienne du sol (abondance, composition et activités enzymatiques associées à la décomposition).

permanentes et cultures conventionnelles, notamment dans ce site, génèrent des différences au niveau des communautés microbiennes (Plassart *et al.*, 2008, Riah *et al.*, 2015).

Pour cette expérimentation, nous avons étudié la décomposition de **résidus des trois grandes cultures** (blé, colza et tournesol), identifiés comme biochimiquement contrastés.

Pendant la décomposition en microcosmes dans les sols de prairie et de grande culture, et pour répondre à l'hypothèse 1, des suivis de minéralisations du C et de l'N ont été effectués. Ces mesures ont été complétées par une caractérisation physico-chimique finale par infrarouge moyen (FTIR) et analyse thermogravimétrique (ATG) des matières végétales récupérées en fin d'incubation. Pour suivre la dynamique microbienne afin de vérifier l'hypothèse 2, des mesures de l'abondance totale (carbone microbien et ADN total) et la structure (rapport champignons : bactéries) ont été couplées à des dosages d'activités enzymatiques. Le choix s'est d'abord porté sur la β -glucosidase (bon indicateur de l'état des sols et dégradant les composées cellulosiques), la xylanase (dégradant les composés hémicellulosiques), et la laccase (dégradant les composés plus complexes comme les lignines), à des étapes-clés de la décomposition de la matière organique. Le dosage de la laccase n'étant pas effectué dans notre laboratoire, nous avons commencé une mise au point qui s'est avérée longue et nécessite d'être complétée.

C) Décomposition au sol de différentes fractions d'un coproduit de culture (la tige de tournesol) : impact d'une composition biochimique contrastée

Cette partie repose sur 2 hypothèses (Figure 33) :

<u>Hypothèse 1</u> : Les fractions séparées de la tige de tournesol présenteraient une cinétique de dégradation différente, ainsi qu'une interaction pour la minéralisation de la tige complète

<u>Hypothèse 2</u>: Les compositions biochimiques très contrastées des fractions du tournesol induiraient des réponses différentes au niveau de la dynamique microbienne et activités enzymatiques dans le sol de grande culture

La qualité biochimique des matières végétales est un indicateur de prédiction de leur décomposition (Cf. Etat de l'art), et les mélanges de résidus de culture (feuilles + tiges, ou des racines d'espèces différentes), présentent généralement des interactions dans la minéralisation du carbone et de l'azote (Robinson *et al.*, 1999; Redin *et al.*, 2014). Comme précisé dans la partie bibliographique, en comparant le C-CO₂ et l'azote minéral de la minéralisation nette du mélange « Observés » (pendant l'incubation) aux valeurs « attendues » (théoriquement, suivant les proportions relatives de chaque partie), trois types



Figure 34 : Démarche de la partie (D) des résultats. Les flèches en jaune désignent : l'impact possible du process de transformation de la moelle de tournesol en agromatériau (panneau aggloméré) sur sa minéralisation (en interaction avec la microbiodiversité tellurique, en bleu) ; et sur la dynamique microbienne du sol (abondance, composition et activités enzymatiques associées à la décomposition). La comparaison s'est faite entre la moelle (séparée manuellement de la tige) et la moelle transformée (pressée en panneau).

d'interactions sont possibles (Robinson *et al.*, 1999) : (1) interaction additive; (2) interaction synergique; et (3) interaction antagoniste sur la minéralisation.

Cependant, à notre connaissance, ce questionnement n'a pas été posé pour des **fractions différentes d'un même organe végétal**, et il nous a semblé intéressant de l'aborder dans cette partie de la thèse, pour un objectif agronomique (partie (C)), mais également en vue d'une valorisation en agromatériau (Cf. partie suivante, (D)).

Pour cela, la tige de tournesol a été choisie pour son aptitude à être séparée manuellement en moelle (fraction interne de la tige) et écorce (fraction externe de la tige), présentant des caractéristiques et compositions très contrastées. Nous avons alors extrapolé la question d'interaction sur nos données en nous basant sur les proportions relatives pondérales d'écorce et de moelle afin de voir le type d'interaction existant entre ces deux fractions lors de la minéralisation de la tige de tournesol en sol de grande culture.

Pendant la décomposition en microcosmes de ces 3 matières végétales (tige, écorce et moelle) dans le sol de grande culture, et pour répondre à l'hypothèse 1, des suivis de minéralisation du C et de l'N ont été effectués. Pour suivre la dynamique microbienne afin de vérifier l'hypothèse 2, des mesures de l'abondance totale (biomasse et ADN) ainsi que les abondances bactériennes et fongiques ont été couplées à des dosages de l'activité de la β -glucosidase.

D) Décomposition au sol de la moelle de tournesol et de l'agromatériau isolant correspondant : impact du process

Cette partie repose sur 2 hypothèses (Figure 34) :

<u>Hypothèse 1</u>: Le process de transformation de la moelle de tournesol impacterait sa cinétique de décomposition

<u>Hypothèse 2</u>: Le process de transformation de la moelle de tournesol impacterait la dynamique microbienne du sol

L'utilisation des matériaux biosourcés permet de réduire la consommation d'énergie et l'épuisement des ressources fossiles, et de lutter contre les émissions de gaz à effet de serre. L'intérêt de l'utilisation de tels matériaux est croissant et encouragé par les pouvoirs publics notamment dans la construction ou la rénovation des bâtiments.

Dans cette partie de la thèse, nous avons imaginé le **retour au sol de panneaux agglomérés** à base de moelle de tournesol, ceci après leur arrivée en fin de vie et déconstruction des bâtiments. La moelle de la tige de tournesol a été choisie pour ses propriétés isolantes recherchées lors de la valorisation de matières végétales en panneaux agglomérés du bâtiment (Mati-Baouche, 2015 ; Lenormand *et al.*, 2017). Pour réaliser cette étude de biodégradation dans une optique de valorisation agronomique, le choix du sol de grande culture a été maintenu.

Afin de répondre à l'hypothèse 1, des suivis de minéralisations du C et de l'N ont été effectués pendant la décomposition en microcosmes de ces 2 matières végétales (moelle et moelle transformée en agromatériau). De plus, la réponse microbienne aux apports a été étudiée (hypothèse 2) : des mesures de l'abondance totale (biomasse et ADN) ainsi que les abondances bactériennes et fongiques ont été couplées à des dosages de l'activité la β -glucosidase.
MATERIELS ET METHODES



Figure 35 : Parcelles de prélèvement du site d'Yvetot : prairie permanente (PP) et grande culture (GC)



Figure 36 : Géolocalisation des parcelles du site atelier d'Yvetot



Figure 37 : Stratégie d'échantillonnage

I. Le sol

I.1. Sites expérimentaux

Ces travaux de thèse se sont appuyés sur un site atelier situé en France, dans la région Normandie. Ce site de l'établissement public local d'enseignement et de formation professionnelle agricole d'Yvetot a l'avantage de regrouper plusieurs parcelles d'étude sur un périmètre géographique déterminé avec un historique des pratiques bien référencé (Riah-Anglet, 2014).

La région est dominée par un climat océanique tempéré (température annuelle + 10°C et précipitations annuelles moyennes de 850 mm). Le sol représentatif du bassin parisien est défini comme un sol limoneux et est classé comme luvisol (15% d'argile, 65% de limon et 20% de sable).

Deux parcelles (Figures 35 & 36) ayant un historique agricole différent d'utilisation à long terme des terres ont été utilisées pour les échantillonnages : une parcelle de culture conventionnelle arable (GC > 15 ans de rotation du maïs, blé, lin ou betterave) et une prairie permanente (PP > 30 ans de pâturage ; (Plassart *et al.*, 2008; Gangneux *et al.*, 2011), à prédominance de graminées, principalement de fétuque.

I.2. Echantillonnage et préparation des échantillons de sol

Des études préalables dans le cadre du programme de recherche national « Bioindicateur I » (2004 –2007) ont montré la représentativité à l'échelle parcellaire de 5 échantillons composites prélevés sur l'horizon 0-15 cm selon une approche agronomique (12 prélèvements à la tarière, Figure 37). Elles ont également confirmé l'importance du choix de cet horizon dans l'analyse de l'évolution des communautés microbiennes sous l'effet de différentes pratiques (Plassart *et al.*, 2008).

Pour la mise en place des expériences en microcosmes, un échantillonnage agronomique a été appliqué au printemps (mois d'avril 2016, 11°C), en PP et/ou GC. Ceci a été effectué à l'aide d'une tarière à une profondeur de 0-15 cm puis en regroupant les sous-échantillons. Après le prélèvement, les échantillons ont immédiatement été tamisés à 4 mm et conservés une semaine à 4°C pour stabilisation avant l'incubation en microcosmes.

Propriétés physiques	Techniques/références
Texture	Granulométrie Laser
Capacité d'échange cationique	NF x 31-130
pH _{eau}	NF ISO 10390
Humidité	Séchage à 105°C, 48h
Carbone labile	Culman et al., (2012)
Carbone total	Analyse élémentaire CHN
Carbone organique	Analyseur de carbone organique total
Azote total	Analyse élémentaire CHN
Azote minéral	Analyseur photométrique

Tableau 13 : Techniques ou références utilisées pour les caractérisations initiales des sols

I.3. Caractérisations initiales des échantillons de sols

Avant les incubations, des caractérisations physiques, chimiques et biologiques des échantillons de sols ont été effectuées. Pour cela, les échantillons de sols ont été tamisés à 2 mm et séchés à température ambiante.

I.3.1. Détermination des propriétés physiques

Différentes mesures et analyses ont été réalisées sur les sols (Tableau 13).

La texture du sol a été déterminée par granulométrie laser (Mastersizer-Malvern), fournissant des informations sur les proportions (%) en argile total, limon et sable. La capacité d'échange cationique (CEC) a été réalisée par le laboratoire d'analyse de sol de l'INRA à Arras (certification COFRAC) selon la méthode d'extraction détaillée dans la norme NF X 31-130 (Norme NF X31-130, 1999) en utilisant une solution de trichlorure de cobalthexammine à 50 mmol(+). L⁻¹. Le pH_{eau} a été mesuré dans une suspension eau-sol 1/5 (V / V) selon la norme NF ISO 10390 (NF ISO 10390, 1994).

La teneur en humidité du sol a été notée après séchage à 105°C pendant 48h.

Le carbone actif ou labile (carbone oxydable au permanganate, POXC) a été extrait et mesuré tel que décrit par Culman *et al.*, (2012) à partir de 2,5 g de sol sec. La quantité de carbone oxydé est dosée par spectrophotométrie (Varian Cary 50 Scan) à 550 nm.

Les teneurs en carbone total (TC) et azote total (TN) ont été déterminées par combustion à l'aide d'un analyseur élémentaire CHN (ThermoFisher Scientific).

Le carbone organique (OC) a également été mesuré par combustion en utilisant un analyseur de C organique total (Schimadzu TOC-VCSH).

L'azote minéral du sol est extrait avec 100 ml d'une solution de KCl 1M à partir de sol frais équivalent à 25 g de sol sec. L'N minéral $(NO_3^-$ et $NH_4^+)$ est dosé au moyen du Gallery Automated Photometric Analyzer – Thermo.

I.3.2. Analyse biologique initiale des sols

a) <u>Dénombrement initial des bactéries hétérotrophes cultivables</u>

Cinq grammes de sol tamisé à 4 mm sont prélevés et plongés dans un tube 50 ml contenant 45 ml de NaCl stérile (0,85 %). Les tubes sont vortexés (50 Hz) pendant 3 min. Les solutions de sol sont ensuite diluées au 1/10 en série. Les dilutions 10⁻³ et 10⁻⁴ sont étalées sur milieu R2A gélosé (18,12 g.L⁻¹) et les boîtes sont incubées à 20°C pendant 48h à l'obscurité. Le nombre d'unités formant colonies (UFC) par gramme de sol sec est ensuite compté.

b) <u>Détermination de la diversité fonctionnelle métabolique</u>

Afin de déterminer et confirmer les résultats de diversité fonctionnelle métabolique d'études préalablement effectuées sur ces deux sols, une analyse a été réalisée par la technique BiologTM (Garland et Mills, 1991) (Annexe 1). L'extraction des bactéries est similaire à celle utilisée pour le dénombrement. Les 50 ml de suspension de sol ont ensuite été centrifugés pendant 5 min à 45 G. Le surnageant a été dilué pour inoculer les puits des plaques Biolog EcoPlatesTM (Biolog Inc. Hayward, CA, USA) avec 1,5 x10³ bactéries.

Les bactéries présentes dans le surnageant ont été comptées pour vérifier le nombre de bactéries inoculé dans les plaques BiologTM (Calbrix et al., 2005). Les plaques ont été incubées à 20°C à l'obscurité. Une couleur pourpre se développe dans les puits lorsque les microbes utilisent la source de carbone et commencent à respirer (Annexe 1). La respiration réduit un colorant de tétrazolium qui est inclus avec la source de carbone. La densité optique à 590 nm (DO_{590nm}) a été mesurée (lecteur Emax, Molecular Device, Sunnyval, CA) à 0h, 24h et 48h. Les profils ont été observés après 48 h. Les valeurs d'absorbance individuelles des 31 substrats ont été corrigées par soustraction de la valeur de contrôle vide, afin d'éviter la coloration qui peut survenir dans les inocula (échantillons) ou due à l'autophagie. Les valeurs négatives ont été mises à 0. Les analyses ont été effectuées en triplicats. Un puits est considéré comme positif pour une DO supérieure à 0,25 (Calbrix, 2005).

L'activité métabolique moyenne (AWCD, calculée comme la densité optique moyenne dans tous les puits par répétition) et la richesse du substrat (nombre de puits positifs par répétition) ont permis d'estimer le potentiel de diversité métabolique des communautés microbiennes.

La diversité fonctionnelle des plaques Biolog a été évaluée par dénombrement des puits positifs et en calculant l'AWCD de toutes les sources de carbone pour chaque échantillon. L'AWCD a été calculé comme suit : AWDC = $\Sigma(OD_{An} - OD_{A1}) / 31$ avec l' $OD_{An} = OD_{590nm}$ dans chaque puits et l' $OD_{A1} = OD590$ nm dans le puits témoin A1.

II. Les matières végétales

II.1. Origine de la matière végétale

Les matières végétales utilisées dans nos expérimentations présentent des origines différentes. La paille de blé tendre provient d'une parcelle de grande culture d'Yvetot – récolte 2015. La paille de colza a été fournie par un agriculteur du département de l'Eure – récolte 2014. Les tiges de tournesol nous ont été fourinies par le groupement d'agriculteurs (GDA) sur le territoire de Loches-récolte 2015.



Figure 38 : Photographies des matières végétales préparées pour l'étude de décomposition en sol ((a) paille de blé, (b) paille de colza et (c) tiges de tournesol)



Figure 39 : Tige de tournesol séparée manuellement en moelle et écorce



Figure 40 : Photographies de l'écorce (a) et la moelle (b) de la tige de tournesol séparées

II.2. Préparation des échantillons de matière végétale

II.2.1. Résidus de culture

Les pailles de blé et de colza, et une partie des tiges de tournesol ont servi pour une étude de décomposition en microcosmes de résidus de culture en sol de prairie et de grande culture. Pour cela, la matière végétale a été broyée par un broyeur à couteaux à 4 mm (SM 100, Retsch ; Annexe 2). La matière ainsi broyée est ensuite tamisée à 2 mm. Les granulats ou fragments de paille de blé et de colza obtenus après broyage sont ensuite dépoussiérées grâce à un tamisage à 1 mm. La fraction utilisée pour les incubations en microcosmes est celle comprise entre 1 et 2 mm, et conservée à 38 °C avant la mise en place des microcosmes.

Notons que les tiges de colza et de tournesol sont constituées de moelle entourée d'écorce. Ces tiges broyées donnent des particules contenant donc de la moelle et de l'écorce. Les 3 types de granulats sont de forme allongée et ceux du blé et du colza ressemblent à des paillettes (Figure 38).

II.2.2. Coproduits de la tige de tournesol

Contrairement aux tiges de colza, la séparation moelle/écorce est envisageable pour le tournesol (Figure 39). Ainsi, afin d'étudier la décomposition de la tige de tournesol et des coproduits qui la forment, l'écorce et la moelle ont été séparées à la main. Les proportions pondérales (exprimées en pourcentage de moelle et d'écorce formant une tige) sont déterminées.

Les fragments d'écorce (Figure 40) sont de forme allongée, rigides et ressemblent à des bâtonnets en bois, ceux de la moelle (Figure 40) sont de forme plus sphérique et ressemble à une mousse ou à du polystyrène expansé. Les 3 types de fragments obtenus ont également été broyés et tamisés (1-2 mm), puis séchés à 38°C avant les analyses et la mise en place des microcosmes.

II.2.3. Agromatériau à partir de la moelle de tournesol

Après la séparation manuelle moelle/écorce, une partie de la moelle issue du même lot a été déchiquetée par un broyeur à couteaux afin d'obtenir des particules de l'ordre de 5 à 6 mm environ qui sont par la suite utilisées pour la mise en œuvre du panneau de particules (agromatériau).

Les panneaux agglomérés de moelle de tournesol ont été obtenus en utilisant la méthode de pressage à chaud. Les actions combinées de chaleur et de pression sont nécessaires pour la fabrication de ces panneaux. Ce processus a été réalisé à l'aide d'une presse à chaud hydraulique (Scamex) (Annexe 2). Les panneaux ont été préparés tel que décrit par



Figure 41 : Mise en œuvre d'un panneau aggloméré sans liant à partir de moelle de tournesol, suivi par un broyage pour une étude de décomposition en microcosme

Tableau 14 : Techniques ou références utilisées pour les caractérisations initiales des matières végétales

Propriétés physico-chimiques	Techniques/références
Carbone total	Analyse élémentaire CHN
Azote total	Analyse élémentaire CHN
Matière sèche	Séchage, 105°C, 48h
Matière organique	Calcination, 550°C, 6h
Fractions biochimiques	Fractionnement Van Soest
Propriétés chimiques en surface	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
Propriétés de stabilité thermique	Analyse thermogravimétrique

Lenormand *et al.*, (2017). Brièvement, les particules de moelle de tournesol ont été humidifiées avec 0,8 g d'eau pour 1 g de moelle (densité de 100 kg.m⁻³). Les particules humides ont ensuite été placées dans un moule métallique parallélépipédique 15x15x1,5 cm³ et thermocompressées à 160°C pendant 25 min (Figure 41). Après la mise en œuvre des panneaux de moelle, ils ont été broyés et tamisés à un diamètre compris entre 1 et 2 mm comme pour l'incubation des résidus de culture et les coproduits de la tige de tournesol (Figure 33). Dans la suite du manuscrit, les termes moelle transformée ou agromatériau feront référence à cette moelle. La moelle transformée obtenue est ensuite séchée à 38°C avant les analyses et la mise en place des microcosmes.

II.3. Caractérisations initiales des matières végétales

Des caractérisations biochimiques et physicochimiques ont été effectuées sur l'ensemble des matières végétales étudiées dans la thèse (résidus de blé, de colza et de tournesol, coproduits des tiges de tournesol, et moelle transformée) (Tableau 14).

II.3.1. Détermination des teneurs en C et N

Comme pour les échantillons de sol, les teneurs en carbone total (TC), azote total (TN) et carbone organique (CO) ont été mesurés. De plus, le ratio C/N, depuis longtemps considéré comme prédicteur de la vitesse de décomposition de la matière organique et de la minéralisation de l'azote (Jensen, 1929; Nicolardot *et al.*, 2001; Johnston *et al.*, 2009), a été calculé.

II.3.2. Détermination de la composition biochimique

a) <u>Détermination de la matière sèche</u>

La matière sèche (MS) constitue la partie d'un produit végétal après élimination totale de l'eau.

Brièvement, dans un creuset en porcelaine, on sèche 1g de l'échantillon brut à 105°C pendant environ 48h (jusqu'à une masse constante). On détermine le pourcentage en matière sèche : $MS = 100 \times (M0 - t) /m$, avec M0 : masse de l'ensemble (creuset + échantillon) à la sortie de l'étuve, t : masse du creuset préalablement séché, et m : masse de l'échantillon de départ.

b) <u>Détermination de la fraction organique</u>

Après séchage, on calcine l'échantillon dans un four à 550°C pendant 6 heures.

Dans un premier temps, on détermine le pourcentage de matière minérale : $MM = 100 \times (M1 - t) / (M0 - t)$, avec M1 : masse de l'ensemble (creuset + échantillon) à la sortie du four, M0 :

masse de l'ensemble (creuset + échantillon) à la sortie de l'étuve, t : masse du creuset préalablement séché.

Ensuite, la différence entre la matière sèche et la masse de cendres (matières minérales) correspond à la masse de matière organique. Le taux de matière organique (MO) dans un échantillon peut donc être donné par la différence : % MO = 100 - % MM.

c) <u>Détermination séquentielle des constituants végétaux (méthode Van Soest)</u>

La composition biochimique de la matière végétale avant décomposition a été déterminée par un appareil de fractionnement biochimique (Velp scientifica ; Annexe 3). Ceci a été fait suivant la norme de fractionnement biochimique de la matière organique (Norme AFNOR XPU44-162) inspirée par la méthode décrite par Van Soest (1963), également appelée méthode ADF-NDF. Le paragraphe suivant explique brièvement le principe de cette méthode.

Il s'agit d'une méthode gravimétrique basée sur l'insolubilisation de quatre familles biochimiques constituant la matière végétale (composés solubles, hémicellulose, cellulose et lignine) dans des réactifs d'extraction (Annexe 3).

Neuf réplicats de chaque échantillon, préalablement séchés à 38° C jusqu'à masse constante, sont traités à **l'eau** bouillante puis par une solution de **détergent neutre** (**NDF**, à base d'EDTA). Cette première étape permet la solubilisation des composés organiques solubles comme les protéines et les pectines (solubles = 100 - NDF). Trois réplicats sont séchés jusqu'à masse constante, pesés et calcinés. La masse restante correspond aux hémicelluloses, celluloses, lignines et minéraux.

Les 6 réplicats restants sont hydrolysés à chaud par une solution de **détergent acide** (**ADF**, CTAB et acide sulfurique dilué), filtrés puis lavés. Cette étape permet la solubilisation des composés non pariétaux et des hémicelluloses (Hémicelluloses = NDF – ADF). Trois réplicats sont séchés jusqu'à masse constante, pesés et calcinés. La masse restante correspond aux celluloses, lignines et minéraux,

Le résidu restant dans les trois derniers réplicats sont traités à froid par une solution **d'acide** sulfurique à 72% (ADL) permettant de récupérer un résidu ne contenant dans sa fraction organique que la lignine (Lignines = ADL ; Celluloses = ADF – ADL). Après filtration et lavage, le nouveau résidu est séché jusqu'à masse constante, pesé et calciné.

Les réactifs d'extraction sont fournis par VWR. Les résultats des différentes fractions sont exprimés en % MO (faisant suite à une détermination préliminaire de la MS et la MO des échantillons).

Le fractionnement biochimique permet de calculer **l'indice lignocellulosique (LCI)**, indice de la susceptibilité de la matière végétale à l'attaque microbienne. Il est calculé selon : Lignine / (Holocellulose + Lignine) (Melillo *et al.*, 1989). Plus le ratio est élevé, plus la résistance aux attaques microbiennes serait grande.

II.3.3. Caractérisations physico-chimiques

a) Analyse thermogravimétrique (ATG) :

La thermogravimétrie (TG) et thermogravimétrie différentielle (DTG) ont également été utilisées pour analyser la stabilité thermique des matières végétales préparées pour l'incubation en microcosmes. Cette technique permet également de suivre en continu leur variation de masse en fonction de la température. Pour cela, 5 mg de matière végétale (0,5-1 mm) ont été placés dans un petit creuset d'alumine. Les mesures ont été réalisées en utilisant une thermobalance TG / DTA Netzsch (TG 209F1) sous air (30 ml.min⁻¹) dans une plage de température programmée entre 30 et 900°C à une vitesse de chauffage de 10°C / min. La méthode est destructive, et l'analyse a été effectuée *a minima* en triplicats pour chaque matière végétale.

Quatre phases de perte de masse peuvent être observées : la déshydratation, la dépolymérisation des composés plus ou moins labiles, la dégradation des composés moyennement biodégradables, suivie par la dégradation des composés les plus récalcitrants. La perte de masse des composés plutôt labiles à des températures comprises entre 130 et 350° C sera notée PM1, celle des composés plus récalcitrants à des températures comprises entre 400 et 520° C sera notée PM2, et la perte de masse totale (PMtot) de la fraction organique est calculée telle que PMtot = PM1+PM2 (Cf. Tableau 10 dans l'Etat de l'art). La détermination de PM1 et PM2 permet également de calculer **un indice de thermostabilité : R1** = PM2/PM1 (Dell'Abate *et al.*, 1998). Il est anciennement utilisé comme indicateur de la stabilité de la matière organique contenue dans les composts de déchets verts. Son augmentation indiquerait une évolution de la matière organique vers des structures plus récalcitrantes.

b) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

La caractérisation chimique des matières végétales a été effectuée en surface par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. Cette technique permet d'identifier les groupements fonctionnels en surface. L'analyse est effectuée en 3 à 5 fois pour chaque matière végétale.



Figure 42 : Dispositif expérimental de la mise en place des microcosmes (témoins : sol sans matières végétales, et mélanges : sol + matières végétales) et mesures effectuées à plusieurs dates.

Tableau 15 : Sol et matières végétales utilisées, et mesures biologiques effectuées au cours des incubations 1, 2 et 3

											Diversité		
	S	ol			Minéra	alisation	Biomasse	totale	Stru	cture	fonctionnelle	Enzym	es
Incubation	Praire	Culture	Mati	ères végétales	С	N	C microbien	ADN total	ADN r 16S	ADNr 18S	Biolog	β-glucosidase	xylanase
1	x	x	blé	colza tournesol	x	x	x	x	x	x	x	x	x
2		x	tige	moelle écorce	х	x	x	x	x	x		x	
3		x	moelle	agromatériau	x	х	х	x	x	x		х	

Tableau 16 : Dates de mesures et nombres de microcosmes préparés pour les incubations 1, 2 et 3

Dates en jours	Incubation 1	Incubations 2 & 3		
Mesures biologiques	0, 5, 34, 83	0, 8, 21, 49, 83		
Minéralisation C	1, 4, 6, 11, 14, 21, 28, 49, 70, 90	1, 3, 8, 15, 21, 28, 49, 70, 90		
Minéralisation N	0, 4, 6, 14, 28, 49, 70, 90	0, 8, 21, 49, 70, 90		
Mesures physicochimiques (sols)	0, 5, 34, 83	0, 83		
Nombre microcosmes	770	528		

- Acquisition des spectres bruts :

Des échantillons initiaux (0,5-1 mm) de l'ensemble des matières végétales étudiées (résidus de blé, de colza et de tournesol, coproduits du tournesol et granulats de moelle transformée) ont été séchés à 55°C pendant 12h (Xin *et al.*, 2014). Les spectres infrarouges ont été enregistrés en utilisant le spectromètre Nicolet iS10 (Smart iTR, Thermo Fischer) dans la gamme de fréquences 4000-900 cm⁻¹. L'acquisition des signatures spectrales a été faite en mode de reflexion ATR. Cela consiste en une excitation infrarouge qui ne pénètre que faiblement et de manière standardisée (5 µm de pénétration) dans l'échantillon ce qui permet de s'affranchir de préparations fastidieuses d'échantillons nécessaire en transmission pour que le faisceau passe.

- Prétraitement des spectres pour leur comparaison :

Pour pouvoir effectuer une comparaison statistique des résultats FTIR, un prétraitement des spectres est nécessaire (Annexe 4).

D'abord, les spectres bruts correspondant à l'état initial et l'état dégradé dans un sol sont superposés. Ensuite, une correction de la ligne de base est effectuée, suivie par une détermination de la région d'empreinte 3700-900 cm⁻¹ (intervalle de longueur d'ondes généralement utilisé). Enfin, la dérivée seconde est calculée pour évaluer les pics avec précision. Dans notre analyse des données, nous nous sommes focalisés sur l'intervalle 1800-900 cm⁻¹, qui est le plus représentatif des composés lignocellulosiques.

III. Design expérimental

La décomposition des matières végétales en sol a été réalisée en microcosmes en se rapprochant le plus possible de la norme française de caractérisation de matières organiques par minéralisation du C et de l'N (XPU 44-163, 2009). Suivant chaque incubation, la matière végétale et le sol concernés ont été mélangés. Des sols sans apport de matières végétales ont constitués les témoins. Les coupelles ont été disposées de manière aléatoire. Chaque modalité est effectuée en triplicats. Toutes les incubations ont été menées à 28°C dans l'obscurité, sur une durée de 3 mois (Figure 42). Des mesures biologiques et physicochimiques, et suivis de minéralisations ont été effectués à différentes dates en cours d'incubation (Tableaux 15 & 16).

Une masse de sol équivalente à 25g de sol sec a été pesée et placée dans des coupelles en plastique. Afin de se placer en situation d'azote non limitant (35 mg.Kg⁻¹ de sol sec), 1ml d'une solution KNO₃ d'une concentration ajustée afin d'obtenir un contenu en azote minéral

du sol est ensuite ajouté. Ce volume a été complété par de l'eau distillée pour atteindre une humidité équivalente à un point de flétrissement (pF) de 2,5.

Pour les microcosmes contenant le mélange sol + matière végétale, une masse de la matière végétale préparée (voir section II.2) est ajoutée à un taux de carbone organique qui vaut 2‰ en masse du sol sec (aux alentours de 100 mg). Le mélange sol + matière végétale a été homogénéisé.

Pour le suivi de la minéralisation de l'azote, ces coupelles sont placées de façon aléatoire dans des plateaux, et l'ensemble est par la suite mis en incubation.

Pour le suivi de la minéralisation du carbone, ces coupelles sont placées dans des bocaux hermétiques 1L qui seront par la suite mis en incubation. Chaque bocal contiendra en plus de l'échantillon étudié, une coupelle contenant 10 mL d'eau pour le maintien de l'humidité, et une coupelle avec de la soude NaOH (0,5M) pour le piégeage du CO₂.

La masse de l'ensemble des coupelles et de leur contenu est pesée et notée avant leur mise en incubation.

IV. Suivis des paramètres biologiques

Un suivi biologique d'indicateurs globaux pendant la décomposition de la matière végétale a été effectué : mesures microbiologiques et enzymatiques, à différentes dates suivant les expérimentations.

IV.1. Quantification de la biomasse microbienne

La biomasse microbienne a été estimée par deux méthodes : la méthode d'extraction par fumigation (carbone de la biomasse microbienne) et la quantification de l'ADN total.

Le carbone de la biomasse microbienne (MBC) a été quantifié dans le sol par la méthode d'extraction par fumigation au chloroforme décrite par Vance *et al.*, (1987), avec quelques modifications. Brièvement, 60 g de sol frais ont été séparés dans deux béchers. Le premier a été soumis à une fumigation avec du chloroforme dépourvu d'éthanol pendant 24h dans l'obscurité et le second a été utilisé comme témoin (mêmes conditions sans fumigation au CHC1₃). L'extraction du C soluble à partir d'échantillons de sol fumigés et non fumigés a été réalisée avec 75 ml de K₂SO₄ (0,05 M). Les extraits centrifugés ont été conservés à -20°C avant analyse. La teneur en carbone a été mesurée avec un analyseur de C organique total (Schimadzu TOC-VCSH). Le MBC (g.Kg⁻¹ de sol sec) a été calculé par différence entre la teneur en C de l'échantillon fumigé et celle du témoin non fumigé.

Les acides nucléiques ont été extraits à partir de 0,5 g de sol en utilisant un kit FastDNA SPIN pour le sol (MPBio) selon les instructions du fabricant, et conservés à -20°C avant analyse. L'ADN (μ g.g⁻¹ de sol sec) a été quantifié par fluorimétrie (Varioskan Flash - Thermo) en utilisant le fluorochrome Hoeschst 33258 à des longueurs d'onde d'excitation/émission de 360/460 nm avec un kit de quantification d'ADN fluorescent (Biorad).

IV.2. Quantification de la biomasse fongique et bactérienne

La biomasse fongique et bactérienne a été déterminée par quantification PCR en temps réel. Les amplifications de l'ADNr 18S pour l'estimation de la biomasse fongique par qPCR en temps réel de l'ADNr 18S ont été réalisées avec un volume total de 50 µl. Le mélange qPCR a été préparé comme suit: 10 ng d'ADN microbien du sol, 25 pmol de chaque amorce (FU18S1 et Nu-SSU-1536) (Borneman & Hartin, 2000), 25 µl de Mastermix qPCR pour SYBR Green I6 - no ROX (Eurogentec) et 2,5 mg.ml⁻¹ BSA (NEB). Le protocole d'amplification (40 cycles de PCR, 20 s à 95°C, 30 s à 62°C et 30 s à 72°C) a été réalisé par LightCycler 480 II (Roche).

Les amplifications de l'ADNr 16S pour l'estimation de la biomasse bactérienne par PCR en temps réel ont été réalisées dans les mêmes conditions que la PCR 18S sauf pour les amorces (63f (Marchesi *et al.*, 1998) et BU16S4 dérivées de 341F (Muyzer *et al.*, 1993)) et le protocole d'amplification (40 s à 95°C, 45 s à 64°C et 30 à 72°C). L'efficacité des qPCR a globalement varié entre 93% et 109%. Les courbes standard ont été obtenues en utilisant des dilutions en série de plasmides linéarisés contenant le gène de l'ADNr 18S cloné de *Fusarium graminearum* et le gène de l'ADNr 16S de *Pseudomonas aeruginosa*. Les résultats sont exprimés en nombre de copies du gène de l'ADNr 16S et 18S par gramme de sol sec. La présence d'inhibiteurs de PCR dans l'ADN extrait du sol a été estimée en diluant l'extrait d'ADN du sol, et en mélangeant une quantité connue d'ADN standard avec l'extrait d'ADN du sol avant l'analyse qPCR. Aucune inhibition n'a été détectée.

Pour estimer la structure de la communauté microbienne, nous avons utilisé le rapport Champignons : Bactéries (F : B), calculé comme le quotient entre ADNr 18S et ADNr 16S.

IV.3. Dosages enzymatiques in situ

Les activités de la β -glucosidase (β GLU, EC 3.2.1.21) et de la xylanase (EC 3.2.1.8), enzymes impliquées dans le cycle du C et la décomposition de la matière organique, ont été mesurées directement dans le sol et selon des méthodes adaptées d'Eivazi et Tabatabai, (1988) et Schinner et von Mersi, (1990), respectivement. Tous les essais ont été effectués dans des tubes à centrifugation de 50 ml, comme décrit par Riah-Anglet *et al.*, (2015). L'activité β GLU et xylanase ont été exprimées en unité d'enzyme internationale, c'est-à-dire nmole de substrat (*p*-nitrophénol, PNP et glucose, respectivement) libérée par hydrolyse enzymatique par minute par gramme de sol sec.

V. Minéralisation du carbone et de l'azote

Dans les microcosmes non destructifs destinés au suivi de la **minéralisation du carbone** (pots de 1 L), la quantité de CO₂ (mg.Kg-1 de sol sec) produite pendant l'incubation a été piégée dans la solution de soude et déterminée en mesurant la conductivité mS.cm⁻¹ (Mettler Toledo SevenMulti TM). Le suivi a été effectué pendant 3 mois à partir du jour 1 d'incubation, en s'inspirant de la norme de minéralisation (XPU 44-163, 2009).

Le taux de minéralisation à 3 jours, combiné aux données de fractions biochimiques, permet de calculer l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO) dans les sols cultivés, selon la formule : ISMO (% MO) = 44,5 + (0,5 x solubles) - (0,2 x cellulose) + (0,7 x LIC) - (2,3 x ct3); avec ct3, pourcentage de carbone organique minéralisé après 3 jours d'incubation selon la méthode XPU 44-163 (2009).

