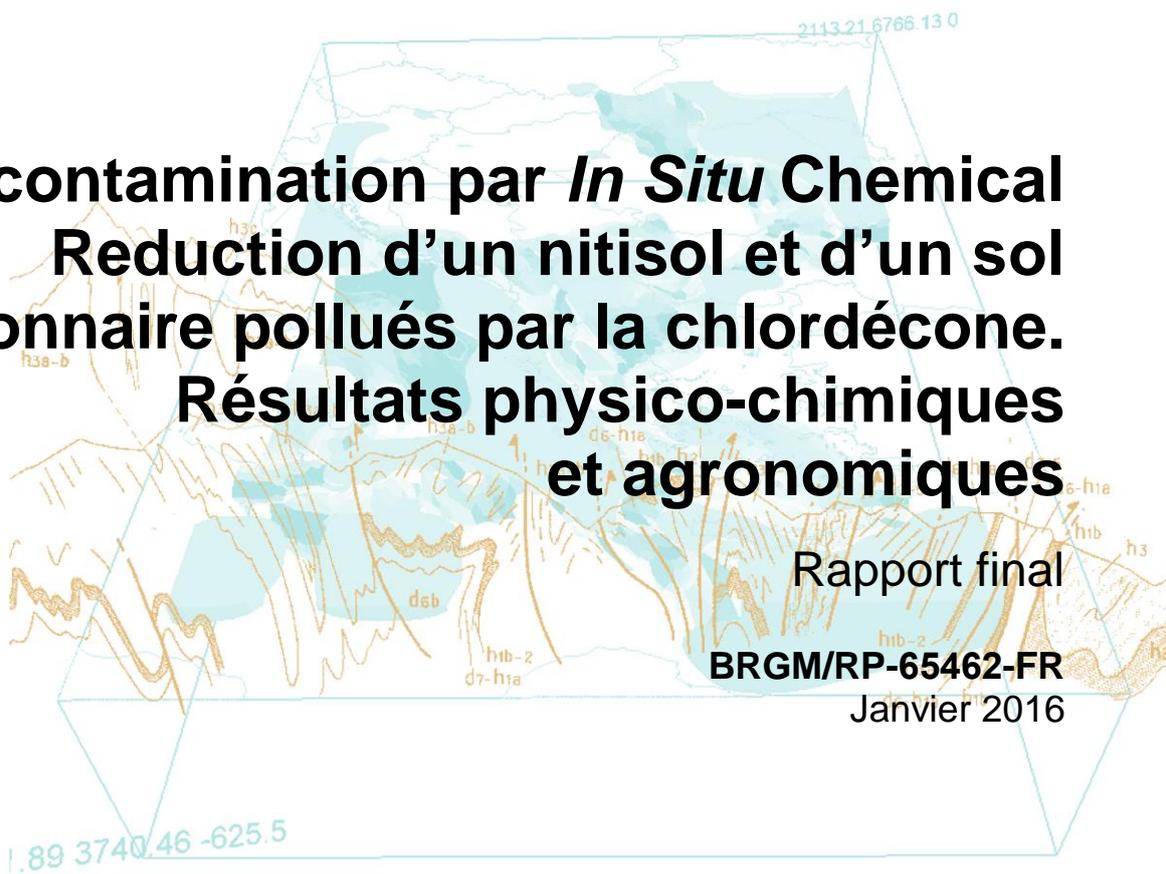


Document public



Décontamination par *In Situ* Chemical Reduction d'un nitisol et d'un sol alluvionnaire pollués par la chlordécone. Résultats physico-chimiques et agronomiques

Rapport final

BRGM/RP-65462-FR

Janvier 2016



Géosciences pour une Terre durable

brgm

Décontamination par *In Situ* Chemical Reduction d'un nitisol et d'un sol alluvionnaire pollués par la chlordécone. Résultats physico-chimiques et agronomiques

Rapport final

BRGM/RP-65462-FR
Janvier 2016

Étude réalisée dans le cadre des opérations
de Service public du BRGM 2015

C. Mouvet¹, B. Collet¹, J. M. Gaude², S. Bristeau¹, L. Rangon³, M. Lesueur-Jannoyer², A. Jestin²
Avec la collaboration de
**M. Senergues¹, H. Belghit¹, S. Placide², F. Clostre², E. Marville², T. Woignier³,
Y. Labrousse³, A. Soler³**

¹ BRGM ; ² CIRAD ; ³ IRD

Vérificateur : Nom : P. Bataillard Date : 8/2/16 Signature : 
--

Approbateur : Nom : S. DUPRAZ Date : 1/03/2016 Signature : 
--

Le système de management de la qualité et de l'environnement
est certifié par AFNOR selon les normes ISO 9001 et ISO 14001.

