

# Etude du fonctionnement actuel des sols forestiers par la méthode des minéraux-tests

J. Ranger<sup>(1)</sup>, L. Augusto<sup>(2)</sup>, J. Berthelin<sup>(3)</sup>, J. Berrier<sup>(4)</sup>, P. Bonnaud<sup>(1)</sup>, Ch. Calvaruso<sup>(1)</sup>, E. Dambrine<sup>(1)</sup>, C. Dreyer-Felix<sup>(1)</sup>, J-L. Gonzalez-Barríos<sup>(5)</sup>, M. Hervio<sup>(4)</sup>, A-M. Jaunet<sup>(4)</sup>, F. Lapeyrie<sup>(6)</sup>, L. Mareschal<sup>(1)</sup>, F. Paris<sup>(6)</sup>, D. Righi<sup>(7)</sup>, M-P. Turpault<sup>(1)</sup>, G. Veneau<sup>(4)</sup> et M. Robert<sup>(†)</sup>

- (1) INRA Centre de Nancy - UR Biogéochimie des Ecosystèmes Forestiers - 54280 Champenoux
- (2) INRA Centre de Bordeaux - UMR TCEM Transferts Sols-Plantes et Cycles des Eléments Minéraux dans les Ecosystèmes Cultivés - 71 avenue Edouard Bourlaux - BP 81 - 33883 Villenave d'Ornon cedex
- (3) UMR CNRS-UHP Limos - Laboratoire des Interactions Microorganismes Minéraux Matières Organiques dans les Sols 54501 Vandœuvre-les-Nancy cedex
- (4) INRA Science du sol - Route de Saint Cyr - 78000 Versailles
- (5) INIFAP Centro Nacional de Investigación Disciplinaria en Relación Agua-Suelo-Planta - Atmósfera BP 225-ZI Gómez Palacio DGO - 35071 Mexique
- (6) UMR INRA-UHP - UMR INRA-UHP Interaction Arbres Microorganismes - 54280 Champenoux
- (7) CNRS-Université de Poitiers - Hydrasa Avenue du Recteur Pineau - 86000 Poitiers

## RÉSUMÉ

La méthode des minéraux-tests a été utilisée dans des situations très diverses, pour identifier le fonctionnement actuel des sols. Cette méthode, assez simple à mettre en œuvre, fait partie d'une panoplie d'outils qui permettent d'apporter des données pertinentes sur l'état et l'évolution actuels des écosystèmes continentaux. L'interprétation des résultats qu'elle génère est rendue possible grâce à la calibration réalisée en conditions contrôlées par les travaux de Michel Robert et de ses collaborateurs. Utilisée dès la fin des années 70, elle a participé à la prise en compte du fait qu'un sol est en équilibre dynamique avec des conditions environnementales et avec les aménagements.

Malgré certaines limites, cette méthode a le potentiel pour : améliorer les connaissances sur les processus, étudier des processus globaux à des échelles temporelles variées (de la saison à l'intégration pluriannuelle), appréhender des échelles spatiales allant du site fonctionnel à l'écosystème entier, et généraliser les résultats en identifiant les variables de contrôle du fonctionnement biogéochimique des sols.

## Mots clés

Sols, processus biogéochimiques actuels, approche expérimentale, minéraux-tests.

**SUMMARY****THE CURRENT SOIL FUNCTIONING ASSESSED BY THE TEST MINERAL METHOD**

The test-mineral method was used in various situations for identifying the current biogeochemical soil functioning. This rather simple method, belongs to a set of tools able to bring relevant information on the conditions and on the dynamics of terrestrial ecosystems. The interpretation of the results obtained with this method was possible because it was first calibrated by the theoretical work of Michel Robert and his Collaborators. Used from the end of the 70', it participated to the awareness of the soil dynamic equilibrium both with environment and management practices.

In spite of its limits, this method has the potential for : identifying the processes, studying global processes at different time scales (from seasonal to multi-annual integration), observing spatial scales from the functional micro-site to the whole ecosystem, and generalising the local results by identifying the variables which control the current biogeochemical soil functioning.

**Key-words**

Soils, current biogeochemical processes, experimental approach, test-minerals.

**RESUMEN****ESTUDIO DEL FUNCIONAMIENTO ACTUAL DE SUELOS FORESTALES POR EL MÉTODO DE LOS MINERALES-PRUEBAS**

El método de los minerales-pruebas fue usado en situaciones muy diversas, para identificar el funcionamiento actual de los suelos. Este método, bastante simple a utilizar, hace parte de un conjunto de herramientas que permiten producir datos pertinentes sobre el estado y la evolución actual de los ecosistemas continentales. La interpretación de los resultados generados, esta posible gracias a la calibración realizada en condiciones controladas por los trabajos de Michel Robert y de sus colaboradores. Usada desde el fin de los años 70, participó a la toma en cuenta del hecho que un suelo esta en equilibrio dinámico con las condiciones del medio ambiente y con los equipamientos realizados.

A pesar de ciertos límites, este método tiene un potencial para : mejorar los conocimientos sobre los procesos, estudiar procesos globales a escalas temporales variadas (de la estación climática a la integración plurianual), comprender escalas espaciales que van del sitio funcional al ecosistema entero, y generalizar los resultados identificando las variables de control del funcionamiento biogeoquímico de los suelos.

**Palabras clave**

Suelos, procesos biogeoquímicos actuales, enfoque experimental, minerales-pruebas.

La connaissance, tant sur le plan fondamental qu'appliqué, du fonctionnement actuel des sols est indispensable pour évaluer qualitativement et quantitativement leur rôle dans la dynamique des écosystèmes continentaux : libération de nutriments biodisponibles, accueil d'organismes vivants, pouvoir épurateur.... Les propriétés et le comportement du sol sont, pour partie, le résultat de son fonctionnement actuel. Par exemple, le pouvoir épurateur du sol et la toxicité de certains métaux vis-à-vis des organismes vivants dépendent de la spéciation chimique des éléments, elle-même fonction du caractère complexant ou non des solutions du milieu considéré (Boudot *et al.*, 1995).

Malgré son caractère irremplaçable, le «monitoring» d'écosystèmes instrumentés qui permet d'identifier les processus et de quantifier les flux d'eau et d'éléments, et donc de caractériser le fonctionnement, se heurte à la difficulté de pouvoir généraliser les résultats à d'autres écosystèmes, compte tenu de la variabilité importante du milieu naturel. C'est pourquoi, parallèlement aux travaux analytiques menés sur la phase solide du sol et sur les solutions, une approche expérimentale *in situ* a été développée dans les années 80. Cette technique dite des minéraux-tests utilise des sondes minérales dont l'évolution de la structure et/ou des propriétés d'échange, après incubation *in situ*, permettent, soit d'identifier les processus actuels de fonctionnement des sols (sols forestiers notamment), soit de réaliser des tests comparatifs à partir d'indicateurs donnés. Le concept, pour mieux discriminer les mécanismes du fonctionnement biogéochimique actuel des sols, sans biaiser les flux d'eau et d'éléments en solution, est de remplacer le système minéral naturel du sol par un système simplifié : un minéral unique dont on peut tester expérimentalement la réactivité. La phase minérale utilisée est généralement plus réactive que les minéraux du sol et, de plus, commune à toutes les situations étudiées.

Cette dernière possibilité est réelle si une calibration préalable du comportement du minéral a été réalisée dans des conditions biogéochimiques contrôlées. Les travaux de Michel Robert et de son groupe ont permis cette approche en apportant les références expérimentales nécessaires (Razzaghe-Karimi, 1976, Vicente-Hernandez et Robert, 1979, Robert *et al.*, 1979).

L'investissement relativement 'léger' de cette approche par rapport à une étude de flux («monitoring») permet en outre de travailler sur un plus grand nombre de sites, donnant une portée plus générale aux conclusions.

L'objectif de cet article est de faire le point sur cet outil méthodologique qui permet d'étudier à différentes échelles spatiales et temporelles, *in* ou *ex-situ*, les processus actuels du fonctionnement des sols et la réalisation de tests comparatifs pour classer l'agressivité de différentes essences forestières vis-à-vis de la fraction solide du sol.

Les questions scientifiques traitées seront successivement :

- L'identification de mécanismes particuliers *ex-situ* visant à une meilleure appréhension des systèmes complexes.

- L'identification des processus globaux actuels du fonctionnement des sols *in situ*.

- La réalisation de tests comparatifs.

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

### Les minéraux utilisés

Les minéraux utilisés dépendent des objectifs des recherches et des milieux à explorer. Dans le domaine tempéré et pour les études concernant les sols forestiers, les minéraux sont sélectionnés selon deux critères :

i- minéraux réagissant par dissolution qui permettent de tester la libération d'un élément particulier, d'identifier des figures particulières de dissolution indicatrices de processus spécifiques, et/ou de travailler en bilan de masse (calcite, apatite, feldspaths), et,

ii- minéraux évoluant par réaction de surface et transformation (échange ionique et secondairement par dissolution) pour lesquels la modification de la garniture ionique va être un critère efficace d'identification des processus et de discrimination des effets (micas noirs, vermiculites de basse et haute charge, smectites).

### Le conditionnement

Les minéraux-tests sont des minéraux de grande taille, les plus purs possible (minéraux de référence si les quantités nécessaires sont limitées, minéraux du commerce plus généralement). Ils seront utilisés à l'état brut (monocristaux, plaquettes de micas) ou après broyage jusqu'à une dimension déterminée pour augmenter la surface spécifique réactive (de 50 à 500  $\mu\text{m}$ ).

Les minéraux sont placés tels quels dans le sol (monocristaux) ou mis en sachets de toile imputrescible (Nitrel TI, maille variant de 0,5 à 100  $\mu\text{m}$ ) et dont la taille varie entre 5 et 50  $\text{cm}^2$ .

Pour les minéraux de type phyllosilicate (micas, vermiculites, smectites), il est indispensable de contrôler les cations saturant la capacité d'échange si l'objectif est de suivre l'évolution de celle-ci. Divers cations peuvent être utilisés, en tenant compte des cations présents dans le sol, de leur affinité pour le substrat, de leur réactivité éventuelle dans le milieu, et de la méthode à mettre ensuite en œuvre pour les extraire.

### L'incubation *in situ*

Les minéraux sont insérés dans les sols à partir d'un front de fosse pédologique, creusée puis rebouchée en respectant la succession des horizons. La durée d'incubation varie de quelques mois (une saison) à plusieurs années (1 à 9 ans dans nos expériences). Des répétitions en nombre suffisant sont mises en place pour explorer les variabilités spatiale (latérale et verticale) et temporelle et permettre un traitement statistique des données.

**Figure 1** - Aspect d'un sachet de minéral-test avant incubation (gauche) et lors de la récolte après incubation dans le sol (droite).  
**Figure 1** - The mineral bag before incubation (left) and during its recovery in the soil (right).



La figure 1 illustre l'allure du sachet avant et après incubation dans les sols.

### Les méthodes analytiques utilisées

Les minéraux-tests sont analysés avec les méthodes classiquement utilisées en minéralogie des sols ; la différence porte essentiellement sur l'adaptation des protocoles aux petits échantillons (Bonnaud, 1990) :

- carbone fixé : broyage à 50  $\mu\text{m}$  et dosage au CHN,
- pH : 250 mg de minéral en contact avec 1,5 ml d'eau distillée ; mesure avec une microélectrode,
- garniture ionique et CEC : méthode Rouiller *et al.*, 1980,
- extractions sélectives du fer [Fe échangeable, Rouiller *et al.* ; Fe lié à la matière organique, McKeague et Schuppli, 1982 ; Fe des oxydes minéraux mal cristallisés, Tamm, 1922 ; Fe des oxydes totaux, Mehra et Jackson, 1960] et d'aluminium [Al échangeable, Rouiller *et al.* ; Al lié à la matière organique, McKeague et Schuppli, 1982 ; Al interfoliaire, Tamura, 1957],
- éléments totaux : fusion alcaline ou digestion dans des acides et dosage par ICP,
- prétraitements pour le comportement en diffraction X des phyllosilicates (saturations Mg, K ; traitement à l'éthylène-glycol ; chauffage progressif de 110 à 550 °C) (Robert et Tessier, 1974),
- prétraitements pour les observations microscopiques à différentes échelles MEB et MET.