Des microcosmes destructifs ont été dédiés à l'extraction de **l'azote minéral** du sol (mg.Kg⁻¹ de sol sec) par 100 ml d'une solution de KCl (1M) pour une masse équivalent à 25 g de sol sec. L'azote minéral (NO₃⁻ et NH₄⁺) a été déterminé par dosage au Gallery Automated Photometric Analyser – Thermo. Le suivi a été effectué pendant 3 mois à partir du jour 0 d'incubation, en se rapprochant toujours de la norme de minéralisation (XPU 44-163, 2009).

La **minéralisation nette** du carbone et de l'azote a été calculée comme la différence entre la minéralisation totale (sol + matière végétale) et la minéralisation du témoin (sol seul).

Les **interactions** dans la minéralisation de la tige de tournesol pendant la décomposition de la moelle et de l'écorce (incubation 2) ont été étudiées. Les valeurs nettes de C-CO₂ et d'azote minéral « Observées » (pendant l'incubation) et « Attendues » (théoriquement, suivant les proportions relatives de moelle et d'écorce), ont été calculées et comparées.

VI. Suivi des variables physicochimiques

Les variables physicochimiques du sol et de la matière végétale ont été à nouveau déterminées en fin d'incubation (en comparaison au temps 0).

VI.1. Caractérisations du sol

En fin d'incubation, le pH, et le taux de C et N totaux ont été déterminés sur les échantillons de sols témoins et de mélanges sol + matière végétale, avec les mêmes méthodes que la caractérisation initiale du sol (Cf. partie I.3 du matériel et méthodes).

VI.2. Caractérisations des matières végétales

En fin d'incubation, la matière végétale restante a été récupérée des coupelles sol + matière végétale par flottaison dans de l'eau. La matière a été bien rincée puis séchée à 38°C jusqu'à masse constante, et pesée. Cette matière a ensuite été caractérisée en FTIR et ATG tel que décrit précédemment (Cf. partie II.3.3 du matériel et méthodes).

VII. Traitement statistique des données

Les analyses statistiques ont été réalisées à l'aide de la console Rcmdr du logiciel R (version 3.0.1).

Pour l'incubation I (décomposition des résidus de culture dans PP et GC), les variables d'intérêt ont été étudiées en fonction de trois facteurs : composition biochimique des résidus de culture (effet du type de résidu), état biologique des sols (effet du type de sol) et période d'incubation (temps). Le test correspondant est un test non paramétrique de Kruskal Wallis. La comparaison post-hoc est réalisée par le test de Kruskalmc (package Pgirmess). Les différences ont été vérifiées à une date unique entre les échantillons à 5% (P < 0,05), avec trois répétitions de chaque microcosme à une seule date, matière végétale et sol.

En outre, pour évaluer l'impact de l'ajout de différents résidus de culture sur les activités microbiennes potentielles dans PP et GC, une analyse en composantes principales (ACP) a été réalisée avec les résultats obtenus à partir de la dégradation des substrats de Biolog.

Une comparaison statistique de la composition chimique des résidus de culture a été effectuée avant et après décomposition dans PP et dans GC. Pour cela, les spectres FTIR prétraités ont été comparés par un test Student à 5% (P < 0,05) entre l'état initial et l'état décomposé. Il a permis de déterminer une moyenne de dissimilarité par nombre d'onde, entre ces deux états, au sein d'un même sol.

Pour les incubations II et III, les variables d'intérêt ont été étudiées en fonction des facteurs : composition biochimique des matières (effet des fractions de matière végétale) et période d'incubation (temps). Le test effectué est, comme pour l'incubation I, un test non paramétrique de Kruskal Wallis à un seuil de 5% (P < 0,05), avec trois répétitions de chaque microcosme à une seule date, matière végétale et sol.

Dans quelques cas, le test Kruskal ne s'est pas avéré assez sensible, et nous avons donc opté pour une comparaison par ANOVA (analysis of variance) à un facteur et post-hoc Tukey à 5% (P < 0,05). Dans ces cas mineurs, l'utilisation de Tukey a été précisée directement dans les résultats correspondants.

De plus, des corrélations de Spearman (Rho) ont également été effectuées entre propriétés physicochimiques et paramètres biologiques.

RESULTATS EXPERIMENTAUX

Parcelle	le Texture du sol (g.Kg ⁻¹)				CEC	Formes C & N (g.Kg ⁻¹)				
	Argile	Limon	Sable	pH_{eau}	(cmol (+).Kg ⁻¹)	TC	OC	POXC	TN	C/N
PP	$163 \pm 5,4$	$633 \pm 4,6$	$204 \pm 5,0$	$5,4 \pm 0,1$	$8\pm0,3$	$22\pm0,7$	$18\pm0,1$	$759 \pm 5,7$	$2,6\pm0,0$	$9\pm0,3$
GC	$133\pm4{,}0$	$671 \pm 3{,}9$	$196\pm6,\!5$	$6{,}0\pm0{,}0$	$7\pm0,3$	$11\pm0,\!3$	$8\ \pm 0{,}1$	$446 \pm 6{,}8$	$1{,}5\pm0{,}1$	$7\pm0,2$

Tableau 17 : Propriétés physicochimiques du sol de prairie permanente (PP) et de grande culture (GC) pour l'incubation 1

CEC: capacité d'échange cationique; TC: carbone total; OC: carbone organique; POXC: carbone oxydable au permanganate; TN: azote total

Les données sont présentées en moyenne \pm *écart-type (n=3)*

A) Caractérisation initiale des sols et des matières végétales

La première partie (A) du chapitre « Résultats » expose les caractéristiques physicochimiques initiales des sols (prairie permanent PP et grande culture GC) utilisés pour l'élaboration des microcosmes. Cette partie présente également les résultats des caractérisations biochimiques et physicochimiques initiales des matières végétales étudiées dans cette thèse, à savoir : les pailles de blé et de colza, les tiges de tournesol et leurs coproduits (moelle et écorce) ainsi qu'un agromatériau fait à base de moelle de tournesol. Ces caractérisations ont été effectuées systématiquement avant les incubations (suivis de décomposition).

I. Les sols

Pour l'incubation 1 (correspondant à la partie (B) du chapitre « Résultats »), les propriétés physicochimiques des sols PP et GC sont présentées dans le Tableau 17. Nous constatons que la texture des sols est similaire (argilo-limoneuse). Par contre, le pH est plus fort dans GC (pH=6) que dans PP (pH=5,4). De plus, dans ce sol, la CEC, les teneurs en carbone (total, organique et labile) et le contenu en azote dans GC sont plus faibles que dans PP.

Pour les incubations 2 et 3 (correspondant aux parties (C) et (D) du chapitre « Résultats »), les prélèvements dans la parcelle GC sont effectués avec un décalage d'une année par rapport à l'incubation 1 (culture de blé). Au moment du 2^{ème} prélèvement, la parcelle GC était en interculture de facélie, moutarde et avoine, avant le semis de maïs. Pour cela, le sol a été caractérisé de nouveau pour le pH et son contenu en carbone et azote, avant l'incubation (Annexe 5). Ce sol a présenté globalement les mêmes caractéristiques mais plus de carbone organique 1,09 % et moins d'azote 0,12 %.

 Tableau 18 : Caractéristiques biochimiques des matières végétales déterminées par la méthode Van Soest. Les fractions sont exprimées en pourcentage de matière organique (%MO)

	Blé	Colza	Tournesol	Ecorce	Moelle	Agromatériau		
Solubles	8 ± 0 a	18 ± 1 ab	11 ± 3 ab	27±11 ab	$52 \pm 2 b$	50 ± 1 b		
Hémicelluloses	32 ± 1 a	18 ± 1 ab	16 ± 5 ab	4 ± 1 b	7 ± 3 ab	6 ± 1 ab		
Celluloses	51 ± 0 ab	57 ± 2 a	52 ± 4 ab	47 ± 11 ab	$39 \pm 1 b$	43 ± 0 ab		
Lignines	9 ± 1 abc	7 ± 2 abc	23 ± 2 a	22 ± 5 ab	2 ± 1 abc	$1\pm0~c$		
LCI	0,1 ab	0,09 ab	0,25 ab	0,3 a	0,04 ab	0,01 b		
LCI = Lionine / (Holocellulose + Lionine)								

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0.05) dans une ligne sont marqués par des lettres différentes

Tableau 10 .	Tonours on oarbo	no ot oroto	at ration 1	C/NI dag	matiàraa	viá gátalag	átudiáa
Tableau 19:	Teneurs en carbo	ne et azote, e	et ratios	C/IN des	matieres	vegetales	etualees

	Blé	Colza	Tournesol	Есогсе	Moelle	Agromatériau
C total (%)	$44 \pm 0 a$	42 ± 0 a	$42\pm0~a$	$44 \pm 1 a$	35 ± 1 a	$35\pm0,2$ a
N total (%)	0,4 \pm 0 a	0,6 ± 0 a	0,6 \pm 0 a	$0,5\pm0$ a	0,3 ± 0 a	0,2 \pm 0 a
C/N	$124 \pm 3 ab$	74 ± 2 a	72 ± 3 a	119 ± 15 ab	129 ± 12 ab	$189\pm12\ b$

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0.05) dans une ligne sont marqués par des lettres différentes

II. Les matières végétales

II.1. Caractérisation biochimique

Les résultats des fractions biochimiques des différentes matières végétales, citées précédemment, obtenus suivant la méthode de Van Soest (1963), sont présentés dans le Tableau 18.

Ces résultats montrent que globalement la fraction la plus représentée dans la matière végétale est la cellulose (47-57 % MO), sauf pour la moelle et l'agromatériau pour lesquels se sont les solubles (50-52 % MO). Les proportions des autres composés sont variables entre les matières végétales :

- Le taux maximal d'hémicelluloses est noté pour le blé (32%)
- Le taux maximal de composés solubles (en dehors de la moelle et de l'agromatériau) est noté pour le colza (entre les 3 résidus de culture de l'incubation 1) et l'écorce (27%, pour l'incubation 2)
- Le taux maximal de lignine est noté pour le tournesol dans l'incubation 1 (21%) et pour l'écorce dans l'incubation 2 (22%).

Les moelles de tournesol (brute ou agromatériau) présentent des compositions biochimiques similaires avec en moyenne : une prédominance en composés solubles (51%), suivis par 43% de cellulose et 6,5% d'hémicellulose. Une quasi absence de lignine est notée, et les teneurs détectées au Van Soest sont inférieures ou égales à 2%.

A partir des fractions lignocellulosiques, le ratio LCI a été calculé. Les valeurs sont comprises entre 0,01 et 0,30 et montrent une diminution (prédisant une diminution de la récalcitrance) suivant l'ordre suivant : écorce > tournesol > blé > colza > moelle > matériau.

II.2. Caractérisations physicochimiques

a) Détermination des contenus en carbone et azote

L'analyse élémentaire CHN pour la détermination des contenus en C et N totaux a montré des taux élevés en C et faibles en N pour l'ensemble des matières étudiées (Tableau 19). Les teneurs en C sont de l'ordre de 42-45 %, à l'exception de la moelle et son matériau associé (35 %). Les quantités d'azote sont faibles et variables entre les différentes matières (0,2-0,6 %) avec un maximum pour le colza et un minimum pour le matériau.



Figure 43 : Spectres FTIR des pailles de blé (courbe du bas) et de colza (courbe du haut), de la tige de tournesol et ses coproduits (moelle et écorce), et de l'agromatériau

Ces données ont permis de calculer les ratios C/N des matières végétales. Les ratios sont élevés (> 25), et sont par ordre décroissant de 189, 129, 124, 119, 74 et 72 pour l'agromatériau, la moelle, le blé, l'écorce, le colza et le tournesol, respectivement.

En ce qui concerne le C organique total, il représente l'essentiel du carbone total, soit une moyenne de 99,2 % pour toutes les matières végétales.

b) Détermination des caractéristiques chimiques et structurales en surface

Afin de compléter la caractérisation biochimique et élémentaire des matières végétales, une étude des propriétés chimiques et structurales en surface a été effectuée par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Comme précisé précédemment, les bandes d'absorption d'intérêt se trouvent surtout entre 1800 et 900 cm⁻¹ (encadré en rouge).

Dans cette partie (A) des résultats, nous nous sommes limités à une présentation générale des pics retrouvés dans nos différentes matières végétales (Figure 43).

Les pics qui nous intéressent sont globalement apparus dans les spectres de toutes les matières végétales étudiées, et correspondent aux principaux composants des parois cellulaires végétales (Cf. Etat de l'art, partie (B)).

Dans la gamme de faibles longueurs d'onde, le petit pic localisé à 896 cm⁻¹ correspond à la vibration d'étirement C-O-C (la liaison β -glycosidique) et est relatif à la cellulose. De même, les bandes localisées à 1153 et 1030 cm⁻¹ correspondent respectivement à la vibration d'élongation du groupement C-OH, et au pic d'absorbance majeur reflétant la structure cyclique des glucides, et sont relatifs aux polysaccharides, notamment dans la cellulose.

Des pics ont été identifiés à des longueurs d'onde allant de 1490 à 1245 cm⁻¹ et témoignent de la présence de polysaccharides structuraux.

Les pics entre 1601 et 1420 cm⁻¹ correspondent à la lignine. A 1729 cm⁻¹, le pic observé dans le spectrogramme est associé à la vibration d'élongation du groupement carbonyle C=O, et indique la présence de pectines, cellulose ou lignine.

D'autres pics montrent la présence de cellulose et hémicellulose, notamment ceux notés à 2918 et 2847 cm⁻¹, attribués respectivement à la vibration d'élongation de la liaison C-H et du groupement CH₂. La bande située entre 3600 et 3000 cm⁻¹ est caractéristique du groupement O-H, relatif aux polysaccharides notamment dans la cellulose.


Figure 44 : Exemple de détermination des pertes de masse 1 et 2 (PM1 et PM2) ainsi que des pics de températures correspondants, à partir des courbes TG et DTG pour la paille de blé



Figure 45 : Pertes de masse totale de la fraction organique (% MF), pour chacune des matières végétales étudiées.

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Dans l'histogramme, les traitements présentant des différences significatives (P < 0.05) sont marqués par des lettres différentes.

Dans le tableau, les traitements présentant des différences significatives (P < 0.05) dans une ligne sont marqués par des lettres différentes

En comparant les allures spectrales entre les différentes matières, les pics à 2918, 1729 et 1245 cm⁻¹ semblent moins prononcés pour l'agromatériau. Aux longueurs d'onde 2918-2847 cm⁻¹, l'agromatériau ne présente que le pic du groupement C-H. Par ailleurs, la méthode n'est pas quantitative mais qualitative, et ne permet pas vraiment de conclure sur les différences entre pics.

II.3. Détermination de la stabilité thermique des matières végétales

Les courbes TG obtenues pour les matières végétales, comme pour le blé (Figure 44), ont permis l'estimation des pertes de masse 1 et 2 (PM1 et PM2), et les températures correspondantes sont déterminées à partir des pics 1 et 2 de la courbe dérivée seconde DTG.

Après une phase de déshydratation (< 130°C), les pertes de masse produites dans la gamme de température 200-500°C correspondent à la décomposition de la matière organique, et sont présentées dans la Figure 45.

La Figure 45 montre que la paille de blé a présenté la perte de masse organique la plus importante (PM1+PM2 = 95%), à l'opposé de la moelle et des tiges de tournesol (66% et 72%, respectivement), malgré que les valeurs ne soient pas significativement différentes (P < 0,05). Nous pouvons noter des écarts-types importants pour les pertes de masse pour le tournesol et l'agromatériau.

Toutes les matières végétales ont présenté une perte de masse PM1 autour de 300°C correspondant à l'hémicellulose et une partie des celluloses, suivie d'une perte PM2 autour de 400°C, correspondant à la lignine et de la partie plus récalcitrante des celluloses (Tableau 20). Entre résidus de culture (blé, colza et tournesol), les tiges de tournesol ont été les premières à être dégradées en ATG (T1=278°C). Ensuite survient un PM2 plus tardif par rapport aux deux autres matières à 420°C, ce qui laisse penser à une fraction plus récalcitrante. Cependant, les écarts-types pour les températures restent élevés pour le tournesol.

Entre fractions de la tige de tournesol, c'est la moelle qui est dégradée le plus tôt (PM1 à 266°C). Son PM2 est plus tardif que ceux de l'écorce et de la tige (T2=438°C).

Entre moelle brute et moelle transformée en agromatériau, c'est pour ce dernier que la dégradation des fractions labile et récalcitrante se fait plus tôt (T1=257°C ; T2=421°C).

Tableau 20: Pertes de masses 1 et 2 (PM1 et PM2) à partir de l'analyse thermogravimétrique des matières végétales, exprimées en pourcentage de la perte de masse totale de la fraction organique

	blé	colza	tournesol	écorce	moelle	agromatériau
PM1 (%PMt)	70 ± 2 a	77 ± 1 a	78 ± 7 a	70 ± 1 a	$81 \pm 3 a$	79 ± 1 a
T1 (°C)	$289 \pm 9 \text{ ab}$	$\textbf{301} \pm \textbf{8} ~ \textbf{a}$	$278\pm20~ab$	$277 \pm 3 ab$	$266 \pm 10 \text{ ab}$	$257\pm2~b$
PM2 (%PMt)	30 ± 2 a	23 ± 1 a	22 ± 7 a	30 ± 1 a	19 ± 3 a	21 ± 1 a
T2 (°C)	$\textbf{409} \pm \textbf{12} \textbf{ a}$	409 ± 17 a	$420\pm35~a$	$\textbf{426} \pm \textbf{2} ~ \textbf{a}$	$\textbf{438} \pm \textbf{16} \textbf{ a}$	$\textbf{421} \pm \textbf{8 a}$
RI	0,4 \pm 0,05 a	$0,3 \pm 0,02$ a	0,3 \pm 0,12 a	$0,4 \pm 0,01$ a	0,2 ± 0,04 a	0,3 ± 0,01 a

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) dans une ligne ont marqués par des lettres différentes

Afin de comparer les pertes de masses PM1 et PM2 entre matières végétales, nous les avons rapportées à la perte de masse organique totale PMt (en pourcentage) (Tableau 20). Nous remarquons que, quelle que soit la matière étudiée, la perte de masse associée aux composés plus labiles (PM1 en % PMt) est plus importante (en moyenne, 76 % PMt) que celle associée aux composés plus récalcitrants (PM2 en moyenne de 24 % PMt). Entre matières végétales, le PM1 n'a pas montré de différences significatives (P < 0,05), et il en est de même pour le PM2. Pour la première perte, les valeurs sont comprises entre 70 % (blé et écorce) et 81 % (moelle). Pour la deuxième, les données varient entre 19 (moelle) et 30 (blé).

Le ratio de stabilité thermique R1, calculé tel que R1 = PM2/PM1, varie entre 0,2 (moelle) et 0,4 (blé et écorce).

A retenir

- Les sols de prairie (PP) et grande culture (GC) présentent la même texture mais des propriétés physicochimiques différentes. Au sein des mêmes conditions pédoclimatiques, le mode d'usage a particulièrement entraîné des teneurs en C et N deux fois plus faibles dans le sol GC, comparé à PP
- Les matières végétales étudiées sont riches en C (35-45 %), pauvres en N (0,2-0,6 %) et présentent des ratios C/N très élevés (72-189)
- Le fractionnement biochimique montre globalement : 1) des compositions contrastées entre les résidus de culture (blé, colza et tournesol), 2) une composition de la moelle de tournesol différente de la tige et de l'écorce, 3) pas de différence de composition entre moelle et agromatériau

Les **ratios LCI** varient entre 0,01 et 0,30, et suivent un ordre décroissant (du plus récalcitrant au plus labile) : écorce > tournesol > blé > colza > moelle > agromatériau

- L'analyse FTIR des matières étudiées montre globalement la même allure spectrale. Quelques différences pour l'agromatériau sont notées au niveau des pics à 2918, 1729 et 1245 cm⁻¹, relatives aux pectines, hémicelluloses, celluloses ou lignines
- L'ATG suggère plusieurs informations indiquant des différences de composition. La tige de tournesol (incubation 1), la moelle (incubation 2) et l'agromatériau (incubation 3) présentent vraisemblablement des composés très labiles (PM1) puisque leurs températures T1 de dégradation sont respectivement de 278, 266 et 257 °C.

Malgré cela, la tige de tournesol dans l'incubation 1 et la moelle dans l'incubation 2 et 3 contiendraient également des composés plutôt récalcitrants au regard de leurs T2 tardives (420 et 438 °C, respectivement), par rapport aux autres matières dans chaque incubation.

Les pertes de masse 1 et 2 exprimées en %PMt montrent des proportions non différentes significativement entre matières. Malgré cela, les données obtenues soulignent en particulier le caractère labile de la moelle (PM1 importante, PM2 faible). Le ratio de stabilité thermique R1, calculé tel que R1 = PM2/PM1, varie entre 0,2

(moelle) et 0,4 (blé et écorce).

	Abondance et structure microbiennes				Activités enzymatiques (nmol.min -1.g -1)		Profils Biolog	
Parcelle	UFC	С	ADN total	F : B	β-	Xylanase	AWCD	Richesse
	(x10 [°] UFC.g ⁻¹)	microbien	(µg.g ⁻¹)		glucosidase			
		(mg.Kg ⁻¹)						
PP	4,7 ± 5,0	354 ± 3	17 ± 1	0,003 ± 0	$9\pm0,3$	0,08 ± 0	$\textbf{0,22} \pm \textbf{0,03}$	12 ± 2
GC	15,1 ± 3,1	168 ± 3	8 ± 1	$\textbf{0,003} \pm \textbf{0}$	$4\pm$ 0,3	0,01 ± 0	$\textbf{0,}\textbf{18} \pm \textbf{0,}\textbf{04}$	9 ± 3
F: B : ratio champignons : bactéries ; AWCD : average well color development								

Tableau 21 : Etat biologique initial des sols PP et GC

Les données sont présentées en moyenne \pm *écart-type (n=3)*

B) Décomposition de résidus de culture dans des sols de microbiodiversités différentes

Dans cette deuxième partie du chapitre « Résultats », nous avons voulu étudier la décomposition de matières végétales différentes par des microbiodiversités contrastées. La composition microbienne a été relevée dans l'état de l'art comme jouant un rôle important dans les processus de décomposition et ceux impliqués dans le cycle des éléments nutritifs du sol. Nous avons donc choisi pour cette étude de travailler sur deux biodiversités divergentes issues d'un sol de prairie (PP) et d'un sol de grande culture (GC), que nous savons différents de point de vue microbien, et auxquels nous avons apporté des résidus de culture de blé (paille), de colza (paille) et de tournesol (tiges), ainsi qu'un contrôle sans matière végétale pour chaque sol.

Questions posées dans cette partie :

- Les deux diversités microbiennes issues de PP et GC vont-elles dégrader différemment les résidus de culture ?
- Les résidus de différentes cultures (de qualités contrastées), vont-ils impacter différemment la dynamique microbienne du sol et les activités enzymatiques ?

I. Description de l'état biologique initial des sols étudiés

Avant incubation des sols (au jour 0), l'état biologique des sols PP et GC a été déterminé (Tableau 21); les différents indicateurs biologiques sont plus faibles en GC qu'en PP. En effet, le taux de carbone microbien (MBC) est environ deux fois moins élevé dans GC (168 mg C.Kg⁻¹ sol sec) comparé à PP (354 mg C.Kg⁻¹ sol sec, P < 0,05). L'ADN total et l'activité β GLU suivent la même tendance que le carbone microbien. Quant à l'activité xylanase, elle est 8 fois plus faible dans GC que dans PP (0,01 et 0,08 nmol.min⁻¹.g⁻¹ sol sec, respectivement, P < 0,05).

Tableau 22 : Profils de diversité fonctionnelle potentiel dans la prairie permanente (PP) et lagrande culture (GC) sans apports, au jour 0

Substrats	Substrats	PP	GC	<i>P</i> -value	1	
Hydrates de carbone	B-Methyl-D-Glucoside	[[[[[[[]]		0,82	1	
-	D-Mannitol			0,51		DO < 0.25
	N-Acetyl-D-Glucosamine			0,82	1└───	
	D-Cellobiose			0,51	0000	
	a-D-Lactose			0,04		$0,25 \le DO < 0,5$
	D-Xylose			0,04	1	
	i-Erythritol			0.04		DO ≥ 0,5
	Richesse (DO>0,25)	3	3		1	
Amines	Phenyléthylamine	11111111		0,51	1	
	Putrécéine			0.82	1	
	Richesse (DO>0.25)	1	1		1	
Polymères	Tween 40			0.51	1	
	Tween 80		,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	0.50	1	
	Glycogen			0.51	1	
	a-Cyclodextrin			0.82	1	
	Richesse (DO>0.25)	2	1		1	
Acides carboxyliques	D-Galactonic Acid y-Lactone	//////////////////////////////////////	,,, <u>,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,</u>	0.12	1	
	Pynyic Acid Methyl Ester		,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	0.82	1	
	D-Galacturonic Acid		******	0.12	1	
	4-Hydroxy Benzoic Acid			0.27	1	
	Itaconic Acid			0.04	1	
	D-Malic Acid			0.87	1	
	v-Hydroxybutyric Acid			0.82	1	
	2-Hydroxy Benzoic Acid			0.12	1	
	D.Ghucosaminic Acid			0,12	1	
	g-Ketobutyric Acid			NA	1	
	GlycyLI_Glutamic_Acid			0.27	1	
	Richesse (DO>0 25)	4	3	0,27	1	
Acides aminés	I_Arginine			0.51	1	
	I_Asparaging		,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,	0,01	1	
	I -Sorino	-	<i>######</i>	0,04	1	
	I -Den me			0,04	1	
	I -Thréonine			1	1	
	Richesse (DO>0 25)	2	2	1	1	
Phosphates de	Glucose-1-Phosphate	<u> </u>	<u> </u>	0.51	1	
carbone	DI_a_Giveral Phoenhate			0.51	1	
	Richago (DOSA 25)	A	•	<u>_</u>	1	
	Dichosso totalo	12	<u>v</u>		1	
	AWCD do la plaque	0.12	0 0 10		1	
		U.4J	V.17	1	L	

Les traitements présentant des différences significatives (n = 3; P < 0,05) dans une ligne sont marqués en italique. L'ensemble des valeurs des DO est présenté en Annexe 6 Concernant la structure microbienne, représentée par le rapport champignons : bactéries (F : B), elle ne montre aucune différence significative entre les deux sols (3 : 1000), et la population est dominée par les bactéries. Le nombre d'unités formant colonies est de 4,7 x 10^5 et 1,5 x 10^6 UFC.g⁻¹ sol sec, dans PP et GC respectivement.

Afin de vérifier et confirmer la divergence des communautés microbiennes entre PP et GC, une analyse de la diversité fonctionnelle métabolique est réalisée à l'état initial par la technique BiologTM. Le sol GC présente une AWCD (moyenne des DO) et richesse (nombre des puits positifs) inférieure à PP.

La richesse est un indicateur de diversité d'utilisation globale de substrats. Il a montré que 9 substrats sur 31 ont été consommés dans GC, contre 12 substrats sur 31 dans PP. Ainsi, il est intéressant de connaître quels sont les substrats les plus métabolisés par les communautés de chaque sol.

Les profils de diversité fonctionnelle entre PP et GC (sols témoins sans résidus, avant incubation) sont différents. En effet, même si les richesses par familles de substrats ont montré peu de différences, la comparaison par substrat a montré des différences significatives (P < 0,05), notamment dans la famille des hydrates de carbone, les acides carboxyliques et les acides aminés (Tableau 22).



Figure 46 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir du profil métabolique bactérien au jour 0 d'incubation, réalisée sur l'ensemble du jeu de données (31 substrats carbonés et 2 sols), avec n=3. *En jaune la prairie permanente (PP) ; en vert, la grande culture (GC). La nature des 31 substrats, notés de S1 à S31, est précisée dans l'Annexe 7.*

Une analyse plus globale des résultats des D.O. par puits obtenus par Biolog, suivant la consommation des différents substrats, est présentée sous forme d'analyse en composantes principales (ACP) (Figure 46).

Les deux premiers axes de l'ACP expliquent seulement 64 % de la variance totale du jeu de données, dont 35 % pour l'axe 1 et 29 % pour l'axe 2. L'ACP montre avant incubation une séparation entre les sols témoins PP et GC, et donc des profils métaboliques potentiels initialement différents, ce qui va dans le même sens que les résultats montrés précédemment. En effet, on note dans PP une consommation forte des substrats bien représentés et tirés par l'axe 1 (S9, S15, S22). Dans GC, la consommation est plus importante pour les substrats tirés par l'axe 2 (S1, S17, S19, S30).

II. Suivis biologiques

II.1. Dynamique du carbone

L'évolution de la minéralisation du carbone dans les sols témoins (sans apports) est plus faible dans GC que dans PP (Figure 47). À la fin de l'incubation, la minéralisation (C-CO₂ cumulé) est environ trois fois plus faible (P < 0,05) dans GC (839 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec) comparativement à PP (2369 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec). Cet écart reste maintenu après l'apport des résidus de culture (P < 0,05).

L'ajout des matières végétales dans les deux sols permet un surplus de minéralisation du carbone par rapport au témoin. En effet, au bout de 90 jours d'incubation, la minéralisation dans PP atteint un minimum de 3 777 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec avec le tournesol et un maximum de 4 025 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec avec le colza. Dans GC avec résidus, la minéralisation équivaut environ à la moitié de celle de PP, et est comprise entre 2 460 (tournesol) et 2 537 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec (blé).

Le calcul des vitesses de la minéralisation totale sur la première semaine d'incubation montre globalement des vitesses pour GC inférieures à celles de PP (Figure 47). De plus, quelle que soit la modalité considérée, les vitesses sont importantes sur cette durée et augmentent fortement à 4 jours dans PP (surtout avec le colza). L'augmentation dans GC est moins intense sur cette durée d'incubation.



Figure 47 : Suivi du C-CO₂ total cumulé (mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec) en prairie permanente et en grande culture pendant 90 jours (haut). *En jaune, la prairie permanente (PP) ; en vert, la grande culture (GC)*.

Vitesses de la minéralisation totale dans PP (couleurs foncées) et GC (couleurs claires) sur la première semaine d'incubation (bas). PP : PP sans apport, GC : GC sans apport, b : blé, c : colza, t : tournesol



Figure 48 : Suivi du C-CO₂ net cumulé en prairie permanent (PP) et grande culture (GC) pendant la décomposition des trois résidus de culture. Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date sauf s'il sont marqués par ns (différence non significative)

Afin d'évaluer l'effet des apports, la minéralisation nette du C est calculée (en retranchant la minéralisation des sols témoins à celle des sols avec résidus) (Figure 48).

D'abord, les courbes montrent une évolution en 3 phases (0-28 ; 28-49 ; 49-90 jours). En effet, le calcul des vitesses de minéralisations montre une diminution au cours du temps : 1) sur la première semaine, la vitesse de minéralisation est la plus élevée (39-155 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ dans PP et 20-75 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ dans GC) ; 2) entre 11 et 49 jours, la cinétique diminue (8-68 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ dans PP et 14-64 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ dans GC) ; 3) la minéralisation atteint une phase stationnaire dans PP (0-1,3 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹) et continue très faiblement dans GC (2-6 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹).

La comparaison de la minéralisation nette entre sols pour un même résidu, montre des valeurs dans GC inférieures à PP pour le blé et le colza jusqu'à 49 jours, alors que pour le tournesol les différences n'apparaissent qu'à partir de 49 jours d'incubation (Figure 48).

La comparaison de la minéralisation nette entre résidus au sein du sol PP montre, avec le tournesol, des valeurs significativement plus faibles aux premiers stades en comparaison de celles du blé et du colza (P < 0,05). Ceci est souligné par des vitesses de minéralisations plus faibles en début d'incubation (39-55 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹).

En fin d'incubation, les taux de minéralisation atteints (en pourcentage de C organique apporté) sont pour le blé, le colza et le tournesol (et par ordre décroissant) de 69 %, 68 % et 55 % dans PP, et 72 %, 68 % et 64 % dans GC, respectivement.



Figure 49 : Suivi de l'azote minéral total (mg N.Kg⁻¹ sol sec) en prairie permanente et grande culture pendant 83 jours d'incubation

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). En jaune, la prairie permanente (PP) ; en vert, la grande culture (GC). PP : PP sans apport, GC : GC sans apport, b : blé, c : colza, t : tournesol



Figure 50 : Exemple de l'immobilisation de l'azote dans la prairie permanente (PP, jaune) et la grande culture (GC, vert), après ajout de résidus de colza

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0.05) à une date sauf s'ils sont marqués par ns (différence non significative)

II.2. Dynamique de l'azote

Tout au long de l'incubation, la minéralisation totale de l'N dans les sols témoins de GC est inférieure à celle de PP, et l'écart est d'un facteur de trois en fin d'incubation : la minéralisation équivaut à 58 mg N. Kg⁻¹ sol sec dans GC et 178 mg N. Kg⁻¹ sol sec dans PP (Figure 49).

Après l'apport des résidus de culture, la tendance est maintenue telle que GC inférieur à PP : dans GC, les valeurs varient entre 64 (blé) et 75 (colza) mg N. Kg⁻¹ sol sec ; dans PP, elles vont de 135 pour le colza à 160 mg N. Kg⁻¹ sol sec pour le tournesol.

L'ajout des résidus de culture réduit fortement la minéralisation et entraîne une phase d'immobilisation dans les sols, maintenue sur tout le temps d'incubation (Figure 50). Elle est globalement plus faible dans GC que dans PP (P < 0,05). Par ailleurs, dans PP en fin d'incubation, l'immobilisation baisse et atteint -18 (tournesol), -24 (blé) et -43 (colza) mg N. Kg⁻¹ sol sec. Dans GC, l'incubation se termine avec des valeurs comprises entre -29 (blé) et -32 (tournesol) mg N. Kg⁻¹ sol sec (Figure 51).

Sur ces mêmes graphiques, en comparant l'immobilisation au sein d'un même sol, on note qu'un maximum d'immobilisation dans PP (courbes jaunes) est rapidement atteint après l'ajout des résidus de blé et de colza (au bout de 2 semaines d'incubation). Avec le tournesol, l'immobilisation maximale se produit plus tardivement, soit à 49 jours d'incubation. Dans GC (courbes vertes), quel que soit le résidu ajouté, le maximum d'immobilisation est aussi atteint à 49 jours : -38 (colza), -56 (blé) et -58 (tournesol) mg N. Kg⁻¹ sol sec.



Figure 51 : Minéralisation nette de N en sol de prairie permanente (PP) de grande culture (GC) pendant la décomposition des trois résidus de culture

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date sauf s'ils sont marqués par NS (différence non significative)



Figure 52 : Carbone de la biomasse microbienne MBC (a), DNA total (b) dans les sols de prairie permanente et de grande culture pendant 83 jours d'incubation *Les données sont présentées en moyenne* \pm *écart-type (n=3). En jaune, la prairie permanente (PP) ; en vert, la grande culture (GC). PP : PP sans apport, GC : GC sans apport, b : blé, c : colza, t :*

en vert, la grande culture (GC). PP : PP sans apport, GC : GC sans apport, b : blé, c : colza, t : tournesol. Les traitements présentant des différences significatives (P < 0.05) à une date donnée portent des lettres différences



Figure 53 : Ratio F : B dans les sols de prairie permanente et de grande culture pendant 83 jours d'incubation

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). En jaune, la prairie permanente (PP) ; en vert, la grande culture (GC). PP : PP sans apport, GC : GC sans apport, b : blé, c : colza, t : tournesol. Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des lettres différentes

II.3. Dynamique microbienne

- <u>Abondance microbienne totale :</u>

L'abondance microbienne a été mesurée par deux méthodes : dosage du carbone de la biomasse microbienne (MBC) et quantification de l'ADN total.