Mots-clés : Chlordécone, Nitisol, Remédiation, *In Situ* Chemical Reduction, Transfert.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

Mouvet C., Collet B., Gaude J. M., Bristeau S., Rangon L., Lesueur-Jannoyer M., Jestin A., avec la collaboration de **Senegues M., Belghit H., Placide S., Clostre F., Marville E., Woignier T., Labrousse Y., Soler A.** (2016) - Décontamination par *In Situ* Chemical Reduction d'un nitisol et d'un sol alluvionnaire pollués par la chlordécone. Résultats physico-chimiques et agronomiques. Rapport final. BRGM/RP-65462-FR, 188 p., 61 ill., 61 tabl., 1 ann.

Synthèse

Le Service de la Prévention des Nuisances et de la Qualité de l'Environnement de la Direction Générale de la Prévention des Risques du Ministère en charge de l'Environnement, a confié au BRGM un projet visant à la validation du procédé d'*In Situ* Chemical Reduction (ISCR, procédé développé aux USA et connu internationalement sous sa dénomination anglophone, l'appellation française étant Réduction Chimique *in situ*) pour la décontamination *in situ* aux Antilles de sols contaminés par la chlordécone (CLD).

L'étude a été menée sur des parcelles expérimentales répondant à des critères tels que type de sol, niveau de contamination en CLD, infrastructure locale, disponibilité pour au moins 6 mois, et implication du propriétaire ou de l'exploitant. Les parcelles ont été instrumentées (e. g. irrigation, bougies poreuses) et ont reçu les amendements importés depuis la métropole (poudres de fer zéro valent, FZV, seules ou en mélange avec de la bagasse) ou des États-Unis (amendements Daramend® breveté par la société ayant développé le procédé). À la fin du traitement ISCR, des cultures de radis, concombres et patates douces ont été conduites pour un suivi agronomique (germination, croissance...) et sanitaire (concentrations en chlordécone et dérivés dans les productions consommables).

Le premier essai d'ISCR a été lancé en avril 2013 sur une parcelle (1 000 m²) de nitisol de la plaine du Lamentin (Martinique) dont la teneur en chlordécone était de 0,7 ± 0,3 mg/kg (moyenne et écart-type, n = 24). Six modalités qui se différençaient par l'amendement utilisé, ont été étudiées : aucun apport (témoin), FZV seule de granulométrie « grossière » (30 % < 50 µm), FZV seule de granulométrie « fine » (98 % < 50 µm), Daramend standard et Daramend avec bagasse au lieu de luzerne (achetés chez le fournisseur américain FMC), et un mélange FZV « grossier » – bagasse locale réalisé par le BRGM. La dose était la même pour chaque modalité, 2 % par rapport au poids sec de sol. Une maîtrise insuffisante des teneurs en eau du sol pendant le traitement a abouti à des conditions non optimales pour l'ISCR, le potentiel redox moyen ne chutant qu'aux alentours de + 200 mV (valeurs corrigées du potentiel de l'électrode d'hydrogène), les valeurs du témoin restant stables aux alentours de + 600 mV. Des effets ont toutefois été observés, avec une baisse des concentrations en CLD (jusqu'à 30 %) observée dans certains échantillons de la modalité FZV « grossier », et l'apparition dans toutes les modalités traitées du principal produit de transformation de la chlordécone formé par ISCR, la 5a-hydroCLD (CLD – 1 Cl, nomenclature CAS), accompagné de traces d'un deuxième produit de transformation, la 5a,6-di-hydroCLD (CLD – 2 Cl). Vu le relatif échec de ce 1^{er} essai, le volet agronomique n'y a pas été étudié.