### Le modèle d'interprétation des résultats pour les phyllosilicates

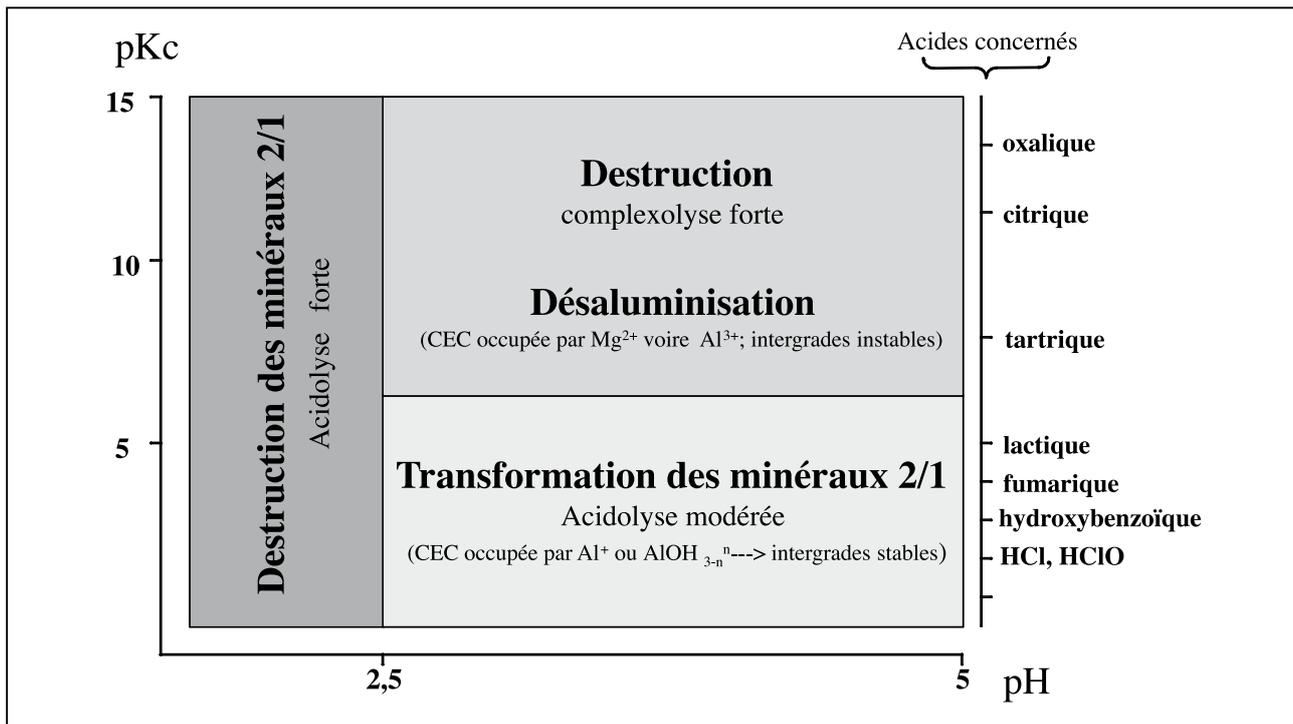
Les interprétations des résultats obtenus *in situ* avec les minéraux-tests ne peuvent être réalisées que si le déterminisme géochimique des mécanismes d'évolution des minéraux utilisés sont connus. Les travaux de Michel Robert et de ses collaborateurs ont décrit ces mécanismes pour les phyllosilicates (Robert et Razzaghe-Karimi, 1975 ; Vicente-Hernandez et Robert, 1979). Il faut également citer les travaux de Goh et Huang, (1984) et de Huang et Keller (1972) qui confortent les bases théoriques sur la complexation de l'aluminium, en particulier pour les ratios ligands/Al.

La figure 2 présente la synthèse des observations de Robert *et al.* (1979). Trois domaines apparaissent :

- le domaine des concentrations acides élevées en référence au milieu naturel (pH < 2,5) : quel que soit le type d'acide considéré, minéral ou organique, les minéraux sont détruits par acidolyse forte.
- Le domaine des concentrations moyennes qui conduit à deux cas de figures très distincts :
  - Le cas des acides organiques complexants à pKc élevé (> 5) qui conduisent à une destruction plus ou moins complète (en fonction des pKc) du minéral par acido-complexolyse. L'espace interfoliaire des minéraux résiduels est saturé par les cations les moins complexables.
  - Le cas des acides complexants à pKc faible (< 5) qui n'en-

**Figure 2** - Evolution des micas trioctaédriques en fonction des conditions physico-chimiques (pH et pKc) (Robert *et al.*, 1979).

**Figure 2** - Changes occurring in trioctaedral micas according to physico-chemical conditions (pH of the solution and pKc of the organic acids used) (from Robert *et al.*, 1979).



traînent qu'une simple transformation du minéral par acidolyse. L'action du proton n'étant pas relayée par la formation, voire l'élimination de complexes, Al s'accumule dans l'espace interfoliaire où il évolue par hydroxylation et polymérisation (formation des vermiculites hydroxy-Al).

Ce schéma issu de l'expérimentation en milieu simplifié ne prend pas en compte les conditions particulières du milieu naturel où des flux externes au minéral compliquent l'équilibre de la saturation de la zone interfoliaire (endo et exo saturation) (Robert *et al.*, 1987, Ranger *et al.*, 1990, Brahy et Delvaux, 2001).

La figure 3 traduit les mécanismes précédents en termes de processus pédologiques.

## SYNTHÈSE DES RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les résultats ayant été publiés, seuls les points intéressants de la présente synthèse seront présentés. Les références bibliographiques renvoient aux articles originaux.

## Identification de mécanismes particuliers *ex-situ*

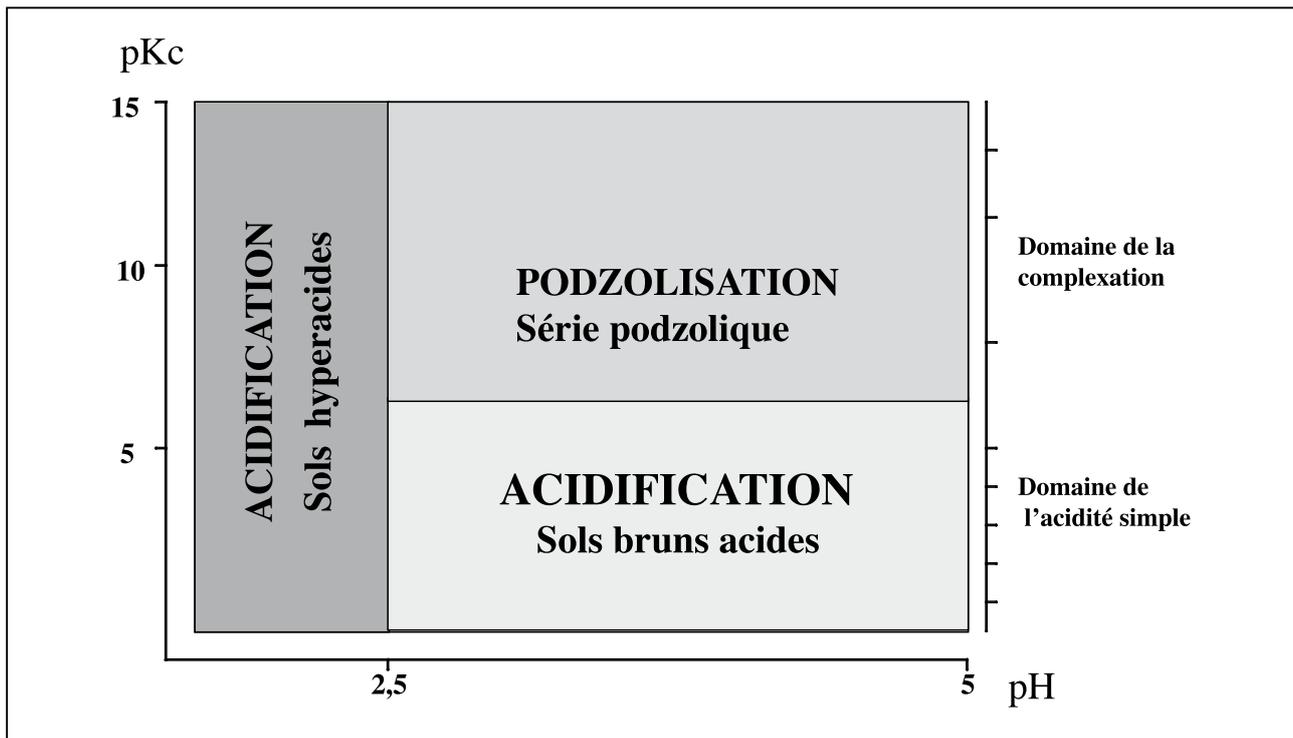
Les minéraux tests constituent des supports simples et réalistes pour identifier l'activité des organismes dans le domaine de l'extraction des éléments nutritifs du sol. En d'autres termes cette méthode peut permettre d'évaluer la contribution des organismes individuels favorisant la biodisponibilité des éléments, les synergies ou antagonismes entre groupes d'organismes, et l'impact des associations symbiotiques ou non de végétaux supérieurs avec des bactéries et/ou des champignons.

Les données issues d'expériences *in vitro* sont relativement abondantes pour la mobilisation des phosphates (Leyval et Berthelin, 1986, Shekhar Nautiyal *et al.*, 2000, Wallander, 2000, Chen *et al.*, 2005) et du potassium (Leyval et Berthelin, 1991, Hingsinger et Jaillard, 1993, Wallander et Wickman, 1999).

Cette technique autorise un criblage de souches dont les nombreuses combinaisons sont impossibles à tester en milieu naturel. Des tests biologiques plus ou moins élaborés ont été utilisés en collaboration avec des microbiologistes du sol dans plusieurs expérimentations utilisant des phosphates (Lapeyrie *et al.*, 1991) ou des phyllosilicates saturés par divers cations d'intérêt (Paris *et al.*, 1994, 1995 a et b, Calvaruso, 2003).

**Figure 3** - Traduction du schéma présenté à la figure 2, en termes de processus pédologiques dans les sols acides (d'après Robert et al., 1979).

**Figure 3** - Translation of figure 2 in terms of pedogenetic processes in the case of acid soils (from Robert et al., 1979).



### Efficacité des champignons mycorhiziens pour extraire l'ammonium fixé dans des vermiculites (Paris et al., 1995 a et b)

L'expérience est menée en boîte de Pétri compartimentée, placée en incubateur. Un premier compartiment (I) contient un milieu nutritif pauvre en glucose dans un gel d'agar dans lequel on va ou non ajouter N et un second compartiment (II) qui contient un gel d'agar glucosé sans autres nutriments plus la vermiculite haute charge de Santa Olalla saturée par  $\text{NH}_4^+$  et placée entre deux films de cellophane. L'inoculum est introduit dans le compartiment I et les observations sont réalisées après colonisation du compartiment II par le champignon.

Les résultats montrent que  $\text{NH}_4^+$  'rétrogradé' est extrait de la vermiculite test par *Paxillus involutus* via des exsudats solubles. Ce champignon colonise sans difficulté le compartiment où N est fixé à la vermiculite, augmentant significativement sa croissance, mais pas le compartiment privé de N. La diffraction des RX montre que la vermiculite redevient effectivement expansible après contact avec le champignon, cette expansion suivant parfaitement le degré de colonisation (figure 4). L'addition de N au milieu de culture modifie peu ce comportement. La stabilité après chauffage du pic à 1,4 nm suggère que la vermiculite a été partiellement transformée en intergrade-Al, ce qui est facilement explicable, le champignon

excrétant des protons en compensation du prélèvement de  $\text{NH}_4^+$ . L'augmentation de la CEC rend parfaitement compte de l'extraction de  $\text{NH}_4^+$  non échangeable, cation efficace pour la fermeture non réversible des espaces interfoliaires.