Dans les sols témoins, ces variables biologiques ont globalement tendance à diminuer au cours du temps d'incubation, surtout l'ADN total (Figure 52).

Par ailleurs, l'abondance microbienne est toujours inférieure dans GC par rapport à PP, d'environ un facteur de 2.

Cet écart entre PP et GC est maintenu même après ajout des résidus de culture. Comme pour la minéralisation du carbone, ces apports favorisent l'abondance microbienne, puisque cette dernière augmente rapidement et significativement par rapport aux témoins. Cependant, ces effets ne sont pas identiques selon la nature des résidus. En effet, pour le MBC, l'augmentation n'est significative dans PP qu'avec le tournesol ; et dans GC qu'avec le colza et le tournesol. Pour l'ADN, elle l'est surtout avec les résidus de tournesol, quel que soit le sol.

- <u>Structure microbienne :</u>

En ce qui concerne la structure microbienne (Figure 53), les sols témoins au jour 0 présentent un ratio de 0,003 (3 copies de 18S pour 1000 copies de 16S). Au fil du temps, dans le témoin PP, le ratio augmente jusqu'à 0,01, tandis qu'il reste globalement constant dans le témoin GC.

L'ajout de résidus entraîne une augmentation du rapport F : B par rapport aux témoins, et les valeurs entre PP et GC restent dans le même ordre de grandeur (0-0,03).

Par rapport au témoin, dans PP, l'augmentation n'est significative qu'avec le tournesol (à 5 et 83 jours), et dans GC, qu'avec le colza (à 34 jours).



Figure 54 : Analyses en composantes principales (ACP) à partir des profils métaboliques bactériens à 0 et 83 jours d'incubation, réalisées sur l'ensemble du jeu de données (31 substrats carbonés et 2 sols), dans la prairie permanente (PP) et la grande culture (GC), avec n=3. *B* : *blé*, *C* : *colza*, *T* : *tournesol*, *S* : *sol témoin*. *La nature des 31 substrats, notés de S1 à S31, est précisée dans l'Annexe 7*

II.4. Diversité fonctionnelle métabolique et activités enzymatiques

a) Diversité fonctionnelle métabolique

L'analyse de la diversité fonctionnelle métabolique après 3 mois de décomposition des résidus de culture a été réalisée à nouveau en fin d'incubation par la technique BiologTM, sur l'ensemble du jeu de données (31 substrats carbonés et 2 sols) (Figure 54).

Pour les deux sols, les variables sont bien représentées par les deux premiers axes des ACP (à une hauteur de 76 % dans PP et 66 % dans GC, de la variance totale). L'ACP au sein d'un même sol, montre une séparation importante en fonction du temps d'incubation (début vs. fin). A 83 jours, nous pouvons noter dans PP moins de distribution des variables, contrairement à GC où la distribution devient plus forte, par rapport au jour 0.

Au contraire, la séparation selon les modalités au sein d'un même sol à une date donnée est moins marquée. En particulier en fin d'incubation, les ellipses représentant les différentes modalités (sol témoin, sol contenant des résidus de blé, de colza ou de tournesol) se superposent pour un même sol, au point d'être, dans certains cas, difficiles à différencier.

L'effet de l'incubation est également mis en évidence par l'évolution de l'AWCD et la richesse dans chacun des sols contenant les apports entre 0 et 83 jours d'incubation. En effet, nous notons une diminution significative de ces variables quel que soit le sol (tous apports compris), jusqu'à atteindre une activité métabolique quasi-nulle (Tableau 23).

En fin d'incubation, l'effet des résidus de culture n'est pas décelable. Dans PP (témoin ou avec apports), les D.O. mesurées sont quasi-nulles (0-0,06) (Annexe 8). Dans GC, l'activité métabolique est également faible : les D.O. pour le témoin sont, comme dans PP, quasi-nulles. Néanmoins, en présence des matières végétales, trois substrats sont encore consommés significativement par les communautés du sol : D-cellobiose (avec le blé), phényléthylamine (avec le tounesol), et l'acide itaconique (avec les 3 résidus mais majoritairement avec le tournesol) (Annexe 9).

	Jour	PP	GC
AWCD	0	0,2 ± 0,0 a	0,2 \pm 0,0 a
	83	0,0 ± 0,0 b	0,0 ± 0,0 b
Richesse (DO > 0,25)	0	$10\pm0,4$ a	12 ± 2 ,1 a
	83	0,0 ± 0,0 b	1,0 ± 0,5 b

Tableau 23 : Effet des 83 jours d'incubation sur l'AWCD et la richesse dans le sol de prairie(PP) et la grande culture (GC) contenant des apports

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les variables présentant des différences significatives (P < 0,05) entre 0 et 83 jours dans un sol (par colonne) sont marquées par des lettres différentes



Figure 55 : Activité β -glucosidase (β GLU) dans les sols de prairie permanente et de grande culture pendant l'incubation (n=3)

En jaune, la prairie permanente (PP) ; en vert, la grande culture (GC). PP : PP sans apport, GC : GC sans apport, b : blé, c : colza, t : tournesol

Les traitements présentant des différences significatives (P < 0.05) à une date donnée portent des lettres différentes



Figure 56 : Activité xylanase dans les sols de prairie permanente et de grande culture pendant l'incubation (n=3)

En jaune, la prairie permanent (PP) ; en vert, la grande culture (GC). PP : PP sans apport, GC : GC sans apport, b : blé, c : colza, t : tournesol

Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des lettres différentes

b) Activités enzymatiques

Sur les premiers jours d'incubation (notamment au jour 5), l'activité de la β GLU des témoins est plus faible dans GC par rapport à PP, puis les valeurs deviennent du même ordre de grandeur (Figure 55). En effet, au cours de l'incubation, l'activité de la β GLU du témoin PP oscille entre 1,3 et 9,1 nmol.min ⁻¹ g⁻¹ sol sec, et dans GC entre 3,6 et 5,6 nmol.min ⁻¹ g⁻¹ sol sec.

L'ajout des résidus de culture modifie le profil enzymatique de la β GLU entre les deux sols. Une plus grande variation de l'activité par rapport au témoin est observée dans PP, avec un maximum de 14 nmol.min ⁻¹ g⁻¹ sol sec obtenu avec le tournesol à 5 jours d'incubation. Dans GC, et contrairement à PP, l'activité β GLU à 5 jours est minimale ; elle est comprise entre 1 et 4 nmol.min ⁻¹ g⁻¹ sol sec.

En ce qui concerne l'activité de la xylanase (Figure 56), les valeurs sont relativement faibles. Dans les sols témoins, l'activité dans GC est maintenue inférieure à PP sur toute la durée d'incubation. Dans PP, les valeurs sont comprises entre 0,04 et 0,16, alors qu'en GC, elles varient de 0,01 à 0,06 nmol.min $^{-1}$ g $^{-1}$ sol sec.

Après ajout des résidus de culture, l'activité xylanase dans GC reste inférieure à celle dans PP (sauf pour l'apport de blé), approximativement de 4 fois. Globalement, dans les sols avec apports, l'activité varie entre 0,08 et 0,28 nmol.min $^{-1}$ g $^{-1}$ sol sec dans PP avec résidus, et entre 0,01 et 0,11 nmol.min $^{-1}$ g $^{-1}$ sol sec dans GC.

Les apports aux sols augmentent globalement l'activité par rapport aux témoins. L'augmentation n'est significative (P < 0,05) dans PP qu'avec le tournesol (d'environ un facteur de 2), et dans GC qu'avec le blé (d'environ un facteur de 5), avec en particulier un pic d'activité à 34 jours d'incubation.

Tableau 24 : Teneur en carbone labile (POXC), en carbone et azote totaux, et pH dans le sol de prairie permanente (PP) en début (J0) et fin d'incubation (J83)

C et N (g C.Kg ⁻¹ sol		J)		J83			
sec)	Blé	Colza	Tournesol	PP	Blé	Colza	Tournesol	РР
POXC	0,8 ± 5 ab A	0,8 ± 23 a A	0,7 ± 11 b A	0,8 ± 6 ab A	0,5±11aB	0,5 ± 5 ab A	0,6 ± 11 b B	0,5±8ab B
C total	$23 \pm 1 a A$	$23 \pm 2 a A$	$23\pm0~a~A$	$22 \pm 1 a A$	$23 \pm 1 a A$	$23 \pm 2 a A$	$22\pm0~a~A$	$23 \pm 1 a A$
N total	2,8 \pm 0,2 a A	2,6 \pm 0,4 a A	$2,9\pm0aA$	2,6 \pm 0 a A	$2,6\pm0,1~a~A$	$\textbf{2,5}\pm\textbf{0,2}$ a A	$2,5\pm0,1~a~A$	2,9 \pm 0 a A
рН	5,7	5,8	6,0	5,8	5,7	5,4	5,6	5,7

Tableau 25 : Teneur en carbone labile (POXC), en carbone et azote totaux, et pH dans le sol de grande culture (GC) en début (J0) et fin d'incubation (J83)

C et N (g C.Kg ⁻¹ sol		JO				J83			
sec)	Blé	Colza	Tournesol	GC	Blé	Colza	Tournesol	GC	
POXC	0,6 ± 23 ab A	0,6±25 a A	0,5 \pm 12 ab A	0,4 ± 7 b A	0,4 ± 26 ab B	0,4 ± 7 ab B	0,4 \pm 4 a A	0,4 \pm 19 bA	
C total	$12 \pm 1 \text{ ab } A$	$15 \pm 1 a A$	$12\pm0~ab~A$	$11\pm0bA$	12 ± 1 a A	$13 \pm 1 a A$	$11\pm0aA$	$11\pm0~a~A$	
N total	1,2 ± 0,3 a A	1,1 ± 0,3 a A	1,2 \pm 0,3 a A	1,5 ± 0,1 a A	1,1 ± 0 a A	1,8 \pm 0,9 a A	1,8 \pm 0,7 a A	1,7 ± 0,7 a A	
pН	6,7	6,6	6,9	6,7	6,8	5,9	6,0	5,7	

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3), sauf pour le pH. Les traitements présentant des différences significatives par ligne (P < 0,05) pour une variable donnée à la même date d'incubation (blé vs colza vs tournesol vs témoin) sont marquées par des lettres minuscules différentes (effet modalité). Les traitements présentant des différences significatives entre J0 et J83 par ligne (P < 0,05) pour une variable donnée (blé J0 vs blé J83; colza J0 vs colza J83; tournesol J0 vs tournesol J83; témoin J0 vs témoin J83) sont marquées par des lettres majuscules différentes et sont représentées en gras (effet temps d'incubation).

III. Suivis physicochimiques

III.1. Evolution physicochimique du sol

Les paramètres physicochimiques des sols (carbone et azote totaux, carbone labile et pH) ont été suivis pendant l'incubation à 0, 5, 34 et 83 jours. Les résultats ne montrant pas ou très peu de différence statistiquement significative entre modalités et dans le temps (P < 0,05), nous avons choisi de représenter les résultats en début et fin d'incubation (0 et 83 jours) (Tableaux 24 &25).

Sur les 3 mois d'incubation, les teneurs en C et N dans le témoin GC sont maintenues significativement inférieures à celles de PP (P < 0,05) : l'azote total d'un facteur allant de 1,7 à 2,3 ; le carbone labile d'un facteur de 1,3 à 1,7 ; et le carbone total d'un facteur de 2.

L'ajout d'environ 0,4 % de matières végétales dans le sol n'a généralement pas entraîné de modifications des teneurs en carbone et azote totaux par rapport aux témoins, et la tendance GC < PP est maintenue (P < 0,05). En effet, dans GC les valeurs pour le carbone total varient entre 11 et 15 g C.Kg⁻¹ sol sec, et pour l'azote entre 1,1 et 1,8 g N.Kg⁻¹ sol sec, tandis que dans PP elles sont comprises, pour le C total entre 22 et 24 g C.Kg⁻¹ sol sec, et pour le N total entre 2,2 et 2,9 g N.Kg⁻¹ sol sec.

En ce qui concerne le carbone labile, de grands écart-types sont notés. Le POXC n'a globalement pas été impacté par les apports différents, mais uniquement par la durée d'incubation, avec une baisse significative entre 0 et 83 jours.

Le dosage du pH_{eau} a été effectué en une seule mesure (sans réplicats) dans les sols, en raison des faibles quantités de sol restant en fin d'incubation. Les témoins et les sols avec résidus présentent globalement un pH plus élevé dans GC comparé à PP pendant les 3 mois d'incubation.

Le pH varie peu en cours d'incubation, mais tendrait vers une légère acidification du milieu en particulier pour le colza et le tournesol.

	Perte de masse (% MS)						
	Blé	Colza	Tournesol				
РР	$37\pm8~aA$	$43\pm12~aA$	$53 \pm 4 a A$				
GC	$40\pm5~aA$	50 ± 9 a A	52 ± 5 a A				
MS : masse sèche	:						

Tableau 26 : Perte de masse après décomposition des résidus de blé, de colza et de tournesol

 dans les sols de prairie permanente (PP) et de grande culture (GC)

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) entre matières végétales au sein d'un même sol portent des lettres minuscules différentes. Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) pour une même matière végétale entre les sols PP et GC portent des lettres majuscules différentes



Figure 57 : Exemple du blé dans GC : comparaison des dérivées secondes entre le blé avant décomposition (spectre blé initial, noir) et décomposé (spectre GC moyen, rouge) ; et entre résidu décomposé (spectre GC moyen, rouge) et un spectre quelconque de résidu décomposé (1 spectre GC, bleu). *Encadré rouge : intervalle de longueur d'onde d'intérêt (1800-900cm⁻¹)*

III.2. Evolution physicochimique des résidus de culture

III.2.1. Perte de masse

Avant incubation, environ 100 mg de résidus de culture broyés sont mis dans des coupelles contenant l'équivalent de 25 g de sol sec. Au bout de trois mois de décomposition, les apports restants sont récupérés par flottaison, et le contenu de 5 coupelles sont poolés, rincés et séchés à 38°C jusqu'à poids constant. Ils sont ensuite pesés pour déterminer la perte de masse. Les résultats ne montrent des différences significatives (P < 0,05) ni entre sols ni entre matières végétales (Tableau 26).

En comparant la perte de masse des résidus dans un même sol, elle suit l'ordre suivant : blé < colza < tournesol, quel que soit le sol, bien que les différences ne soient pas significatives (*P* < 0,05), et les écarts-types importants. Les pertes de masse varient dans PP entre 37 et 53 %, et dans GC entre 40 et 52 %.

III.2.2. Détermination des caractéristiques chimiques et structurales en surface

La caractérisation chimique en surface, déterminée par la méthode FTIR, montre globalement peu de différences dans les **profils bruts** des matières végétales, entre leur état initial et après dégradation dans PP ou dans GC.

Les courbes (15 répétitions par modalité) ont ensuite été traitées comme précisé précédemment. Ainsi, afin de déterminer l'effet de la décomposition sur la composition chimique des matières végétales, nous avons comparé la matière végétale initiale, avant décomposition (notée spectre initial), avec celle décomposée dans PP ou dans GC, récupérée en fin d'incubation et exprimée en moyenne des spectres (notée spectre moyen). Afin d'évaluer l'impact potentiel dû au hasard, le spectre moyen de la matière décomposée a été comparé avec un spectre quelconque de matière décomposée (c'est-à-dire l'une des analyses ayant servi à l'obtention de la moyenne des spectres, et il est noté 1 spectre (Figure 57). Ces étapes figurent dans l'Annexe 4, et comme précisé dans le matériel et méthodes, les comparaisons ont été effectuées par un test Student (P < 0,05).

L'effet de la décomposition est apparu plus important que l'effet du pur hasard, nous avons donc choisi de représenter les coefficients de dissimilarité, entre 1800 et 900 cm⁻¹, entre état initial et état dégradé (Tableaux 27, 28 & 29).

Tableau 27 : Coefficients de dissimilarité entre état initial et état dégradé pour le blé dans PP

 et dans GC aux longueurs d'ondes des bandes spectrales

Les traitements présentant des différences significatives entre état initial et état décomposé dans un sol donné sont présentés en gras

	Blé da	ıns PP		Blé dans GC			
Nombre d'onde (cm^{-1})	Moyenne dissimilarité	Ecart-type	P-value	Moyenne dissimilarité	Ecart-type	P-value	
	(%)			(%)			
988	43,67	19,66	0,006	28,52	7,35	0,10	
1030	54,71	11,81	0,000	42,31	9,82	0,000	
1109	78,55	13,18	0,000	72,51	20,94	0,000	
1161	21,05	7,65	0,521	17,39	8,96	0,042	
1239	51,28	22,44	0,024	63,11	14,35	0,000	
1319	31,21	11,12	0,002	41,45	7,33	0,000	
1370	30,46	12,47	0,128	36,08	13,37	0,019	
1423	53,39	5,26	0,000	58,25	7,40	0,000	
1460	21,68	2,69	0,000	23,54	4,61	0,000	
150 7	29,04	8,65	0,000	32,41	4,49	0,000	
1552	68,88	10,10	0,000	64,82	17,48	0,000	
1592	63,47	7,25	0,000	69,32	8,33	0,000	
1651	29,95	12,01	0,002	30,40	9,26	0,002	
1734	49,34	17,23	0,000	34,78	15,82	0,037	
1794	62,50	7,37	0,000	58,56	13,54	0,000	
Total bandes modifiées $(P < 0,05)$	<u>13 sur 15</u>			<u>14 sur 15</u>			

Tableau 28 : Coefficients de dissimilarité entre état initial et état dégradé pour le colza dans

 PP et dans GC aux longueurs d'ondes des bandes spectrales

Les traitements présentant des différences significatives entre état initial et état décomposé dans un sol donné sont présentés en gras

_	Colza	dans PP		Colza dans GC			
Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Moyenne dissimilarité	(%) Ecart-type	<i>P</i> -value	Moyenne dissimilarité (%)	Ecart-type	<i>P</i> -value	
954	62,57	32,65	0,735	76,17	25,52	0,460	
1059	88,36	8,05	0,000	89,78	9,86	0,000	
1101	86,31	17,73	0,057	77,87	24,58	0,275	
1156	50,22	18,30	0,001	52,15	29,61	0,386	
1234	76,91	19,28	0,002	94,50	10,29	0,000	
1321	38,19	12,99	0,000	43,85	18,10	0,001	
1370	40,25	10,38	0,000	44,40	9,36	0,000	
1422	39,5 5	7,33	0,000	54,40	6,44	0,000	
1463	37,30	2,45	0,000	39,00	3,77	0,000	
1507	38,92	13,11	0,000	36,68	13,27	0,000	
1592	70,33	12,53	0,000	7 4,29	15,51	0,000	
1650	57,43	19,11	0,003	45,66	10,18	0,000	
1738	61,31	18,90	0,000	55,83	16,75	0,000	
Total bandes modifiées $(P < 0,05)$	<u>11 sur 13</u>			<u>10 sur 13</u>			

Tableau 29 : Coefficients de dissimilarité entre état initial et état dégradé pour le tournesoldans PP et dans GC aux longueurs d'ondes des bandes spectrales

Les traitements présentant des différences significatives entre état initial et état décomposé dans un sol donné sont présentés en gras

	Tourne	sol dans PP		Tournesol dans GC			
Nombre d'onde (cm^{-1})	Moyenne dissimilarité (%)	Ecart-type	P-value	Moyenne dissimilarité (%)	Ecart-type	<i>P</i> -value	
989	51,49	27,18	0,149	72,86	27,69	0,001	
102 7	63,22	12,64	0,000	63,74	22,44	0,001	
1110	68,41	23,56	0,101	68,63	19,33	0,530	
1159	41,25	22,35	0,351	29,49	23,37	0,577	
1264	58,46	19,17	0,059	59,4 7	15,05	0,004	
1322	39,56	9,87	0,000	34,96	12,99	0,000	
1371	33,50	7,62	0,000	29,93	10,02	0,002	
1419	21,64	4,15	0,000	20,74	5,86	0,000	
1458	26,19	6,96	0,000	24,77	9,52	0,000	
15 0 7	27,89	10,53	0,011	27,45	7 ,9 7	0,002	
1554	62,53	11,27	0,000	65,15	20,17	0,000	
1603	96,98	4,13	0,000	89,45	13,75	0,000	
1650	61,01	14,03	0,000	50,24	13,44	0,005	
1685	96,24	3,45	0,000	96,53	2,76	0,000	
1701	93,22	8,45	0,000	88,99	9,11	0,000	
1739	37,46	7,19	0,000	39,38	10,60	0,014	
1794	62,63	12,16	0,000	60,12	12,01	0,000	
Total bandes modifiées $(P < 0.05)$	<u>13 sur 17</u>			<u>15 sur 17</u>			
(C0,05)							

A priori, la décomposition des matières végétales par les communautés microbiennes de PP et de GC est similaire car globalement, le même nombre de dissimilarités significatives a été noté entre les deux sols pour une même matière végétale : pour le blé, 13 dans PP et 12 dans GC (pour un total de 15 bandes) ; pour le colza, 11 dans PP et 10 dans GC (pour un total de 13 bandes) ; et pour le tournesol, 13 dans PP et 15 dans GC (pour un total de 17 bandes).

De plus, pendant la décomposition des résidus de culture dans PP ou dans GC, ce sont généralement les mêmes bandes, tel que précisé dans l'état de l'art comme représentatives des polysaccharides structuraux de la matière végétale, qui ont été touchées.

A posteriori, certaines bandes ont été significativement déformées dans un sol et pas dans l'autre. Elles sont situées :

- Pour le blé, à 988 et 1734 cm⁻¹ dans PP (pectines, cellulose, lignine) ; 1370 cm⁻¹ dans GC (polysaccharides structuraux)
- Pour le colza, à 1156 cm⁻¹ dans PP (vibration d'élongation du groupement C-OH, notamment dans la cellulose)
- Pour le tournesol, à 989 et 1264 cm⁻¹ dans GC (polysaccharides structuraux).

Tableau 30 : Températures (T1 et T2) correspondant aux pertes de masse 1 et 2 pour les résidus de blé, de colza et de tournesol, avant incubation (J0 ; en gras) et en fin d'incubation (J83), après décomposition en sol de prairie permanente (PP) et grande culture (GC)

	B	Blé		Colza		Tournesol	
Température (°C)	РР	GC	РР	GC	РР	GC	
T1 J0	289	289±9		301 ± 8		278± 20	
T1 J83	313 ± 3	315 ± 5	319 ±4	30 7 ± 3	312 ±4	312 ±3	
T2 J0	409	409 ± 12		409 ± 17		420 ± 35	
T2 J83	$\textbf{382}\pm\textbf{12}$	$\textbf{442} \pm \textbf{14}$	$\textbf{464} \pm \textbf{0}$	$\textbf{448} \pm \textbf{6}$	$\textbf{423}\pm\textbf{15}$	$\textbf{428}\pm\textbf{7}$	

Tableau 31 : Pertes de masse totales de la fraction organique (PMt, en %), pertes de masses 1 et 2 (PM1 et PM2, en % PMt) et ratio de stabilité R1 (PM2/PM1) pour les résidus de blé, de colza et de tournesol, avant incubation (J0 ; en gras) et en fin d'incubation (J83), après décomposition en sol de prairie permanente (PP) et grande culture (GC)

-	E	Blé		olza	Tournesol		
	РР	GC	РР	GC	РР	GC	
PMt J0 (%)	95 ±1		89	± 3	72 ± 11		
PMt J83 (%)	72 ± 4	64 ± 14	57 ± 8	63 ± 7	74 ± 1	81 ± 11	
PM1 J0 (%PMt)	70 ± 2		77±1		78±7		
PM1 J83 (%PMt)	69 ± 2	68 ± 7	82 ± 3	79 ± 2	84 ± 1	87 ± 1	
PM2 J0 (%PMt)	30	± 2	23	23 ± 1		22 ±7	
PM2 J83 (%PMt)	31 ±2	32 ±7	18 ± 3	21 ± 2	16 ± 1	13 ± 1	
R1 J0	0,4		0	0,3		0,3	
<u>R1 J83</u>	0,4	0,5	0,2	0,3	0,2	0,1	

Les données sont présentées en moyenne ± *écart-type*

III.2.3. Détermination de la stabilité thermique

Pour compléter les résultats de caractérisation des matières végétales, l'évolution de la stabilité thermique des matières végétales a été déterminée, entre début et fin d'incubation, dans PP et dans GC (Tableaux 30 & 31).

Les résultats ATG montrent que pendant l'incubation, une décomposition de la fraction organique des résidus de culture a eu lieu car la perte de masse totale (de la fraction organique) diminue globalement. Avant incubation, elle était comprise entre 72 % (tournesol) et 95 % (blé). En fin d'incubation, elle atteint des valeurs allant de 57 % (colza dégradé dans PP) à 81 % (tournesol dans GC ; Tableau 31).

Quel que soit le sol, les températures relatives aux pics 1 et 2 tendent vers une augmentation en fin d'incubation (J83) par rapport à l'état initial (J0, Tableau 30). Les T1 passent de 289-301°C (état initial) à 312-319°C (état final), et l'intervalle des T2 s'élargit de 409-420°C (état initial) à 382-464°C (état final).

De plus, les PM1, exprimées en % PMt, augmentent globalement en fin d'incubation : elles passent de 56-68 % (état initial) à 44-71 % (état final). A l'inverse, les PM2 passent de 16-29 % PMt (état initial) à 10-22 % PMt (état final). Ainsi, globalement pendant l'incubation, la fraction labile semble augmenter alors que la fraction plus récalcitrante diminue.

Toutefois, les fractions (% PMt) semblent rester constantes pour le blé entre le début et la fin d'incubation. Concernant le rapport entre la fraction organique plus stable et celle moins stable, il reste généralement constant ou diminue de 0,2 maximum, entre 0 et 83 jours.
A RETENIR

• Dynamiques C & N :

- La minéralisation nette du C est différente dans des sols de microbiodiversités contrastées. Elle est plus élevée dans PP sur les premiers temps, avant d'être rattrapée par GC, sauf pour le tournesol
- L'immobilisation de l'N est en accord avec la dynamique du C. Un maximum est observé rapidement dans PP alors qu'il n'apparaît pas avant 49 jours dans GC
- Les apports différents, présentant des qualités contrastées comme montré dans la partie (A) « Caractérisations », ont seulement influencé la minéralisation dans PP

• Communautés microbiennes :

- Les biomasses totale et fongique sont augmentées par les apports, et l'intensité dépend du type d'apport
- Le ratio F : B continue d'augmenter en fin d'incubation dans PP tandis qu'il diminue dans GC.

• **Biolog**:

- Les profils métaboliques initiaux de PP et GC sont différents et visibles de manière globale par ACP, et de manière plus détaillée par la comparaison des substrats consommés. En particulier, l'activité métabolique fonctionnelle est initialement plus élevée dans PP, et ceci est vérifié par l'AWCD et la richesse, plus importantes par rapport à GC
- A la fin de l'étude de décomposition, l'impact des apports sur les profils métaboliques potentiels n'a pas été décelé, contrairement à celui du temps d'incubation. En effet, en fin d'incubation, l'activité métabolique diminue pour être quasiment nulle.

Malgré la baisse significative de l'AWCD et la richesse, la métabolisation de quelques substrats dans GC se fait surtout en présence des résidus de tournesol.

• Activités enzymatiques :

- Les profils de la βGLU sont différents entre PP et GC. Les apports induisent une augmentation plus importante par rapport au témoin dans PP que dans GC, avec un pic à 5 jours (avec le tournesol), contrairement à une baisse d'activité dans GC à cette même date
- L'activité de la xylanase semble en général faible, mais reste plus importante dans PP . Toutefois, dans GC à 34 jours, un pic d'activité est noté, et ce en présence de la paille de blé.

• Suivi des paramètres du sol :

- Les teneurs en carbone et azote restent inférieures dans GC par rapport à PP

A RETENIR

- Pas de variation significative n'est observée entre modalités ou entre dates d'incubation, à l'exception du carbone labile (POXC) qui a diminué à 83 jours
- Le pH est plus fort dans GC et quel que soit le sol, il tend vers une légère acidification du milieu pendant la décomposition.
- Suivi des caractéristiques physicochimiques des matières végétales :
- Quel que soit le sol et le résidu de culture, la **perte de masse** ne présente pas de différences significatives, mais la tendance suit l'ordre suivant : blé < colza < tournesol

- La **FTIR** après 3 mois d'incubation a montré que certaines bandes, relatives aux pectines, cellulose, lignine, ou globalement aux polysaccharides structuraux ont été significativement déformées dans un sol et pas dans l'autre.

L'ATG met en évidence à la fin de l'incubation, une diminution de la perte de masse totale de la fraction organique pour les résidus de culture.

Cette baisse est globalement accompagnée d'une augmentation des températures associées aux pics des pertes de masses 1 et 2. Exprimées par rapport au PMt, une hausse de la perte de masse 1 est notée, concomitante avec une baisse de la perte de masse 2.

C) Décomposition au sol de coproduits du tournesol : impact de la qualité biochimique intrinsèque

Cette troisième partie du chapitre « Résultats » se focalise sur l'impact d'un autre facteur présenté dans l'état de l'art, et capable d'influencer la décomposition des matières végétales dans le sol : la qualité biochimique, et plus particulièrement celle des fractions de la tige de tournesol.

Les études menées sur la décomposition de mélanges de résidus de culture (feuilles + tiges, ou des racines d'espèces différentes), généralement de qualités différentes (entre espèces), montrent des interactions dans la minéralisation du carbone et de l'azote (Robinson *et al.*, 1999; Redin *et al.*, 2014) (Cf. Etat de l'art).

A notre connaissance, ce questionnement n'ayant pas été posé pour des fractions différentes d'un même organe végétal (l'organe complet représentant dans ce cas le mélange des fractions), il nous a semblé intéressant, dans cette partie de la thèse, de mener l'étude sur la tige de tournesol, en la séparant manuellement en ses deux fractions : l'écorce (partie externe) et la moelle (partie interne). Ces fractions ont surtout la particularité de présenter des qualités biochimiques contrastées, tel qu'observé dans la partie (A) des « Résultats ». Pour cela, dans une étude en microcosmes, nous avons apporté dans un sol de grande culture, des coproduits de la tige de tournesol : l'écorce et la moelle, ainsi que la tige entière, en plus d'un témoin (sans apport).

Questions posées dans cette partie :

- Les fractions séparées de la tige de tournesol vont-elles présenter des cinétiques de dégradation différentes, et quel type d'interaction existe entre moelle et écorce pour la minéralisation de la tige complète ?
- Les compositions biochimiques très contrastées de ces fractions végétales vont-elles induire des réponses différentes au niveau des communautés microbiennes du sol de grande culture ?



Figure 58 : Suivi du C-CO₂ total cumulé (mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec) en grande culture pendant 83 jours d'incubation pour la tige complète de tournesol (vert), de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune)

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Pour les vitesses de la minéralisation totale, les traitements présentant des différences significatives (Test Tukey, P < 0,05) à une date donnée sont marqués par des lettres différentes

I. Sols avant incubation

Pour cette étude d'incubation, nous avons utilisé le sol de GC dont le nombre d'UFC a été compté et est de $8,8 \times 10^6$ UFC.g⁻¹ sol sec.

La physicochimie du sol témoin au jour 0 est détaillée dans la partie (A) des « Résultats ». Pour le sol contenant les apports, les pH varient entre 6,4 et 6,5. Quant au carbone total, les valeurs sont comprises en moyenne entre 1,1 et 1,3 %, et l'azote équivaut à 0,1 %, quelle que soit la matière végétale apportée au sol.

II. Dynamiques du carbone et de l'azote

Le suivi des minéralisations du C et de l'N a été réalisé suite à l'ajout des fractions de la tige de tournesol dans le sol de grande culture. Ces matières végétales présentent un gradient décroissant d'index lignocellulosique (LCI), calculé dans la partie (A) des « Résultats » tel que LCI = Lignine / (Holocellulose + Lignine) : écorce (0,3) > tige (0,25) > moelle (0,04), avec des valeurs proches pour l'écorce et la tige, mais plus éloignées pour la moelle.

II.1. Dynamique du carbone

L'apport des fractions de tige de tournesol augmente systématiquement la **minéralisation totale du carbone** dans le sol. En effet, en fin d'incubation (83 jours), cette minéralisation est environ 3 fois plus élevée que dans le sol sans apport organique (témoin) (Figure 58).

La minéralisation totale dans les sols contenant les coproduits du tournesol montre des taux quasiment identiques entre la tige et l'écorce (1 829 mg C- CO_2 .Kg⁻¹ sol sec) et restent en dessous de la moelle, d'un facteur de 1,2 en fin d'incubation.

Il en est de même pour les vitesses de minéralisation totales sur la première semaine d'incubation. Les apports ont augmenté les vitesses par rapport au témoin. De plus, sur cette durée, les valeurs dans les sols contenant les matières végétales sont élevées, et l'intensité dépend du type d'apport. Les valeurs sont comprises entre un minimum de 24 mg C-CO₂. Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ avec la tige et un maximum de 129 mg C-CO₂.Kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ avec la moelle.



Figure 59 : Suivi du C-CO₂ net cumulé (% C organique apporté) en grande culture pendant les 83 jours de décomposition de la tige complète de tournesol, de l'écorce et la moelle *Les données sont présentées en moyenne* \pm *écart-type (n=3). Le traitement contenant la moelle est significativement différent de l'écorce et la tige (Tukey, P < 0,05) sur toute la durée d'incubation. Quant aux traitements contenant l'écorce et la tige, ils sont marqués par un astérisque lorsqu'ils présentent des différences entre eux (jours 49 et 70)*





Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (Test Tukey, P < 0.05) à une date donnée sont marqués par des lettres différentes

Le profil de la **minéralisation nette** est identique pour les 3 coproduits du tournesol (Figure 59), avec des taux supérieurs pour la moelle, coproduit présentant la qualité biochimique la moins stable. En fin d'incubation, la minéralisation du carbone organique de la moelle ajoutée au sol atteint 78 %, alors que celle de la tige et l'écorce est de 64 %.

Le calcul des vitesses de minéralisation nette souligne 3 phases (Figure 60). La première semaine d'incubation est marquée par une minéralisation rapide suivie par une diminution. En effet, une vitesse élevée est observée sur la première semaine, en particulier à 8 jours pour la moelle (117 mg.kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹), suivie par la tige et l'écorce (72 mg.kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ et 62 mg.kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹, respectivement). Cette phase est suivie par une diminution de la vitesse jusqu'à atteindre une phase stationnaire autour de 70 jours (4 mg.kg⁻¹ sol sec.jour⁻¹ en moyenne des 3 apports).

Les taux de minéralisation nette du carbone à 3 jours, combinés à la caractérisation biochimique initiale des matières végétales (taux de composés lignocellulosiques déterminées dans la partie (A) des « Résultats »), permettent de calculer l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO) dans les sols cultivés (Tableau 32). La décomposition des coproduits de tournesol est également déterminée par perte de masse (en fin d'incubation, récupération des coproduits par flottaison, séchage puis pesée ; Tableau 32). Bien qu'il n'y ait pas de différence significative (P < 0,05) entre ISMO et entre pertes de masse, la tendance montre un ISMO plus faible pour la moelle (49 % MO) et en parallèle, une perte de masse plus élevée (86 %), également pour la moelle. Ceci concorde avec les résultats de caractérisation initiale par fractionnement biochimique et ATG (Cf. partie (A) des « Résultats »). Il est toutefois intéressant de noter les écarts-types importants pour les pertes de masse de l'écorce et de la tige.