Un deuxième essai d'ISCR a été lancé sur la même parcelle fin juin 2013, avec les 6 mêmes modalités qu'au 1^{er} essai mais avec trois modifications du protocole : i) une dose d'amendements plus élevée (4 % au lieu de 2 % pour les FZV, 6 % au lieu de 2 % pour les 3 autres modalités), ii) une légère compaction du sol avant l'irrigation, et iii) une irrigation plus forte après l'incorporation des amendements et la compaction. Mené sur une durée totale de 3 mois, cet essai a montré une chute beaucoup plus forte des potentiels redox moyens (jusqu'à - 250 mV 3 jours après l'incorporation pour le FZV fin, et entre - 10 mV et + 30 mV pendant les 94 jours suivant l'incorporation pour le Daramend standard), avec des valeurs atteignant localement - 440 mV (FZV « fin » seul). Une diminution de la concentration en CLD du sol est observée dans toutes les modalités traitées, avec des taux d'abattement de 35 % pour le Daramend standard, 11 % pour le Daramend bagasse, 43 % pour bagasse + FZV, 54 % pour le FZV « grossier » et 69 % pour le FZV « fin ». L'effet de déchloration de l'ISCR sur la CLD est confirmé par la détection dans le sol de produits de transformation ayant perdu jusqu'à 4 Cl. Le principal produit de transformation de la CLD formé par ISCR est le même dans toutes les modalités traitées et à toutes les dates d'échantillonnage : il s'agit de la 5a-hydroCLD. Cette mono-hydroCLD représente jusqu'à 69 % de la teneur en

CLD résiduelle de l'échantillon correspondant et ne montre pas de tendance à l'accumulation dans le sol. Par ordre décroissant d'aires de pics relatives (pour les substances sans étalon analytique disponible, les concentrations ne peuvent être calculées), les autres principaux produits de transformation sont la 5a,6-di-hydroCLD, une 2^e di-hydro, une tri-, et des traces d'une tétra-hydroCLD (pour ces 3 molécules, les positions de déchloration ne peuvent être définies avec certitude). La 5b-mono-hydroCLD et le chlordécol ne sont pas formés par ISCR.

À l'issue de cet essai, la superficie traitée par les FZV seuls « fin » et « grossier » était insuffisante pour permettre d'y réaliser le volant agronomique de l'étude. Un troisième essai de traitement ISCR a donc été réalisé sur 2 parcelles adjacentes d'une superficie de 80 - 100 m² dont la teneur en chlordécone était de $1,35 \pm 0,13$ mg/kg (moyenne et écart-type, n = 9). Le protocole utilisé sur ces deux modalités a été le même que celui pour le 2^e essai. Par contre, ce 3^e essai a été l'occasion d'étudier grâce à des bougies poreuses les eaux du sol de ces deux nouvelles modalités traitées. Les valeurs moyennes de potentiel redox dans le sol à 0 – 20 cm de profondeur sont descendues pendant 1 mois entre + 11 et + 50 mV pour le FZV grossier (valeur moyenne du témoin : + 600 mV) et à - 195 mV pour le FZV fin, avec de très fortes variations spatiales à l'échelle métrique. Après 37 j de traitement, le taux d'abattement moyen de la concentration en CLD dans le sol a été de 74 % pour le FZV grossier et de 62 % pour le FZV fin. En plus des produits de transformation déchlorés observés dans l'essai précédent, une penta-hydroCLD est détectée dans les sols à certaines dates. Dans les eaux des bougies poreuses, les concentrations en CLD varient entre 3,4 et 16,7 µg/L, et aux 6 produits détectés ou quantifiés dans les sols s'ajoutent une 2^e pentahydroCLD et 2 produits de niveau de déchloration plus élevé, dont une substance pouvant être une hepta-hydroCLD.

L'étude agronomique (partenariat CIRAD - BRGM – IRD) sur l'ensemble des modalités traitées de cette parcelle a été effectuée entre janvier et juin 2014. Une modalité « ajout de 10 % de compost » a été ajoutée pour comparer le potentiel de l'ISCR à celui de la séquestration de la CLD par ajout massif de matière organique. L'implantation des cultures a globalement été satisfaisante pour tous les traitements avec des pourcentages > 80 % pour la germination des radis et > 75 % pour le pourcentage d'enracinement des boutures de patates douces. Pour les concombres, une forte mortalité des plants (> 80 %) a été observée sur la parcelle « FZV seul » ; l'analyse chimique de sol et la pression parasitaire sur cette parcelle ne permettent pas d'identifier les raisons de cette mortalité. Un plus long temps de repos du sol après la fin du traitement « FZV » est peut-être nécessaire à la réussite de l'implantation des concombres.