Ce type d'expérience répété avec d'autres cations permet de décrire finement les mécanismes d'extraction d'éléments par les champignons symbiotiques. De plus, ce test appliqué à plusieurs souches ectomycorhiziennes a permis de comparer leur efficacité quant à l'extraction de  $\text{NH}_4^+$ .

### Le rôle des bactéries rhizosphériques dans l'altération minérale et la biodisponibilité des éléments nutritifs (Calvaruso et al., 2006)

L'expérience a consisté à faire développer dans un réacteur décimétrique, des plants de pin sylvestre sur un substrat de biotite de Bancroft, avec ou sans inoculation de bactéries isolées à partir de la mycorhizosphère d'une plantation de chêne (expérience de Breuil dans le Morvan). Le milieu nutritif apporté par une pompe péristaltique a été réalisé de telle sorte que les éléments servant à la quantification de l'altération de la phase minérale (Mg et K) soient absents des apports.

Les résultats montrent que le pin seul augmente l'altération de la biotite par rapport au témoin sans plante de 30 % pour Mg et

**Figure 4 - Biotest utilisant la vermiculite de Santa Olalla saturée par  $NH_4^+$  ou  $Ca^{++}$**

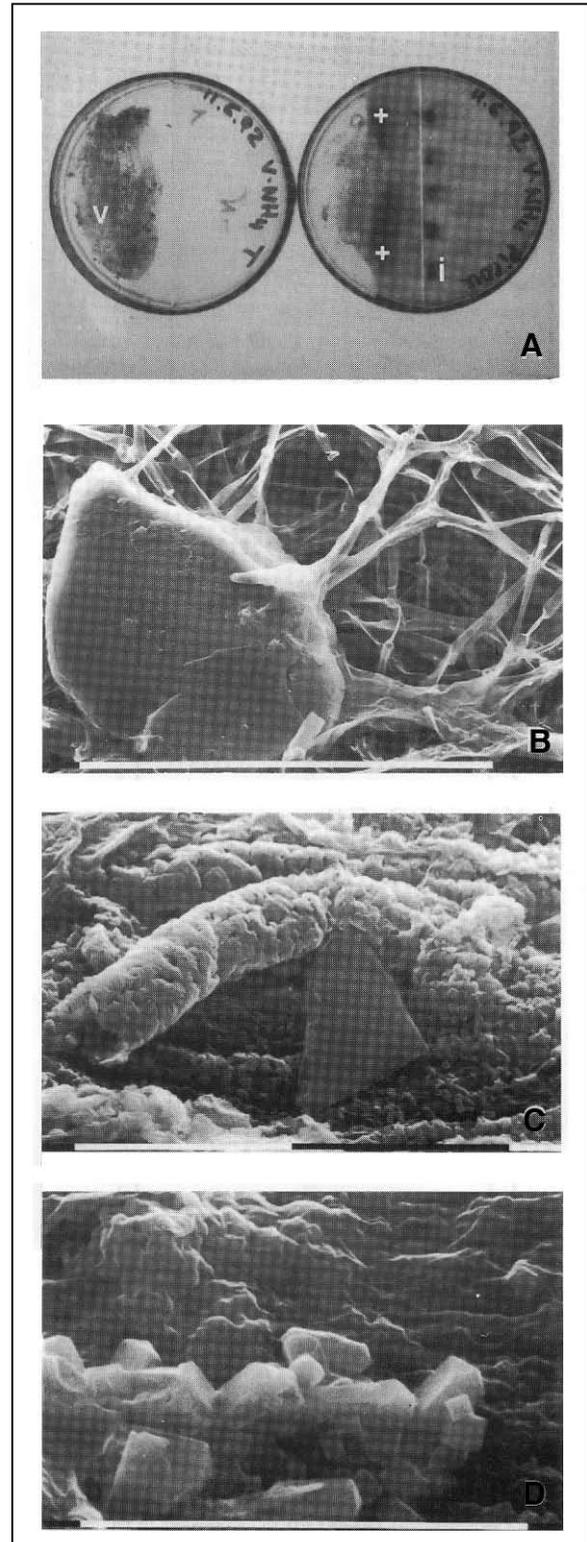
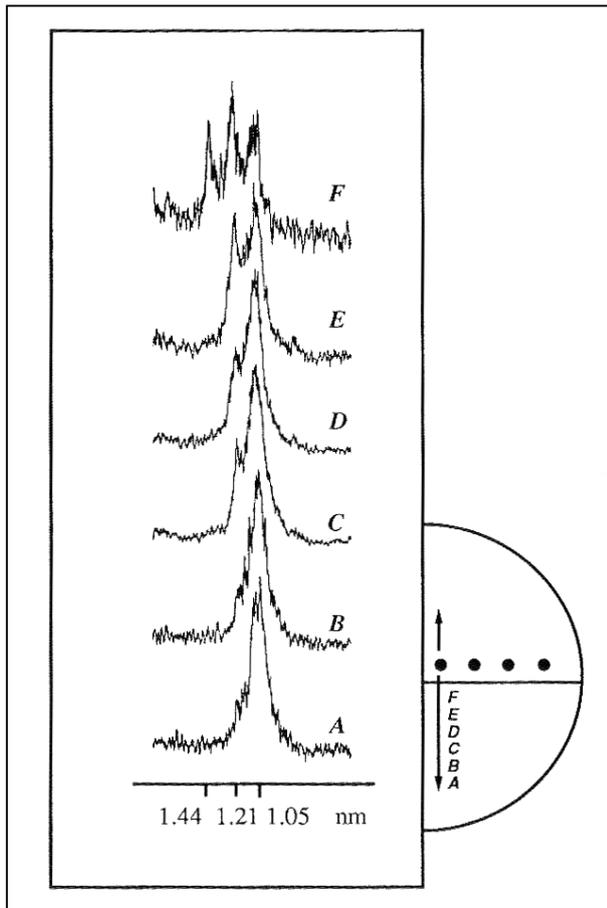
- Partie droite : observation de la colonisation par *Paxillus involutus* des boîtes de Pétri à différentes échelles ; A [témoin sans inoculum, boîte de gauche, colonisation très dense sur la vermiculite  $NH_4^+$ , partie droite], B [détail de la colonisation de la vermiculite  $NH_4^+$  par les hyphes], C et D [recouvrement d'oxalate de calcium sur la vermiculite  $Ca$ ]

- Partie gauche : comportement de la vermiculite  $NH_4^+$  en diffraction X après colonisation par les hyphes. L'ouverture des feuillets de vermiculite se traduit par la migration du pic de 1,0 vers 1,4 nm, du point A externe à la colonie au point F au cœur de la colonie

**Figure 4 - Biotest using the Santa-Olalla vermiculite saturated by  $NH_4^+$  or by  $Ca^{++}$**

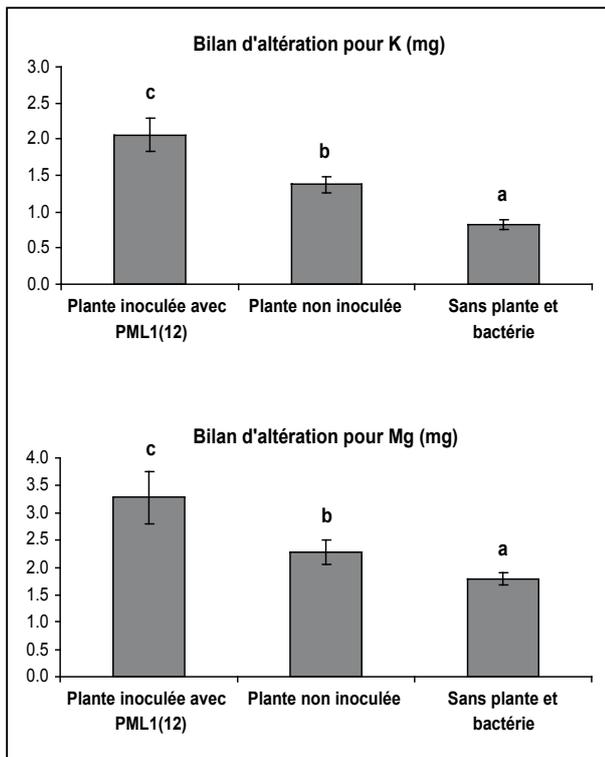
Right part : Colonisation of the Pétri boxes by *Paxillus involutus* at different scales ; A [control without any inoculum left box; dense colonisation on  $NH_4^+$  saturated vermiculite, right part of right box]; B [MEB view of hyphae colonising the  $NH_4^+$  - vermiculite]; C and D [Ca-oxalate covering the Ca-saturated vermiculite]

Left part : X Ray diffraction pattern of  $NH_4^+$  - vermiculite after hyphae colonisation. Interfoliar expansion of the vermiculite is attested by the migration of the 1.0 nm peak to 1.4 nm, from point A external to the colony to point F inside the colony.



**Figure 5** - Effet du système biologique - plante seule- ou plante inoculée avec une bactérie rhizosphérique- sur le bilan d'altération de K et Mg (Calvaruso et al., 2006).

**Figure 5** - Role of the biological system e.g. plant alone or plant inoculated with a rhizospheric bacteria, on the K and Mg weathering budgets (Calvaruso et al., 2006).

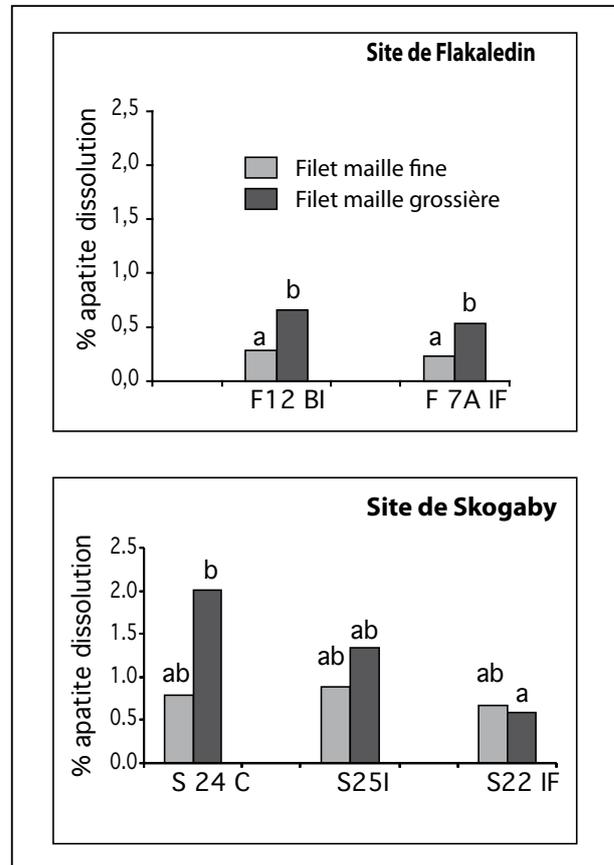


70 % pour K et que l'inoculation bactérienne augmente encore l'altération de 40 % pour Mg et 50 % pour K par rapport au pin seul. De plus, l'inoculation se traduit par une augmentation de la biomasse du pin et un développement de son système racinaire (figure 5).

Par leurs prélèvements d'éléments, les végétaux supérieurs favorisent donc l'altération des minéraux, et, l'inoculation de la bactérie testée a un effet synergique. L'amélioration de la croissance du pin après inoculation bactérienne traduit une amélioration de la biodisponibilité des éléments, car il a été démontré qu'il ne s'agissait pas de l'effet d'une hormone de croissance.

**Figure 6** - Taux de dissolution de l'apatite de Durango (Mexique) en fonction du climat (Flakaledin et Skogaby, respectivement au nord et au sud la Suède), de l'accessibilité des racines (maille du filet) et du niveau de fertilité (fertilisation ou non) (Gobran et al., 2005).

**Figure 6** - Dissolution rate of the Durango apatite (Mexico) as a function of climate (Flakaledin and Skogaby sites respectively in the North and in the South of Sweden), of root accessibility (net mesh size) and of the site fertility (control vs fertilised site) (Gobran et al., 2005).