Tableau	32:	Indice	de	stabilité	des	matières	organiques	(ISMO)	et	perte	de	masse	de
l'écorce,	la mo	elle et l	a tig	ge de tou	rnesc	ol							

	Есогсе	Moelle	Tige					
ISMO (%MO)	58 ± 1 a	49 ± 2 a	53 ± 0 a					
Perte de masse (% MS)	68 ± 15 a	$86\ \pm 2\ a$	$57 \pm 13 a$					
MO : matière organique; MS : matière sèche								

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) entre matières végétales dans une ligne portent des lettres différentes



Figure 61 : Suivi de l'azote minéral total (mg N.Kg⁻¹ sol sec) en grande culture pendant 83 jours d'incubation pour la tige complète de tournesol, de l'écorce et la moelle *Les données sont présentées en moyenne* \pm *écart-type*

II.2. Dynamique de l'azote

La **minéralisation totale de l'azote** dans le sol GC contenant les coproduits de tournesol est moins élevée par rapport au sol témoin. Tout au long de l'incubation, l'écart par rapport au témoin est autour de 8 fois (Figure 61).

Dans les sols avec apports, les valeurs varient entre -2 mg N.Kg⁻¹ sol sec pour l'écorce et 6 mg N.Kg⁻¹ sol sec pour la moelle.

Quel que soit l'apport organique dans ce sol, une phase d'immobilisation se produit pendant tout le temps d'incubation (Figure 62). **L'immobilisation nette** commence dès l'ajout des coproduits de tournesol. A 8 jours, l'immobilisation pour la moelle est de -29 mg N.Kg⁻¹ sol sec et de -23 mg N.Kg⁻¹ sol sec pour l'écorce et la tige. A 49 jours, l'immobilisation maximale est atteinte pour les 3 coproduits. Cependant, pour la moelle, on constate que l'immobilisation s'atténue en fin d'incubation et une différence de 1,5 fois est notée avec la tige et l'écorce.

III. Interactions dans la minéralisation du carbone et de l'azote

Dans notre étude, nous nous sommes également interrogés sur le type d'interaction entre les fractions de la tige de tournesol dans la minéralisation de cette dernière (en se basant sur leurs proportions pondérales relatives ; Cf. matériel et méthodes).

Pour cela, un calcul des proportions pondérales d'écorce et de moelle constituant la tige a été effectué à partir de tiges de diamètres variés, et a permis de déterminer en moyenne : 13 % de moelle (+/- 2,8) et 84 % d'écorce (+/- 5,1).

Par la suite, nous avons comparé les valeurs de C-CO₂ et d'azote minéral « observées » aux valeurs « attendues » lors de la minéralisation nette de la tige de tournesol. Le C-CO₂ attendu (% C organique apporté) a été calculé aux $21^{\text{ème}}$ et $83^{\text{ème}}$ jours comme la moyenne pondérée du C-CO₂ produit par la minéralisation de l'écorce et celle de la moelle, selon leurs proportions respectives dans la tige de tournesol (84 % et 13 %, respectivement). L'azote minéral attendu (mg N.Kg-1 sol sec) a été déterminé par la même logique.



Figure 62 : Minéralisation nette de N en sol de grande culture pendant 83 jours de décomposition de la tige complète de tournesol (vert), de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune) *Les données sont présentées en moyenne* \pm *écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des astérisques*

Tableau 33 : Comparaison entre minéralisations observées du C et de l'N de la tige entière et celles attendues à 21 et 83 jours d'incubation^{*}

	C minéralisé	(% C organique	N minéralisé (mg.Kg ⁻¹ sol sec)				
-	Observé	Attendu	P-value	Observé	Attendu	P-value	
21 jours	40,6	40,8	NS	-28.2	-24.8	NS	
83 jours	63,6	63,1	NS	-46.6	-46.9	NS	

*Les valeurs attendues sont calculées en fonction de la proportion de moelle et d'écorce dans la tige de tournesol (n=3)

Les traitements ne présentant pas de différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent les lettres NS (non significatif)

Les résultats sont synthétisés dans le Tableau 33, et les valeurs sont en moyenne, de 63 % C organique minéralisé et de 46 mg N.Kg-1 sol sec d'N minéral, et les valeurs de minéralisation de la tige théoriquement attendues concordent avec les valeurs expérimentalement obtenues. Nos résultats montrent ainsi que la contribution de la moelle et de l'écorce dans la minéralisation du carbone et de l'azote de la tige de tournesol est **additive** (suivant leurs proportions relatives).

IV. Suivi biologique du sol

IV.1. Dynamique microbienne dans le sol

Le suivi dans le temps de la **biomasse totale** du sol a été réalisé par la méthode de quantification d'**ADN total** (Figure 63). Pour le sol témoin, les valeurs vont de 22 à 9 μ g.g⁻¹ sol sec entre le début et la fin de l'incubation.

L'ajout des coproduits du tournesol augmente légèrement la biomasse par rapport au témoin, et la hausse est significative aux jours 8 (écorce) et 83 (tige) (P < 0.05). Globalement, les valeurs varient entre un minimum de 12 µg.g⁻¹ sol sec (moelle) et un maximum de 21 µg.g⁻¹ sol sec (écorce).

En fin d'incubation, quel que soit le traitement, la biomasse microbienne baisse de moitié.

Les teneurs de **carbone microbien** (MBC) au début et à la fin d'incubation ont permis une vérification des résultats obtenues en ADN total à 0 et 83 jours. Comme pour l'ADN, une diminution de la quantité de carbone microbien est observée pour tous les traitements entre le début et la fin d'incubation. Seuls ceux avec apport organique varient en moyenne entre 515 et 211 mg C.Kg⁻¹ sol sec avec des valeurs pour la tige plus élevées que pour la moelle et l'écorce ; et le sol témoin entre 411 et 248 mg C.Kg⁻¹ sol sec.



Figure 63 : ADN total quantifié dans le sol de grande culture pendant la décomposition de la tige complète de tournesol (vert), de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune) *Les données sont présentées en moyenne* \pm *écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des astérisques*





Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des astérisques

En ce qui concerne le **ratio** \mathbf{F} : \mathbf{B} (Figure 64) représentant la biomasse fongique rapportée à la biomasse bactérienne, il est constant au fil du temps dans le témoin (sol sans apport) et représente un ratio moyen de 8 : 100.

Globalement, sur la durée d'incubation, l'ajout des coproduits augmente ce ratio par rapport au témoin d'un facteur allant jusqu'à 5 (moelle). En effet, le ratio F : B présente un pic notamment avec le coproduit le plus labile (moelle) à 8 jours, et plus tardivement avec la tige (présentant un LCI plus élevé), à 21 et 49 jours (P < 0.05).

A 8 jours d'incubation, l'apport de moelle permet une augmentation de 3 fois du ratio F : B par rapport aux deux autres matières végétales. Par la suite, ce ratio se stabilise à hauteur de 20,5 : 1000 (en moyenne) sur le reste de l'incubation. Concernant l'écorce, la courbe F : B présente la même allure que celle observée pour la moelle, avec un pic à 8 et 49 jours (2 : 100).

L'ajout de la tige de tournesol dans le sol, induit une augmentation graduelle du ratio pour atteindre un pic à 21 jours (3 : 100, significativement différent du témoin, P < 0,05), puis une baisse pour atteindre les valeurs du témoin en fin d'incubation.



Figure 65 : Activité β -glucosidase (β GLU) dans le sol de grande culture pendant la décomposition de la tige complète de tournesol (vert), de l'écorce (bleu) et la moelle (jaune) *Les données sont présentées en moyenne* \pm *écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des astérisques*

IV.2. Suivi de l'activité β-glucosidase

Tout au long de l'incubation, l'activité β GLU du témoin varie entre 5 et 7 nmol.min⁻¹.g⁻¹ sol sec (Figure 65).

L'ajout des coproduits du tournesol induit une activité β GLU supérieure au témoin, en particulier avec l'écorce à 49 jours (*P* < 0,05).

L'activité dans le sol contenant l'écorce reste globalement élevée sur la durée d'incubation, tandis que pour la moelle et la tige l'activité diminue à 49 jours avant d'augmenter d'un facteur de 2. En fin d'incubation, l'activité β GLU dans les sols avec apports présentent une moyenne de 12 nmol.min⁻¹.g⁻¹ sol sec.

V. Caractérisation du sol en fin d'incubation

La quantification du carbone total et de l'azote total a été effectuée après 3 mois d'incubation dans le sol témoin et les sols avec apports. Comme observé précédemment, les résultats montrent peu de variations en fonction des différents apports et en fonction du temps : le carbone est de 1,0 % (témoin et tige) et 1,1 % (moelle et écorce) ; et le taux d'azote vaut 0,1%.

Dans cette partie, la caractérisation par FTIR et ATG des matières végétales en fin d'incubation n'a pas été possible en raison des très faibles quantités de matières récupérées (de l'ordre de quelques milligrammes).

A RETENIR

• Dynamiques C & N :

- La qualité biochimique des coproduits du tournesol détermine la minéralisation dès les premiers jours : elle est plus rapide et importante pour le coproduit le plus labile (présentant le LCI le plus faible) : la moelle de tournesol, et sa perte de masse est la plus importante en fin de décomposition. L'immobilisation rapide de ce même coproduit sur les premiers temps d'incubation est en accord avec ces observations
- La contribution de la moelle et de l'écorce dans la minéralisation de la tige de tournesol est additive.

• Communautés microbiennes :

- La structure microbienne représentée par le ratio F : B semble sensible à l'apport d'une matière très labile telle que la moelle (augmentation rapide du ratio). La tige, formée de moelle et d'écorce, entraîne également une augmentation de ce ratio un peu plus tard (à 21 et 49 jours)

Activité βGLU :

- Les profils enzymatiques dans les sols avec tige, écorce ou moelle sont différents
- Un pic de l'activité est observé sur les premiers jours pour la moelle. Globalement, les valeurs de βGLU les plus élevées sont notées en présence de l'écorce, mais plus tardivement (à partir de 21 jours).

(D) Décomposition au sol de la moelle de tournesol et de l'agromatériau correspondant : impact du process

Dans cette quatrième partie du chapitre « Résultats », nous nous sommes intéressés à étudier la décomposition d'une matière végétale transformée. En effet, il est vrai que les résidus de culture sont valorisés comme matières organiques par leur retour direct au sol, mais ils peuvent aussi être valorisés pour des intérêts non agronomiques.

L'un des objectifs de la filière « biomasse, valorisation matériaux » est de développer des matériaux biosourcés à partir de matière végétale appelés agromatériaux, et utilisés dans des domaines divers.

Dans le domaine du bâtiment, il est devenu essentiel de rénover de façon massive les bâtiments et de trouver des solutions alternatives aux isolants d'origine pétrochimique. Or, les matières végétales valorisables en matériaux sont abondantes et renouvelables, et ont la capacité d'apporter leurs propriétés isolantes. En particulier, la moelle de tournesol a suscité l'intérêt pour son potentiel en isolation thermique (Marechal et Rigal, 1999 ; Pennec *et al.*, 2013).

Ainsi, dans cette partie, nous avons voulu étudier l'influence du process de transformation des matières végétales en panneau aggloméré du bâtiment sur leur décomposition. Pour cela, nous avons choisi le retour au sol d'un agromatériau fait à base de moelle de tournesol (en imaginant une déconstruction préalable des bâtiments). Nous avons apporté dans un sol de grande culture (GC), de la moelle transformée en panneau 100 % biosourcé (agromatériau) ou à l'état « brut » (moelle), en plus d'un témoin (sans apport).

Questions posées dans cette partie :

- Le process de transformation de la moelle de la tige de tournesol impacte-t-il sa cinétique de décomposition ?
- Le process de transformation de la moelle de la tige de tournesol influence-t-il la dynamique microbienne du sol ?



Figure 66 : (a) Suivi du C-CO2 total cumulé (mg C-CO2.Kg⁻¹ sol sec) pendant l'incubation pour la moelle de tournesol, l'agromatériau correspondant et le sol témoin. **(b)** Suivi du C-CO2 net cumulé (% C organique apporté) pendant la décomposition de la moelle de tournesol et l'agromatériau correspondant

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements dans la figure (b) sont différents (P < 0,05) à une même date sauf s'ils portent les lettres ns (différence non significative)

I. Sols avant incubation

Pour étudier la décomposition de la moelle de tournesol et l'agromatériau associé, nous avons utilisé le sol de grande culture (GC). Avant incubation, le nombre d'UFC a été compté et vaut $8,8 \times 10^6 \text{ UFC}.\text{g}^{-1}$ sol sec.

La physicochimie des sols contenant les apports a également été déterminée. Les pH présentent des valeurs similaires, en moyenne de 6,5. De même pour le carbone et l'azote totaux, ils présentent respectivement des valeurs de 1,2 % et 0,1 %.

II. Minéralisation du carbone et de l'azote

L'ajout de la moelle brute ou transformée dans le sol de culture entraîne une **minéralisation totale du carbone** supérieure au sol témoin (sans apport organique), et cela sur toute la durée d'incubation. En effet, en fin d'incubation, cette minéralisation est environ 4 fois plus élevée que pour le sol témoin (Figure 66 a) : une teneur en C-CO₂ de 568 mg.Kg⁻¹ sol sec est observée dans le témoin, contre 2 124 et 2 340 mg C-CO2.Kg⁻¹ sol sec dans le sol avec moelle et agromatériau, respectivement.

La cinétique de la **minéralisation nette** (Figure 66 b) est importante sur les premiers jours d'incubation pour la moelle et l'agromatériau.

En revanche, l'écart entre les taux de minéralisation nette des 2 apports à une date donnée est significatif dès 8 jours (P < 0.05). En fin d'incubation, la moelle présente un taux de minéralisation de 78 % et semble se rapprocher de la phase stationnaire. Quant à l'agromatériau, il continue à être minéralisé, à hauteur de 90 % de C organique apporté, à 83 jours, et semble également se rapprocher de la phase stationnaire.





Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements dans la figure (b) sont différents (P < 0,05) à une même date sauf s'ils portent les lettres ns (différence non significative)

Tableau 34 : ADN total et ratio F : B dans le sol de grande culture pendant 83 jours de décomposition de la moelle de tournesol et l'agromatériau correspondant

		Jours d'incubation					
		0	8	21	49	83	
ADN total	Témoin	22 ± 2 a	15 ± 1 a	17 ± 0 a	16 ± 0 a	9±0a	
	Moelle	$17 \pm 3 a$	20 ± 2 a	$21 \pm 2 a$	17 ± 2 a	$12\pm 1\ b$	
	Agromatériau	20 ± 2 a	20 ± 1 a	20 ± 2 a	17 ± 1 a	$12\pm 1\ b$	
$\mathbf{D}_{\text{otion}} \mathbf{E} \cdot \mathbf{D} (\cdots 10^3)$	Témoin	8 ± 2 a	7 ± 2 a	6 ± 2 a	8 ± 1 a	9±1a	
Kallo F : B (X IV)	Moelle	12 ± 2 a	$36 \pm 1 b$	$22 \pm 2 b$	$19 \pm 3 a$	$22 \pm 4 a$	
	Agromatériau	$10 \pm 3 a$	$46\pm0\ b$	17 ± 2 ab	17 ± 3 a	11 ± 2 a	

Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Pour une variable, les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des lettres différentes

L'indice de stabilité des matières organiques (ISMO) a été calculé et a présenté une stabilité (quoique légèrement) plus importante pour la moelle (49 % MO) que pour l'agromatériau (46 % MO), ce qui est concorde avec les résultats de caractérisation biochimique (LCI) et l'ATG. Dans le même sens, la décomposition des matières végétales déterminée par perte de masse, montre une perte plus importante de l'agromatériau (92 % MS) par rapport à la moelle (86 % MS).

Tout au long de l'incubation, la **minéralisation totale de l'azote** dans le témoin est plus élevée que dans le sol contenant la moelle et l'agromatériau (Figure 67 a). Les valeurs varient entre -2,4 et 49 mg N.Kg⁻¹ sol sec dans le témoin, -32 et 14 mg N.Kg⁻¹ sol sec pour la moelle, et -36 et 3 mg N.Kg⁻¹ sol sec pour l'agromatériau.

Quel que soit l'apport dans le sol, une phase d'**immobilisation** est maintenue sur toute la durée de l'incubation (Figure 67 b). L'immobilisation survient immédiatement après l'ajout des matières végétales. Le maximum d'immobilisation est atteint à 49 jours (entre -49 mg N.Kg⁻¹ sol sec et -41 mg N.Kg⁻¹ sol sec, selon la matière végétale). A partir de 49 jours, l'écart se creuse (P < 0,05) avec des valeurs plus faibles pour l'agromatériau, et l'immobilisation perdure en fin d'incubation.

III. Suivi biologique du sol pendant la décomposition

III.1. Dynamique microbienne

Au cours de l'incubation, le suivi de l'**ADN total** pour le sol témoin montre des valeurs comprises entre 9 et 22 μ g.g⁻¹ sol sec (Tableau 34).

L'ajout des matières végétales n'entraîne globalement pas de changements par rapport au témoin durant l'incubation. Néanmoins, en fin d'incubation, un écart se creuse entre le témoin (9 μ g.g⁻¹ sol sec) et les apports de moelle et d'agromatériau (12 μ g.g⁻¹ sol sec ; *P* < 0,05).

Les valeurs du **carbone microbien** en début et fin d'incubation ont permis une vérification des données obtenues en ADN total, et concordent avec ces dernières. Une diminution de la quantité de carbone microbien est observée pour tous les traitements à la fin d'incubation. Le taux de carbone de la biomasse dans les sols avec apport organique est passé en moyenne de 475 à 211 mg C.Kg⁻¹ sol sec ; et dans le sol témoin de 411 à 248 mg C.Kg⁻¹ sol sec.





Les données sont présentées en moyenne \pm écart-type (n=3). Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) à une date donnée portent des astérisques

Le ratio F : B dans le sol sans apport (témoin) est constant sur les 83 jours, et présente en moyenne un rapport de 8 : 1000 (Tableau 34).

L'ajout des matières végétales induit une augmentation immédiate et significative de ce rapport comparé au témoin, et notamment pour l'agromatériau (5 : 100) à 8 jours (P < 0,05). La tendance est identique pour la moelle et l'agromatériau (augmentation puis baisse) jusqu'à 49 jours. Après cette date, le ratio pour la moelle se maintient alors qu'il diminue d'un facteur de 2 pour l'agromatériau.

III.2. Activité βGLU

Sur la durée d'incubation, l'activité β GLU du témoin varie entre 5 et 7 nmol.min⁻¹.g⁻¹ sol sec (Figure 68).

L'ajout de la moelle et de l'agromatériau entraîne une activité β GLU supérieure au témoin (*P* < 0,05). Pour la moelle, l'activité β GLU varie de 6 à 14 nmol.min⁻¹.g⁻¹ sol sec, et pour l'agromatériau de 4 à 13 nmol.min⁻¹.g⁻¹ sol sec. Les profils enzymatiques sont donc identiques entre les deux matières végétales. Une activité importante a lieu sur toute la durée d'incubation sauf à 49 jours. En effet, à cette date, une diminution d'un facteur 2 est notée.

IV. Caractérisation du sol en fin d'incubation

Le carbone total et l'azote total ont été quantifiés après 3 mois d'incubation dans le sol témoin et dans les sols avec apports, et peu de variations sont détectées entre 0 et 83 jours d'incubation. En effet, les valeurs pour le carbone sont de 1,0 (témoin) et 1,1 % (moelle et agromatériau). La teneur en azote est de 0,1 % quel que soit le traitement.

Comme pour l'incubation 2, le peu de matière récupérée en fin d'incubation n'a pas permis sa caractérisation après décomposition.

A RETENIR

• Dynamiques C & N :

- La qualité biochimique influence la minéralisation dès 8 jours. En effet, l'agromatériau caractérisé par un LCI et un ISMO plus faibles que la moelle, présente une minéralisation plus élevée. L'immobilisation de l'N s'intensifie après 15 jours et est en accord avec les tendances de minéralisation du C

• Communautés microbiennes :

- L'abondance totale et tout particulièrement le ratio F : B sont globalement augmentés (par rapport au témoin) par l'ajout des apports de moelle et d'agromatériau. Une sensible augmentation du ratio F : B est observée en début d'incubation (à 8 et 21 jours, par rapport au témoin)

Activité βGLU :

- L'activité β GLU dans les sols avec apports présente des profils enzymatiques similaires
- Les apports augmentent systématiquement l'activité enzymatique sauf à 49 jours, où une diminution d'environ un facteur 2 est notée dans les sols avec moelle et agromatériau

DISCUSSION GENERALE ET PERSPECTIVES

Dans un contexte de valorisation de résidus végétaux en agriculture, ce travail de thèse a porté sur une meilleure compréhension de l'impact du retour au sol (direct ou indirect) de matières végétales sur le fonctionnement de sols agricoles, avec un focus sur les communautés microbiennes.

En effet, ce travail se trouve à l'interface de deux domaines différents : « le sol », mené à UniLasalle par l'équipe 1, Agroécologie Hydrogéochimie Environnement et Ressources (AGHYLE), et « les agromatériaux », porté par l'équipe 2 de l'unité VAM I²N, Transformations et Agroressources (T&A).

Dans la plupart des études de décomposition de résidus de culture, le focus se fait principalement sur la dynamique microbienne, alors que les caractérisations physicochimiques se font lors d'études de caractérisations de matières organiques ou de matériaux. De plus, les études de biodégradation de matériaux en sol ou en compost, s'intéressent généralement moins à la dynamique microbienne impactée par l'apport du matériau.

Pour l'ensemble de ces raisons, nous avons trouvé intéressant d'initier un travail permettant une complémentarité de compétences et de techniques entre la discipline biologique et celle des matériaux. Nous avons donc relevé des questions scientifiques permettant de répondre à l'objectif général de ma thèse : contribuer à l'apport d'éléments de compréhension quant à la décomposition de matières végétales diversifiées par les communautés microbiennes du sol, et son effet sur les dynamiques du carbone et de l'azote.

Ainsi, cette dernière partie du manuscrit débute par une discussion concernant l'approche méthodologique en lien avec ce travail. Celle-ci est suivie par une discussion générale des résultats obtenus, permettant de répondre aux questions posées dans chaque partie des « Résultats », et s'ouvre sur des perspectives.

I. Approche méthodologique

Dans cette partie de discussion de l'approche méthodologique, il ne s'agit pas de faire une liste des limites des méthodes, préalablement abordée dans l'état de l'art, mais plutôt de discuter des choix méthodologiques en lien avec les questions de la thèse.



Figure 69 : Approche méthodologique employée pour suivre la décomposition de matières végétales dans le sol

Les études effectuées au cours de la thèse ont été retranscrites en 4 parties, portant chacune des objectifs spécifiques (Figure 69) :

- D'abord, les matières végétales destinées aux études de décomposition ont été choisies en tant que résidus de grandes cultures françaises (Cf. Etat de l'art) et présentant des compositions contrastées. Pour vérifier cela, les résidus de blé, de colza et de tournesol ont été caractérisés avant incubation par différentes méthodes qui nous ont semblé complémentaires (partie (A) du chapitre « Résultats »)
- O Une fois les caractérisations effectuées, nous avons souhaité étudier la décomposition des résidus de blé, de colza et tournesol par deux microbiodiversités telluriques contrastées (partie (B)). L'objectif était de voir d'une part si ces microbiodiversités, provenant d'un sol de praire PP et d'un sol de culture GC, minéralisaient différemment ces apports végétaux ; d'autre part si ces apports de composition contrastée impactaient différemment la dynamique microbienne, les activités enzymatiques et les fonctions de minéralisation dans chacun des sols.
- Par cette troisième partie, nous avons réalisé un focus sur la tige de tournesol, dans le but d'accentuer le contraste biochimique entre les matières végétales étudiées. Nous nous sommes donc intéressés à la décomposition des fractions de la tige de tournesol, à savoir l'écorce (partie externe) et la moelle (partie interne), et celle de la tige complète (partie (C)). L'objectif était de vérifier si ces fractions, de compositions intrinsèques très contrastées, présentaient des cinétiques de dégradation différentes, et quel type d'interaction elles présentaient sur la minéralisation de la tige complète. Il s'agissait aussi de suivre les dynamique et activité microbiennes suite à ces apports biochimiquement très contrastés.
- Et enfin, la tige de tournesol étant également une source végétale intéressante pour sa valorisation en agromatériaux, nous nous sommes focalisés dans cette partie sur son retour au sol, et plus particulièrement sous la forme d'un panneau de particules, fait à base de moelle de tournesol (**partie (D**). Nous avons voulu ainsi savoir si le process de mise en œuvre de cet agromatériau impactait la cinétique de minéralisation de la moelle, et influençait la dynamique et les activités microbiennes.
I.1. Les matières végétales

<u>Pour la caractérisation des matières végétales</u>, nous avons choisi d'employer plusieurs méthodes : la méthode de fractionnement biochimique tel que décrit par Van Soest, (1963), l'analyse élémentaire CHN, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les deux premières méthodes sont très utilisées dans le domaine de la biologie, et les deux dernières plus généralement dans le domaine des matériaux. La combinaison de ces méthodes a permis d'obtenir des informations globales complémentaires quant à la composition biochimique, physique et chimique des matières végétales étudiées.

Le CHN a permis de connaître le contenu en C et N des matières végétales de façon précise et rapide.

Concernant le Van Soest, il a donné des informations cruciales sur la composition biochimique globale des matières végétales.

L'ATG a permis une détermination de la stabilité thermique des matières végétales. Afin de pouvoir comparer les thermogrammes de pertes de masse, une masse de départ identique pour toutes les matières s'est avérée nécessaire. Elle a donc été fixée à la masse de la matière la moins dense : la moelle de tournesol (5 mg). La prise de masse initiale (masse de la matière à mettre dans le creuset) a donc été inférieure à la masse couramment utilisée : soit autour de 10 mg.

Quant aux analyses **FTIR**, elles sont venues compléter les autres mesures pour une caractérisation chimique en surface des matières végétales. Elles ont surtout permis de comparer la composition chimique des matières avant et après décomposition (incubation 1). Ces analyses nécessitent un nombre important de répétitions/modalité (**une trentaine**) pour que les analyses statistiques soient fiables. Or, pour des raisons de faisabilité, nous n'avons pu effectuer que 15 mesures par modalité, ce qui pourrait limiter les conclusions qu'on pourrait tirer des analyses statistiques des matières végétales avant et après dégradation.

De plus, deux limites majeures, communes au Van Soest, à l'ATG et à la FTIR, ont été rencontrées : 1) les fragments de matières végétales (1-2mm) obtenus après broyage ont rendu difficile l'homogénéisation des échantillons, notamment du colza et du tournesol, surtout que l'état de poudre est généralement conseillé pour les analyses physicochimiques. 2) En raison de notre système expérimental « en miniature » (contenant environ 100 mg de matière végétale par coupelle en début d'incubation), les quantités de résidus non décomposés, récupérées en fin de décomposition, sont faibles, comme vu dans les résultats. Ceci a été dans certains cas limitant pour pouvoir effectuer toutes les mesures de caractérisation en fin d'incubation.

Dans les cas où les matières végétales ont été récupérées en fin d'incubation (par flottaison), la **perte de masse** (%) de la matière a été déterminée. Pour les mêmes raisons liées aux faibles quantités récupérées, il a été nécessaire de pooler 3-5 coupelles par modalité, ce qui aurait pu induire certaines incertitudes lors des pesées (d'où les écarts-types importants).

<u>Les notions de stabililté</u> (« stable » et « moins stable », « labiles » et « récalcitrantes »), restent très subjectives et relatives à chaque expérimentation. Par exemple, la tige de tournesol qui est considérée comme biochimiquement la plus récalcitrante dans l'incubation 1, est moins stable que l'écorce dans l'incubation 2.

I.2. Parcelles et dispositif expérimentaux

Concernant le **choix des parcelles**, le fait que les sols étudiés présentent un long historique de modes d'usage différents a permis une réelle différenciation au niveau physicochimique mais surtout des communautés microbiennes. Cette différenciation a pu être vérifiée par les mesures physicochimiques (GC < PP) et biologiques qui ont globalement bien répondu (notamment pour répondre aux questions de la première incubation).

La décomposition de matières végétales en sol peut être menée dans des études au champ ou dans un **dispositif en microcosmes** (avec des conditions contrôlées). Dans ce travail de thèse, nous avons choisi de mener l'étude en microcosmes, système simplifié. Il nous a permis un affranchissement des paramètres inhérents au milieu et pouvant influencer la décomposition (températures, précipitations ...), comme précisé dans la démarche scientifique.

I.3. Mesures biologiques

Plusieurs mesures biologiques ont été effectuées pour suivre la dynamique microbienne, les activités enzymatiques et les minéralisations du carbone et de l'azote pendant la décomposition des matières végétales.

Au sein du laboratoire AGHYLE, les extractions (**ADN**, **C microbien**, azote minéral) se font sur du sol frais, et les extraits sont conservés à -20°C en attendant leur dosage. Les autres mesures sont effectuées directement sur sol frais, et notamment pour les mesures *in situ* d'activités enzymatiques.

De nombreuses revues critiques ont mis en évidence l'intérêt mais aussi les limites des techniques de mesures des activités enzymatiques dans le sol (Riah *et al.*, 2014). Pour suivre la cinétique enzymatique *in situ*, nous avons choisi de nous placer dans les conditions optimales d'activité des enzymes mesurées (pH, température, substrat...).

En tant qu'indicateurs intégratifs du sol, il est généralement conseillé de mesurer l'activité de plusieurs enzymes. Dans notre étude, nous avions choisi au départ d'évaluer l'activité de 3 enzymes du cycle du carbone (β-glucosidase, xylanase et laccase), et en lien avec la dégradation des composés lignocellulosiques. La laccase ayant nécessité une mise au point plus longue au sein du laboratoire, seules la βGLU et la xylanase ont été mesurées.

A l'issue de l'incubation 1, les valeurs de l'activité xylanase étant trop faibles par rapport à la littérature, et nécessitant donc une mise au point complémentaire, seule la β GLU a été retenue pour les incubations suivantes. Le dosage enzymatique étant donc lourd, chronophage et consommateur en produits, il serait plus intéressant d'effectuer les dosages en microplaques, notamment quand il s'agit d'expérimentations en microcosmes, présentant un nombre important d'échantillons et la nécessité d'effectuer en parallèle plusieurs mesures à partir de sol frais.

II. Discussion des résultats

II.1. Détermination de la qualité des matières végétales étudiées

Il est admis depuis longtemps que la dégradabilité de matières végétales dépend de leurs qualités initiales (Swift *et al.*, 1979; Heal *et al.*, 1997; Machinet *et al.*, 2011; Recous *et al.*, 2017). Pour cela, en amont des suivis de décomposition, toutes ces matières végétales ont été caractérisées à l'état initial par plusieurs techniques.

L'analyse élémentaire des résidus de blé, de colza et de tournesol, les fractions de la tige de tournesol ainsi que la moelle de tournesol et l'agromatériau étudiés a montré une richesse en C (35-45 %) et une pauvreté en N (0,2-0,6 %), ainsi que des ratios C/N élevés, supérieurs à 70. Nos observations concordent avec les données d'autres études qui montrent que les résidus de récolte sont généralement riches en composés organiques et notamment en glucides pariétaux, et pauvres en azote (Bouajila *et al.*, 2015). Par exemple, le colza pour Trinsoutrot-Gattin, (1999) et Bouajila *et al.*, (2014) a présenté des teneurs en C comprises entre 40 et 45 %, le tournesol une teneur en N de 0,2 % (López *et al.*, 2014), et le blé un ratio C/N élevé, de 81 (Bouajila *et al.*, 2014; Sauvadet *et al.*, 2018).

Le **fractionnement biochimique** selon la méthode de Van Soest, (1963) a montré que toutes les matières étudiées sont majoritairement riches en cellulose (39-57 % MO), à l'exception de





- d'après l'indice LCI : par incubation, du plus stable (haut) au moins stable (bas).

<u>- d'après l'ATG</u> : par incubation, les matières végétales présentant des composés moins stables sont notées en rouge, et celles contenant des composés plus stables sont marquées par un astérisque.

la moelle et l'agromatériau correspondant, constitués principalement de fraction soluble (en moyenne 51 % MO). De plus, nos résultats montrent que les teneurs des fractions biochimiques (% MO) dépendent des matières végétales, que ces dernières sont contrastées et que les données obtenues correspondent au même ordre de grandeur que celles trouvées dans la littérature (exprimées en % MO ou en % MS). En effet, dans notre étude, le blé a présenté des fractions lignocellulosiques de : 51 % de cellulose, 32 % d'hémicellulose et 9 % de lignine ; et les valeurs dans la littérature sont comprises entre : 30-43 % de cellulose, 29-37 % d'hémicellulose, 9-16 % lignine (Magro, 1995; Marechal, 2001; Bouajila *et al.*, 2015; Sauvadet *et al.*, 2018). Pour le colza, nos données sont de : 57 % de cellulose, 18 % d'hémicellulose et 7 % de lignine, comparées aux teneurs dans la littérature qui sont variables entre : 23-37 % de cellulose, 42-44 % d'hémicellulose, et 7-20 % de lignine (Trinsoutrot-Gattin, 1999; Bouajila *et al.*, 2015; Niu *et al.*, 2016). Pour le tournesol, nos résultats montrent des taux de 52 % (cellulose), 16 % (hémicellulose) et 23 % (lignine) ; et la littérature : 32-48 % de cellulose, 17- 43 % d'hémicellulose, et 11-17 % de lignine (Peiretti & Meineri, 2010; Iqbal, 2013).

Le fractionnement biochimique a permis de calculer l'index lignocellulosique (LCI), défini comme le rapport entre la concentration de la matière végétale en lignine et la somme des concentrations en lignine, cellulose et hémicellulose (Melillo *et al.*, 1989). Ce ratio est utilisé dans des études de décomposition de résidus de culture, et est considéré comme un bon indicateur lors de suivis de minéralisation (Fanin et Bertrand, 2016; Sauvadet *et al.*, 2017). En effet, un ratio plus élevé suggérerait une plus grande résistance aux attaques microbiennes.

Dans notre étude, les différences notées dans les fractions biochimiques entre les matières végétales ont été marquées par des gradients de LCI (Figure 70) : pour l'incubation 1, le tournesol (LCI = 0,25) serait le plus récalcitrant ; pour l'incubation 2, l'écorce serait très récalcitrante (LCI = 0,3) et la moelle très labile (LCI = 0,04) ; pour l'incubation 3, les deux matières sont peu stables et la mise en œuvre du matériau l'aurait rendu encore moins stable (LCI = 0,01).

Les résultats d'analyse thermogravimétrique (**ATG**) viennent compléter le fractionnement biochimique (Figure 70), mais le type d'information fourni par cette technique est différent. En effet, cette technique indique la stabilité thermique des matières végétales étudiées. Dans ce travail, nous nous sommes intéressés aux deux pertes de masses (notées PM1 et PM2), relatives à la dégradation thermique de la partie organique des matières étudiées. Ces pertes

correspondent dans la littérature à des températures T1 (130-300°C), pour les composés facilement dégradables, et T2 (300-500°C), pour les plus récalcitrants (Achour, 2008). D'une manière générale, pour les composés lignocellulosiques, ce sont les hémicelluloses et une partie des celluloses qui sont dégradées à T1, et les lignines avec les celluloses plus difficilement dégradables qui sont thermiquement détruites à T2 (Sharma, 1989; Yang *et al.*, 2007).

Les thermogrammes des matières végétales étudiées dans la thèse se sont tous caractérisés par ces deux domaines de décomposition. De plus, l'ATG suggère qu'entre les 6 matières, la moelle et l'agromatériau sont celles qui contiennent les composés les plus labiles (températures T1 de dégradation les moins élevées : en moyenne 267°C comparé à 286°C pour les autres matières). Ceci concorde avec les LCI faibles de ces deux matières, calculés à partir du fractionnement biochimique (Figure 70).

Quant à la tige de tournesol, elle contiendrait également des composés plutôt labiles, ce qui est probablement dû à la présence de la moelle (tige composée de 13 % de moelle et 84 % d'écorce, en masse). Quant à l'écorce, elle semble contenir le plus de matières récalcitrantes (températures T2 de dégradation les plus élevées : 426°C comparé à une moyenne de 419°C pour les autres matières), ce qui concorde avec son LCI élevé.