La croissance et le développement des plants ont été favorisés par l'apport de compost, avec un gain significatif de précocité et de rendement pour les cultures de radis et de concombre. Ces deux paramètres agronomiques ont été impactés négativement par les apports de bagasse (« Daramend Bagasse », « bagasse + FZV ») pour la culture de radis, et par les apports de bagasse + FZV pour les patates douces, conduisant à un rendement moindre. Cet effet, probablement lié à une faim d'azote, ne s'est pas vérifié sur les concombres des modalités avec bagasse. L'ajout d'engrais azoté minéral ou l'implantation d'une inter-culture (plante de service, légumineuse) permettrait probablement de pallier cet effet.

Les concentrations en CLD des organes récoltés sont très différentes selon les cultures et selon les modalités de traitement du sol.

Pour les radis, les traitements « Daramend standard », « Bagasse + FZV », « Compost » et « FZV seul » ont permis de baisser significativement la concentration en CLD par rapport aux témoins et de la faire passer en dessous de la Limite Maximale de Résidus (LMR, 20 µg/kg de matière fraîche), limite que dépassent les radis du sol non traité. La parcelle « Daramend bagasse », est équivalente aux 2 témoins et reste au-dessus de la LMR.

Pour les concombres, toutes les concentrations en CLD sont inférieures à la LMR, y compris pour la parcelle témoin. Quatre modalités (Daramend standard, Daramend bagasse, bagasse + FZV et compost) donnent des fruits qui sont à la fois < LMR et < un des deux témoins. Seule la modalité amendée par le mélange bagasse + FZV a des concentrations statistiquement plus faibles que celles des deux témoins. Toutefois, le transfert sol/plante calculé à partir des concentrations en CLD dans le sol avant la mise en culture est, pour les traitements « Daramend standard » et « Bagasse + FZV », significativement plus faible que le transfert mesuré pour les deux témoins ce qui suggère que ces deux modalités d'ISCR ont bien un effet positif sur la diminution des concentrations en CLD dans les concombres.

Pour les patates douces, le traitement du sol « Bagasse + FZV » conduit à des concentrations moyennes en CLD significativement plus faibles que les témoins et inférieures à la LMR. Malgré diverses spécificités agronomiques de la production de cette modalité, un lien de causalité direct entre le traitement et la baisse de concentrations en CLD des tubercules semble pouvoir être établi. Il serait intéressant d'évaluer cette modalité de traitement en augmentant l'apport d'engrais afin de voir si la réduction du transfert de CLD du sol vers la patate se confirme dans une situation de pleine croissance. Les autres modalités d'ISCR n'ont pas d'effet significatif sur les concentrations en CLD des patates douces.

Afin de tester la robustesse des résultats positifs physico-chimiques et agronomiques résumés ci-dessus, une parcelle de bananeraie plus contaminée ($1,9 \pm 0,3$ mg/kg) et représentative d'un autre type de sol (contexte alluvionnaire dans la plaine du Lamentin) a été étudiée. Des traitements ISCR avec les mêmes amendements que ceux utilisés sur le nitisol ont été appliqués entre mars et mai 2014. Une étude agronomique a ensuite été menée en serre d'octobre 2014 à mai 2015 avec le sol témoin non traité et le sol amendé avec le Daramend standard ou le FZV grossier seul.

Tous les résultats physico-chimiques obtenus dans cette 2^e parcelle confirment de manière remarquablement similaire tous ceux obtenus dans les essais précédents sur nitisol. Les pourcentages de diminution de la concentration en CLD des sols atteignent 61 % pour la modalité la plus efficace, « FZV grossier seul ». Le principal produit de transformation est à nouveau la 5a-hydroCLD, le niveau maximum de déchloration mesuré avec certitude dans les sols étant celui d'une penta-hydroCLD, tous les niveaux intermédiaires étant représentés, et deux produits susceptibles d'être de la CLD ayant perdu 7Cl sont détectés. Dans les eaux du sol recueillies par bougies poreuses, la 5a-hydroCLD est également le produit de transformation majoritaire et on retrouve les mêmes produits déchlorés que ceux détectés dans les sols.