## Identification *in situ* des processus actuels, à différentes échelles, du fonctionnement des sols

### Fonctionnement spécifique de la rhizosphère du sol

Le fonctionnement du sol se modifie fortement à proximité des racines des végétaux qui créent un milieu spécifiquement différent du sol global. Les prélèvements d'eau et d'éléments, les flux d'éléments pour maintenir l'équilibre électrique de la plante, les exsudats racinaires, l'activité des micro-organismes associés, symbiotes ou non, sont les principaux facteurs de cette modification (Gobran et al., 1998, Hinsinger, 2006).

**Tableau 1** - Paramètres du fonctionnement biogéochimique saisonnier du Podzosol de Léoignan (Alpes) (Dambrine *et al.*, 1989).**Table 1** - Parameters of the seasonal biogeochemical functioning of the Podzosol in Léoignan (Alps) (Dambrine *et al.*, 1989).

	Paramètres du fonctionnement du sol	E	Bs
<b>Hiver</b>	Composition des solutions	Fortes teneurs en C et Al	Faibles teneurs en C et Al
	Drainage	Fort	Fort
	Evolution de la vermiculite test	Désaluminisation	Aluminisation
	Comportement biochimique	Système complexant	Système peu complexant
<b>Été</b>	Composition des solutions	Fortes teneurs en C et Al	Faibles teneurs en C et Al
	Drainage	Faible	Faible
	Evolution de la vermiculite test	Aluminisation	Aluminisation
	Comportement biochimique	Système peu complexant	Système peu complexant

L'apatite de Durango (Mexique) a été introduite, après calibrage des cristaux à 1-2 mm, en sachets de mailles variées (autorisant ou non la pénétration des racines) dans deux plantations d'épicéa commun situées sur Podzosol au nord et au sud de la Suède, dans des expériences où le niveau de fertilité du sol a été manipulé.

Les résultats (*figure 6*) montrent que la vitesse d'altération de l'apatite varie avec le climat (augmente avec la température), la proximité des racines (augmente quand les racines pénètrent dans le sachet) et le niveau de fertilité (diminue avec la fertilisation) (Gobran *et al.*, 2005).

### Hétérogénéité spatiale du transfert des solutions

Le sol est un milieu hétérogène quant à la circulation des solutions. Cette hétérogénéité conduit à des compositions chimiques de la solution du sol et à des équilibres notablement différents dans la zone matricielle et dans la porosité grossière. La matrice est un milieu relativement confiné, où les solutions ont un temps de résidence plus long que dans la porosité grossière qui constitue un milieu ouvert (au moins dans les horizons de surface du sol) (Ranger *et al.*, 2001).

Des vermiculites-tests ont été insérées dans les sols (solutions matricielles) et à l'émissaire de plaques lysimétriques sans tension collectant les solutions gravitaires, dans l'objectif de caractériser le fonctionnement du sol dans ces deux milieux, et ceci pour deux types de couverts forestiers, feuillus et résineux. Les résultats montrent que dans les deux milieux (matrice ou porosité grossière), l'épicéa conduit à une plus grande désaturation du complexe absorbant, à la plus forte réduction de la CEC, et à la fixation la plus importante d'Al échangeable et hydroxylé. De plus, ces processus sont toujours nettement plus marqués pour les minéraux placés à l'émissaire des plaques lysimétriques drainant les solutions gravitaires (*figure 7*) (Ranger *et al.*, 1992).

Cette expérience montre que, par rapport aux feuillus, l'épicéa acidifie notablement le sol, modifiant ses caractéristiques initiales.

De plus, les eaux issues du drainage rapide, révèlent que l'épicéa favorise des solutions gravitaires plus acides et plus pauvres en cations, ce qui représente un risque potentiel pour le maintien de la qualité des eaux de surface.

### Variabilité temporelle du fonctionnement du sol

La variabilité temporelle du fonctionnement des sols est souvent évoquée, cependant elle reste assez mal comprise. L'étude conjointe de vermiculites-test et des solutions du sol a été utilisée dans un podzol humo-ferrugineux sur moraine à l'étage subalpin (1900 m - 1700 mm de précipitations), pour caractériser le fonctionnement saisonnier de ce type de sol. Les résultats reportés dans le *tableau 1* montrent que les flux élevés de C et Al, drainés l'hiver dans l'horizon éluvial, sont associés à une désaluminisation de la vermiculite-test traduisant le caractère complexant du milieu. A l'inverse, les fortes concentrations estivales associées à un drainage limité et à des températures relativement élevées se traduisent par une aluminisation de la vermiculite-test dans l'horizon éluvial caractérisant un milieu peu complexant. Dans l'horizon Bs, la vermiculite-test s'aluminise en période hivernale et estivale du fait des faibles concentrations en C et Al. des solutions qui conduisent à des flux limités. Dans cette situation la podzolisation est, pour sa phase d'acido-complexolyse, un phénomène essentiellement hivernal (Dambrine *et al.*, 1989).

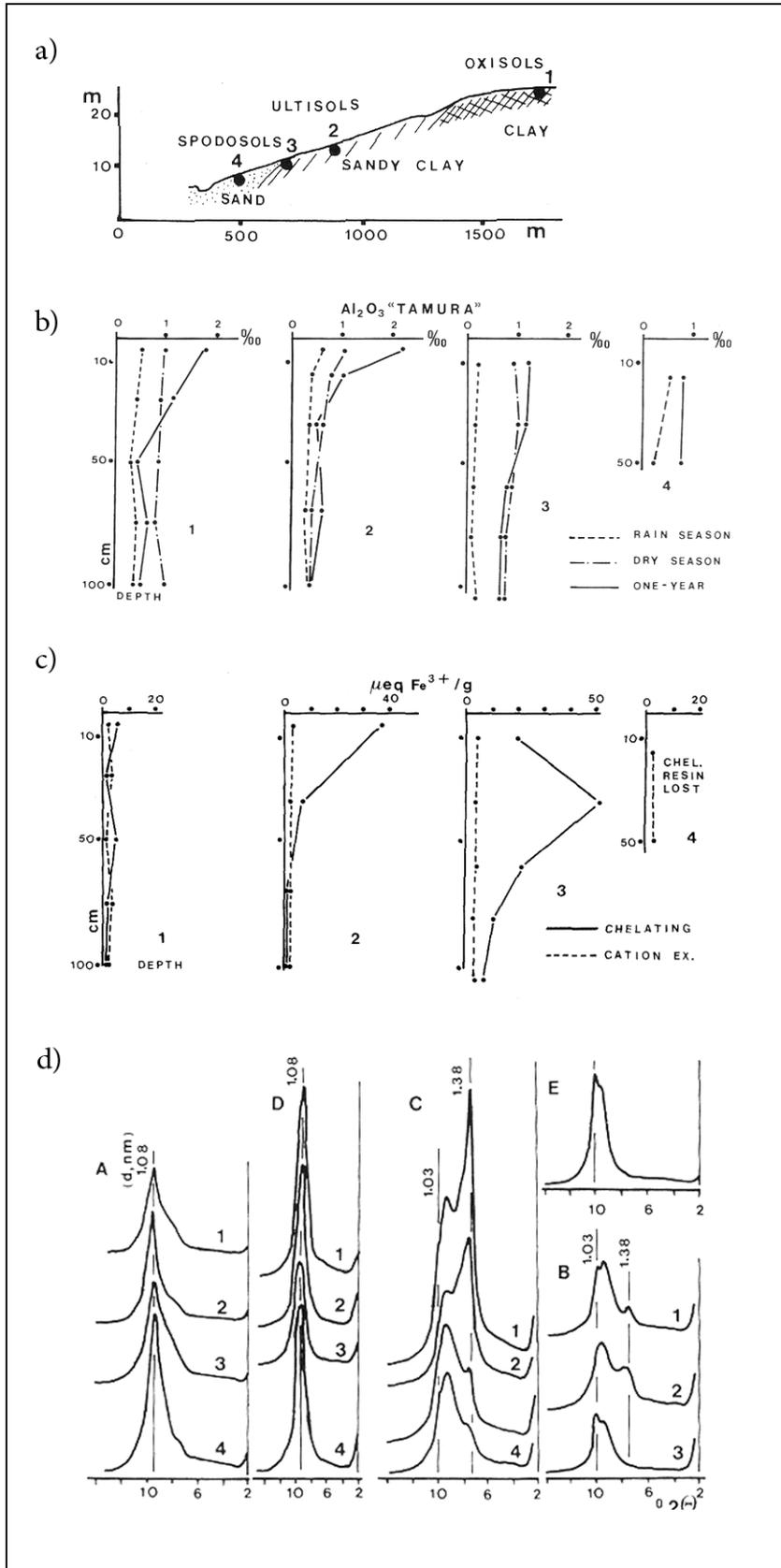
### Morphologie du sol et fonctionnement actuel

Tous les cas de figure ont été rencontrés, ceux où morphologie et fonctionnement du sol sont ou non cohérents.

### **La fonctionnement actuel n'affecte pas encore la différenciation morphologique du sol.**

Des vermiculites-test et des résines échangeuses d'ions ont été introduites dans une topo-séquence de sols en Amazonie. Cette séquence va des Podzosols sur matériau sableux en bas de pente





**Figure 8** - Indicateurs du fonctionnement actuel des sols de la séquence amazonienne issus de l'incubation de résines échangeuses d'ions et chélatantes et de vermiculite-test de Santa Olalla [a : la séquence de sol ; b : Al extrait par le réactif de Tamura ; c : Al fixé par les résines introduites dans les sols ; d : diffractogrammes de rayons X après divers prétraitements pour la vermiculite test incubée dans l'horizon superficiel] (Righi et al., 1990).

**Figure 8** - Indicators of the current soil functioning in a soil sequence of Amazonia, assessed by *in situ* incubation of resins (ion exchange or complexing resins) and of vermiculite from Santa Olalla [a : the soil sequence ; b : Al extracted by the Tamura method ; c : Al fixed by the resin bags ; d : X ray diagrams for various saturations of the vermiculite incubated in the soil upper layer] (Righi et al., 1990).

intégrée de son fonctionnement, de vermiculites-tests (saturées Na) et de résines échangeuses d'ions et chélatantes. L'évolution estivale des résines et des minéraux-tests reste très modérée dans les deux types de sols. L'incubation hivernale se traduit au contraire par une forte fixation de cations (autres que Na) dans les deux types de sols (plus de 80 % de la CEC saturée). Le comportement du sol hydromorphe et du Podzsol se différencie nettement pour la fixation de Al, beaucoup plus forte dans le Podzsol. L'évolution hivernale de la vermiculite-test introduite dans les sols se caractérise par une perte de CEC et la fixation de Al extractible par le réactif de Mehra et Jackson (1960) (peu spécifique pour Al interfoliaire) dans tous les horizons sauf dans l'horizon E du Podzsol. Pour ce dernier, le traitement au tricitrate très spécifique de l'extraction d'Al interfoliaire (Tamura, 1957) n'a déstabilisé qu'incomplètement la couche interfoliaire hydroxylée (figure 9).

Les conclusions de ces tests sont que : i- le fonctionnement des sols montre une forte saisonnalité, et, ii- que le fonctionnement du Podzsol n'est pas celui qui était attendu. L'acido-complexolyse qui caractérise le fonctionnement bio-géochimique de l'horizon E n'a pas été mise en évidence. La podzolisation ne serait plus un mécanisme actif dans ce sol, au moins pendant la période étudiée (Righi et al., 1991). Les Podzols de la région parisienne (Rambouillet et Fontainebleau) ont également montré ce type de comportement. Ces podzols anciens de plaine ont été initiés sous des climats notablement différents du climat actuel et leur morphologie serait relictuelle (Ranger et al., 1991). Il en est de même d'un Podzsol étudié sur la planète de Faaa à Tahiti dont les indicateurs issus des solutions du sol et de vermiculites-tests, convergent vers un diagnostic de sol relique (Jamet et al., 1995).