Concernant la moelle, les résultats Van Soest avaient montré une grande richesse en solubles, une pauvreté (quasi-absence) en lignine et un LCI très faible. Cependant, les résultats ATG indiquent également la présence de composés plus stables, dégradés à une température T2 (438°C) légèrement au-dessus de celle de l'écorce (426°C). Ces techniques ont donc permis de rassembler des données complémentaires. Il aurait toutefois été intéressant de pouvoir déterminer la composition de la moelle par une technique plus spécifique que le Van Soest telle qu'une analyse de polysaccharides (Machinet *et al.*, 2011; Sauvadet *et al.*, 2017). Des techniques moléculaires à haute résolution telles que la chromatographie en phase gazeuse par pyrolyse et la spectrométrie de masse (Wickings *et al.*, 2012) auraient également pu apporter des données plus précises sur la qualité chimique de l'agromatériau.

Les pertes PM1 et PM2 issues de l'ATG ont permis de calculer un indice de thermostabilité : R1 = PM2/PM1 (Dell'Abate *et al.*, 1998), anciennement utilisé comme indicateur de la stabilité de la matière organique contenue dans les composts de déchets verts. Son augmentation indiquerait une évolution de la matière organique vers des structures plus récalcitrantes. Ce ratio présente des valeurs comprises entre 0,2 pour la moelle et 0,4 pour le blé et l'écorce. Dell'Abate *et al.*, (1998) rapportent que pour le compost, le R1 peut être relié à l'état de maturation de la matière organique, avec une valeur seuil de 1 à partir duquel le compost peut être considéré comme stable. De plus, ce ratio a été considéré comme indicateur fiable de la matière organique d'ordures ménagères (Achour, 2008).

Les caractérisations par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (**FTIR**) des matières végétales à l'état initial ont globalement mis en évidence les composés pariétaux lignocellulosiques. Seules quelques modifications au niveau des pectines, hémicelluloses, celluloses ou lignines seraient notées pour l'agromatériau, et auraient été générées par sa mise en œuvre lors de la compression. Par exemple, Okuda *et al.*, (2006) ont également observé une dégradation de l'hémicellulose lors du pressage à chaud de résidus végétaux. Ces aspects seront plus détaillés dans la partie II.4, relative à l'agromatériau.

II.2. Décomposition de résidus de culture dans des sols de microbiodiversités différentes

Pour rappel, les parcelles retenues présentent un historique agricole connu de long terme : une parcelle de culture conventionnelle arable (GC > 15 ans de rotation du blé, maïs, lin ou betterave) et une prairie permanente (PP > 30 ans de pâturage).

II.2.1. Confirmation du contraste initial des sols

Les sols PP et GC utilisés pour l'incubation 1, ont été caractérisés à l'état initial (avant ajout de résidus de culture et incubation). Tel que prévu, les caractéristiques physicochimiques et biologiques initiales ont été divergentes entre ces deux sols.

D'un point de vue physicochimique, nos résultats ont montré que le sol cultivé est caractérisé par des teneurs totales en C et N, des pools de C organiques et labiles plus faibles que celles de PP (Cf. caractérisation initiale des sols du chapitre « Résultats »), ce qui est en accord avec les études antérieures menées sur les mêmes sites expérimentaux français (Plassart *et al.*, 2008), ainsi que sur d'autres parcelles européennes (Chen *et al.*, 2009; Van Leeuwen *et al.*, 2017). En effet, dans le système de culture, le labour brise mécaniquement les agrégats de sol, et favorise le renouvellement global et la décomposition de la matière organique du sol (Balesdent *et al.*, 2000; Van Den Bossche *et al.*, 2009). Contrairement au système de grande culture, la prairie permanente n'est pas sujette à ces perturbations, d'où la stabilisation des agrégats et la protection des matières organiques du sol.

Dans le cas des variables biologiques, les analyses de la biomasse (ADN total et C de la biomasse microbienne) au jour 0 vont dans le même sens que les données physicochimiques. Ces données biologiques sont environ deux fois plus faibles dans GC. Ceci est cohérent avec la littérature qui souligne que la biomasse microbienne est jugée comme très sensible aux modes d'usage des sols (Chaussod *et al.*, 1992).

Quant à l'analyse de la structure microbienne représentée par le rapport champignons : bactéries (F : B), ce dernier a été similaire entre les sols (0,003). Or, ce ratio dans des sols provenant de modes d'usage contrastés présentent généralement des différences (Plassart *et al.*, 2008; Jesus *et al.*, 2009; Fanin & Bertrand, 2016). En effet, les perturbations telles que la destruction physique du réseau d'hyphes par le labour et la fertilisation pourraient expliquer la sensibilité de la communauté fongique dans un sol cultivé (Plassart *et al.*, 2008). Notons cependant que des facteurs, tel que le tamisage de nos sols, pourraient avoir influencé les résultats obtenus.

Nous avons également déterminé la structure microbienne initiale à travers une analyse de la diversité fonctionnelle métabolique (système Biolog). L'analyse des profils métaboliques apporte des informations similaires à celles de Plassart *et al.*, (2008) : activité métabolique microbienne plus intense et plus diversifiée en PP qu'en GC. De plus, la littérature complète ces données en présentant le sol PP comme un système résilient (Jangid *et al.*, 2008), ayant une abondante biomasse microbienne totale et une forte diversité (Plassart *et al.*, 2008). Ces résultats confirment que les microbiodiversités initiales des sols étudiés sont bien contrastées.

Concernant les activités enzymatiques, elles sont généralement considérées comme des indicateurs sensibles de la qualité des sols, car la plupart des enzymes extracellulaires sont influencées par des facteurs tels que la teneur en éléments organiques du sol (Almeida *et al.*, 2015). Les activités de la β -glucosidase (β GLU) et de la xylanase que nous avons mesurées sont impliquées dans le cycle du carbone. Des valeurs plus élevées de β GLU ont été observées dans PP, ce qui concorde avec les résultats de Lebrun *et al.*, (2012) sur la même parcelle d'Yvetot. Quant aux valeurs de l'activité de la xylanase, elles étaient relativement très faibles mais 8 fois plus élevée dans la prairie. Ces résultats sont généralement attribués aux teneurs en carbone et en azote et à la biomasse des sites, environ deux fois plus élevés dans les prairies que dans les sols cultivés.

II.2.2. Apports des pailles de blé et de colza, et des tiges de tournesol dans deux sols divergents

- Impact de la microbiodiversité du sol

Nous traiterons ici l'impact de diversités microbiennes initialement contrastées, provenant des sols PP et GC, sur la minéralisation de la paille de blé et de colza, et des tiges de tournesol.

La minéralisation nette du **blé** est plus faible dans GC par rapport à PP, et notamment sur les premiers temps. En fin d'incubation, la phase stationnaire ne semble pas encore atteinte pour GC. Ces données sont appuyées par des vitesses de minéralisation plus élevées dans PP sur la première semaine, puis s'annulant en fin d'incubation, tandis que GC maintient encore une faible minéralisation vers 83 jours. Ce même résultat est constaté pour le **colza**. Concernant le **tournesol**, la minéralisation a été similaire entre les deux sols sur les premiers temps d'incubation, par la suite la différence se creuse au profit de GC.

Chen *et al.*, (2009) ont également traité cette question « résidus – sols contrastés » (prairie et culture) mais sur du maïs. Comme dans notre expérimentation sur le blé et le colza, ils ont observé un retard de minéralisation dans le sol de grande culture. Ces auteurs ont suggéré que le contenu en carbone et la biomasse microbienne plus élevés en prairie seraient responsables de cette minéralisation plus importante sur les premiers temps.

Pour vérifier cette dernière information, dans notre étude, la minéralisation des sols témoins sans apports confirme que le contenu et/ou l'accessibilité du carbone du sol supérieurs dans PP, stimulerait davantage le phénomène de priming effect par rapport à GC (taux de minéralisation plus élevés dans PP). Cependant, deux mécanismes interviennent dans le priming effect : le contenu/accessibililté des nutriments et les interactions entre les populations microbiennes intervenant dans la décomposition des matières organiques (Razanamalala *et al.*, 2018; Sauvadet *et al.*, 2018). Or, comme développé dans la partie précédente II.2.1., les sols choisis pour cette étude présentent des structures microbiennes initialement contrastées, avec une plus forte diversité dans PP. Cette dernière a probablement aussi participé à la minéralisation plus importante du blé et du colza sur les premiers temps (dans PP). En effet, dans l'un des rares modèles qui lient la diversité microbienne a un effet positif dans le cycle des nutriments et les processus écosystémiques à travers une plus grande intensité de l'exploitation microbienne de la matière organique ou une complémentarité des niches fonctionnelles.

Des différences de décomposition de matières végétales par des communautés microbiennes contrastées sont également observées dans d'autres sols tels que les sols forestiers. Par exemple, dans une expérimentation de décomposition *in situ* de feuilles de tremble d'Europe dans des zones de peuplements monotypiques adjacents de peupliers, de pins et d'épicéas, Wallenstein *et al.*, (2010) ont montré que les taux globaux de décomposition ont été impacté par les communautés de décomposeurs associées à chaque type de forêt. Ces résultats ont été

confirmés par la caractérisation d'un nombre de métabolites (des feuilles de tremble) différents présents selon le sol dans lequel elles ont été dégradées.

Dans notre étude, la minéralisation du C plus rapide et plus intense dans PP est globalement accompagnée d'une immobilisation d'N plus importante que celle de GC. Cette immobilisation d'N correspond généralement à une demande plus élevée d'N par les microorganismes lors de la décomposition (Trinsoutrot Gattin *et al.*, 2000), notamment avec des résidus de colza aux C/N élevés.

Les résultats de la caractérisation **FTIR** des matières végétales, récupérées en fin de décomposition, viennent appuyer les différences observées entre PP et GC lors de la minéralisation des résidus de culture.

Le nombre de bandes significativement modifiées après décomposition dans PP ou dans GC $1800-900 \text{ cm}^{-1}$ sur l'intervalle (intervalle le plus représentatif des composés lignocellulosiques), est globalement similaire entre sols : pour le blé, une moyenne de 13 bandes sur 15 ; pour le colza, une moyenne de 11 bandes sur 13 ; et pour le tournesol, une moyenne de 14 bandes sur 17. A priori, ceci supposerait une décomposition des résidus identique, quel que soit le sol. Cependant, en comparant les bandes une à une, nous remarquons qu'a posteriori, certaines d'entre elles ont été modifiées dans un sol et pas dans l'autre, notamment celles situées au niveau des longueurs d'ondes suivantes : 988, 1156, 1264, 1370 et 1734 cm⁻¹. Selon les bandes affectées dans chaque sol, il semble que les bandes modifiées dans PP correspondent aux pectines, cellulose et lignine (Yang et al., 2007; Dallel, 2012), tandis que dans GC, de manière générale, les polysaccharides structuraux (Xin et al., 2014) semblent affectés. Dans une étude de composition chimique plus précise que la FTIR, Wickings et al., (2012) ont souligné des différences survenues dans la composition de résidus herbacés, après exposition à des communautés de décomposeurs différentes in situ (l'une provenant d'une parcelle agricole, et l'autre d'un vieux champ). Par exemple, des variations au niveau des quantités relatives de phénols, lipides, polysaccharides et composés azotés entre la matière décomposée dans le sol agricole et celle du vieux champ ont été observées. Dans leur étude, elles ont été attribuées à des activités enzymatiques plus élevées, ainsi qu'une plus grande densité de microarthropodes détritivores (microorganismes de la mésofaune, Cf. Etat de l'art) présentes dans le système de culture.

Nos résultats montrent que les microbiodiversités initialement contrastées ont influencé les taux de minéralisation des résidus de culture. De plus, les caractéristiques des communautés



Figure 71 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir de l'indice lignocellulosique (LCI), l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO), l'indice de thermostabilité (R1), le ratio C/N, et aussi de la perte de masse déterminée en fin d'incubation (n=3)

microbiennes présentes dans chaque sol réguleraient les modifications de la composition chimique de la matière végétale en décomposition. Ceci pourrait influer sur le devenir de la matière organique du sol, et par conséquent sur la stabilisation du carbone.

- Impact de la composition initiale des résidus de culture

Nous traiterons ici l'impact de l'apport de résidus de cultures de qualités initialement différentes sur la minéralisation et la dynamique microbienne au sein des sols PP et GC.

En considérant les pertes de masse des résidus déterminées en fin d'incubation, elles n'ont pas présenté de différences significatives (P < 0,05) entre les résidus au sein d'un même sol, ou entre sols pour un même résidu, ce qui pourrait être expliqué par les limites présentées précédemment dans la partie approche méthodologique. Toutefois, en analyse globale (ACP), les pertes de masse de la matière avec les ratios de caractérisation initiale (Cf. partie II.1 de la discussion) soulignent le contraste entre les matières végétales étudiées (Figure 71).

L'ACP montre que l'axe 1 représente 68 % de la variance, et l'axe 2 21 %. Globalement, un contraste est marqué entre le tournesol et le blé sur l'axe 1, avec le colza comme matière végétale intermédiaire. Le blé est fortement corrélé au C/N et R1, le tournesol quant à lui est plutôt corrélé avec l'ISMO et le LCI.

Dans notre sol de prairie PP, la minéralisation a varié selon les apports de résidus de culture. En effet, le carbone du tournesol a été minéralisé plus lentement que celui du blé et du colza. En fin d'incubation, la moitié du carbone organique apporté est minéralisé pour le tournesol, contre deux-tiers pour les deux autres résidus. De plus, l'immobilisation maximale de l'azote avec le tournesol a été atteinte plus tardivement qu'avec le blé et le colza. Ceci confirme qu'au cours de la décomposition des résidus végétaux, les cycles C et N dans le sol sont fortement liés, principalement en raison de l'assimilation simultanée de C et N par les microorganismes (Mary *et al.*, 1996).

Puisqu'il est admis que la dégradabilité de matières végétales dépend de leurs qualités initiales (Swift *et al.*, 1979; Heal *et al.*, 1997; Machinet *et al.*, 2011; Recous *et al.*, 2017), nous nous sommes avant tout référés à la caractérisation initiale des trois résidus de culture. Celle-ci a mis en évidence, par fractionnement biochimique, la récalcitrance du tournesol avec son LCI = 0,25, contre 0,1 et 0,09 pour le blé et le colza, respectivement, ainsi que son contenu en composés plutôt stables déterminés par ATG (Figure 70). Ainsi, dans PP, la **minéralisation nette** plus faible pour le tournesol, est probablement due à sa qualité plus récalcitrante. Par ailleurs, une relation positive existe entre la composition initiale et le taux



Figure 72 : Relation entre la composition biochimique initiale (LCI) des résidus de culture et la quantité de C-CO₂ émise à 90 jours dans le sol de prairie PP (n=3). *B* : *blé* ; *C* : *colza* ; *T* : *tournesol*



Figure 73 : Relation entre la composition biochimique initiale (lCI) des résidus de culture et la quantité de C-CO₂ émise à 90 jours dans le sol de culture GC (n=3). *B* : *blé* ; *C* : *colza* ; *T* : *tournesol*

de minéralisation final des résidus de culture dans PP : corrélation entre LCI et minéralisation du C-CO₂, avec $R^2 = 0.74$ (Figure 72).

Concernant les variables biologiques, les apports permettent globalement une stimulation de la biomasse microbienne (MBC et ADN total), du ratio F : B et des activités enzymatiques par rapport au témoin PP, en particulier avec l'apport de tournesol. Il est vrai que ce résultat peut *a priori* paraître contradictoire avec le caractère récalcitrant de ce résidu et sa plus lente minéralisation dans le sol de prairie. Dans ce sens, Amin *et al.*, (2014) ont noté une efficacité enzymatique (quantité d'enzyme produite par unité de carbone minéralisé) plus importante pour les racines de maïs récalcitrantes, que pour les feuilles de maïs, plus facilement décomposables. Ces auteurs ont supposé que les matières végétales récalcitrantes sélectionnent un groupe de microorganismes oligotrophes, à croissance lente, produisant des enzymes plus efficaces que celles produites par des microorganismes copiotrophes, en présence d'une matière plus labile. Nos résultats étant contradictoires, nous suggérons que le résidu de tournesol récalcitrant favorise la croissance de microorganismes présentant une efficience enzymatique plus faible.

Dans le sol de grande culture GC, malgré une bonne corrélation entre LCI et minéralisation du C-CO₂ ($R^2 = 0,77$; Figure 73), les résultats n'ont globalement pas montré d'impact de la qualité des résidus. En effet, la minéralisation nette et les mesures biologiques n'ont pas présenté de différences après apports de résidus de culture différents. Les microorganismes de cette parcelle agricole seraient « habitués » aux cultures variées. En effet, la parcelle GC d'Yvetot est soumise à des rotations de cultures différentes : blé, maïs, lin et betterave. Ceci est contrastant avec la prairie permanente, constituée principalement de graminées (fétuque).

Comme dans PP, les apports stimulent globalement la biomasse totale, et en particulier le ratio F : B. Nous supposons que cette stimulation fongique est en lien avec les ratios C/N très élevés (72-124) des résidus de culture. En effet, la littérature rapporte une augmentation de la contribution fongique dans la décomposition de matières aux C/N élevés, comme la paille d'orge présentant un C/N = 75, contrairement à celle de luzerne au C/N = 15 (Rousk & Bååth, 2007; Rousk *et al.*, 2010).

Notons également qu'une production particulièrement importante de l'activité xylanase a été remarquée avec les résidus de blé après un mois d'incubation. Cette augmentation est décelable malgré les valeurs faibles de l'activité xylanase (inférieures à 0,2 nmol.min ⁻¹ g⁻¹ sol sec dans GC mais aussi dans PP). Cependant, ces données correspondent à l'intervalle de

valeurs répertoriées par d'autres auteurs sur ces mêmes parcelles, tels que Riah-Anglet *et al.*, (2018). Ainsi, l'augmentation de l'activité de cette enzyme qui dégrade le xylose (l'un des monomères formant l'hémicellulose) serait probablement liée aux quantités importantes d'hémicelluloses présentes dans le blé (32 %), et qui stimuleraient sa production par les microorganismes. En effet, Maharjan *et al.*, (2017) ont détecté une activité élevée de la xylanase dans un système de culture conventionnelle. Or, au moment du prélèvement de leur sol (pour analyse), du chaume de riz y était incorporé. Ces auteurs ont donc supposé que la plus grande disponibilité de ces composés organiques a stimulé la production de xylanase par les communautés microbiennes. De plus, l'augmentation de l'activité xylanase dans notre étude est en faveur de l'hypothèse émise précédemment, suggérant que les microorganismes de GC seraient « habitués » aux cultures, et notamment du blé. Plus spécifiquement, ceci peut laisser supposer un phénomène ressemblant au « home-field advantage ». Ce dernier est défini comme étant la faculté qu'auraient des communautés microbiennes d'un sol à dégrader rapidement un type de résidus de culture qu'elles ont l'habitude de recevoir (Keiser *et al.*, 2014; Fanin *et al.*, 2016).

Quant à l'activité β GLU, une baisse inhabituelle est observée pendant la première semaine d'incubation. Or, la littérature rapporte généralement un pic accompagnant la stimulation de la biomasse sur les premiers stades, dans des expérimentations *in situ* (Šnajdr *et al.*, 2011), ou en microcosmes (Rinkes *et al.*, 2011; Lashermes *et al.*, 2016). Cette baisse précoce observée dans nos résultats pour la β GLU souligne un ralentissement dans la décomposition des résidus dans GC, confortée par la minéralisation lente dans le sol GC en début d'incubation. L'une des explications possibles est la nécessité d'un temps d'adaptation à la température d'incubation par les communautés de GC moins résilients que PP.

Nos résultats montrent que la qualité initiale des résidus de culture a influencé la minéralisation dans PP mais pas dans GC. Nous supposons que ceci soit dû au fait que les microorganismes du sol GC seraient habitués aux cultures différentes. De plus, une stimulation globale de la biomasse est observée suite aux apports, mais les tendances ont varié selon le sol et l'apport.

Dans ce volet, trois points seraient intéressants à aborder en perspectives :

a) Coupler la dynamique microbienne et les fonctions mesurées, avec des mesures de structure plus spécifiques (génétiques), en utilisant des méthodes telles celles abordées dans l'état de l'art. Citons par exemple la méthode Automated Ribosomal Intergenic Spacer Analysis (ARISA) qui s'avère sensible et assez robuste pour détecter les changements dans les groupes microbiens, résultant d'apports organiques au sol (Bastian et al., 2009; Pascault et al., 2010). En effet, le suivi de la structure génétique des communautés est intéressant pour répondre à deux objectifs. Le premier est de pouvoir <u>comparer l'évolution de la structure au</u> <u>cours du temps entre les deux sols étudiés</u> pour voir si pendant l'incubation les structures convergent ou si elles restent divergentes. Le second objectif est de t<u>enter de déterminer les</u> <u>communautés participant à la décomposition des tiges de tournesol</u> et présentant une faible efficience enzymatique ; et celles qui seraient responsables d'une production importante d'enzyme suite à l'apport d'un résidu d'une culture à laquelle ils seraient habitués.

b) Coupler la FTIR avec une méthode précise de caractérisation chimique telle que la spectroscopie RMN, afin de suivre pendant l'incubation l'évolution de la qualité des résidus dégradés dans les deux sols. Ceci permettrait de compléter les informations fournies par la FTIR et de pouvoir conclure quant à la dégradation préférentielle de certains composés par les communautés de PP et GC.

c) Mener une nouvelle étude portant sur l'effet des diversités microbiennes contrastées sur la décomposition de fractions du tournesol.

Au vu de nos résultats, il pourrait être intéressant d'étudier la décomposition, par deux microbiodiversités différentes, de matières végétales connues pour être très contrastées. En effet, il est vrai que le blé, le colza et le tournesol présentent des compositions différentes, mais le contraste entre ces matières n'a pas été tranchant dans leur décomposition. Quant aux fractions de la tige de tournesol (dont la décomposition sera étudiée dans la partie suivante), elles présentent des compositions très contrastées (comme mis en évidence par les résultats de caractérisation initiale). La question serait donc d'étudier la réponse de microbiodiversités divergentes à ces apports de qualités contrastées, en termes de minéralisation et de suivi biologique.

II.3. Impact de la qualité intrinsèque de la tige de tournesol sur sa décomposition dans le sol

Les études de décomposition de mélanges de résidus de culture (feuilles + tiges, ou des racines d'espèces différentes), généralement de qualités différentes (entre espèces), ont mis en évidence des interactions dans la minéralisation du carbone et de l'azote (Robinson *et al.*, 1999; Redin *et al.*, 2014).

A notre connaissance, ce questionnement n'a pas encore été posé pour des fractions différentes d'un même organe végétal. Il nous a donc semblé intéressant, dans cette partie de



Figure 74 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir de l'indice lignocellulosique (LCI), l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO), l'indice de thermostabilité (R1), le ratio C/N, et aussi de la perte de masse déterminée en fin d'incubation (n = 3)



Figure 75 : Relation entre la composition biochimique initiale (LCI) des coproduits du tournesol et la quantité de C-CO₂ émise à 83 jours dans le sol de grande culture GC (n=3)

la thèse, de mener l'étude sur la tige de tournesol. Celle-ci est susceptible d'être séparée manuellement en ses deux fractions : l'écorce (partie externe) et la moelle (partie interne), dont les compositions très différentes permettraient d'accentuer le contraste par rapport à l'incubation 1.

Les résultats ont montré que la **minéralisation** de la tige de tournesol et ses coproduits (séparés manuellement) a présenté des différences. En effet, le taux de minéralisation du C pour la moelle a été le plus important : 78 %, comparé à 64 % pour la tige et l'écorce, (P < 0,05). La vitesse de minéralisation du C la plus importante correspond également à la moelle avec un pic au bout d'une semaine, suivie par l'écorce, puis la tige.

En accord avec les résultats de la moelle, une demande élevée d'N par les microorganismes lors de la décomposition est notée. En effet, l'immobilisation de l'N est intense sur les 20 premiers jours pour la moelle, alors qu'elle atteint plus tardivement (35 jours) des taux plus élevés pour l'écorce et la tige.

Quant aux pertes de masse des matières végétales, déterminées en fin d'incubation, elles n'ont pas présenté de différences significatives (P < 0,05), mais la moelle est la fraction présentant la perte la plus élevée (86 % MS). De plus, l'analyse en composantes principales incluant les pertes de masses ainsi que les ratios de caractérisation initiale, montre globalement le contraste entre la tige, l'écorce et la moelle de tournesol (Figure 74).

L'axe 1 de l'ACP représente 65 % de la variance, et l'axe 2,28 %, et l'axe 1 est surtout expliqué par la variable LCI et l'ISMO. L'analyse montre globalement le contraste entre la moelle et l'écorce et la tige intermédiaire, mais cette dernière reste plus proche de l'écorce pour l'axe 1.

En se référant plus particulièrement à la composition initiale de ces matières végétales, les résultats du fractionnement biochimique ont montré que la moelle est la matière la plus labile dans l'incubation 2 (Figure 70). Elle est très riche en composés solubles (52 %), et présente un LCI quasi nul (0,04). Quant à l'écorce et la tige, elles présentent des tissus plus riches en cellulose (50 % en moyenne) et en lignine (23 % en moyenne), avec des LCI plus élevés (0,3 et 0,25 respectivement).

Ainsi, l'ensemble de ces résultats montre globalement que la minéralisation est en lien avec la qualité biochimique des coproduits du tournesol, et ceci est appuyé par une corrélation de 0,8 entre LCI et taux de minéralisation final (Figure 75). Ils confirment aussi l'importance majeure de la qualité de l'apport végétal dans le fonctionnement microbien (Fanin & Bertrand, 2016).

Nous avons également voulu dans cette expérimentation (incubation 2) étudier la minéralisation de la tige de tournesol en se basant sur les proportions relatives d'écorce (84%) et de moelle (13 %). Les résultats n'ont pas mis en évidence de différence significative entre les valeurs de minéralisation mesurées et attendues à 21et 83 jours, soulignant alors que la contribution de la moelle et de l'écorce dans la minéralisation du carbone et de l'azote de la tige de tournesol est additive (suivant leurs proportions relatives).

Toutefois, la littérature montre que les effets de mélange de matières végétales non additifs sont prédominants, et que les réponses purement additives sont plus l'exception que la règle (Hättenschwiler *et al.*, 2005). L'interaction synergique (qui est une réponse non additive, mène à une minéralisation « observée » plus importante que celle « attendue »). Elle a été surtout expliquée par un transfert de nutriment de la matière la plus labile à la matière la plus récalcitrante d'un mélange (Wardle *et al.*, 1997). D'après cette théorie, les décomposeurs disposent de ressources facilement décomposables, ce qui aboutit à une disponibilité généralement élevée des nutriments dans le mélange et permet le transfert des nutriments vers l'apport le plus stable, améliorant ainsi sa décomposition.

Ceci n'a pas été le cas dans notre étude, dans laquelle nous avons observé une interaction additive et non pas synergique pour la décomposition de la tige de tournesol.

La divergence de nos résultats avec la littérature pourrait s'expliquer par : 1) des conditions expérimentales différentes dans nos microcosmes, puisque le micro environnement semble être un facteur d'influence de la décomposition des mélanges (Makkonen *et al.*, 2013) ; 2) les mesures effectuées pour suivre la décomposition du mélange de résidus de culture. En effet, comme précisé par Gartner & Cardon, (2004), la dégradation du C est souvent déterminée par la perte de masse uniquement, excluant ainsi le cycle des nutriments (Harguindeguy *et al.*, 2008), ce qui n'est pas le cas dans notre étude ; 3) les matières végétales étudiées, puisque l'espèce végétale présente dans le mélange semble influencer le type d'interaction. Par exemple, Santonja *et al.*, (2017) ont trouvé que *Quercus coccifera* semble être une espèce clé pour générer des effets synergiques dans la minéralisation du C et de l'N, plus que les autres espèces d'arbustres testés dans leur étude.

Par ailleurs, Redin *et al.*, (2014), dans une étude portant sur des mélanges de feuilles et de tiges de 25 espèces végétales différentes de graminées et légumineuses, ont observé une majorité de réponses additives, en effectuant comme dans notre travail, des suivis de minéralisation.



Figure 76 : Exemple de développement fongique observé pendant le premier mois d'incubation sur l'écorce de tournesol en décomposition

Ainsi, tous ces éléments nous permettent de conclure que la minéralisation du C et de l'N de la tige de tournesol a bien été expliquée par la composition biochimique initiale de ses coproduits (moelle et écorce), et plus particulièrement par leur composition moyenne.

Concernant les **variables biologiques**, le ratio F : B a augmenté rapidement en présence de la moelle, suivie par la tige de tournesol. Ceci concorde, comme observé à l'issue de l'incubation 1, avec les C/N élevés de ces matières végétales, tel que noté par Rousk & Bååth, (2007) et Rousk *et al.*, *(2010)* avec la paille d'orge.

Concernant la moelle de tournesol, il est vrai que le fractionnement biochimique a mis en évidence son caractère labile. Toutefois, en se référant à la caractérisation par ATG, nous pouvons remarquer la présence de certains composés plutôt récalcitrants (Figure 70), et il en est de même pour la tige (formée de moelle et d'écorce). Ainsi, cette prédominance fongique pourrait être attribuée à une décomposition préalable des parois cellulaires végétales par des champignons, afin de mettre à disposition des bactéries les composés hydrosolubles (Romaní *et al.*, 2006). Dans nos études en microcosmes, nous avons observé à l'œil nu une prolifération fongique sur les matières végétales, et notamment sur l'écorce de tournesol (Figure 76).

De plus, la stimulation fongique avec la tige est en accord avec les observations de Santonja *et al.*, (2017). En effet, ces auteurs ont noté, en apportant des mélanges de résidus au sol, une augmentation de la biomasse totale et de la diversité fongique.

L'activité β GLU a, elle aussi, été variable suivant les apports. Elle a été stimulée par l'ajout de la moelle, expliquant sa minéralisation importante.

Quant à l'apport du coproduit le plus récalcitrant dans cette incubation (l'écorce), il a lui aussi engendré une activité β GLU élevée. La qualité biochimique de ce coproduit (LCI = 0,3) pourrait paraître contradictoire avec cette activité enzymatique élevée. Cependant, la stimulation de la β GLU est concomitante avec une vitesse de minéralisation élevée et une « stimulation » du ratio F : B. De plus, une corrélation négative entre ADN et β GLU (Rho = - 0,50) est constatée, et est accompagnée d'une relation positive entre la β GLU et la minéralisation du C (Rho = 0,94). Ces éléments laissent supposer que la prédominance fongique précoce serait responsable de la production d'enzymes telle que la β GLU, assurant la minéralisation du C de la fraction récalcitrante de la tige de tournesol, avant de rendre plus accessibles les composés solubles pour les bactéries.

Tous nos résultats de caractérisation mettent en évidence le <u>caractère labile de la moelle.</u> Néanmoins, l'ATG suggère en plus la présence de certains composés plutôt stables. Une détermination chimique telle que la méthode RMN pourrait donner un niveau d'information plus précis quant à la nature de ces composés.

Concernant la dynamique microbienne, il semble important de pouvoir déterminer les taxons fongiques se développant aux stades précoces par notamment la méthode ARISA, préalablement citée. La détermination de la structure génétique est également intéressante pour comparer les taxons se développant en présence de moelle, d'écorce et de l'équivalent de leur mélange, c'est-à-dire la tige de tournesol.

II.4. Effet du process de mise en œuvre d'un agromatériau à base de moelle de tournesol sur sa décomposition en sol

Une dernière expérimentation a porté sur la décomposition de la moelle de tournesol et de l'agromatériau correspondant (panneau de particules fait à base de moelle), en sol agricole GC. En imaginant le retour au sol de cet agromatériau (préalablement broyé), l'objectif était d'évaluer l'impact de la mise en œuvre de la matière végétale en panneau 100 % biosourcé, sur sa décomposition.

II.4.1. Impact du process de mise en œuvre sur la composition de la moelle

La caractérisation initiale de la moelle et de l'agromatériau ne montre pas de différences au niveau du contenu en C et N totaux entre ces deux matières. Mais elle met en exergue le caractère labile de ces deux matières (par fractionnement Van Soest ou par ATG, malgré que cette dernière suggère la présence de quelques composés plutôt stables dans la moelle ; PM2 = 13 % à T2 = 438°C). En effet, les LCI présentent des valeurs quasi nulles (0,04 et 0,01, respectivement pour la moelle et l'agromatériau) mais laissent supposer une augmentation du caractère labile suite au process de mise en œuvre.

La méthode de fractionnement Van Soest n'a globalement pas mis en évidence de différences au niveau des fractions biochimiques composant les deux matières, probablement en raison de leurs compositions très proches. Toutefois, des contenus en lignine négligeables mais différents ont pu être déterminés : 2 % dans la moelle et 1 % dans l'agromatériau.

En complément de ces informations, une analyse de fractionnement de ces deux matières selon la méthode de Jimenez *et al.*, (2014) a été réalisé au laboratoire LBE de l'INRA de Narbonne, et dont les résultats n'ont pas été présentés dans ce manuscrit, a mis en évidence des modifications au niveau de l'accessibilité des molécules après le process, telle qu'une

baisse de la fraction peu accessible (riche en lignocellulose-like) de 27 % (moelle) à 21 % (agromatériau). Néanmoins, nous avons noté aussi une augmentation de la fraction composée de celluloses, hémicelluloses et glucides (de 52 % à 56 %).

Dans le domaine des matériaux, afin d'améliorer les propriétés de certains panneaux (notamment en bois), un prétraitement à la vapeur (connu sous le terme de steam explosion) est dans certains cas effectué avant le thermopressage en panneau. Ce prétraitement permettrait de séparer les composants lignocellulosiques et d'augmenter leur accessibilité (Anglès *et al.*, 1999). Ces mêmes auteurs expliquent que la cellulose est légèrement dépolymérisée et les hémicelluloses dégradées.

L'impact du process de thermocompression (utilisé dans notre étude) sur la composition de la matière végétale pourrait être rapproché de celui du traitement à la vapeur, mais en étant certes beaucoup moins agressif. En effet, Okuda *et al.*, (2006) ont également observé une dégradation de l'hémicellulose lors du pressage à chaud de résidus végétaux (noyaux de kénaf) non prétraités à la vapeur.

Quant à la lignine, un grand nombre d'études montrent une augmentation de sa teneur avec la température et le temps de presse, comme rapporté par Pintiaux *et al.*, (2015). Toutefois, ceci n'a pas été le cas dans notre étude où une potentielle baisse de lignine a été observée pour l'agromatériau. Des résultats similaires ont mis en évidence une diminution de la lignine suite à un prétraitement à la vapeur (Anglès *et al.*, 1999), ou un pressage à chaud (Okuda *et al.*, 2006).

II.4.2. Impact du process de mise en œuvre sur la minéralisation de la moelle et la dynamique microbienne

Compte tenu de la grande importance de la qualité de la matière végétale apportée sur le fonctionnement microbien (Fanin & Bertrand, 2016), l'apport des matières labiles (Figure 70) utilisées dans cette expérience (moelle et agromatériau correspondant) a entraîné, comme supposé, une forte **minéralisation** dans le sol de culture GC. Ceci est en accord avec de nombreuses expérimentations montrant une augmentation des taux de décomposition après ajout de la matière la plus labile (Jensen *et al.*, 2005; Sauvadet *et al.*, 2018).

Aux alentours de la deuxième semaine d'incubation, un écart commence à se creuser entre les taux de minéralisation de la moelle et l'agromatériau (P < 0,05), pour atteindre en fin d'incubation des taux respectifs de 78 % et 90 % du C organique apporté. Quant à l'immobilisation d'N, elle est plus prononcée pour l'agromatériau présentant un ratio C/N plus élevé. Cet apport semble entraîner une demande élevée d'N par les microorganismes lors


Figure 77 : Analyse en composantes principales (ACP) à partir de l'indice lignocellulosique (LCI), l'indice de stabilité des matières organiques (ISMO), l'indice de thermostabilité (R1), le ratio C/N, et aussi de la perte de masse déterminée en fin d'incubation (n=3)

de la décomposition, ce qui est en lien avec la minéralisation du C. La minéralisation / immobilisation plus importantes pour l'agromatériau sont probablement liées à sa composition, notamment moins de lignine et de lignocellulose-like, marquée surtout par un LCI très faible (0,01).

L'évaluation de la décomposition des matières végétales par détermination de la perte de masse, n'a pas présenté de différences significatives (P < 0,05), mais les pourcentages de matière dégradée sont de 92 % MS pour l'agromatériau et 86 % MS pour la moelle. Une analyse globale est présentée dans la figure 77 incluant les pertes de masses et la caractérisation initiale des matières végétales. Les résultats de l'ACP montrent que l'axe 1 représente 60 % de la variance, et l'axe 2,30 %. Cette analyse met en évidence le contraste entre la moelle (bien expliquée par LCI, inversement corrélé au R1) et l'agromatériau (bien expliqué par C/N, perte de masse, et R1).

La composition initiale semble également impacter les **variables biologiques**. En effet, les apports ont tous deux rapidement stimulé l'abondance microbienne et le ratio F : B. De même, les profils de l'activité β GLU ont été identiques sur toute la durée d'incubation, avec une stimulation importante sur le premier mois. Ces résultats peuvent être expliqués par les caractères biochimiquement très labiles (LCI faibles) permettant une croissance rapide des microorganismes avec production d'enzymes pour assurer la décomposition. Quant à leurs ratios C/N élevés, ils semblent favoriser le développement fongique, tel qu'observé par Rousk & Bååth, (2007) sur de la paille de luzerne. D'autres auteurs ont également noté une dominance fongique sur les premiers temps. En effet, Šnajdr *et al.*, (2011) ont observé cela sur les 4 premiers mois de décomposition de feuilles de chêne, accompagnée d'une augmentation graduelle du nombre d'actinobactéries. Ces auteurs n'ont pas déterminé plus finement la succession taxonomique. En outre, Osono, (2007) a attribué ces « early decomposers » à des ascomycètes spécialisés dans la dégradation de la cellulose.

Il y a un manque dans la littérature concernant la dégradation d'agromatériaux similaires à celui utilisé dans notre expérimentation, par des communautés microbiennes représentatives d'une parcelle agricole. Ainsi, pour avoir une idée de l'impact d'un process de mise en œuvre sur l'accessibilité potentielle des composés pour les microorganismes, nous nous sommes orientés vers des données recueillies d'autres contexte. Par exemple, en méthanisation, Zheng *et al.*, (2014) rapportent que la présence de composés phénoliques extractibles, issus

d'un prétraitement à la vapeur de la biomasse lignocellulosique, a entraîné, dans le fermenteur, une baisse de la production de biogaz. Ces auteurs supposent que c'est dû à l'effet inhibiteur de ces composés phénoliques sur les microorganismes anaérobies.

Par ailleurs, notre étude a plutôt montré un effet stimulant de la mise en œuvre puisque la biomasse, l'activité β GLU et la minéralisation ont toutes été stimulées par l'apport d'agromatériau. Dans le même sens, les résultats de l'expérimentation de Zhao *et al.*, (2018) en digestibilité animale montrent que le prétraitement à la vapeur a permis d'accroître la colonisation microbienne et la dégradation de la cellulose et de l'hémicellulose de la tige de maïs dans le rumen de vaches laitières, suite à une déstructuration physique et chimique des composés lignocellulosiques.

Il est vrai que nos techniques de caractérisation ne nous ont pas permis d'observer de modifications significatives de la composition de la moelle suite au process de pressage en panneau de particules. Malgré cela, nous avons pu mettre en avant la forte minéralisation de l'agromatériau fait à base de moelle de tournesol (90 %), ce qui correspondrait à sa minéralisation quasi-totale sur une durée d'un an au champ. D'après les données de minéralisation de l'agromatériau, une estimation du carbone restant dans le sol est possible (Salducci, 2012 ; http://www.compostage-paca.fr/wp-content/uploads/2013/10/Intervention_X_Salducci_Celesta-Lab-19-mars-2012.pdf, *consulté le 23/10/2018*), et elle est dans notre étude de 350 Kg.ha⁻¹ de C stable.

Les différentes questions abordées dans cette partie, ainsi que les résultats obtenus nous permettent d'entrevoir 2 études complémentaires :

<u>Etude 1 :</u> Effet du process de mise en œuvre d'agromatériaux faits à base des différentes fractions de la tige de tournesol sur leur décomposition dans le sol

Nos résultats obtenus sur la décomposition d'un agromatériau à base de moelle, destiné au bâtiment, sont encourageants mais restent préliminaires (surtout lorsqu'il pourrait s'agir par exemple de matériaux partiellement biosourcés). En effet, la détermination des aspects sanitaires/législatifs d'une telle pratique, et de l'intérêt agronomique et environnemental du matériau (via une analyse du cyle de vie du matériau incluant son retour au sol. Ces résultats pourraient ouvrir de nouvelles perspectives d'études, telles que :

a) Une étude de formulation de panneaux 100 % biosourcés élaborés à partir de la tige de tournesol et de ses fractions respectives (moelle et écorce). L'étude inclurait des caractérisations physicochimiques. En effet, les panneaux à base de tige de tournesol, cités



Figure 78 : Gestion conceptuelle de résidus de la culture de tournesol. Les étapes existantes actuellement (rubrique culture, gisement, valorisation 1). Rubrique en rose (valorisation indirecte au sol) des résidus de culture, tel que proposé dans la thèse en conditions contrôlées.

dans la littérature, sont élaborés avec colle synthétique (Khristova et al., 1996; Klímek et al., 2016) ou naturelle (Mati-Baouche et al., 2014). Cette étape de formulation/caractérisations s'avèrerait donc indispensable ; elle permettrait de définir la formulation d'agromatériaux possédant des caractéristiques (thermiques, mécaniques, etc.) compétitives par rapport aux autres matériaux biosourcés isolants disponibles sur le marché.

b) <u>Une étude de décomposition dans le sol</u>: la tige de tournesol et ses fractions (moelle et écorce), et leurs agromatériaux respectifs seraient apportés dans un sol agricole de culture, tel qu'étudié dans la thèse. Les suivis de variables biologiques globales (comme dans la thèse) et des minéralisations du C et de l'N seraient dans un premier temps suffisant pour tester l'impact de ces apports sur le fonctionnement du sol. Il serait quand même intéressant de doser des enzymes appartenant au cycle du C mais aussi de l'N afin de pouvoir faire un meilleur lien entre les 2 cycles. Dans un second temps et selon les résultats obtenus, les mesures globales pourraient être complétées par des mesures de structure génétique comme l'ARISA.

<u>Etude 2 :</u> Etude sur le consentement des agriculteurs à incorporer des agromatériaux du bâtiment dans les sols agricoles

Dans le cas où l'étude 1 citée ci-dessus confirme l'intérêt du retour indirect au sol des agromatériaux à base de tige de tournesol, cela nécessiterait de mener une étude socioéconomique, en s'appuyant sur les éléments suivants (Figure 78).

a) La disponibilité des gisements : Les cultures de tournesol, dont la superficie française est estimée à 586 699 ha (Agreste, 2017; http://agreste.agriculture.gouv.fr /IMG/pdf/saa2018T2bspca.pdf, consulté le 08/08/18), génèrent des gisements pouvant aller de 0,6 à 1,2 tMS.ha⁻¹(ADEME, 2015; https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/ documents/panorama-coproduits-residus-biomasse-chimie-bioresources-annexe.pdf, consulté le 28/05/2018). Si on considère que les proportions pondérales de moelle et d'écorce sont respectivement de 13 % et 84 %, comme mesuré sur le lot de tiges étudiées dans la thèse, cela revient à des gisements respectifs de 0,1-0,2 tMS.ha⁻¹ et 0,5-1 tMS.ha⁻¹. Ces résidus de culture peuvent être valorisés par (I) un retour direct au sol. Une deuxième voie (II) est la méthanisation, dont le gisement mobilisable en 2030 est évalué à 130 millions de tonnes de composés de % de matières agricoles 2013; *matière* brute, 90 *(ADEME*, https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/88252 gisements-substratsmethanisation.pdf, consulté le 15/10/2018). Une troisième voie (III) serait une transformation

Tableau 35 : Augmentation (en %) de la minéralisation totale des sols avec résidus de culture par rapport au témoin, par incubation

	PP	GC	
incubation 1	147%	266%	
incubation 2	x	342%	
incubation 3	x	394%	

préalable en agromatériau, tel que proposé dans cette partie de la thèse. Dans le domaine du bâtiment, les matériaux biosourcés ont généralement une durée de vie comprise entre 20 et 50 ans, selon leur utilisation (ADEME, 2014). A l'heure actuelle, les gisements biosourcés en fin de vie, issus du bâtiment, sont peu importants car leur mise sur le marché ne s'est effectuée que récemment (une dizaine d'années). De plus, en raison de la faible valeur économique de ces matériaux isolants, ils sont pour le moment mis en décharge ou incinérés (ADEME, 2014).

b) L'étude se fera alors en 2 temps :

Temps 1 : Il faudrait faire une double <u>étude sur le consentement des agriculteurs</u> à fournir leurs résidus de culture pour une valorisation en agromatériaux, et ceux souhaitant ou non l'incorporation par la suite de ces agromatériaux dans leurs sols. Pour cela, la méthode d'enquête, l'échantillon d'agriculteurs à contacter et le périmètre géographique sont à définir, suivis par une prise de contact et entretien individuel avec les agriculteurs. Les objectifs seraient d'informer ces derniers des impacts du projet, et recueillir leurs observations car l'acceptation se fera notamment en fonction de leurs besoins. Malgré son importance, ce côté n'est pas toujours étudié. Par exemple, l'usage des matières organiques issues des procédés de traitement de déchets urbains ne sont pas étudiés à l'heure actuelle sous l'angle de la sociologie.

<u>**Temps 2**</u>: Une fois que les agriculteurs intéressés par le retour au sol de ces agromatériaux, ont été sélectionnés, il faudrait mener une étude <u>technico-économique</u>. Mettre en place et suivre le dispositif expérimental, afin d'étudier la valeur agronomique et l'intérêt économique de ce projet.

III. Observations communes aux trois études de décomposition

Nous discuterons dans cette partie les observations générales communes aux trois incubations, concernant l'effet des apports aux sols, la cinétique de leur minéralisation et conclurons sur les indicateurs de stabilité utilisés dans la thèse.

III.1. Effet positif des apports de matières végétales

Dans nos différentes expérimentations, l'ajout des matières végétales a généralement augmenté la **minéralisation totale** du carbone de 147 % à 394 % comparé au témoin (Tableau 35).

Ceci concorde avec les autres études de minéralisation en microcosmes, démontrant que les sols avec apports de matières végétales minéralisent plus de carbone (Rinkes *et al.*, 2011;

Redin *et al.*, 2014; Nguyen & Marschner, 2017), notamment dans les sols limono-argileux (Bouajila *et al.*, 2014). Ceci est expliqué par la disponibilité de carbone labile suite à un apport de matière organique exogène servant comme support énergétique principal aux microorganismes (Annabi, 2005; Bouajila *et al.*, 2014). Dans l'incubation 1, une baisse du POXC est observée dans les sols à 3 mois d'incubation, et est probablement due à son utilisation par les microorganismes.

Quant à la minéralisation totale de l'azote, elle a été inférieure dans les sols avec apports par rapport au témoin. En effet, puisque ces matières végétales présentent des rapports C/N importants, les microorganismes, en plus de l'utilisation de l'azote minéral provenant des apports, vont également prélever l'azote minéral du sol pour couvrir leurs besoins (Trinsoutrot-Gattin, 1999).

Comme pour la minéralisation totale du carbone, la biomasse microbienne (MBC & ADN) et les activités enzymatiques ont généralement été accrues dans les sols avec des résidus, comparés au témoin. Ceci est généralement expliqué par l'exploitation de la matière organique fraîchement ajoutée au sol par les microorganismes, et concorde avec des travaux similaires aux nôtres (McDaniel *et al.*, 2014; Tardy *et al.*, 2015).

III.2. Cinétique de la minéralisation nette des matières végétales

Dans les trois études d'incubation, la minéralisation nette du carbone des matières végétales a été marquée par 3 phases. Au cours des premiers jours d'incubation, des **taux de C** élevés sont minéralisés. Ces rejets précoces de C-CO2 coïncident avec une augmentation de la biomasse sur les premiers temps, suggérant la colonisation de la matière végétale fraîchement ajoutée, par les microorganismes du sol. En effet, ce phénomène connu sous le nom de « »priming effect », dépend du contenu/accessibililté des nutriments et des interactions entre les populations microbiennes intervenant dans la décomposition des matières organiques (Razanamalala *et al.*, 2018; Sauvadet *et al.*, 2018).

Au deuxième stade d'incubation (28 à 49 jours), des taux de minéralisation ponctuels plus faibles sont atteints pour les matières végétales, comparés à ceux de la première phase. Cette baisse de minéralisation est souvent expliquée par un épuisement rapide des composés facilement minéralisables tels que les hydrates de carbone solubles dans l'eau et une décomposition plus lente des fractions récalcitrantes (Chen *et al.*, 2009).

Dans l'incubation 1, cette évolution de la composition des matières végétales a été abordée par l'ATG à 3 mois d'incubation, et non pas 49 jours, mais les résultats obtenus viennent

appuyer les affirmations précédentes. En effet, indépendamment du sol (PP ou GC), les températures relatives aux pics 1 et 2 ont généralement augmenté en fin d'incubation. Par exemple, pour le tournesol, T1 avant incubation était de 278°C, et elle est passée à 312°C quel que soit le sol dans lequel ce résidu de culture a été dégradé. Ceci indique que les composés formant les matières végétales sont devenus de plus en plus récalcitrants et par conséquent qu'une plus grande stabilité thermique des résidus de culture est atteinte en fin d'incubation. La littérature confirme que la stabilisation de la matière organique se traduit par un glissement des pics vers des températures plus élevées (Achour, 2008). De plus, les résultats des pertes de masse PM1 et PM2, exprimés par rapport au pourcentage de perte de masse organique totale, montrent généralement une légère augmentation des pics 1, alors que les pics 2 diminuent. A titre d'exemple, pour le tournesol, le pic 1 passe de 78 % PMt à 86 % PMt en moyenne, respectivement avant et après incubation, et le pic 2 de 22 % PMt à 15 % PMt en moyenne. Ceci laisse supposer qu'à 3 mois d'incubation, la composition de la matière végétale est modifiée (comme montré précédemment par analyse FTIR), et que les composés récalcitrants sont en décomposition pour donner des composés plus solubles, qui seront à leur tour dégradés.

Au dernier stade (après 49 jours), la tendance des courbes de minéralisation du carbone des matières végétales étudiées dans les incubations montre un rapprochement de la phase stationnaire. Cette baisse et quasi-absence de minéralisation, entre le début et la fin d'incubation, est accompagnée d'un déclin de la **biomasse** (dans les incubations 1, 2 et 3), et d'une diminution de l'**activité métabolique** mesurée dans l'incubation 1 par la méthode Biolog. Ce déclin de biomasse et de fonctions de minéralisation est aussi noté par d'autres auteurs dans ce type d'expériences (McDaniel *et al.*, 2014), généralement lorsque les composés deviennent plus récalcitrants (Rinkes *et al.*, 2011; Amin *et al.*, 2014).

III.3. Indices de stabilité en rapport avec la qualité des matières végétales, utilisés dans la thèse

Suite à l'utilisation d'un panel de méthodes de caractérisation dans la thèse, nous avons pu calculer plusieurs ratios, généralement utilisés comme indicateurs de stabilité ou prédicteurs de dégradabilité :

- Le LCI, calculé à partir du fractionnement biochimique (Melillo *et al.*, 1989), est un ratio depuis longtemps reconnu pour prédire la minéralisation

Tableau 36 : Corrélation de Pearson (Rho) entre les indicateurs de stabilité utilisés dans la thèse et le taux final de C minéralisé en sol de culture

	Cmin (%Corg apporté)	C/N	LCI	Rl	ISMO (% MO)
Cmin (%Corg apporté)	1	0,87***	-0,81***	- 0,3 7	-0,08
C/N	0,87***	1	-0,63*	-0,09	0,09
LCI	-0,81***	-0,63*	1	0,33	0,41*
RI	-0,37	-0,09	0,33	1	-0,12
ISMO (%MO)	-0,08	0,09	0,41*	-0,12	1

Les traitements significativement différents sont notés en gras. La différence à P < 0,001 est notée par ***, et celle à P < 0,05 est noté par *

- Le ratio C/N est également très ancien, mais présente des limites puisqu'il ne tient pas compte de la composition biochimique. De plus, son influence dépend de la disponibilité en N minéral du sol (Recous *et al.*, 1995)
- L'ISMO, est un indice plus récent. Il est calculé à partir des taux de minéralisation à 3 jours et de la composition biochimique des matières végétale (XPU 44-163, 2009)
- Le R1 est un indice de thermostabilité, calculé à partir des données ATG (Dell'Abate *et al.*, 1998). Il est anciennement utilisé comme indicateur de la stabilité de la matière organique contenue dans les composts de déchets verts. De plus, il a été proposé comme un indicateur fiable de la stabilité des matières organiques d'ordures ménagères (Achour, 2008).

Afin de voir quels sont les ratios constituant potentiellement de bons indicateurs de prédiction de la dégradabilité des matières végétales que nous avons étudiées, une corrélation de Pearson a été effectuée (Tableau 36).

Généralement tous les ratios présentent une bonne corrélation entre eux, sauf le R1 qui est uniquement corrélé négativement à la perte de masse (Rho = -0,43).

Le ratio directement corrélé positivement au carbone minéralisé est le C/N (Rho = 0,87). Le LCI est le seul ratio directement corrélé négativement au carbone minéralisé, avec Rho = -0,81.

Nos résultats montrent bien que le C/N et le LCI ont constitué les meilleurs indicateurs de stabilité des matières végétales étudiées. Quant à l'ISMO, il n'a pas été déterminant dans notre étude. Notons cependant que cet indice, généralement considéré comme un bon indicateur de stabilité des matières organiques, est surtout calculé pour estimer les minéralisations à long terme. De même, le R1 ne semble pas être, dans nos conditions expérimentales, le meilleur indicateur de dégradabilité des matières végétales étudiées. Cependant, la corrélation (pas si faible), pourrait encourager des tests supplémentaires sur des échantillons végétaux, en considérant un broyat plus fin et une meilleure homogénéisation de l'echantillon à analyser.

CONCLUSIONS GENERALES

Conclusions :

La gestion des déchets constitue un problème majeur au niveau mondial. En agriculture, le retour au sol des déchets organiques et coproduits est une opportunité intéressante pour maintenir la fertilité du sol et/ou pour stocker du carbone. La décomposition de ces matières végétales dans le sol est influencée par plusieurs facteurs, et a pour acteurs principaux les microorganismes telluriques.

Une autre voie de valorisation non alimentaire de la matière végétale non récoltée est possible telle que l'utilisation des coproduits issus de l'agriculture pour l'élaboration par exemple de produits biosourcés, comme les emballages biosourcés ou les mortiers allégés par agroressources (résidus de culture). Les matériaux tels les panneaux de particules destinés à l'isolation thermique des bâtiments, seraient de première importance et permettraient notamment de réduire l'utilisation des matériaux pétrosourcés et la consommation énergétique. Toutefois, à notre connaissance, la question de la gestion de la fin de vie de ces matériaux après déconstruction des bâtiments n'est pas encore abordée.

Dans ce contexte, l'objectif général de ce travail de thèse était de relier le retour au sol direct de résidus et fractions de matières végétales, ou indirect d'un matériau biosourcé, au fonctionnement des sols agricoles (dynamique microbienne et cycles du C et de l'N).

Nos résultats ont montré que l'impact de la microbiodiversité initiale est bien marqué dans les processus de décomposition. La microbiodiversité, avec les propriétés physicochimiques du sol, impactent la fonction du sol, qui se traduit dans le système de culture par une plus faible minéralisation du C des résidus de culture qu'en prairie, notamment sur les premiers temps d'incubation.

Ces observations sont appuyées par les résultats de caractérisation chimique (FTIR) des matières végétales qui montrent en fin d'incubation l'altération de certaines bandes dans le sol de prairie et non pas dans celui de grande culture, et vice versa. De plus, l'ATG met en évidence que des compositions plus stables sont globalement atteintes en cours de décomposition des matières végétales.

La composition biochimique initiale des résidus de grandes cultures impacte davantage la minéralisation du C et N dans le sol de prairie que celui de grande culture. En prairie, les taux de minéralisation sont dépendants du résidu de culture incorporé au sol. L'index lignocellulosique LCI (indice de stabilité) et les taux finaux de minéralisation du C apporté dans le sol présentent une bonne correlation.

Dans le cas des fractions de la tige de tournesol, de compositions très contrastées, la qualité biochimique est un facteur prédominant dans leur décomposition. En effet, la minéralisation du C est significativement corrélée au LCI (négativement), et parmi les trois matières végétales, c'est le coproduit le plus labile (moelle de tournesol) qui entraîne la minéralisation la plus rapide et la plus intense.

A notre connaissance, la question d'interaction dans la minéralisation entre les différentes fractions d'un même organe végétal n'étant pas abordée dans la littérature, nos travaux ont permis de mettre en évidence une contribution additive de la moelle et de l'écorce dans la minéralisation du carbone et de l'azote de la tige de tournesol.

Quant à la dynamique microbienne, quelle que soit l'étude considérée, une stimulation globale de la biomasse et des activités, et notamment le ratio F : B est notée, mais les tendances varient selon le sol et l'apport. De plus, une croissance de microorganismes présentant une faible efficience enzymatique est suspectée en présence du tournesol.

Dans une démarche de déconstruction de bâtiments contenant des matériaux biosourcés en fin de vie, et dans une logique d'atténuation de l'empreinte environnementale anthropique, nous avons imaginé le retour au sol d'un panneau de particules isolant élaboré à partir de moelle de tournesol. La mise en œuvre de la moelle de tournesol en panneaux de particules par la presse à chaud serait responsable d'un réagencement des composés lignocellulosiques, facilitant ainsi l'accessibilité aux microorganismes, et améliorant la dégradabilité de ce matériau (90 % de décomposition en 3 mois d'incubation).

Le retour au sol pourrait donc constituer à l'avenir un moyen de gestion de la fin de vie de matériaux biosourcés.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abiven S, Menasseri S, Angers DA, Leterme P. 2007. Dynamics of aggregate stability and biological binding agents during decomposition of organic materials. *European Journal of Soil Science* 58: 239–247.

Achour F. 2008. Caractérisation de la matière organique dans les ordures ménagères : recherche d'indicateurs de stabilité. Thèse: INSA de Lyon.173p.

Acosta-Martinez, V, Tabatabai, MA, 2000. Arylamidase activity of soils. *Soil Sci. Soc. Am. J* 64: 215-221.

Acosta-Martínez V, Tabatabai MA. 2001. Tillage and residue management effects on arylamidase activity in soils. *Biology and Fertility of Soils* 34: 21–24.

Acosta-Martínez V, Mikha MM, Vigil MF. 2007. Microbial communities and enzyme activities in soils under alternative crop rotations compared to wheat–fallow for the Central Great Plains. *Applied Soil Ecology* **37**: 41–52.

Adam, G, Duncan, H, 2001. Development of a sensitive and rapid method for the measurement of total microbial activity using fluorescein diacetate (FDA) in a range of soils. *Soil Biology and Biochemistry* **33**: 943-951

ADEME. 2006. Matériaux polymères biodégradables et applications. Note de Synthèse II.

ADEME. **2014**. Identification des gisements et valorisation des matériaux biosourcés en fin de vie en France.

ADEME. 2016. Plastiques biodégradables.

Adl MS, Gupta VS. 2006. Protists in soil ecology and forest nutrient cycling. *Canadian Journal of Forest Research* 36: 1805–1817.

AFNOR XPU44-162. Fractionnement biochimique de la matière organique par solubilisation successive pour la quantification des hydrates de carbone.

Aita, C, Recous, S, Cargnin, RHO, da Luz, LP, Giacomini, SJ, 2012. Impact on C and N dynamics of simultaneous application of pig slurry and wheat straw, as affected by their initial locations in soil. *Biology and Fertility of Soils* 48: 633–642.

Allison SD, Martiny JB. 2008. Resistance, resilience, and redundancy in microbial communities. *Proceedings of the National Academy of Sciences* 105: 11512–11519.

Almeida RF, Naves ER, da Mota RP. 2015. Soil quality: enzymatic activity of soil β -glucosidase. *Global J Agricul Res Rev* **3**: 146–150.

Amin BAZ. 2012. Rôle des enzymes lignocellulolytiques dans le processus de biodégradation de résidus végétaux dans les sols : Influence de la qualité des résidus sur l'efficacité des enzymes et leur dynamique. Thèse: Université de Reims Champagne-Ardenne. 205 p.

Amin BAZ, Chabbert B, Moorhead D, Bertrand I. 2014. Impact of fine litter chemistry on lignocellulolytic enzyme efficiency during decomposition of maize leaf and root in soil. *Biogeochemistry* **117**: 169–183.

Anderson, IC, Parkin. PI, Campbell, CD, 2008. NA- and RNA-derived assessments of fungal community composition in soil amended with sewage sludge rich in cadmium, copper and zinc. *Soil Biology and Biochemistry* **40**: 2358-2365.

Angers DA, Recous S. **1997**. Decomposition of wheat straw and rye residues as affected by particle size. *Plant and Soil* **189**: 197–203.

Anglès MN, Reguant J, Montané D, Ferrando F, Farriol X, Salvadó J. **1999**. Binderless composites from pretreated residual softwood. *Journal of Applied Polymer Science* **73**: 2485–2491.

Annabi M. 2005. Stabilisation de la structure d'un sol limoneux par des apports de composts d'origine urbaine: relation avec les caractéristiques de leur matière organique. Thèse: INAPG (AgroParisTech). 281p.

Aquino SF, Chernicharo C a. L, Soares H, Takemoto SY, Vazoller RF. 2008. Methodologies for determining the bioavailability and biodegradability of sludges. *Environmental Technology* 29: 855–862.

Aranda V, Macci C, Peruzzi E, Masciandaro G. 2015. Biochemical activity and chemicalstructural properties of soil organic matter after 17 years of amendments with olive-mill pomace co-compost. *Journal of Environmental Management* 147: 278–285.

Aschi A. **2016**. *Effets des pratiques innovantes sur les communautés microbiennes des sols agricoles et les fonctions associées : Cas particuliers de l'introduction de légumineuses et du travail du sol.* Thèse: Université de Rouen. 259p.

ASTM D 5988-12. 2012. Standard test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials in Soil. USA: ASTM International.

Asuming-Brempong S, Gantner S, Adiku SGK, Archer G, Edusei V, Tiedje JM. 2008. Changes in the biodiversity of microbial populations in tropical soils under different fallow treatments. *Soil Biology and Biochemistry* **40**: 2811–2818.

Balesdent J, Chenu C, Balabane M. **2000**. Relationship of soil organic matter dynamics to physical protection and tillage. *Soil and tillage research* **53**: 215–230.

Barnosky AD, Matzke N, Tomiya S, Wogan GOU, Swartz B, Quental TB, Marshall C, McGuire JL, Lindsey EL, Maguire KC, *et al.* 2011. Has the Earth's sixth mass extinction already arrived? *Nature* 471: 51.

Bastian F, Bouziri L, Nicolardot B, Ranjard L. 2009. Impact of wheat straw decomposition on successional patterns of soil microbial community structure. *Soil Biology and Biochemistry* **41**: 262–275.

Bauer J, Kirschbaum MUF, Weihermüller L, Huisman JA, Herbst M, Vereecken H. **2008**. Temperature response of wheat decomposition is more complex than the common approaches of most multi-pool models. *Soil Biology and Biochemistry* **40**: 2780–2786.

Beare MH, Coleman DC, Crossley DA, Hendrix PF, Odum EP. **1995**. A hierarchical approach to evaluating the significance of soil biodiversity to biogeochemical cycling. *Plant and Soil* **170**: 5–22.

Bell JM, Smith JL, Bailey VL, Bolton H. 2003. Priming effect and C storage in semi-arid no-till spring crop rotations. *Biology and Fertility of Soils* 37: 237–244.

Bell C, Carrillo Y, Boot CM, Rocca JD, Pendall E, Wallenstein MD. **2014**. Rhizosphere stoichiometry: are C : N : P ratios of plants, soils, and enzymes conserved at the plant species-level? *The New Phytologist* **201**: 505–517.

Bending GD, Turner MK, Jones JE. 2002. Interactions between crop residue and soil organic matter quality and the functional diversity of soil microbial communities. *Soil Biology and Biochemistry* 34: 1073–1082.

Bernard L, Chapuis-Lardy L, Razafimbelo T, Razafindrakoto M, Pablo A-L, Legname E, Poulain J, Brüls T, O'donohue M, Brauman A. 2012. Endogeic earthworms shape bacterial functional communities and affect organic matter mineralization in a tropical soil. *The ISME Journal* 6: 213–222.

Bertrand I. 2013. La qualité des litières végétales: impact sur leurs modalités de décomposition dans les sols et les dynamiques carbone et azote. HDR: Université de Reims Champagne-Ardenne. 98p.

Bertrand I, Chabbert B, Kurek B, Recous S. **2006**. Can the Biochemical Features and Histology of Wheat Residues Explain their Decomposition in Soil? *Plant and Soil* **281**: 291–307.

Bissett A, Richardson AE, Baker G, Thrall PH. **2011**. Long-term land use effects on soil microbial community structure and function. *Applied Soil Ecology* **51**: 66–78.

Blagodatskaya E, Kuzyakov Y. **2011**. Priming Effects in Relation to Soil Conditions – Mechanisms. In: Gliński J, Horabik J, Lipiec J, eds. Encyclopedia of Agrophysics. Dordrecht: Springer Netherlands, 657–667.

Boer W de, Folman LB, Summerbell RC, Boddy L. **2005**. Living in a fungal world: impact of fungi on soil bacterial niche development*. *FEMS Microbiology Reviews* **29**: 795–811.

Borneman J, Hartin RJ. **2000**. PCR Primers That Amplify Fungal rRNA Genes from Environmental Samples. *Applied and Environmental Microbiology* **66**: 4356–4360.

Bossio, DA, Scow, KM, Gunpala, N, Graham, KJ, 1998. Determinants of soil microbial communities: effects of agricultural management, season, and soil type on phospholipid fatty acid profiles. *Microbial Ecology* **36** : 1-12.

Bouajila K, Jeddi FB, Taamallah H, Jedidi N, Sanaa M. **2014**. Effets de la composition chimique et biochimique des résidus de cultures sur leur décomposition dans un sol Limono-Argileux du semi aride (Chemical and biochemical composition's Effect of crop residues on their decomposition in semi-arid). *Journal of Materials and Environmental Science* **5**: 159–166.

Bouajila K, Faysa BJ, Houcine T, Naceur J, Mustapha S. **2015**. Role de la composition chimique et biochimique des résidus des cultures et de fumier de ferme dans la décomposition des sols dégradés sous climat aride tunisien. *Algerian of arid environment* **5**: 50–70.

Briassoulis D, Dejean C. **2010**. Critical Review of Norms and Standards for Biodegradable Agricultural Plastics Part I. Biodegradation in Soil. *Journal of Polymers and the Environment* **18**: 384–400.

Briassoulis D, Mistriotis A. 2018. Key parameters in testing biodegradation of bio-based materials in soil. *Chemosphere* 207: 18–26.

Brodie E, Edwards S, Clipson N. 2003. Soil fungal community structure in a temperate upland grassland soil. *FEMS microbiology ecology* 45: 105–114.

Brown GG, Barois I, Lavelle P. 2000. Regulation of soil organic matter dynamics and microbial activityin the drilosphere and the role of interactionswith other edaphic functional domains. *European Journal of Soil Biology* **36**: 177–198.

Calbrix R. 2005. Impact des intrants organiques et des conduites culturales sur la biomasse microbienne et la diversité des bactéries telluriques. Rouen: Université de Rouen. 186p.

Calbrix R, Laval K, Barray S. 2005. Analysis of the potential functional diversity of the bacterial community in soil: a reproducible procedure using sole-carbon-source utilization profiles. *European Journal of Soil Biology* **41**: 11–20.

Caldwell BA. 2005. Enzyme activities as a component of soil biodiversity: A review. *Pedobiologia* 49: 637–644.

Cardinale BJ, Duffy JE, Gonzalez A, Hooper DU, Perrings C, Venail P, Narwani A, Mace GM, Tilman D, Wardle DA, *et al.* 2012. Biodiversity loss and its impact on humanity. *Nature* 486: 59–67.

Cécillon, L, Cassagne, N., Czarnes, S, Gros, R, Brun, JJ, 2008. Variable selection in near infrared spectra for the biological characterization of soil and earthworm casts. *Soil Biol. Biochem* **40**: 1975-1979.

Chapin FS, Walker BH, Hobbs RJ, Hooper DU, Lawton JH, Sala OE, Tilman D. 1997. Biotic control over the functioning of ecosystems. *Science* 277: 500–504.

Chatain M. 2001. Matériaux composites : présentation générale. *Techniques de l'ingénieur Matériaux composites : présentation et renforts* base documentaire : TIB142DUO.

Chaussod R, Zuvia M, Breuil MC, Hetier JM. 1992. Biomasse microbienne et statut organique des sols tropicaux: exemple d'un sol vénézuélien des Llanos sous différents systèmes de culture. *Cah. Orstom, sér. Pédol* 27: 59–67.

Chen H, Fan M, Billen N, Stahr K, Kuzyakov Y. 2009. Effect of land use types on decomposition of 14C-labelled maize residue (Zea mays L.). *European Journal of Soil Biology* **45**: 123–130.

Christen R. 2008. Global sequencing: a review of current molecular data and new methods available to assess microbial diversity. *Microbes and Environments* 23: 253–268.

Clemmensen KE, Bahr A, Ovaskainen O, Dahlberg A, Ekblad A, Wallander H, Stenlid J, Finlay RD, Wardle DA, Lindahl BD. 2013. Roots and associated fungi drive long-term carbon sequestration in boreal forest. *Science (New York, N.Y.)* 339: 1615–1618.

Coleman DC, Whitman WB. **2005**. Linking species richness, biodiversity and ecosystem function in soil systems. *Pedobiologia* **49**: 479–497.

Copley J. 2000. Ecology goes underground. Nature 406: 452-454.

Coppens F, Merckx R, Recous S. 2006. Impact of crop residue location on carbon and nitrogen distribution in soil and in water-stable aggregates. *European Journal of Soil Science* **57**: 570–582.

Coppens F, Garnier P, Findeling A, Merckx R, Recous S. 2007. Decomposition of mulched versus incorporated crop residues: Modelling with PASTIS clarifies interactions between residue quality and location. *Soil Biology and Biochemistry* **39**: 2339–2350.

Cotrufo MF, Wallenstein MD, Boot CM, Denef K, Paul E. **2013**. The Microbial Efficiency-Matrix Stabilization (MEMS) framework integrates plant litter decomposition with soil organic matter stabilization: do labile plant inputs form stable soil organic matter? *Global Change Biology* **19**: 988–995.

Coûteaux MM, Sarmiento L, Bottner P, Acevedo D, Thiéry JM. **2002**. Decomposition of standard plant material along an altitudinal transect (65–3968 m) in the tropical Andes. *Soil Biology and Biochemistry* **34**: 69–78.