Ces conclusions ont été contestées récemment par Van Rompaey et al. (2007), qui observent sur un profil de Podzsol en Belgique étudié ponctuellement, à la fois aluminisation de la vermiculite et présence d'Al complexé dans la solution du sol. Les solutions sont d'excellents indicateurs du fonctionnement actuel des sols, mais la spéciation chimique requiert des contraintes particulières pour une conclusion sans appel.

Cette méthode pose effectivement la question du fonctionnement actuel des Podzols atlantiques très anciens (Righi et Guillet, 1977), qui demeure énigmatique.

## Effet des pratiques agricoles ou sylvicoles sur le fonctionnement des sols

### Effets de l'irrigation sur la sodisation du sol en milieu aride

L'irrigation avec des eaux salines pose des problèmes majeurs, à moyen et long terme, de qualité des sols et de durabilité des systèmes de culture.

Le problème de salinisation et sodisation est particulièrement sévère au Nord du Mexique dans les grands bassins arides endo-

riques du haut plateau où l'agriculture ne peut être conçue sans l'irrigation (pluviométrie annuelle inférieure à 300 mm avec évapotranspiration potentielle dix fois plus élevée). Or les eaux d'irrigation disponibles sont généralement salines et riches en sodium.

Les recherches pour améliorer la compréhension du phénomène et sa dynamique ont été abordées par des travaux *in situ* (incubation dans les champs irrigués) et par des modèles expérimentaux au laboratoire (incubation dans des colonnes de percolation), utilisant dans chaque cas une vermiculite-test (la vermiculite basse charge de Prayssac saturée en calcium). Le sol irrigué de la « Comarca Lagunera » mexicaine utilisé est un Calcisol salin limoneux, dont la fraction fine est riche en illite et kaolinite et secondairement en smectite, avec un complexe d'échange calcique [CEC = 28 cmol<sup>(+)</sup> kg<sup>-1</sup> avec Ca/T= 0,53 ; Na/T= 0,14 ; EC = 6,7 dSm<sup>-1</sup> et pH = 8,1 dans l'extrait de pâte saturée]. L'eau d'irrigation correspondante est une eau très saline à faciès chloruré sodique [EC = 6,5 dSm<sup>-1</sup> ; SAR = 17,2 ; pH= 6,5].

Les résultats ont montré que la vermiculite permettait de suivre le développement du processus de fixation de Na sur le complexe d'échange. La réactivité du minéral conduit à un rapport Na/Ca environ 3 fois supérieur sur la vermiculite que sur le sol. L'évolution des propriétés d'échange après incubation a permis d'identifier le processus de sodisation actuel dans les sols irrigués dans le Nord du Mexique concomitant à un phénomène de désorption du calcium fixé, sans que ceci entraîne de manière marquée une dégradation de l'état structural du sol ni une forte élévation de son pH (effet de la haute teneur en sels de la série neutre). La vermiculite-test est plus réactive que les minéraux du sol en tant qu'échangeur d'ions. Ceci permet d'aborder finement les mécanismes du processus de sodisation à l'échelle d'une saison et de prévoir l'agressivité des eaux d'irrigation sur le sol. L'identification des mécanismes de la sodisation a permis de réaliser un diagnostic rapide et précis sur le fonctionnement des sols irrigués (González Barrios, 1992).

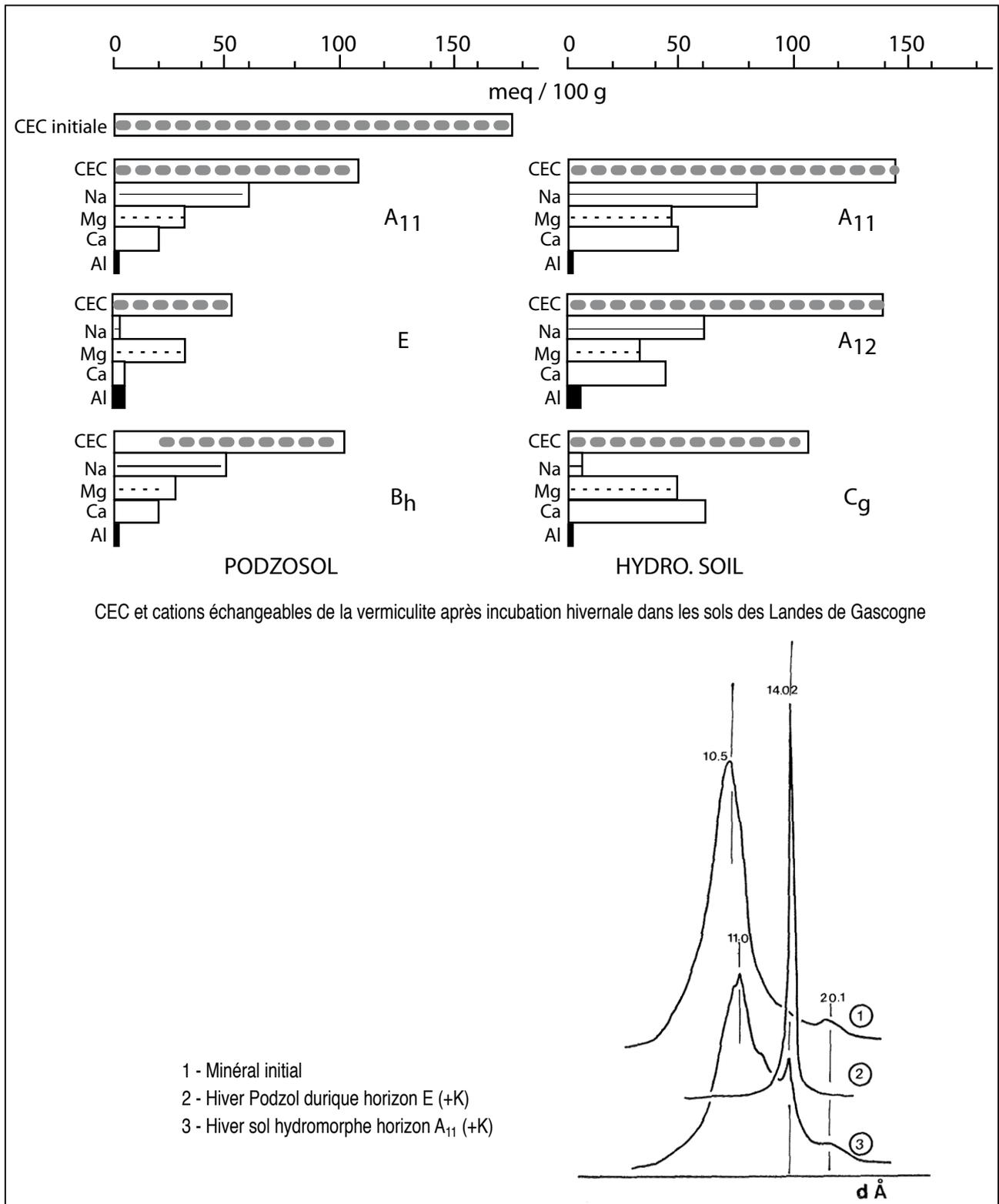
### Effets de la substitution d'essence sur le fonctionnement des sols forestiers

La substitution d'essence est une pratique sylvicole courante qui a des effets importants sur le fonctionnement des cycles bio-géochimiques et la durabilité de la qualité des sols. Les facteurs clés de cet effet concernent la modification des cycles de C et N, avec des conséquences directes pour le cycle des autres éléments. Les origines sont d'ordre physique (modification du méso et du pédoclimat), chimique (modification des apports atmosphériques, des prélèvements et des restitutions de C et d'éléments), biochimique (modification de la qualité de la matière organique et de sa biodégradabilité) et biologique (modification des organismes associés, soit indirectement *via* les substrats à décomposer, soit directement par des médiateurs chimiques) (Augusto et al., 2002).

Les expérimentations ont été réalisées *in situ*, sur des peuplements en place sélectionnés par enquête. Cette méthode permet

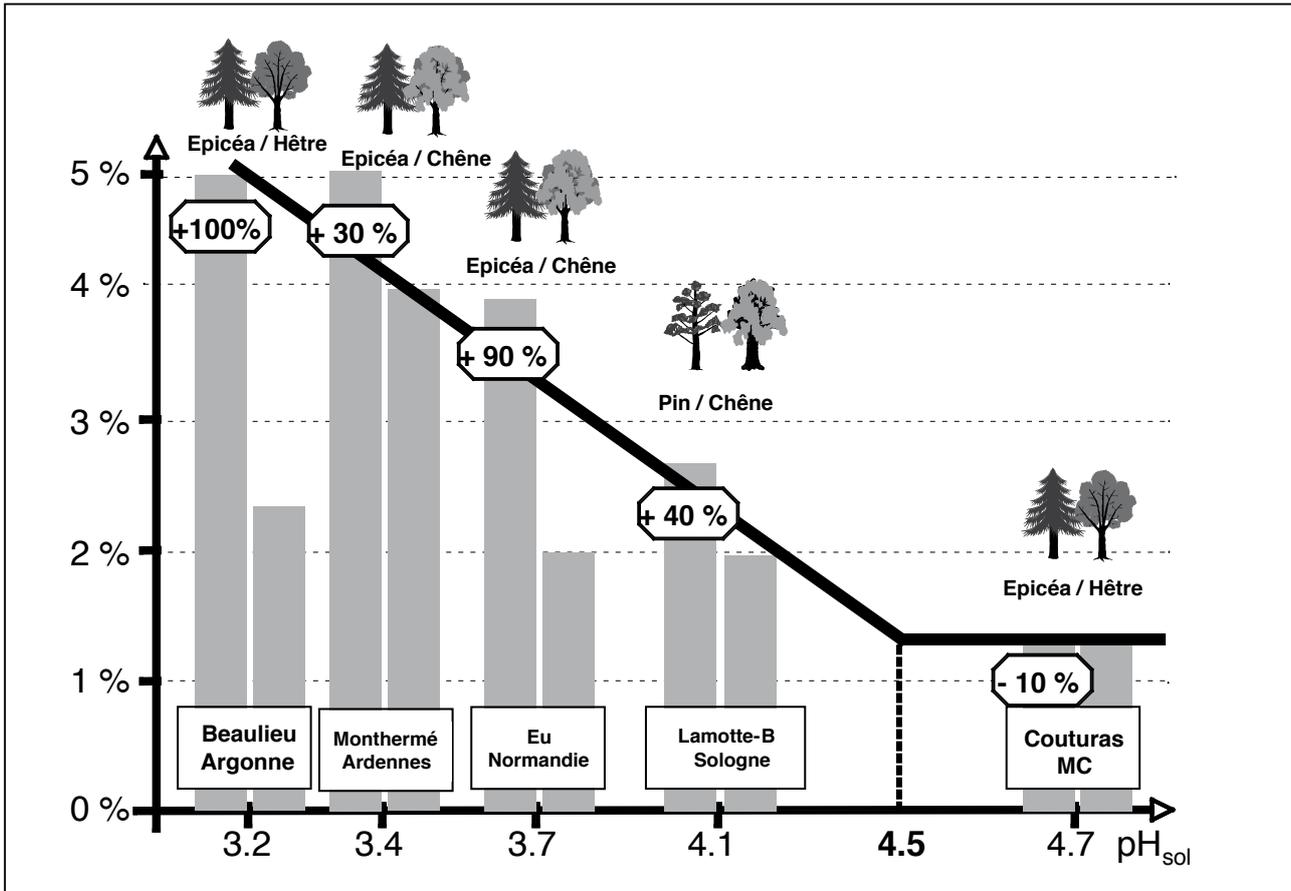
**Figure 9** - Evolution de la vermiculite test de Santa Olalla après incubation hivernale dans la toposéquence podzol-sol hydromorphe des Landes de Gascogne (Righi et al., 1991).

**Figure 9** - Changes in the test-vermiculite of Santa Olalla after winter incubation in the podzol - hydromorphic soil toposequence of the Landes of Gascogne (Righi et al., 1991).