Criquet S, Farnet AM, Tagger S, Le Petit J. 2000. Annual variations of phenoloxidase activities in an evergreen oak litter: influence of certain biotic and abiotic factors. *Soil Biology and Biochemistry* 32: 1505–1513.

Culman SW, Snapp SS, Freeman MA, Schipanski ME, Beniston J, Lal R, Drinkwater LE, Franzluebbers AJ, Glover JD, Grandy AS, *et al.* 2012. Permanganate Oxidizable Carbon Reflects a Processed Soil Fraction that is Sensitive to Management. *Soil Science Society of America Journal* 76: 494.

Curtis TP, Sloan WT. 2005. Exploring Microbial Diversity--A Vast Below. *Science* 309: 1331–1333.

Dallel M. **2012**. Evaluation du potentiel textile des fibres d'Alfa (Stipa Tenacissima L.): Caractérisation physico-chimique de la fibre au fil. Thèse: Université de Haute Alsace-Mulhouse. 154p.

van Dam JEG, Gorshkova TA. 2003. Plant growth and development: plant fiber formation, Chapter MS 46. In: Encyclopedia of applied plant sciences. *Oxford: Academic Press, Elsevier Ltd,* 87-96.

Davet P. 1996. Vie microbienne du sol et production végétale. Editions Quae. 396p.

Decaëns T. 2010. Macroecological patterns in soil communities. 19: 287–302.

Delgado-Baquerizo M, Oliverio AM, Brewer TE, Benavent-González A, Eldridge DJ, Bardgett RD, Maestre FT, Singh BK, Fierer N. 2018. A global atlas of the dominant bacteria found in soil. *Science (New York, N.Y.)* **359**: 320–325.

Dell'Abate MT, Canali S, Trinchera A, Benedetti A, Sequi P. **1998**. Thermal analysis in the evaluation of compost stability: a comparison with humification parameters. **51**: 217–224.

Delsarte I, Rafin C, Mrad F, Veignie E. **2018**. Lipid metabolism and benzo[a]pyrene degradation by Fusarium solani: an unexplored potential. *Environmental Science and Pollution Research* **25**: 12177–12182.

Drenovsky RE, Elliott GN, Graham KJ, Scow KM. **2004**. Comparison of phospholipid fatty acid (PLFA) and total soil fatty acid methyl esters (TSFAME) for characterizing soil microbial communities. *Soil Biology and Biochemistry* **36**: 1793–1800.

Eivazi F, Tabatabai MA. 1988. Glucosidases and galactosidases in soils. *Soil Biology and Biochemistry* 20: 601–606.

Ekschmitt K, K E, Poll C, Brune A, Buscot F, Friedrich M, Hartmann A, Kästner M, Marhan S, Miltner A, *et al.* 2008. Soil-carbon preservation through habitat constraints and biological limitations on decomposer activity. **171**: 27–35.

Emmerling C, Schloter M, Hartmann A, Kandeler E. 2002. Functional diversity of soil organisms — a review of recent research activities in Germany. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* 165: 408–420.

Evon P. 2008. Nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis : étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinat en agromatériaux par thermomoulage. Thèse: Université de Toulouse. 388p.

Fang M, Motavalli PP, Kremer RJ, Nelson KA. 2007. Assessing changes in soil microbial communities and carbon mineralization in Bt and non-Bt corn residue-amended soils. *Applied Soil Ecology* **37**: 150–160.

Fang H, Xia L. 2015. Cellulase production by recombinant Trichoderma reesei and its application in enzymatic hydrolysis of agricultural residues. *Fuel* 143: 211–216.

Fanin N, Bertrand I. 2016. Aboveground litter quality is a better predictor than belowground microbial communities when estimating carbon mineralization along a land-use gradient. *Soil Biology and Biochemistry* 94: 48–60.

Fanin N, Fromin N, Bertrand I. 2016. Functional breadth and home-field advantage generate functional differences among soil microbial decomposers. *Ecology* 97(4): 1023–1037.

Fierer N. 2017. Embracing the unknown: disentangling the complexities of the soil microbiome. *Nature Reviews Microbiology* **15**: 579–590.

Fierer N, Bradford MA, Jackson RB. 2007. Toward an ecological classification of soil bacteria. *Ecology* 88: 1354–1364.

Frajman P, Urbain J-M. 2007. Chimie organique et polymères. NATHAN.

Freedman Z, Zak DR. **2014**. Atmospheric N Deposition Increases Bacterial Laccase-Like Multicopper Oxidases: Implications for Organic Matter Decay (JE Kostka, Ed.). *Applied and Environmental Microbiology* **80**: 4460–4468.

Fuhrman J. 2009. Microbial community structure and its functional implications. *Nature* **459**: 193–199.

Gangneux C, Akpa-Vinceslas M, Sauvage H, Desaire S, Houot S, Laval K. 2011. Fungal, bacterial and plant dsDNA contributions to soil total DNA extracted from silty soils under different farming practices: Relationships with chloroform-labile carbon. *Soil Biology and Biochemistry* **43**: 431–437.

Garland JL. 1996. Patterns of potential C source utilization by rhizosphere communities. *Soil Biology and Biochemistry* 28: 223–230.

Garland JL, Mills AL. **1991**. Classification and Characterization of Heterotrophic Microbial Communities on the Basis of Patterns of Community-Level Sole-Carbon-Source Utilization. *Applied and Environmental Microbiology* **57**: 2351–2359.

Gartner TB, Cardon ZG. 2004. Decomposition dynamics in mixed-species leaf litter. *Oikos* 104: 230–246.

Girard MC, Walter C, Rémy JC, Berthelin J, Morel JL. 2005. Sols et environnement. *« Collection Sciences de la Terre »* Dunod, Imprimerie Chirat, 816p.

Gobat J-M, Aragno M, Matthey W. 2010. Le sol vivant: bases de pédologie, biologie des sols. PPUR Presses polytechniques.

Gong P, Guan X, Witter E. **2001**. A rapid method to extract ergosterol from soil by physical disruption. *Applied Soil Ecology* **17**: 285–289.

Griffiths BS, Kuan HL, Ritz K, Glover LA, McCaig AE, Fenwick C. 2004. The Relationship between Microbial Community Structure and Functional Stability, Tested Experimentally in an Upland Pasture Soil. *Microbial Ecology* 47: 104–113.

Gupta, N., Rathi, P., Gupta, R., 2002. Simplified para-nitrophenyl palmitate assay for lipases and esterases. *Anal. Biochem* **311**: 98-99.

Halvarsson S, Edlund H, Norgren M. 2009. Manufacture of non-resin wheat straw fibreboards. *Industrial Crops and Products* 29: 437–445.

Harguindeguy NP, Blundo CM, Gurvich DE, Díaz S, Cuevas E. **2008**. More than the sum of its parts? Assessing litter heterogeneity effects on the decomposition of litter mixtures through leaf chemistry. *Plant and Soil* **303**: 151–159.

Harholt J, Suttangkakul A, Vibe Scheller H. 2010. Biosynthesis of Pectin. *Plant physiology* 153: 384–395.

Hättenschwiler S, Tiunov AV, Scheu S. 2005. Biodiversity and litter decomposition in terrestrial ecosystems. *Annual Review of Ecology, Evolution, and Systematics* 36: 191–218.

Haygarth PM, Ritz K. 2009. The future of soils and land use in the UK: Soil systems for the provision of land-based ecosystem services. *Land Use Policy* 26: S187–S197.

Heal OW, Anderson JM, Swift MJ. **1997**. Plant litter quality and decomposition: an historical overview. In: Driven by nature: plant litter quality and decomposition. 432 Pages.

Helgason, T., Daniell, T.J., Husband, R., Fitter, A.H., Young, J.P.W., 1998. Ploughing up the wood-wide web. *Nature* 394: 431-431.

Höfte H, Voxeur A. 2017. Plant cell walls. *Current Biology* 27: 865–870.

Houot S, Cambier P, Bourdat-Deschamps M, Benoit P, Bodineau G, Nicolardot B, Morel C, Linères M, Le Bissonnais Y, Steinberg C, *et al.* 2009. Compostage et valorisation par l'agriculture des déchets urbains. *Innovations Agronomiques* **5**: 69–81.

Iqbal A. 2013. Effets de la nature et décomposition des mulchs de résidus végétaux sur les services assurés par les sols en agriculture de conservation : Étude expérimentale et modélisation. Thèse: Université de Reims. 225 p.

ISO 17556-12. **2012**. *Plastics-Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolved:* Switzerland: International Organization for Standardization.

Jacquemin L. 2012. Production d'hémicelluloses de pailles et de sons de blé à une échelle pilote. Etude des performances techniques et évaluation environnementale d'un agroprocédé. Université de Toulouse. 345p.

Janczak K, Hrynkiewicz K, Znajewska Z, Dąbrowska G. 2018. Use of rhizosphere microorganisms in the biodegradation of PLA and PET polymers in compost soil. *International Biodeterioration & Biodegradation* 130: 65–75.

Jangid K, Williams MA, Franzluebbers AJ, Sanderlin JS, Reeves JH, Jenkins MB, Endale DM, Coleman DC, Whitman WB. 2008a. Relative impacts of land-use, management intensity and fertilization upon soil microbial community structure in agricultural systems. *Soil Biology and Biochemistry* 40: 2843–2853.

Jangid K, Williams MA, Franzluebbers AJ, Sanderlin JS, Reeves JH, Jenkins MB, Endale DM, Coleman DC, Whitman WB. 2008b. Relative impacts of land-use, management intensity and fertilization upon soil microbial community structure in agricultural systems. *Soil Biology and Biochemistry* **40**: 2843–2853.

Jenkinson DS. 1966. Studies on the Decomposition of Plant Material in Soil. *Journal of Soil Science* 17: 280–302.

Jensen HL. 1929. On the influence of the carbon: nitrogen ratios of organic material on the mineralisation of nitrogen. *The Journal of Agricultural Science* 19: 71–82.

Jensen LS, Salo T, Palmason F, Breland TA, Henriksen TM, Stenberg B, Pedersen A, Lundström C, Esala M. 2005. Influence of biochemical quality on C and N mineralisation from a broad variety of plant materials in soil. *Plant and Soil* 273: 307–326.

Jesus E, Marsh TL, Tiedje JM, de S Moreira FM. 2009. Changes in land use alter the structure of bacterial communities in Western Amazon soils. *The ISME journal* **3**: 1004–1011.

Jimenez J, Gonidec E, Cacho Rivero JA, Latrille E, Vedrenne F, Steyer J-P. 2014. Prediction of anaerobic biodegradability and bioaccessibility of municipal sludge by coupling sequential extractions with fluorescence spectroscopy: Towards ADM1 variables characterization. *Water Research* **50**: 359–372.

Johnston AE, Poulton PR, Coleman K. 2009. Chapter 1 Soil Organic Matter: Its Importance in Sustainable Agriculture and Carbon Dioxide Fluxes. In: Sparks DL, ed. Advances in Agronomy. Academic Press, 1–57.

Kaewintajuk K, Hyong Chon G, Lee J, Kongkiattikajorn J, Ratanakhanokchai K, Lay Kyu K, Lee JB, Suk Roh M, Choi YY, Park H, *et al.* 2006. Hydrolysis of Agricultural Residues and Kraft Pulps by Xylanolytic Enzymes from Alkaliphilic Bacillus sp. Strain BK. *Journal of Microbiology and Biotechnology* 16: 1255–1261.

Kale SK, Deshmukh* AG, Dudhare MS, Patil VB. 2015. MICROBIAL DEGRADATION OF PLASTIC: A REVIEW. *Journal of Biochemical Technology* 6: 952–961.

Karpouzas DG, Papadopoulou E, Ipsilantis I, Friedel I, Petric I, Udikovic-Kolic N, Djuric S, Kandeler E, Menkissoglu-Spiroudi U, Martin-Laurent F. 2014. Effects of nicosulfuron on the abundance and diversity of arbuscular mycorrhizal fungi used as indicators of pesticide soil microbial toxicity. *Ecological Indicators* 39: 44–53.

Kätterer T, Reichstein M, Andrén O, Lomander A. **1998**. Temperature dependence of organic matter decomposition: a critical review using literature data analyzed with different models. *Biology and Fertility of Soils* **27**: 258–262.

Keiser AD, Keiser DA, Strickland MS, Bradford MA. 2014a. Disentangling the mechanisms underlying functional differences among decomposer communities (F de Vries, Ed.). *Journal of Ecology* 102: 603–609.

Keiser AD, Keiser DA, Strickland MS, Bradford MA. 2014b. Disentangling the mechanisms underlying functional differences among decomposer communities (F de Vries, Ed.). *Journal of Ecology* 102: 603–609.

Khristova P, Yossifov N, Gabir S. 1996. Particle board from sunflower stalks: Preliminary trials. *Bioresource Technology* 58: 319–321.

Klímek P, Meinlschmidt P, Wimmer R, Plinke B, Schirp A. 2016. Using sunflower (Helianthus annuus L.), topinambour (Helianthus tuberosus L.) and cup-plant (Silphium perfoliatum L.) stalks as alternative raw materials for particleboards. *Industrial Crops and Products* 92: 157–164.

Kuramae, EE., Hillekens, RHE., de Hollander, M., van der Heijden, MGA, van den Berg, M., van Straalen, NM, Kowalchuk, GA. 2013. Structural and functional variation in soil fungal communities associated with litter bags containing maize leaf. *FEMS Microbiology Ecology* 84 : 519–531.

Kutsch WL, Bahn M, Heinemeyer A. 2009. Soil Carbon Relations : an overview. In: Soil Carbon Dynamics: An Integrated Methodology. Cambridge University Press, 1–15.

Lal R. 2004. Soil Carbon Sequestration Impacts on Global Climate Change and Food Security. *Science* 304: 1623–1627.

Lashermes G, Nicolardot B, Parnaudeau V, Thuriès L, Chaussod R, Guillotin ML, Linères M, Mary B, Metzger L, Morvan T, *et al.* 2009. Indicator of potential residual carbon in soils after exogenous organic matter application. *European Journal of Soil Science* 60: 297–310.

Lashermes G, Nicolardot B, Parnaudeau V, Thuriès L, Chaussod R, Guillotin ML, Linères M, Mary B, Metzger L, Morvan T, *et al.* 2010. Typology of exogenous organic matters based on chemical and biochemical composition to predict potential nitrogen mineralization. *Bioresource Technology* 101: 157–164.

Lashermes G, Claisse-Gainvors A, Recous S, Bertrand I. 2016. Enzymatic strategies and carbon use efficiency of a litter-decomposing fungus grown on maize leaves, stems, and root. *Frontiers in Microbiology* 7: 1315.

Lauber CL, Ramirez KS, Aanderud Z, Lennon J, Fierer N. 2013. Temporal variability in soil microbial communities across land-use types. *The ISME journal* 7: 1641–1650.

Lavelle P, Blanchart E, Martin A, Martin S, Spain A. 1993. A Hierarchical Model for Decomposition in Terrestrial Ecosystems: Application to Soils of the Humid Tropics. *Biotropica* 25: 130–150.

Lazko J, Landercy N, Laoutid F, Dangreau L, Huguet MH, Talon O. 2013. Flame retardant treatments of insulating agro-materials from flax short fibres. *Polymer Degradation and Stability* **98**: 1043–1051.

Le Guillou C. 2011. Effets combinés de la qualité des résidus de culture et de disponibilité en azote minéral sur la stabilisation de la structure du sol par les microorganismes. Université de Rennes, Agrocampus Ouest. 137p.

Lebrun J. 2010. *Biodiversité fonctionnelle fongique : indicateur d'écotoxicité des métaux dans les sols ?* Thèse: Université de Rouen. 202p.

Lebrun JD, Trinsoutrot-Gattin I, Vinceslas-Akpa M, Bailleul C, Brault A, Mougin C, Laval K. 2012. Assessing impacts of copper on soil enzyme activities in regard to their natural spatiotemporal variation under long-term different land uses. *Soil Biology and Biochemistry* **49**: 150–156.

Lebrun JD, Demont-Caulet N, Cheviron N, Laval K, Trinsoutrot-Gattin I, Mougin C. 2015. Oxidoreductases provide a more generic response to metallic stressors (Cu and Cd) than hydrolases in soil fungi: new ecotoxicological insights. *Environmental Science and Pollution Research* 23: 3036–3041.

van Leeuwen JP, Djukic I, Bloem J, Lehtinen T, Hemerik L, de Ruiter PC, Lair GJ. 2017. Effects of land use on soil microbial biomass, activity and community structure at different soil depths in the Danube floodplain. *European Journal of Soil Biology* **79**: 14–20.

Legras, M, Bailleul,C, Tessier, D, Dur, JC, Gangneux, C, Taibi, S, Laval, K., 2006. Effect of physicochemical characteristics of agricultural soils on fungal biomass. Impact of copper, EMEC 7, *European Meeting on Environmental Chemistry, Brno, République Tchèque*. Lenormand H, Glé P, Nathalie L. 2017. Investigation of the Acoustical and Thermal Properties of Sunflower Particleboards. *Acta Acustica united with Acustica* 103: 149–157.

Lenormand H, Mahieu A, Leblanc N, Vivet A. 2014. Nouvelles agroressources pour panneaux de particules 100% biosourcés. In: Matériaux 2014- Colloque 01 Ecomatériaux. 2014. Montpellier, France.

Lerouge P, Fichette-Lainé AC, Chekkafi A, Avidgor V, Faye L. 1996. N-linked oligosaccharide processing is not necessary for glycoprotein secretion in plants. *The Plant Journal: For Cell and Molecular Biology* **10**: 713–719.

Lévêque C. 2001. Ecologie : de l'écosystème à la biosphère. Paris: Masson.

Leyval C, Steinberg C, Norini MP, Beguiristain T, Edel-Hermann V, Leglize P, Gautheron N, Lebeau T, Houot S. 2009. Impact d'amendements organiques sur la structure des communautés microbienne des sols : Choix des méthodes, validation et résultats. *Etude et Gestion des Sols* 16: 299–312.

Li L-J, Han X-Z, You M-Y, Yuan Y-R, Ding X-L, Qiao Y-F. 2013. Carbon and nitrogen mineralization patterns of two contrasting crop residues in a Mollisol: Effects of residue type and placement in soils. *European Journal of Soil Biology* 54: 1–6.

Linn DM, Doran JW. 1984. Effect of Water-Filled Pore Space on Carbon Dioxide and Nitrous Oxide Production in Tilled and Nontilled Soils1. *Soil Science Society of America Journal* 48: 1267.

Little AEF, Robinson CJ, Peterson SB, Raffa KF, Handelsman J. 2008. Rules of engagement: interspecies interactions that regulate microbial communities. *Annual Review of Microbiology* 62: 375–401.

Liu X, Bayard R, Benbelkacem H, Buffière P, Gourdon R. 2015. Evaluation of the correlations between biodegradability of lignocellulosic feedstocks in anaerobic digestion process and their biochemical characteristics. *Biomass and Bioenergy* 81: 534–543.

López R, Fernández C, Fierro J, Cara J, Martínez O, Sánchez ME. 2014. Oxycombustion of corn, sunflower, rape and microalgae bioresidues and their blends from the perspective of thermogravimetric analysis. *Energy* 74: 845–854.

Loreau M. 2001. Microbial diversity, producer-decomposer interactions and ecosystem processes: a theoretical model. *Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences* **268**: 303–309.

Machinet GE. **2009**. Utilisation de la variabilité génétique du maïs pour évaluer le rôle de la qualité chimique des racines sur le processus de décomposition dans les sols. Thèse: Université de Reims Champagne-Ardenne. 207p.

Machinet GE, Bertrand I, Barrière Y, Chabbert B, Recous S. 2011. Impact of plant cell wall network on biodegradation in soil: Role of lignin composition and phenolic acids in roots from 16 maize genotypes. *Soil Biology and Biochemistry* **43**: 1544–1552.

Magro C. **1995**. *Valorisation des pailles de blé par fractionnement thermo-mécano-chimique dans un réacteur bivis*. Thèse: Université de Toulouse, INPT. 247p.

Maharjan M, Sanaullah M, Razavi BS, Kuzyakov Y. 2017. Effect of land use and management practices on microbial biomass and enzyme activities in subtropical top-and sub-soils. *Applied Soil Ecology* 113: 22–28.

Makkonen M, Berg MP, Logtestijn RSP van, Hal JR van, Aerts R. 2013. Do physical plant litter traits explain non-additivity in litter mixtures? A test of the improved microenvironmental conditions theory. *Oikos* 122: 987–997.

Marchesi JR, Sato T, Weightman AJ, Martin TA, Fry JC, Hiom SJ, Dymock D, Wade WG. 1998. Design and evaluation of useful bacterium-specific PCR primers that amplify genes coding for bacterial 16S rRNA. *Applied and Environmental Microbiology* 64: 795–799.

Marechal P. **2001**. Analyse des principaux facteurs impliqués dans le fractionnement combiné de pailles et de sons de blé en extrudeur bi-vis : obtention d'agro-matériaux. Thèse: Université de Toulouse, INPT. 350p.

Marechal V, Rigal L. 1999. Characterization of by-products of sunflower culturecommercial applications for stalks and heads. *Industrial Crops and Products* 10: 185–200.

Maron P-A, Mougel C, Ranjard L. 2011. Soil microbial diversity: Methodological strategy, spatial overview and functional interest. *Comptes Rendus Biologies* **334**: 403–411.

Martens DA. 2000. Plant residue biochemistry regulates soil carbon cycling and carbon sequestration. *Soil Biology and Biochemistry* 32: 361–369.

Martin-Laurent F, Philippot L, Hallet S, Chaussod R, Germon JC, Soulas G, Catroux G. 2001. DNA Extraction from Soils: Old Bias for New Microbial Diversity Analysis Methods. *Applied and Environmental Microbiology* 67: 2354–2359.

Mary B, Recous S, Darwis D, Robin D. 1996. Interactions between decomposition of plant residues and nitrogen cycling in soil. 181: 71–82.

Mati-Baouche N. 2015. *Conception d'isolants thermiques à base de broyats de tiges de tournesol et de liants polysaccharidiques*. Université Blaise Pascal - Clermont II. 270p.

Mati-Baouche N, De Baynast H, Lebert A, Sun S, Lopez-Mingo CJS, Leclaire P, Michaud P. 2014. Mechanical, thermal and acoustical characterizations of an insulating biobased composite made from sunflower stalks particles and chitosan. *Industrial Crops and Products* 58: 244–250.

McDaniel MD, Grandy AS, Tiemann LK, Weintraub MN. 2014a. Crop rotation complexity regulates the decomposition of high and low quality residues. *Soil Biology and Biochemistry* 78: 243–254.

McDaniel MD, Grandy AS, Tiemann LK, Weintraub MN. 2014b. Crop rotation complexity regulates the decomposition of high and low quality residues. *Soil Biology and Biochemistry* 78: 243–254.

McGovern ST, Evans CD, Dennis P, Walmsley CA, Turner A, McDonald MA. 2014. Increased inorganic nitrogen leaching from a mountain grassland ecosystem following grazing removal: a hangover of past intensive land-use? *Biogeochemistry* 119: 125–138. Melillo JM, Aber JD, Linkins AE, Ricca A, Fry B, Nadelhoffer KJ. 1989. Carbon and nitrogen dynamics along the decay continuum: plant litter to soil organic matter. *Plant and soil* 115: 189–198.

Meyer A, Focks A, Radl V, Keil D, Welzl G, Schöning I, Boch S, Marhan S, Kandeler E, Schloter M. 2013. Different Land Use Intensities in Grassland Ecosystems Drive Ecology of Microbial Communities Involved in Nitrogen Turnover in Soil. *PLOS ONE* **8**: e73536.

Miller DN, Bryant JE, Madsen EL, Ghiorse WC. 1999. Evaluation and optimization of DNA extraction and purification procedures for soil and sediment samples. *Applied and Environmental Microbiology* **65**: 4715–4724.

Monreal CM, Bergstrom DW. **2000**. Soil enzymatic factors expressing the influence of land use, tillage system and texture on soil biochemical quality. *Canadian Journal of Soil Science* **80**: 419–428.

Monties B. **1984**. Dosage de la lignine insoluble en milieu acide : influence du prétraitement par hydrolyse acide sur la lignine Klason de bois et de paille. *Agronomie* **4**: 387–392.

Moore JC, Berlow EL, Coleman DC, Ruiter PC, Dong Q, Hastings A, Johnson NC, McCann KS, Melville K, Morin PJ, *et al.* 2004. Detritus, trophic dynamics and biodiversity. *Ecology Letters* 7: 584–600.

Moure-Jamal M. **2006**. *Evaluation de la biodégradation et de l'écotoxicité des films de paillage agricole: étude comparative et modélisation des tests de (bio)dégradabilité*. Thèse.

Muller M, Jimenez J, Antonini M, Dudal Y, Latrille E, Vedrenne F, Steyer J-P, Patureau D. 2014. Combining chemical sequential extractions with 3D fluorescence spectroscopy to characterize sludge organic matter. *Waste Management* 34: 2572–2580.

Muyzer G, de Waal EC, Uitterlinden AG. **1993**. Profiling of complex microbial populations by denaturing gradient gel electrophoresis analysis of polymerase chain reaction-amplified genes coding for 16S rRNA. *Applied and Environmental Microbiology* **59**: 695–700.

Nannipieri, P, Kandeler, E., Ruggiero, P., 2002. Enzyme activities and microbiological and biochemical processes in soil. In: Burns, R.G., Dick, R., (eds), Enzymes in the environment, Marcel Dekker, New York, pp. 1-33.

Nannipieri P, Ascher J, Ceccherini M, Landi L, Pietramellara G, Renella G. 2003a. Microbial diversity and soil functions. *European Journal of Soil Science* 54: 655–670.

Nannipieri P, Ascher J, Ceccherini M, Landi L, Pietramellara G, Renella G. 2003b. Microbial diversity and soil functions. *European Journal of Soil Science* 54: 655–670.

NF ISO 10390. 1994. Mesure du pH d'un sol dans l'H2O et le KCl.

Nguyen TT, Marschner P. 2017. Soil Respiration, Microbial Biomass and Nutrient Availability in Soil After Addition of Residues with Adjusted N and P Concentrations. *Pedosphere* **27**: 76–85.
Nicolardot B, Bouziri L, Bastian F, Ranjard L. 2007. A microcosm experiment to evaluate the influence of location and quality of plant residues on residue decomposition and genetic structure of soil microbial communities. *Soil Biology and Biochemistry* **39**: 1631–1644.

Nicolardot B, Recous S, Mary B. **2001**. Simulation of C and N mineralisation during crop residue decomposition: a simple dynamic model based on the C: N ratio of the residues. *Plant and Soil* **228**: 83–103.

Niu W, Han L, Liu X, Huang G, Chen L, Xiao W, Yang Z. 2016. Twenty-two compositional characterizations and theoretical energy potentials of extensively diversified China's crop residues. *Energy* 100: 238–250.

NF EN 16575. 2014. Produits biosourcés – vocabulaire, X85-001.

NF X31-130. **1999**. Determination of cationic exchange capacity (CEC) and extractible cations | Engineering360.

Okuda N, Hori K, Sato M. **2006**. Chemical changes of kenaf core binderless boards during hot pressing (I): influence of the pressing temperature condition. *Journal of Wood Science* **52**: 244–248.

Olsen RA, Bakken LR. **1987**. Viability of soil bacteria: Optimization of plate-counting technique and comparison between total counts and plate counts within different size groups. *Microbial Ecology* **13**: 59–74.

ONRB, 2015. « ONRB : enjeux de la valorisation de la biomasse en matériaux biosourcés ». *Etude réalisée par Bio by Deloitte et FRD pour le compte de FranceAgriMer*.

Oorts K. **2006**. Effect of tillage systems on soil organic matter stocks and C and N fluxes in cereal cropping systems on a silt loam soil in Northern France. Thèse: Institut National Agronomique Paris-Grignon. 178p.

Osono T. **2007**. Ecology of ligninolytic fungi associated with leaf litter decomposition. *Ecological Research* **22**: 955–974.

Osono T, Takeda H. **2001**. Organic chemical and nutrient dynamics in decomposing beech leaf litter in relation to fungal ingrowth and succession during 3-year decomposition processes in a cool temperate deciduous forest in Japan. *Ecological Research* **16**: 649–670.

Paiva M, Ammar I, Campos A, Cheikh R, Cunha A. 2007. Alfa fibres: Mechanical, morphological and interfacial characterization. *Composites Science and Technology* 67: 1132–1138.

Pascault N. 2010. *Réponse des communautés microbiennes du sol à l'apport de résidus de culture: influence des pratiques agricoles et lien avec le fonctionnement biologique du sol.* Thèse: Université de Bourgogne. 248p.

Pascault N, Cécillon L, Mathieu O, Hénault C, Sarr A, Lévêque J, Farcy P, Ranjard L, Maron P-A. 2010. In Situ Dynamics of Microbial Communities during Decomposition of Wheat, Rape, and Alfalfa Residues. *Microbial Ecology* **60**: 816–828.

Pathak VM, Navneet. 2017. Review on the current status of polymer degradation: a microbial approach. *Bioresources and Bioprocessing* **4**: 15.

Peiretti PG, Meineri G. **2010**. Evolution of Chemical Composition, Nutritive Value and Fatty Acid Content of Sunflower (Helianthus annuus L.) During the Growth Cycle. *Journal of Animal and Veterinary Advances - J ANIM VET ADV* **9**: 112–117.

Peltre C. 2010. Potentialité de stockage de carbone dans les sols par apport de matières organiques exogènes. Thèse: AgroParisTech.

Pennec F, Alzina A, Tessier-Doyen N, Naït-ali B, Mati-Baouche N, De Baynast H, Smith DS. 2013. A combined finite-discrete element method for calculating the effective thermal conductivity of bio-aggregates based materials. *International Journal of Heat and Mass Transfer* 60: 274–283.

Pérez, S, & Mazeau, K. (2005). Conformation, Structures, and Morphologies of Celluloses. In Polysaccharides: structural diversity and functional versatility. New York: CRC; 2 edition, pp. 41768.

Philippot, L, Tscherko, D, Bru, D, Kandeler, E, 2011. Distribution of high bacterial taxa across the chronosequence of two alpine glacier forelands. *Microb. Ecol* 61 : 303-312.

Pintiaux T, Viet D, Vandenbossche V, Rigal L, Rouilly A. **2015**. Binderless Materials Obtained by Thermo-Compressive Processing of Lignocellulosic Fibers: A Comprehensive Review. *BioResources* **10**: 1915–1963.

Pizzi A, Kueny R, Lecoanet F, Massetau B, Carpentier D, Krebs A, Loiseau F, Molina S, Ragoubi M. 2009. High resin content natural matrix-natural fibre biocomposites. *Industrial crops and products* 30: 235–240.

Plassart P, Akpa Vinceslas M, Gangneux C, Mercier A, Barray S, Laval K. 2008. Molecular and functional responses of soil microbial communities under grassland restoration. *Agriculture, Ecosystems & Environment* 127: 286–293.

Poll C, Ingwersen J, Stemmer M, Gerzabek MH, Kandeler E. **2006**. Mechanisms of solute transport affect small-scale abundance and function of soil microorganisms in the detritusphere. *European Journal of Soil Science* **57**: 583–595.

Poll C, Marhan S, Ingwersen J, Kandeler E. **2008**. Dynamics of litter carbon turnover and microbial abundance in a rye detritusphere. *Soil Biology and Biochemistry* **40**: 1306–1321.

Powlson DS, Whitmore AP, Goulding KWT. **2011**. Soil carbon sequestration to mitigate climate change: a critical re-examination to identify the true and the false. *European Journal of Soil Science* **62**: 42–55.

Preston-Mafham J, Boddy L, Randerson PF. 2002. Analysis of microbial community functional diversity using sole-carbon-source utilisation profiles - a critique. *FEMS microbiology ecology* **42**: 1–14.

Privas E, Navard P. 2013. Preparation, processing and properties of lignosulfonate-flax composite boards. *Carbohydrate Polymers* 93: 300–306.

Qiu X-H, Bai W-Q, Zhong Q-Z, Li M, He F-Q, Li B-T. 2006. Isolation and characterization of a bacterial strain of the genus Ochrobactrum with methyl parathion mineralizing activity. *Journal of Applied Microbiology* 101: 986–994.

Quintana G, Velásquez J, Betancourt S, Gañán P. 2009. Binderless fiberboard from steam exploded banana bunch. *Industrial Crops and Products* 29: 60–66.

Ramirez KS, Leff JW, Barberán A, Bates ST, Betley J, Crowther TW, Kelly EF, Oldfield EE, Shaw EA, Steenbock C, *et al.* 2014. Biogeographic patterns in below-ground diversity in New York City's Central Park are similar to those observed globally. *Proceedings. Biological Sciences* 281: (1795).

Ranjard L, Poly F, Nazaret S. 2000. Monitoring complex bacterial communities using culture-independent molecular techniques: application to soil environment. *Research in Microbiology* **151**: 167–177.

Ratanakhanokchai K, Kyu KL, Tanticharoen M. 1999. Purification and Properties of a Xylan-Binding Endoxylanase from Alkaliphilic Bacillus sp. Strain K-1. *Applied and Environmental Microbiology* **65**: 694–697.

Ratanakhanokchai K, Waeonukul R, Pason P, Tachaapaikoon C, Kyu KL, Sakka K, Mori AK and Y. 2013. Paenibacillus curdlanolyticus Strain B-6 Multienzyme Complex: A Novel System for Biomass Utilization. *Biomass Now - Cultivation and Utilization* Chapter 16: 369–394.

Razanamalala K, Fanomezana RA, Razafimbelo T, Chevallier T, Trap J, Blanchart E, Bernard L. 2018. The priming effect generated by stoichiometric decomposition and nutrient mining in cultivated tropical soils: Actors and drivers. *Applied Soil Ecology* 126: 21–33.

Recous S, Robin D, Darwis D, Mary B. **1995**. Soil inorganic N availability: effect on maize residue decomposition. *Soil Biology and Biochemistry* **27**: 1529–1538.

Recous S, Lashermes G, Bertrand I. **2017**. Couplages et contrôles des cycles du carbone et de l'azote par les communautés microbiennes dans les sols cultivés. In: Synthèses (Quae). Les sols et la vie souterraine: Des enjeux majeurs en agroécologie,. Editions Quae, 328 p.

Redin M, Recous S, Aita C, Dietrich G, Skolaude AC, Ludke WH, Schmatz R, Giacomini SJ. 2014. How the chemical composition and heterogeneity of crop residue mixtures decomposing at the soil surface affects C and N mineralization. *Soil Biology and Biochemistry* 78: 65–75.

Ren X, Zeng G, Tang L, Wang J, Wan J, Liu Y, Yu J, Yi H, Ye S, Deng R. 2018. Sorption, transport and biodegradation - An insight into bioavailability of persistent organic pollutants in soil. *The Science of the Total Environment* **610–611**: 1154–1163.

Riah W, Laval K, Laroche-Ajzenberg E, Mougin C, Latour X, Trinsoutrot-Gattin I. 2014. Effects of pesticides on soil enzymes: a review. *Environmental Chemistry Letters* 12: 257–273.

Riah-Anglet W. **2014**. *De la structure des communautés microbiennes, à l'expression des activités enzymatiques dans des sols soumis à différentes contraintes agronomiques*. Thèse: Université de Rouen. 306p.

Riah-Anglet W, Trinsoutrot-Gattin I, Martin-Laurent F, Laroche-Ajzenberg E, Norini M-P, Latour X, Laval K. 2015. Soil microbial community structure and function relationships: A heat stress experiment. *Applied Soil Ecology* **86**: 121–130.

Riah-Anglet W, Trinsoutrot-Gattin I, Norini M-P, Gauthier A, Latour X, Laval K. **2018**. Initial state of soil microbial communities determines their stress response. *Journal of Environmental Chemical Engineering* **6**: 5470–5480.

Ridley BL, O'Neill MA, Mohnen D. 2001. Pectins: structure, biosynthesis, and oligogalacturonide-related signaling. *Phytochemistry* 57: 929–967.

Rinkes ZL, Weintraub MN, DeForest JL, Moorhead DL. 2011a. Microbial substrate preference and community dynamics during decomposition of Acer saccharum. *Fungal Ecology* 4: 396–407.

Rinkes ZL, Weintraub MN, DeForest JL, Moorhead DL. 2011b. Microbial substrate preference and community dynamics during decomposition of Acer saccharum. *Fungal Ecology* 4: 396–407.

Rinkes ZL, Bertrand I, Amin BAZ, Grandy AS, Wickings K, Weintraub MN. 2016. Nitrogen alters microbial enzyme dynamics but not lignin chemistry during maize decomposition. *Biogeochemistry* 128: 171–186.

Robinson CH, Kirkham JB, Littlewood R. **1999**. Decomposition of root mixtures from high arctic plants: a microcosm study. *Soil Biology and Biochemistry* **31**: 1101–1108.

Romaní AM, Fischer H, Mille-Lindblom C, Tranvik LJ. **2006**. Interactions of bacteria and fungi on decomposing litter: differential extracellular enzyme activities. *Ecology* **87**: 2559–2569.

Rousk J, Bååth E. **2007**. Fungal and bacterial growth in soil with plant materials of different C/N ratios. *FEMS microbiology ecology* **62**: 258–267.

Rousk J, Brookes PC, Bååth E. **2010**. Investigating the mechanisms for the opposing pH relationships of fungal and bacterial growth in soil. *Soil Biology and Biochemistry* **42**: 926–934.

Saadi Z, Cesar G, Bewa H, Benguigui L. 2013. Fungal Degradation of Poly(Butylene Adipate-Co-Terephthalate) in Soil and in Compost. *Journal of Polymers and the Environment* 21: 893–901.

Sall S, Bertrand I, Chotte JL, Recous S. **2007**. Separate effects of the biochemical quality and N content of crop residues on C and N dynamics in soil. *Biology and Fertility of Soils* **43**: 797–804.

Sanaullah M, Chabbi A, Maron P-A, Baumann K, Tardy V, Blagodatskaya E, Kuzyakov Y, Rumpel C. 2016. How do microbial communities in top- and subsoil respond to root litter addition under field conditions? *Soil Biology and Biochemistry* 103: 28–38.

Santonja M, Rancon A, Fromin N, Baldy V, Hättenschwiler S, Fernandez C, Montès N, Mirleau P. 2017. Plant litter diversity increases microbial abundance, fungal diversity, and

carbon and nitrogen cycling in a Mediterranean shrubland. Soil Biology and Biochemistry 111: 124–134.

Šantru[°]c^{*}ková H, Bird MI, Kalaschnikov YN, Grund M, Elhottová D, Šimek M, Grigoryev S, Gleixner G, Arneth A, Schulze E-D, *et al.* 2003. Microbial characteristics of soils on a latitudinal transect in Siberia. *Global Change Biology* **9**: 1106–1117.

Sauvadet M. 2016. Impacts de la qualité et quantité des résidus de culture sur la structure et le fonctionnement des communautés du sol. Application aux systèmes de grandes cultures du Nord-Est de la France. Thèse: Université de Reims Champagne-Ardenne. 305p.

Sauvadet M, Chauvat M, Fanin N, Coulibaly S, Bertrand I. 2016. Comparing the effects of litter quantity and quality on soil biota structure and functioning: Application to a cultivated soil in Northern France. *Applied Soil Ecology* 107: 261–271.

Sauvadet M, Chauvat M, Brunet N, Bertrand I. 2017. Can changes in litter quality drive soil fauna structure and functions? *Soil Biology and Biochemistry* 107: 94–103.

Sauvadet M, Lashermes G, Alavoine G, Recous S, Chauvat M, Maron P-A, Bertrand I. 2018. High carbon use efficiency and low priming effect promote soil C stabilization under reduced tillage. *Soil Biology and Biochemistry* 123: 64–73.

Schaefer R. 1963. L'activité déshydrogénasique comme mesure de l'activité biologique globale des sols. *Annales de l'Institut Pasteur* 105 : 326-331.

Scheller HV, Ulvskov P. 2010. Hemicelluloses. *Annual Review of Plant Biology* 61: 263–289.

Schinner F, von Mersi W. 1990. Xylanase-, CM-cellulase- and invertase activity in soil: An improved method. *Soil Biology and Biochemistry* 22: 511–515.

Shah AA, Hasan F, Hameed A, Ahmed S. 2008. Biological degradation of plastics: A comprehensive review. *Biotechnology Advances* 26: 246–265.

Sharma HS. 1989. Thermogravimetric analysis of flax shives degraded by Pleurotus ostreatus and Ceraceomyces sublaevis. *Thermochimica acta* 138: 347–357.

Sharma, S, Szele, Z, Schilling, R, Munch, JC, Schloter, M. 2006. Influence of Freeze-Thaw Stress on the Structure and Function of Microbial Communities and Denitrifying Populations in Soil. *Microbial Ecology* **72**: 2148–2154.

Simon, L, Lalonde, M, Bruns, TD, 1992. Specific Amplification of 18S Fungal Ribosomal Genes from Vesicular-Arbuscular Endomycorrhizal Fungi Colonizing Roots. *Applied and Environmental Microbiology* 58: 291-295.

Sinsabaugh RL. 2010. Phenol oxidase, peroxidase and organic matter dynamics of soil. *Soil Biology and Biochemistry* **42**: 391–404.

Sinsabaugh, RL, Reynolds, H, Long, TM, 2000. Rapid assay for amidohydrolase (urease) activity in environmental samples. *Soil Biol. Biochem* **32** : 2095-2097.

Sinsabaugh RL, Carreiro MM, Repert DA. **2002**. Allocation of extracellular enzymatic activity in relation to litter composition, N deposition, and mass loss. *Biogeochemistry* **60**: 1–24.

Smith P, Powlson DS, Smith JU, Falloon P, Coleman K. 2000. Meeting Europe's climate change commitments: quantitative estimates of the potential for carbon mitigation by agriculture. *Global Change Biology* 6: 525–539.

Šnajdr J, Cajthaml T, Valášková V, Merhautová V, Petránková M, Spetz P, Leppänen K, Baldrian P. 2011. Transformation of Quercus petraea litter: successive changes in litter chemistry are reflected in differential enzyme activity and changes in the microbial community composition. *FEMS Microbiology Ecology* **75**: 291–303.

Sommer SG, Olesen JE, Christensen BT. **1991**. Effects of temperature, wind speed and air humidity on ammonia volatilization from surface applied cattle slurry. *The Journal of Agricultural Science* **117**: 91–100.

Solagro et Inddigo, 2013. Estimation des gisements potentiels de substrats utilisables en méthanisation. *Etude réalisée par Solagro et Inddigo pour le compte de l'ADEME.*

Stengel P, Douglas JT, Guérif J, Goss MJ, Monnier G, Cannell RQ. **1984**. Factors influencing the variation of some properties of soils in relation to their suitability for direct drilling. *Soil and Tillage Research* **4**: 35–53.

Stevenson FJ. 1994. *Humus Chemistry: Genesis, Composition, Reactions, 2nd Edition*. New York: Wiley.

Stewart CE, Moturi P, Follett RF, Halvorson AD. 2015. Lignin biochemistry and soil N determine crop residue decomposition and soil priming. *Biogeochemistry* 124: 335–351.

Stockmann U, Adams MA, Crawford JW, Field DJ, Henakaarchchi N, Jenkins M, Minasny B, McBratney AB, Courcelles V de R de, Singh K, *et al.* 2013. The knowns, known unknowns and unknowns of sequestration of soil organic carbon. *Agriculture, Ecosystems & Environment* 164: 80–99.

Strickland MS, Lauber C, Fierer N, Bradford MA. 2009. Testing the functional significance of microbial community composition. *Ecology* **90**: 441–451.

Sturm RN. **1973**. Biodegradability of nonionic surfactants: Screening test for predicting rate and ultimate biodegradation. *Journal of the American Oil Chemists Society* **50**: 159–167.

Sun S. 2014. Modélisation et caractérisation mécanique d'un composite bio-sourcé par mesures de champs cinématiques sans contact. Thèse: Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II. 144p.

Sun S, Mathias JD, Toussaint E, Grédiac M. 2013. Hygromechanical characterization of sunflower stems. *Industrial Crops and Products* 46: 50–59.

Swift MJ, Heal OW, Anderson JM. **1979**. Decomposition in terrestrial ecosystems. In: D.J. Anderson et al. (ed.) Studies in nutrient mineralization of prunings of different quality.Blackwell Scientific Publ., Oxford, UK. Ecology, 5.

Tabatabai, MA, Bremmer, JM, 1970. Arylsulfatase activity of soils. *Soil Science Society of America Proceedings* **34:** 225-229.

Tabatabai, **MA**, **Dick**, **WA**, **2002**. Enzymes in soil: research and developments in measuring activities. In: Burns, R.G., Dick, R.P. (Eds.), Enzymes in the Environment: Activity, Ecology, and Applications. Marcel Dekker, New York, pp. 567-596.

Talbot JM, Yelle DJ, Nowick J, Treseder KK. 2012. Litter decay rates are determined by lignin chemistry. *Biogeochemistry* 108: 279–295.

Tardy V. 2014. Lien entre la diversité microbienne, la stabilité des communautés microbiennes et le turnover des matières organiques du sol. Thèse: Université de Bourgogne. 324p.

Tardy V, Spor A, Mathieu O, Lévèque J, Terrat S, Plassart P, Regnier T, Bardgett RD, van der Putten WH, Roggero PP, *et al.* 2015. Shifts in microbial diversity through land use intensity as drivers of carbon mineralization in soil. *Soil Biology and Biochemistry* **90**: 204–213.

Terhoeven-Urselmans, T, Schmidt, H, Joergensen, RG, Ludwig, B, 2008. Usefulness of near-infrared spectroscopy to determine biological and chemical soil properties: Importance of sample pre-treatment. *Soil Biol. Biochem* 40: 1178-1188.

Thomson BC, Tisserant E, Plassart P, Uroz S, Griffiths RI, Hannula SE, Buée M, Mougel C, Ranjard L, Van Veen JA, *et al.* 2015. Soil conditions and land use intensification effects on soil microbial communities across a range of European field sites. *Soil Biology and Biochemistry* 88: 403–413.

Tian Q, Taniguchi T, Shi W-Y, Li G, Yamanaka N, Du S. 2017. Land-use types and soil chemical properties influence soil microbial communities in the semiarid Loess Plateau region in China. *Scientific Reports* 7: 45289.

Tiedje, JM, 1995. Approches to the comprehensive evaluation of prokaryote diversity of a habitat. Microbial diversity and ecosystem function. CAB International, Oxon, United Kingdom, 73-87.

Tiedje JM, Asuming-Brempong S, Nüsslein K, Marsh TL, Flynn SJ. 1999. Opening the black box of soil microbial diversity. *Applied Soil Ecology* 13: 109–122.

Tisdall JM. **1994**. Possible role of soil microorganisms in aggregation in soils. *Plant and Soil* **159**: 115–121.

Torsvik V, Daae FL, Sandaa R-A, Øvre\a as L. **1998**. Novel techniques for analysing microbial diversity in natural and perturbed environments. *Journal of biotechnology* **64**: 53–62.

Trap, J, Riah, W, Akpa-Vinceslas, M, Bailleul, C, Laval, K, Trinsoutrot-Gattin, I, 2012. Improved effectiveness and efficiency in measuring soil enzymes as universal soil quality indicators using microplate fluorimetry. *Soil Biol. Biochem* **45**: 98-101.

Trap J, Bonkowski M, Plassard C, Villenave C, Blanchart E. **2015**. Ecological importance of soil bacterivores for ecosystem functions. *Plant and Soil* **398**: 1–24.

Trinsoutrot-Gattin I. 1999. Influence de la qualité biochimique et de la teneur en azote de résidus de colza (Brassica napus L) sur les biotransformations du carbone et de l'azote au cours de leur décomposition dans le sol. Thèse: Université Claude Bernard (Lyon 1). 143p.

Trinsoutrot Gattin I, Recous S, Bentz B, Nicolardot B. **2000**. Biochemical Quality of Crop Residues and Carbon and Nitrogen Mineralization Kinetics under Nonlimiting Nitrogen Conditions. *Soil Science Society of America Journal*: 64 : 918–926.

Universalis E. 2016. Macromolécules: Les Grands Articles d'Universalis. In: Universalis. Encyclopaedia Universalis, 49p.

Van Den Bossche A, De Bolle S, De Neve S, Hofman G. 2009a. Effect of tillage intensity on N mineralization of different crop residues in a temperate climate. *Soil and Tillage Research* 103: 316–324.

Van Den Bossche A, De Bolle S, De Neve S, Hofman G. 2009b. Effect of tillage intensity on N mineralization of different crop residues in a temperate climate. *Soil and Tillage Research* 103: 316–324.

Van Soest P. 1963. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. II. A rapid method for the determination of fiber and lignin. 46: 829–835.

Van Veen JA, Kuikman PJ. 1990. Soil structural aspects of decomposition of organic matter by micro-organisms. *Biogeochemistry* 11: 213–233.

Vance ED, Brookes PC, Jenkinson DS. 1987. An extraction method for measuring soil microbial biomass C. *Soil Biology and Biochemistry* 19: 703–707.

Vanholme R, Demedts B, Morreel K, Ralph J, Boerjan W. 2010. Lignin Biosynthesis and Structure1. *Plant Physiology* 153: 895–905.

Voiniciuc C, Pauly M, Usadel B. **2018**. Monitoring Polysaccharide Dynamics in the Plant Cell Wall. *Plant Physiology*: 01776–02017.

Wallenstein MD, Hess AM, Lewis MR, Steltzer H, Ayres E. 2010. Decomposition of aspen leaf litter results in unique metabolomes when decomposed under different tree species. *Soil Biology and Biochemistry* **42**: 484–490.

Wardle DA, Bonner KI, Nicholson KS. 1997. Biodiversity and Plant Litter: Experimental Evidence Which Does Not Support the View That Enhanced Species Richness Improves Ecosystem Function. *Oikos* 79: 247.

Weiss M, Haufe J, Carus M, Brandão M, Bringezu S, Hermann B, Patel MK. 2012. A Review of the Environmental Impacts of Biobased Materials. *Journal of Industrial Ecology* 16: S169–S181.

White PM, Rice CW. 2009. Tillage Effects on Microbial and Carbon Dynamics during Plant Residue Decomposition. *Soil Science Society of America Journal* 73: 138–145.

Wickings K, Grandy AS, Reed SC, Cleveland CC. 2012. The origin of litter chemical complexity during decomposition (N Johnson, Ed.). *Ecology Letters* 15: 1180–1188.

Widmer F, Fließbach A, Laczkó E, Schulze-Aurich J, Zeyer J. 2001. Assessing soil biological characteristics: a comparison of bulk soil community DNA-, PLFA-, and BiologTM-analyses. *Soil Biology and Biochemistry* **33**: 1029–1036.

Wolters V. **2000**. Invertebrate control of soil organic matter stability. *Biology and Fertility of Soils* **31**: 1–19.

Wu, J, Joergensen, RG, Pommerening, B, Chaussod, R, Brookes, PC, 1990. Measurement of soil microbial biomass-C by fumigation-extraction—an automated procedure. *Soil Biol. Biochem* 22: 1167-1169.

Xia L, Cen P. 1999. Cellulase production by solid state fermentation on lignocellulosic waste from the xylose industry. *Process Biochemistry* **34**: 909–912.

Xin H, Zhang Y, Wang M, Li Z, Wang Z, Yu P. 2014. Characterization of protein and carbohydrate mid-IR spectral features in crop residues. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* **129**: 565–571.

XPU 44-163. **2009**. Amendements organiques et support de culture - Caractérisation de la matière organique par la minéralisation potentielle du carbone et de l'azote.

Xu J, Sugawara R, Widyorini R, Han G, Kawai S. 2004. Manufacture and properties of low-density binderless particleboard from kenaf core. *Journal of Wood Science* 50: 62–67.

Yan J, Wang L, Hu Y, Tsang YF, Zhang Y, Wu J, Fu X, Sun Y. 2018. Plant litter composition selects different soil microbial structures and in turn drives different litter decomposition pattern and soil carbon sequestration capability. *Geoderma* **319**: 194–203.

Yang H, Yan R, Chen H, Lee DH, Zheng C. 2007. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel* 86: 1781–1788.

Yao H, He Z, Wilson MJ, Campbell CD. 2000. Microbial Biomass and Community Structure in a Sequence of Soils with Increasing Fertility and Changing Land Use. *Microbial Ecology* 40: 223–237.

Young IM, Crawford JW. 2004. Interactions and self-organization in the soil-microbe complex. *Science (New York, N.Y.)* 304: 1634–1637.

Zeitoun R. **2011**. Procédés de fractionnement de la matière végétale : application à la production des polysaccharides du son et de la paille de blé.

Zhao D, Li F, Wang R. 2012. The effects of different urban land use patterns on soil microbial biomass nitrogen and enzyme activities in urban area of Beijing, China. *Acta Ecologica Sinica* **32**: 144–149.

Zhao S, Li G, Zheng N, Wang J, Yu Z. 2018. Steam explosion enhances digestibility and fermentation of corn stover by facilitating ruminal microbial colonization. *Bioresource Technology* **253**: 244–251.

Zheng Y, Zhao J, Xu F, Li Y. **2014**. Pretreatment of lignocellulosic biomass for enhanced biogas production. *Progress in Energy and Combustion Science* **42**: 35–53.

Références web :

Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME). 2013. Estimation des gisements potentiels de substrats utilisables en méthanisation. https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/88252_gisements-substratsmethanisation.pdf, consulté le 15/10/18

Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME). 2015. Panorama des coproduits et résidus biomasse à usage des filières chimie et matériaux biosourcés en France. <u>https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/panorama-coproduits-residus-biomasse-chimie-biosources-annexe.pdf, consulté le 28/05/18</u>

Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie (ADEME). 2017. Déchets du bâtiment.

https://www.ademe.fr/sites/default/files/assets/documents/fiche_-technique-dechets-batiment-2017-09.pdf, consulté le 09/10/2018

<u>Agreste. 2017.</u> <u>http://agreste.agriculture.gouv.fr/IMG/pdf/saa2018T2bspca.pdf</u>, *consulté le 08/08/18*

Association Française de NORmalisation (AFNOR)

https://normalisation.afnor.org/thematiques/materiaux-biosources-construction/, consulté le 25/04/2018

<u>Bâtir pour la plante.</u>

http://www.batirpourlaplanete.fr/wp-content/uploads/2015/08/Guide-materiauxbiosources.pdf, consulté le 12/08/18

Convention sur la Diversité Biologique (CDB). 1992.

https://www.cbd.int/doc/legal/cbd-fr.pdf, consulté le 20/07/17

Commissariat Général du Développement Durable (CGDD). 2017.

http://www.statistiques.developpement-

durable.gouv.fr/fileadmin/documents/Produits_editoriaux/Publications/Datalab_essentiel/201 8/datalab-essentiel-143-bilan-energetique-france-en-2017-avril2018.pdf, consulté le 19/10/2018

Food and Agriculture Organization (FAO). 2015. Les sols sont une ressource non renouvelable, leur préservation est essentielle pour garantir la sécurité alimentaire et un avenir durable.

http://www.fao.org/3/a-i4373f.pdf, consulté le 20/07/17

FAOSTAT. 2016. http://www.fao.org/faostat/fr/#data/QC, consulté le 29/05/18

Fédération française des producteurs d'oléagineux et de protéagineux (FOPO)

http://www.fopoleopro.com/la-fop/chiffres-cles/, consulté le 28/05/18

ISONAT

http://www.isonat.com, consulté le 25/04/2018

Millenium Ecosystem Assessment. 2005.

https://www.millenniumassessment.org/documents/document.766.aspx.pdf, consulté le 20/07/17

AFNOR

https://normalisation.afnor.org/thematiques/materiaux-biosources-construction, consulté le 30/05/18

Passion céréales : la filière en chiffres.

https://www.passioncereales.fr/la-filiere/la-filiere-en-chiffres, consulté le 28/05/18

Passion céréales : dossier thermique.

https://www.passioncereales.fr/dossier-thematique/les-c%C3%A9r%C3%A9ales-en-chiffres, consulté le 28/05/18

Plan Bâtiment Durable (PBD). 2013.

<u>http://www.planbatimentdurable.fr/IMG/pdf/Rapport_d_activite_2013_Plan_batiment_durabl</u> <u>e_electronique.pdf</u>, *consulté le 22/04/18*

Preventpack. 2012.

http://www.preventpack.be/fr/dossier/biopackaging, consulté le 14/10/18

Salducci. 2012.

http://www.compostage-paca.fr/wpcontent/uploads/2013/10/Intervention_X_Salducci_Celesta-Lab-19-mars-2012.pdf, consulté le 23/10/2018

SoléBium.

https://agriculture-de-conservation.com/Valoriser-plus-de-biomasses-agricoles-dans-lesfilieres-de-la-bioeconomie-et.html, consulté le 22/10/2018

Technichanvre.

http://www.technichanvre.com, consulté le 25/04/2018

Terres univia

http://www.terresunivia.fr/produitsdebouches/alimentation-animale/tourteaux-d-oleagineux, consulté le 28/05/18

Trading economics. 2015.

https://tradingeconomics.com/france/agricultural-land-percent-of-land-area-wb-data.html, consulté le 15/10/18



Annexe 1-A : Protocole d'extraction et d'inoculation des bactéries hétérotrophes aérobies cultivables pour leur dénombrement et la réalisation de leurs profils métaboliques. *Extrait de Calbrix, 2005*



Annexe 1-B : Plaque BiologTM avant et après inoculation et incubation à 20 ° C à l'obscurité

Appareillage pour la mise en œuvre de l'agromatériau



Annexe 2-A : Photo d'un broyeur à couteau Retsch (a) et d'une tamiseuse (b)



Annexe 2-B : Photo du moule servant à la mise en forme d'un panneau aggloméré par thermocompression et de la presse Scamex utilisée

Appareil et principe du fractionnement Van Soest



Annexe 3-A : Photo d'un appareil Van Soest (Velp Scientifica)



Annexe 3-B : Schéma du principe du dosage des constituants pariétaux végétaux selon la méthode Van Soest. Le dosage consiste en une succession d'attaques de la matière lignocellulosique par des détergents d'acidité croissante. *Extrait de Abot, (2010)*

Etapes de prétraitement des spectres FTIR : exemple du blé dégradé dans <u>le sol de grande culture</u>







<u>Propriétés physicochimiques du sol de grande culture pour les incubations</u> <u>2 et 3 (n=3)</u>

Propriété physicochimique	Teneur
рН	$\textbf{6,3} \pm \textbf{0,1}$
Carbone total (g.Kg ⁻¹ sol sec)	11,1 \pm 0,3
Carbone organique (g.Kg ⁻¹ sol sec)	$\textbf{10,9} \pm \textbf{1,2}$
Azote total (g.Kg ⁻¹ sol sec)	1,2 ± 0,0
Azote minéral (g.Kg ⁻¹ sol sec)	$38 \pm 0,2$

Données des profils de diversité fonctionnelle potentiel dans la prairie permanente (PP) et la grande culture (GC) sans apports, au jour 0

Sources de carbone	Substrats	PP	GC	<i>P</i> -value
Hydrates de	β-Methyl-D-Glucoside	0,27	0,38	0,82
carbone	D-Mannitol	0,42	0,39	0,51
	N-Acetyl-D-Glucosamine	0,40	0,44	0,82
	D-Cellobiose	0,24	0,20	0,51
	a-D-Lactose	0,04	0,12	0,04
	D-Xylose	0,08	0,02	0,04
	i-Erythritol	0,02	0,00	0,04
	Richesse (DO≥0,25)	3	3	
Amines	Phenyléthylamine	0,25	0,19	0,51
	Putrécéine	0,23	0,29	0,82
	Richesse (DO≥0,25)	1	1	
Polymères	Tween 40	0,26	0,20	0,51
	Tween 80	0,38	0,37	0,50
	Glycogen	0,13	0,14	0,51
	a-Cyclodextrin	0,01	0,01	0,82
	Richesse (DO≥0,25)	2	1	
Acides	D-Galactonic Acid y-Lactone	0,47	0,34	0,12
carboxyliques	Pyruvic Acid Methyl Ester	0,30	0,30	0,82
	D-Galacturonic Acid	0,66	0,45	0,12
	4-Hydroxy Benzoic Acid	0,38	0,18	0,27
	Itaconic Acid	0,117	0,04	0,04
	D-Malic Acid	0,09	0,07	0,82
	y-Hydroxybutyric Acid	0,21	0,24	0,82
	2-Hydroxy Benzoic Acid	0,02	0,00	0,12
	D-Glucosaminic Acid	0,07	0,02	0,04
	a-Ketobutyric Acid	0	0	1
	Glycyl-L-Glutamic Acid	0,031	0,01	0,27
	Richesse (DO≥0,25)	4	3	
Acides aminés	L-Arginine	0,18	0,17	0,51
	L-Asparagine	0,91	0,46	0,04
	L-Serine	0,63	0,39	0,04
	L-Phenylalanine	0,02	0,02	0,51
	L-Thréonine	0,01	0,01	1
	Richesse (DO≥0,25)	2	2	
Phosphates de	Glucose-1-Phosphate	0,04	0,03	0,51
carbone	D,L-a-Glycerol Phosphate	0,126	0,11	0,51
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	
	Richesse totale	12	10	
	AWCD de la plaque	0,23	0,19	

Les traitements présentant des différences significatives (P < 0,05) dans une ligne sont marqués en italique (n=3)

Les substrats des plaques BiologTM

Numéro de	Type de substrat
substrat	
S 1	β-Methyl-D-Glucoside
S2	D-Galactonic Acid y-Lactone
S3	L-Arginine
S4	Pyruvic Acid Methyl Ester
S5	D-Xylose
S6	D-Galacturonic Acid
S7	L-Asparagine
S8	Tween 40
S9	i-Erythritol
S10	2-Hydroxy Benzoic Acid
S11	L-Phenylalanine
S12	Tween 80
S13	D-Mannitol
S14	4-Hydroxy Benzoic Acid
S15	L-Serine
S16	α-Cyclodextrin
S1 7	N-Acetyl-D-Glucosamine
S18	γ-Hydroxybutyric Acid
S19	L-Threonine
S20	Glycogen
S21	D-Glucosaminic Acid
S22	Itaconic Acid
S23	Glycyl-L-Glutamic Acid
S24	D-Cellobiose
S25	Glucose-1-Phosphate
S26	α-Ketobutyric Acid
S27	Phenylethyl-Amine
S28	α-D-Lactose
S29	D,L-a-Glycerol Phosphate
S30	D-Malic Acid
S31	Putrescine

Données des profils de diversité fonctionnelle potentiel (n = 3) dans la prairie permanente (PP) avec ou sans apports, au jour 83

Sources de carbone	Substrats	Blé	Colza	Tournesol	PP
Hydrates de carbone	β-Methyl-D-Glucoside	0,00	0,02	0,01	0,00
	D-Mannitol	0,01	0,00	0,00	0,00
	N-Acetyl-D-Glucosamine	0,00	0,00	0,00	0,00
	D-Cellobiose	0,00	0,00	0,03	0,04
	α-D-Lactose	0,00	0,00	0,00	0,00
	D-Xylose	0,00	0,00	0,00	0,00
	i-Erythritol	0,00	0,00	0,00	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0
Amines	Phenyléthylamine	0,00	0,00	0,00	0,00
	Putrécéine	0,00	0,00	0,00	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0
Polymères	Tween 40	0,02	0,02	0,01	0,00
	Tween 80	0,00	0,01	0,00	0,00
	Glycogen	0,00	0,01	0,00	0,00
	a-Cyclodextrin	0,00	0,01	0,02	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0
Acides carboxyliques	D-Galactonic Acid y-Lactone	0,00	0,01	0,00	0,00
	Pyruvic Acid Methyl Ester	0,00	0,00	0,00	0,00
	D-Galacturonic Acid	0,00	0,00	0,03	0,04
	4-Hydroxy Benzoic Acid	0,00	0,00	0,00	0,00
	Itaconic Acid	0,00	0,01	0,00	0,00
	D-Malic Acid	0,01	0,01	0,01	0,00
	γ-Hydroxybutyric Acid	0,00	0,02	0,00	0,00
	2-Hydroxy Benzoic Acid	0,00	0,00	0,00	0,00
	D-Glucosaminic Acid	0,00	0,02	0,00	0,00
	α-Ketobutyric Acid	0,00	0,00	0,00	0,00
	Glycyl-L-Glutamic Acid	0,00	0,01	0,00	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0
Acides aminés	L-Arginine	0,00	0,02	0,00	0,00
	L-Asparagine	0,01	0,00	0,00	0,00
	L-Serine	0,00	0,00	0,00	0,00
	L-Phenylalanine	0,06	0,00	0,03	0,00
	L-Thréonine	0,00	0,00	0,01	0,01
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0
Phosphates de carbone	Glucose-1-Phosphate	0,01	0,00	0,00	0,00
	D,L-a-Glycerol Phosphate	0,06	0,00	0,03	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0

Données des profils de diversité fonctionnelle potentiel (n = 3) dans la grande culture (GC) avec ou sans apports, au jour 83

Sources de carbone	Substrats	Blé	Colza	Tournesol	GC
Hydrates de carbone	β-Methyl-D-Glucoside	0,02	0,01	0,01	0,01
	D-Mannitol	0,01	0,00	0,02	0,00
	N-Acetyl-D-Glucosamine	0,00	0,01	0,00	0,00
	D-Cellobiose	0,30	0,05	0,01	0,02
	α-D-Lactose	0,02	0,01	0,01	0,01
	D-Xylose	0,07	0,00	0,08	0,00
	i-Erythritol	0,00	0,00	0,00	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	1	0	0	0
Amines	Phenyléthylamine	0,03	0,03	0,41	0,00
	Putrécéine	0,01	0,01	0,00	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	1	0
Polymères	Tween 40	0,01	0,00	0,01	0,01
	Tween 80	0,00	0,00	0,00	0,00
	Glycogen	0,02	0,04	0,01	0,00
	a-Cyclodextrin	0,02	0,00	0,01	0,03
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0
Acides	D-Galactonic Acid y-Lactone	0,00	0,00	0,01	0,00
carboxyliques	Pyruvic Acid Methyl Ester	0,01	0,01	0,04	0,00
	D-Galacturonic Acid	0,00	0,00	0,03	0,00
	4-Hydroxy Benzoic Acid	0,00	0,01	0,00	0,00
	Itaconic Acid	0,23	0,16	0,43	0,06
	D-Malic Acid	0,01	0,01	0,00	0,01
	y-Hydroxybutyric Acid	0,00	0,01	0,01	0,00
	2-Hydroxy Benzoic Acid	0,01	0,02	0,06	0,00
	D-Glucosaminic Acid	0,00	0,00	0,00	0,00
	α-Ketobutyric Acid	0,01	0,01	0,00	0,00
	Glycyl-L-Glutamic Acid	0,03	0,04	0,13	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	1	0
Acides aminés	L-Arginine	0,01	0,01	0,01	0,00
	L-Asparagine	0,01	0,00	0,00	0,00
	L-Serine	0,01	0,00	0,00	0,00
	L-Phenylalanine	0,11	0,03	0,00	0,05
	L-Thréonine	0,01	0,00	0,01	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0
Phosphates de	Glucose-1-Phosphate	0,09	0,02	0,14	0,03
carbone	D,L-a-Glycerol Phosphate	0,01	0,01	0,01	0,00
	Richesse (DO≥0,25)	0	0	0	0

Décomposition de résidus de culture et de matériaux biosourcés : impact sur les communautés microbiennes des sols agricoles et les fonctions associées

La gestion des déchets constitue un problème majeur au niveau mondial. En agriculture, le retour au sol des résidus de culture est une pratique courante et constitue une opportunité intéressante pour maintenir la fertilité du sol et/ou pour stocker du carbone. La décomposition des matières végétales dans le sol est influencée par plusieurs facteurs (tels que la composition microbienne, la nature et qualité des matières végétales), et a pour acteurs principaux les microorganismes telluriques. Au-delà du retour au sol, d'autres voies de valorisation de la matière végétale non récoltée peuvent être envisagées, telle que sa transformation pour des usages non alimentaires. Dans le domaine du bâtiment, l'intérêt de l'utilisation de matériaux biosourcés (destinés à l'isolation thermique) est croissant et encouragé par les pouvoirs publics dans la construction ou la rénovation. Toutefois, à notre connaissance, la question de la gestion de la fin de vie de ces matériaux après déconstruction des bâtiments n'est pas encore abordée.

Afin de mieux comprendre le retour aux sols agricoles de matières végétales de natures diversifiées (paille de blé, paille de colza et tiges de tournesol), nous avons combiné différentes caractérisations biochimiques/physicochimiques tels que le fractionnement biochimique, l'analyse thermogravimétrique et la spectroscopie infra rouge, avec l'étude de la dynamique microbienne (abondance, diversité, fonction), complétées du suivi de minéralisation du carbone et de l'azote durant 3 mois d'incubation, en microcosmes.

La minéralisation des résidus de grandes cultures est principalement régie par des microbiodiversités initialement différentes, issues de la prairie permanente ou la grande culture, et dans une moindre mesure par leur qualité biochimique. Quant à la dynamique microbienne, elle est impactée par ces deux types de sols et la nature de apports. Dans le cas de coproduits contrastés de la tige de tournesol (moelle et écorce), la minéralisation du C est principalement dictée par leur qualité initiale. Concernant la mise en œuvre d'un matériau biosourcé à base de moelle de tige de tournesol, elle semble favoriser sa minéralisation dans le sol. Le retour au sol de ce type de matériau pourrait donc constituer un moyen intéressant de gestion de sa fin de vie.

Mots-clés : sol, résidus de culture, microbiodiversité, qualité biochimique, matériaux biosourcés

Crop residues and bio-based materials decomposition: impact on agricultural soils microbial communities and the associated functions

Waste management is a major problem worldwide. In agriculture, the return of crop residues to the soil is a common practice and represents an interesting opportunity to maintain soil fertility and / or to store carbon. The decomposition of plant materials in soils is influenced by several factors (such as microbial composition, plant material's nature and quality), and soil microorganisms are its main actors. Moreover, other ways of valorization of non-harvested plant materials are possible, such as their transformation for non-food applications. In the building industry, the interest in using biobased materials (for thermal insulation) is growing and encouraged by the public authorities in construction or renovation projects. However, to our knowledge, the issue of management of these materials end-of-life is not yet addressed, after deconstructing the buildings.

In order to better understand different crop residues (wheat straw, rapeseed straw and sunflower stems) decomposition in agricultural soils, we have combined different biochemical / physicochemical characterizations such as biochemical fractionation, thermogravimetric analysis and infrared spectroscopy, with microbial dynamics monitoring (abundance, diversity, function), supplemented by carbon and nitrogen mineralization measures during 3 months incubation in microcosms.

Crop residues mineralization is mainly governed by initially different microbiodiversities (derived from permanent grassland or conventional cropping system), and to a lesser extent by their biochemical quality. However, microbial dynamics are influenced by both, types of soils and nature of inputs. As for the sunflower stem coproducts (pith and bark), C mineralization is mainly dictated by their initial quality. Concerning the manufacturing process of a sunflower pith biobased material, it seems to favor its mineralization in soil. The return of this type of material to soil could thus constitute an interesting means of managing its end-of-life.

Keywords: soil, crop residues, microbiodiversity, biochemical quality, bio-based materials