**Figure 10** - Interaction essence x sol identifiée par la perte de masse d'un feldspath Labrador après 9 ans d'incubation *in situ* (Augusto et al., 2000).

**Figure 10** - Interaction between tree species and soil type identified by the mass loss of a Labrador feldspath *in situ* incubated for 9 years (Augusto et al., 2000).



d'obtenir des résultats rapides, puisqu'il n'y a pas à mettre en place des expérimentations avec des plantes pérennes longévives. Elle se heurte cependant à plusieurs obstacles : i- le plan expérimental est rarement orthogonal puisque, en raison de leur autécologie, les essences ne sont pas présentes sur chaque type de sol, et, ii- l'histoire détaillée du peuplement est parfois difficile à retracer (antécédent cultural, traitement du peuplement).

Plusieurs types de minéraux tests ont été utilisés apportant des informations complémentaires :

#### **L'effet essence identifié par la perte de masse d'un feldspath Labrador (Augusto et al., 2000) (figure 10)**

Des couples d'essences feuillues (chêne ou hêtre) et résineuses (épicéa ou pin) ont été comparés sur une gamme de sols acides, allant du Brunisol au Podzisol. Les résultats montrent (figure 10) que le taux de dissolution du labrador est parfaitement corrélé au

pH du sol, comme le laissent prévoir les travaux expérimentaux de Drever (1994) ou de Blum et Stillings (1995). L'essence module notablement l'effet général du milieu (climat et type de sol) avec une différence systématique entre résineux (taux de dissolution relativement plus fort) et feuillus (figure 10). Cet effet est surtout important dans les horizons superficiels du sol et n'est pas modifié par la durée d'incubation, cependant la vitesse de dissolution diminue significativement avec le temps. Une durée de 3 ans, voire moins, est donc requise pour réaliser un test non biaisé.

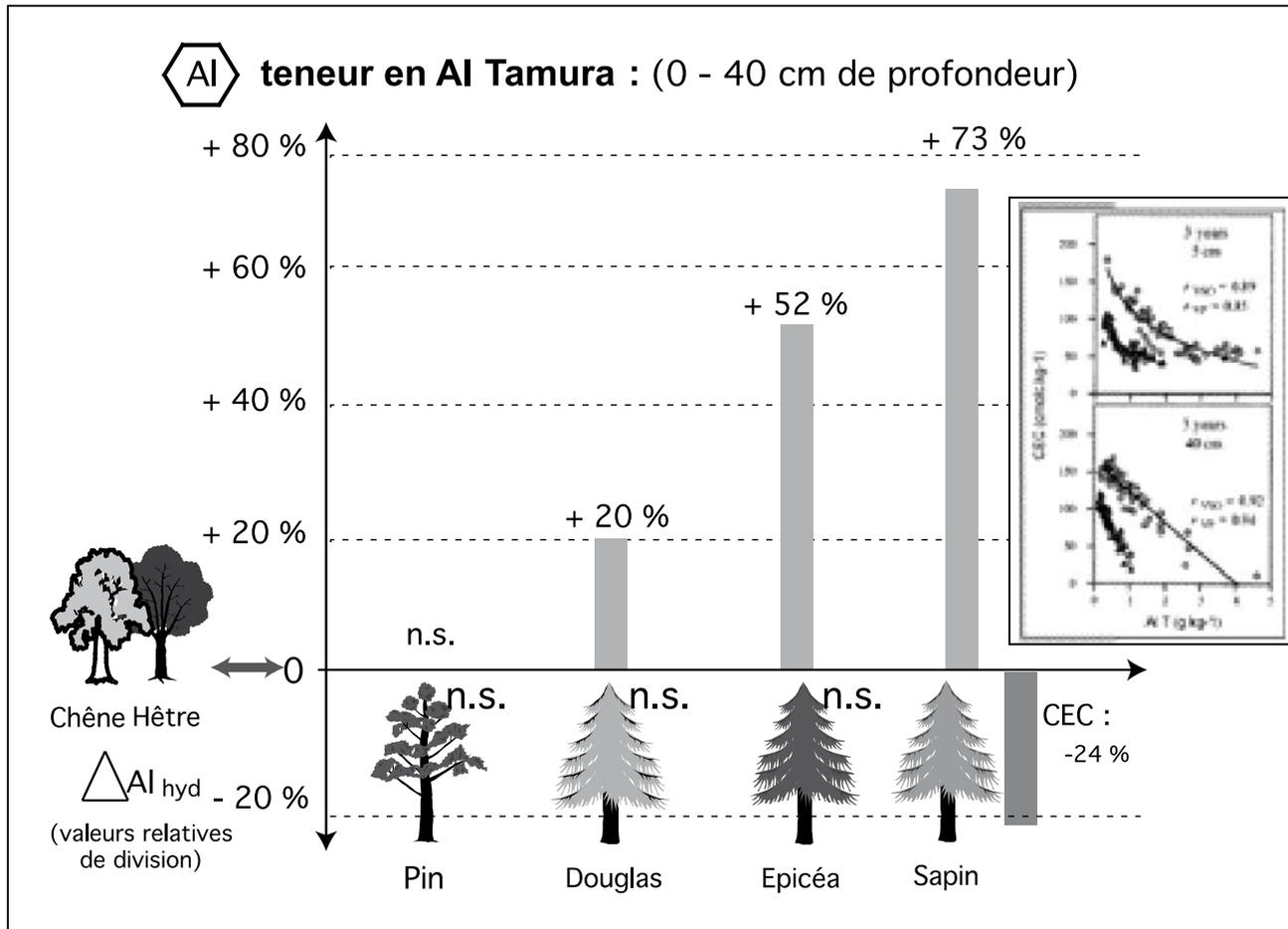
#### **L'interaction sol-essence identifiée par l'évolution de phyllosilicates**

##### **L'effet moyen des essences sur sol acide identifié à partir de l'évolution de la CEC du minéral et le pH**

Dans le même type de dispositif expérimental que précédemment comptant au total 64 peuplements forestiers répartis sur 20

**Figure 11** - Effet relatif moyen des essences sur la CEC et la fixation d'Al polymérisé interfoliaire de la vermiculite-test (Augusto *et al.*, 2001).

**Figure 11** - Mean relative effect of tree species on CEC changes and on polymerised Al fixed in the interlayer space of the test-vermiculite (Augusto *et al.*, 2001).



sites, des couples ou triplets d'essences ont été comparés à l'aide de vermiculites-tests de basse charge (vermiculite de Prayssac) et de haute charge (vermiculite de Santa Olalla), pendant des durées d'incubation de 1 et 3 ans.

Les deux vermiculites-tests réagissent spécifiquement, mais donnent des résultats identiques quant à l'effet des essences. De plus, une durée d'incubation de 1 an est suffisante.

L'effet du type de sol et du substrat est plus important que celui des essences, que les tests statistiques permettent cependant de quantifier malgré la variabilité des systèmes naturels et le nombre limité de répétitions. La *figure 11* illustre l'effet relatif des essences résineuses (pin, douglas, épicéa et sapin) identifié par un indicateur pertinent du fonctionnement acidifiant et/ou acidifiant et complexant des essences : l'aluminium hydroxylé interfoliaire extrait par le réactif de Tamura et ses conséquences sur la CEC du minéral. Les résultats montrent que le pin ne conduit pas à la

fixation d'Al hydroxylé interfoliaire, indiquant un système acide et complexant. A l'opposé, le sapin conduit à une forte fixation d'Al hydroxylé et à une réduction concomitante de la CEC traduisant une simple acidification.

#### L'identification des processus en cause dans l'effet des essences sur le sol

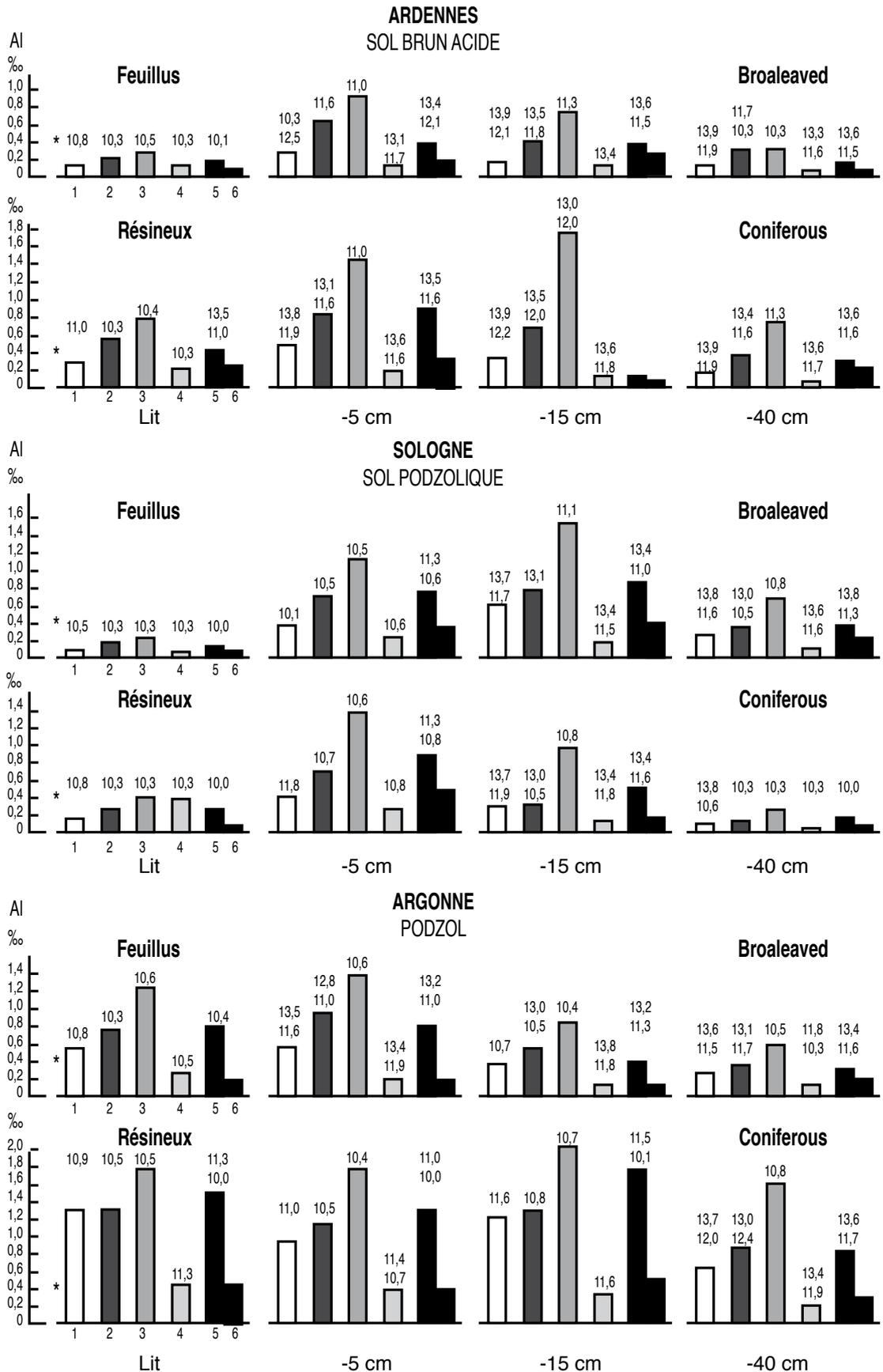
L'étude détaillée de l'effet de l'épicéa et du hêtre dans deux types de sols acides, un Brunisol et un Podzisol, a permis de clarifier les processus mis en jeu. L'évolution de la CEC et de la garniture ionique d'une vermiculite-test du Kenya, après 3 ans de séjour dans les sols, montre un effet systématique de l'épicéa par rapport au hêtre : forte réduction de la CEC, désaturation, augmentation de l'Al interfoliaire échangeable et polymérisé (déterminé par les extractions sélectives associées à la diffraction des RX). Le processus dominant sous épicéa est l'acidification (au sens de M. Robert) et ceci quel

**Figure 12 -** Identification des processus affectant le sol via les essences forestières par les extractions sélectives d'aluminium et la stabilité de l'hydroxylation interfoliaire d'une vermiculite test par diffraction des rayons X (Ranger et al., 1990).

**Figure 12 -** Effects of tree species on the current soil processes assessed by Al selective extractions and by the stability of the interfoliar hydroxy-Al indicated by XRD traces (Ranger et al., 1990).

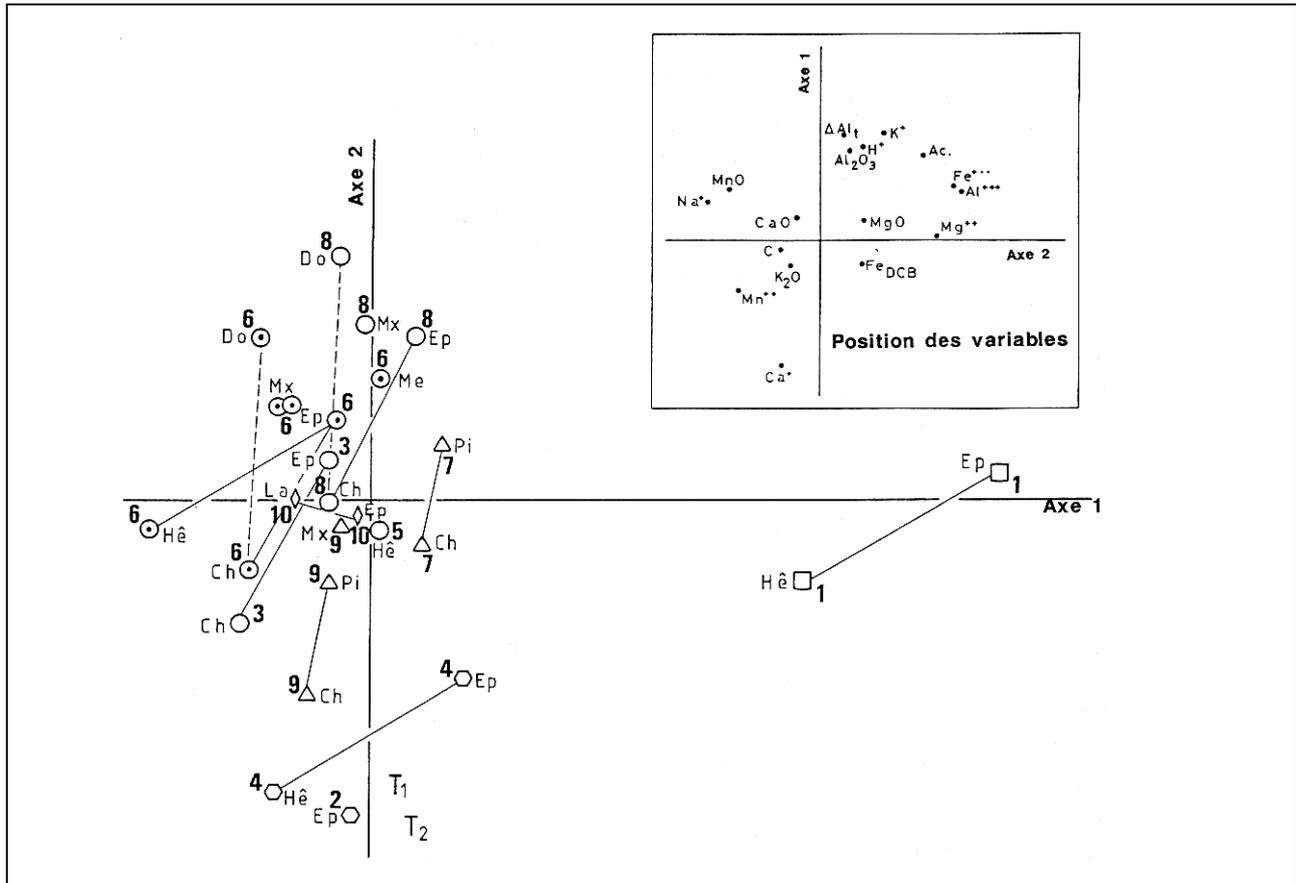
1, extrait KCL  
 2, extrait CBD  
 3, extrait Trictrate  
 4, extrait Pyrophosphate  
 5, extrait Oxalate/acide oxalique direct  
 6, extrait Oxalate/acide oxalique après KCL

\* Equidistances principales aux rayons X - Main X.R.D. lines



**Figure 13** - Effet moyen des essences sur les sols identifié par l'Analyse Factorielle Discriminante des résultats issus de la vermiculite du Kenya incubée *in situ* pendant 3 ans (Ranger *et al.*, 1990).

**Figure 13** - Mean effect of tree species on soils assessed by changes in the characteristics of the vermiculite from Kenya *in situ* incubated for 3 years, using DFA statistical analysis (Ranger *et al.*, 1990).



que soit le type de sol (figure 12). Ce processus renforce ou se surimpose aux pédogénèses 'naturelles' des deux sols, l'acidification d'une part et la podzolisation de l'autre. Cette expérience démontre que l'épicéa ne contribue pas à l'évolution podzolique, contrairement à ce qui a été affirmé dans le débat polémique sur l'effet de cette essence sur les sols.

#### Tentative de réalisation de test

L'effet des essences dépend du milieu et interagit avec lui. Toutefois, pour des raisons matérielles, cette interaction est difficile à mettre en évidence, faute de pouvoir trouver des dispositifs d'observation orthogonaux d'une part (les essences ne sont pas distribuées dans tous les milieux) et de répéter suffisamment les observations d'autre part.

La figure 13 présente l'effet statistique des essences dans différents sols forestiers acides de l'expérience précédemment décrite (Ranger *et al.*, 1990). Le plan des deux premiers axes de l'Analyse Factorielle Discriminante discrimine très bien l'effet du

type de sol. L'effet essence est également bien discriminé par un écart notable entre feuillus et résineux situé sur un même type de sol. Toutefois, l'effet des essences ne peut être représenté que par ses effets moyens sur ce dispositif, compte tenu des problèmes matériels énoncés auparavant.

## INTÉRÊT, LIMITES ET POTENTIEL DE LA MÉTHODE

### Intérêt

- La méthode des minéraux-tests est relativement aisée à mettre en place, mais nécessite les précautions d'usage pour assurer la validité des résultats à l'échelle d'investigation choisie. Les sondes sont de taille limitée (de centimétrique à décimétrique) et la variabilité du milieu naturel est importante.

- Une faible quantité de minéraux tests peut être utilisée permettant des investigations de processus localisés physiquement (quelques centaines de mg suffisent pour les analyses) : action des racines ou activité de sites particuliers du sol.
- L'utilisation de sondes réactives offre la possibilité de réponse relativement rapide pour étudier des phénomènes temporaires (fonctionnement saisonnier par exemple).
- Par définition des sondes identiques peuvent être utilisées pour comparer des situations différentes, ce qui n'est jamais le cas dans l'étude directe des minéraux du sol.

## Limites

- L'introduction de sachets de minéraux tests conduit à une perturbation inévitable du sol lors de leur installation. Ceci doit être pris en compte particulièrement pour les faibles durées d'incubation.
- La sur-concentration de minéral dans les sachets pourrait éventuellement biaiser la réponse en créant des conditions géochimiques particulières.
- La réponse du test dépend du minéral, et en particulier de sa charge de surface ; ce paramètre doit être pris en compte dans la valeur indicatrice du test.
- L'évolution initiale rapide d'un minéral frais donne un indice de l'agressivité réelle du milieu, mais l'extrapolation directe des vitesses d'altération des minéraux-tests aux minéraux du sol, dont la réactivité est beaucoup plus faible, n'est pas possible. La méthode des minéraux-test n'est pas une méthode strictement quantitative.
- Les tests réalisés sur des durées de quelques années ne permettent pas de prendre en compte la variabilité à moyen et *a fortiori* long terme du fonctionnement biogéochimique des sols qui reste mal connue et qui nécessite un suivi diachronique.

Brahy et Delvaux (2001) ont souligné l'intérêt de l'utilisation simultanée de résines échangeuses d'ions ou chélatantes en milieu naturel, telle que décrite par Ranger *et al.* (1991). Leur étude des processus dans une toposéquence Luvisol - Cambisol sur loess en Belgique, démontre le caractère opérationnel mais complexe de cette approche. Pour ces auteurs, la résine serait un meilleur indicateur que la vermiculite qui renseigne cependant parfaitement sur les systèmes d'altérations spécifiques aux différents types de sols. Le couplage résines échangeuses d'ions et vermiculite permet en particulier à ces auteurs de retrouver le dualisme Al-Mg dans le système complexant, tel que démontré par Robert *et al.* (1979), quelle que soit l'origine endo ou exo de ces éléments par rapport au minéral-test. Cette origine n'a qu'un intérêt marginal pour le test, malgré son intérêt certain pour les processus : ces deux objectifs doivent être clairement séparés.

## Potentiel de la méthode

Cette méthode a un potentiel très intéressant et non encore totalement exploité tant *in situ* qu'*ex-situ*.

- Il faut poursuivre la sélection des minéraux les mieux adaptés pour tester des hypothèses précises et travailler sur des quantités aussi faibles que possible de façon à ne pas perturber le milieu. Ceci est maintenant de plus en plus facile avec le développement de méthodes analytiques sensibles.
- Les vitesses d'altération de ces minéraux très réactifs permettent d'aborder finement les mécanismes d'altération : transformation, congruence de la dissolution, comportement de la couche limite superficielle, fractionnement isotopique par les organismes, etc.
- Cette méthode permet une exploration *in situ* de milieux inconnus, terrestres ou aquatiques. Elle permet également de réaliser *ex-situ* des bio-tests rapides pour classer l'activité altérante d'organismes qui pourront être par ailleurs parfaitement identifiés par les méthodes modernes de la biologie moléculaire.

## CONCLUSIONS

La méthode des minéraux-tests fait partie d'une panoplie de méthodes qui permet d'apporter des données pertinentes sur l'état et l'évolution actuelle des écosystèmes continentaux.

Les nombreux exemples où elle a été utilisée montrent que cette méthode a le potentiel pour :

- améliorer les connaissances sur les mécanismes, indispensables à l'interprétation des données globales,
- étudier des processus globaux à des échelles temporelles, allant de la saison à l'intégration pluriannuelle, autorisant l'identification précoce de processus actuels,
- appréhender des échelles spatiales allant du site fonctionnel à l'écosystème entier,
- généraliser les données à des situations intégrant la variabilité des paramètres du milieu (climat, sol, formations végétales, traitements).

## REMERCIEMENTS

Nous remercions vivement l'ensemble des collaborateurs techniques des Equipes, pour leur travail important lors des phases de préparation, de mise en place, de retrait et d'analyse des minéraux-tests.

## BIBLIOGRAPHIE

- Augusto L., Turpault M.P. et Ranger J., 2000 - Impact of forest tree species on feldspar weathering rates. *Geoderma*, 96, 3, pp. 215-237.
- Augusto L., Ranger J., Turpault M.P. et Bonnaud, P., 2001 - Experimental *in situ* transformation of vermiculites to study the weathering impact of tree species on the soil. *Eur. J. Soil Sci.*, 52, 1, pp. 81-92.
- Augusto L., Ranger J., Binkley D. et Rothe A., 2002 - Impact of several common tree species of European temperate forests on soil fertility. *Ann. for. Sci.*, 59, 3, pp. 233 - 253.
- Blum A.E. et Stillings L.L., 1995 - Feldspar dissolution kinetics. Chapter 7, pp. 291-351. *In* Chemical weathering rates of silicate minerals A.F White and S.L. Brantley. *Reviews in Mineralogy Vol 31 Series Editor PH. Ribbe, Mineralogical Society of America Washington D.C.*
- Bonnaud P., 1990 - Etude du fonctionnement et de l'évolution des sols par la méthode des minéraux-tests, synthèse des méthodes utilisées. Doc Interne INRA «Cycles Biogéochimiques», 20 p. + annexes.
- Boudot J.P., Becquer T., Merlet D., Rouiller J., Ranger J., Dambrine E. et Mohammed A. D., 1995 - Potential role of aluminium toxicity in nutrient deficiencies as related to forest decline : an assessment of soil solution data from the Vosges mountains. ch 3.5, 16 p. *in*, Landmann, G. (Ed.) et Bonneau, M. (Ed.) 1995 - Forest decline and atmospheric deposition effects in the french mountains. Berlin, Springer, pp. 270-285.
- Brahy, V. et Delvaux, B., 2001 - Cation exchange resin and test vermiculite to study soil processes *in situ* in a toposequence of Luvisol and Cambisol loess. *Eur. J. of Soil Science*, 52, pp. 397-408
- Calvaruso C., 2003 - Impact des plantes et des microorganismes du sol sur la vitesse d'altération des minéraux. Mémoire de D.E.A. National de Science du Sol, 21 p.
- Calvaruso C., Turpault M.P. et Frey-Klett P., 2006 - Root-associated bacteria contribute to mineral weathering and to mineral nutrition in trees : a budgeting analysis. *Applied and Environmental Microbiology* (sous presse).
- Chen B., Roos P., Borggaard O.K, Zhu Y.G. et Jakobsen I., 2005 - Mycorrhiza and root hairs in barley enhance acquisition of phosphorus and uranium from phosphate rock but mycorrhiza decreases root to shoot uranium transfer. *New Phytol.*, 165, 2, pp. 591-598.
- Dejou J., Guyot J., et Robert M., 1977 - Evolution superficielle des roches cristallines et cristallophylliennes dans les régions tempérées. I.N.R.A., 1 vol., 464 pages.
- Drever J.L., 1994 - The effects of land plants on weathering rates of silicate minerals. *Geoch. Cosmo. Acta* 58, pp. 2325-2332
- Gobran G.R., Clegg S. et Courchesne F., 1998 - Rhizospheric processes influencing the functioning of forest ecosystems. *In* Breemen N. Van (Ed). *Plant Induces Soil Changes, Processes and Feedbacks. Biogeochemistry*, 42, pp. 107-120.
- Gobran G.R., Turpault M.P. et Courchesne F., 2005 - Contribution of rhizospheric processes to mineral weathering in forest soils. Chapter 1, pp. 3-28. *In* Biogeochemistry of trace elements in the rhizosphere. P.M. HUANG (Ed.) and G.R. GOBRAN (Ed.), Elsevier Publish. Amsterdam.
- Goh T.B. et Huang W.H., 1984 - Formation of hydroxy-Al montmorillonite complexes as influenced by citric acid. *Can. J. Soil Sci.*, 64, pp. 411-421.
- Gonzalez Barrios J.L., 1992 - Eaux d'irrigation et salinité des sols en zone aride Mexicaine : exemple dans la «Comarca Lagunera». Thèse Doctorat Université de Montpellier II, 316 p.
- Hinsinger P. et Jaillard B., 1993 - Root induced release of interlayer potassium and vermiculitization of phlogopite as related to potassium-depletion in the rhizosphere of rieggrass. *J. Soil Sci.*, 44, pp. 525-534
- Hinsinger P., Plassard C. et Jaillard B., 2006 - Rhizosphere : A new frontier for soil biogeochemistry. *Journal of Geochemical Exploration, In press.*
- Huang W.H. et Keller W.D., 1970 - Dissolution of rock-forming silicate minerals in organic acids, simulated firts stage weathering of mineral surfaces. *Am. Min.*, 55, pp. 2076-2094
- Huang P.M. et Schnitzer M., 1986 - Interactions of Soil Minerals with Natural Organics and Microbes. P.M. Huang (Ed.) and M. Schnitzer (Ed.), SSSA Publish. Madison, Wisconsin, USA.
- Jamet R., Guillet B., Robert M., Ranger J. et Veneau G., 1996 - Study of current dynamics of soils from a podzol-oxisol sequence in Tahiti (French Polynesia) using the test-mineral technique. *Geoderma*, 73, 1-2, pp. 107-124.
- Jeanroy E., 1974 - Analyse totale par spectrométrie d'absorption atomique des roches, sols, minerais, ciments, après fusion au métaborate de strontium. *Analysis*, 2, 10-11, pp. 703-712.
- Jeanroy E., 1983 - Diagnostic des formes du fer dans les pédogénèses tempérées. Evaluation par les réactifs chimiques d'extraction et apports de la spectrométrie Mössbauer. Thèse Université de Nancy I. 1vol. 168 p.
- Lapeyrie F., Ranger J. et Vairelles D., 1991 - Phosphates solubilizing activity of ectomycorrhizal fungi *in vitro*. *Can. J. Bot.*, 69, pp. 342-346.
- Leyval C. et Berthelin J., 1986 - Comparison between the utilization of phosphorus from insoluble mineral phosphates by ectomycorrhizal fungi and rhizobacteria. *In* : Gianninazi-Pearson, V.(Ed.) and Gianninazi, S. (Ed.) *Physiological and genetical aspects of mycorrhizae. Proceed. of 1st European symposium on mycorrhizae.* INRA Paris, pp. 345-349.
- Leyval C. et Berthelin J., 1991 - Weathering of a mica by roots and rhizospheric microorganisms of pine. *Soil Sci. Soc.Am. J.*, 55, pp. 1009-1016.
- Mckeague J.A. et Schuppli P.A., 1982 - Changes in concentration of iron and aluminium in pyrophosphate extracts of soil and composition of sediment resulting from ultracentrifugation in relation to spodic horizon criteria. *Soil Science*, 134, 4, pp. 265 - 270.
- Mehra O.P. et Jackson M.L., 1960 - Iron oxide removal from soils and clays by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. *Clays and Clay mineral*, 7, pp. 317 - 327
- Paris F., Bonnaud P., Ranger J. et Lapeyrie F., 1994 - Altération d'un phyllosilicate par des champignons ectomycorhiziens *in vitro*. *Acta bot. Gallica*, 141, 4, pp. 529-532.
- Paris F., Bonnaud P., Ranger J. et Lapeyrie F., 1995a - *In vitro* weathering of phlogopite by ectomycorrhizal fungi. I : Effect of K+ and Mg<sup>2+</sup> deficiency on phyllosilicate evolution. *Plant Soil*, 177, 2, pp. 191-201.
- Paris F., Bonnaud P., Ranger J., Robert M. et Lapeyrie F., 1995b - Weathering of ammonium- or calcium-saturated 2 : 1 Phyllosilicates by ectomycorrhizal fungi *in vitro*. *Soil Biol. Biochem.*, 27, 10, pp. 1237-1244.
- Ranger J. et Robert M., 1985 - Caractérisation du fonctionnement physico-chimique des sols forestiers par une approche expérimentale utilisant l'évolution des minéraux primaires. *Agronomie*, 5, 2, pp. 157-168.
- Ranger J., Nys C., et Robert M., 1992 - Intérêt de l'implantation de minéraux-test dans les sols pour caractériser le fonctionnement actuel de sols. *Sci. Sol*, 30, 4, pp. 193-214.
- Ranger J., Marques, R. et Jussy, J.H., 2001 - Forest soil dynamics during stand development assessed by lysimeter and centrifuge solutions. *For. Ecol. Manage.*, 144, 1-3, pp. 129-145.
- Ranger J., Robert M., Bonnaud P. et Nys C., 1990 - Les minéraux-tests, une approche expérimentale *in situ* de l'altération biologique et du fonctionnement des écosystèmes forestiers. Effet des types de sols et des essences feuillues et résineuses. *Ann. Sci. for.*, 47, 6, pp. 529-550.
- Ranger J., Dambrine E., Robert M., Righi D. et Felix C., 1991 - Study of current soil-forming processes using bags of vermiculite and resins placed within soil horizons. *Geoderma*, 48, 3-4, pp. 335-350.
- Razzaghe-Karimi M.H., 1976 - Contribution à l'étude expérimentale des phénomènes d'altération en milieu organique acide. Thèse Université P. et M. Curie (Paris VI), 222 p.
- Razzaghe-Karimi M.H. et Robert M., 1975 - Altération des micas et géochimie de

- l'aluminium, rôle de la configuration de la molécule organique sur l'aptitude à la complexation. C.r. Acad. Sci., 280D, pp. 2645-2648
- Righi D., 1997 - Génèse et évolution des podzols et des sols hydromorphes des landes du Médoc. Thèse Doc. ès Sciences Univ. Poitiers, 146 p.
- Righi, D. et Guillet, B., 1977 - Datations par le carbone 14 naturel de la matière organique d'horizons spodiques de podzols des Landes du Médoc (France). P187-192, *In* « Soil organic matter studies », Vol II, IAEA-SM-211/70 IAEA ed. Vienne.
- Righi D., Bravard S., Chauvel A., Ranger J. et Robert M., 1990 - *In situ* study of soil processes in an Oxisol-Spodosol sequence of Amazonia (Brazil). Soil Sci., 150, 1, pp. 438-445.
- Righi D., Ranger J., Robert M., Felix C. et Bonnaud P., 1991 - The *in situ* weathering of a test mineral (vermiculite) introduced in a podzol (haplaquod) and in an hydromorphic soil (haplaquept) compared to the soil clay minerals evolution. *In* : Berthelin, J. (Ed.), Developments in Geochemistry 6. Diversity of Environmental Biogeochemistry. Elsevier, pp. 361-370.
- Robert M. et Tessier D., 1974 - Méthode de préparation des argiles des sols pour des études minéralogiques. Ann. Agro., 25, 6, pp. 859-882.
- Robert, M., Razzaghe-Karimi, M.H. et Ranger, J. (1987) - Rôle du facteur biochimique dans la podzolisation. Etudes expérimentales sur les mécanismes géochimiques et les évolutions minéralogiques. *In* : Sci. Sol, n° Spéc., «Podzols et podzolisation.» I.N.R.A., Righi, D. (éd.) & Chauvel, A. (éd.), pp. 207-223.
- Robert M., Razzaghe-Karimi M.H., Vicente-Hernandez M.A. et Veneau G., 1979 - Rôle du facteur biochimique dans l'altération des minéraux silicatés. Sci. du Sol, 2-3, pp. 154-174.
- Rouiller J., Guillet B. et Bruckert S., 1980 - Cations acides échangeables et acidités de surface. Approche analytique et incidences pédogénétiques. Science du Sol, Bull. A.F.E.S., vol. 2, pp. 161 - 175.
- Shekhar Nautiyal C., Bhadauria S., Kumar P., Lal H., Mondal R. et Verma D., 2000 - Stress induces phosphate solubilization in bacteria isolated from alkaline soils. FEMS microbiol. lett. 182, 2, pp. 291-296.
- Tamm O., 1922 - Um best ämning ow de oorganiska komponenterna i markens gelcomplex. Medd. Statens Skogsförsökst, 19, pp. 385 - 404.
- Tamura T., 1957 - Identification of the 14 Å clay mineral component. Am. Mineralogist, 42, pp. 107-110.
- Van Rompaey, K., Van Ranst, E., Verdoodt, A. et De Coninck, F., 2007 - Use of the test-mineral technique to distinguish simple acidolysis from acido-complexolysis in a Podzol profile. Geoderma, 137 : pp. 293-299.
- Vicente-Hernandez M.A. et Robert M., 1979 - Role des acides fulviques et humiques dans les premiers stades de l'altération des micas. *In* : Colloques internationaux du C.N.R.S., 303 «Migrations organo-minérales dans les sols tempérés» 24-28 sept. 1979 ; Nancy - Paris, Ed. du Centre National de la Recherche Scientifique, pp. 305-312.
- Wallander H., 2000 - Uptake of P from apatite by Pinus sylvestris seedlings colonised by different ectomycorrhizal fungi. Plant Soil, 218, 1-2, pp. 335-350.
- Wallander H. et Wickman T., 1999 - Biotite and microcline as potassium sources in ectomycorrhizal and non-mycorrhizal Pinus sylvestris seedlings. Mycorrhiza, 9, 1, pp. 25-32.