La partie agronomique effectuée en serre avec des cultures de radis et concombres confirme la baisse très significative des concentrations en CLD dans les radis cultivés sur les sols traités. Par rapport à la LMR, la consommation de ces radis redevient possible alors qu'elle ne l'est pas à partir des radis cultivés sur le sol témoin. Contrairement à l'essai en plein champ, aucun problème de mortalité des concombres n'a été observé : une meilleure irrigation est peut-être la cause de ce succès. Tous les concombres ayant des concentrations < LMR, l'effet positif de l'ISCR n'est pas aussi spectaculaire que pour les radis mais il est toutefois assez net.

Sommaire

1. Introduction	19
2. Matériel et méthodes du volet physico-chimique	21
2.1. MISE EN ŒUVRE DE LA MÉTHODE ISCR LORS DES 2 ESSAIS SUR LA 1 ^{ère} PARCELLE DE NITISOL	21
2.1.1. Choix de la parcelle	21
2.1.2. Modalités de traitement et amendements utilisés	22
2.1.3. Application et incorporation des amendements.....	24
2.1.4. Compaction	27
2.1.5. Irrigation	27
2.1.6. Chronologie des actions et prélèvements	28
2.2. MISE EN ŒUVRE DE LA MÉTHODE ISCR LORS DE L'ESSAI SUR LA 2 ^{ème} PARCELLE DE NITISOL	29
2.2.1. Choix de la parcelle	29
2.2.2. Application et incorporation des amendements.....	30
2.2.3. Compaction	31
2.2.4. Irrigation	31
2.2.5. Chronologie des actions et prélèvements	31
2.3. MISE EN ŒUVRE DE LA MÉTHODE ISCR LORS DES 2 ESSAIS SUR LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE.....	33
2.3.1. Choix de la parcelle	33
2.3.2. Modalités de traitement et amendements utilisés	34
2.3.3. Application et incorporation des amendements.....	35
2.3.4. Compaction du sol.....	37
2.3.5. Irrigation	37
2.3.6. Lancement d'un 2 ^{ème} cycle pour la modalité Daramend standard et relance d'un 2 ^{ème} essai d'1 cycle avec le FZV seul	40
2.4. LES PRÉLÈVEMENTS DE SOL POUR ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES	43
2.5. MESURES DE PARAMÈTRES PHYSICO-CHIMIQUES MAJEURS DU SOL.....	44
2.5.1. Potentiel redox.....	44
2.5.2. Teneur en eau	46
2.5.3. pH.....	46
2.5.4. Densité apparente	47
2.5.5. Caractérisation minéralogique de la parcelle de nitisol (collaboration IRD ; T. Woignier).....	47
2.6. ÉTUDE DES EAUX DU SOL PAR BOUGIES POREUSES	48
2.6.1. Choix des bougies et modalités d'installation et de prélèvements.....	48
2.6.2. Analyse de la chlordécone et ses produits de dégradation dans les eaux.....	51

2.7. SUIVI DANS LE SOL DE LA CONCENTRATION EN CHLORDÉCONE ET DE SES PRODUITS DE DÉGRADATION	51
3. Matériel et méthodes du volet agronomique pour la parcelle de nitisol.....	53
3.1. LES TROIS PLANTES TESTÉES.....	53
3.2. PRÉPARATION DES PARCELLES, PLANTATION ET ENTRETIEN DES CULTURES	53
3.2.1. Apport de matière organique sur la parcelle P7	53
3.2.2. Préparation du sol avant plantation.....	55
3.2.3. Modalités générales d'implantation des cultures	55
3.2.4. Semis des radis	56
3.2.5. Semis et repiquage des concombres.....	57
3.2.6. Repiquage des patates douces	57
3.3. IRRIGATION.....	58
3.4. FERTILISATION.....	59
3.5. DÉSHERBAGE.....	61
3.6. SUIVI SANITAIRE DES CULTURES	61
3.6.1. Escargots et limaces.....	61
3.6.2. Rongeurs.....	61
3.6.3. Pyrale des cucurbitacées.....	62
3.7. LES PARAMÈTRES DU SOL SUIVIS AVANT ET PENDANT LA CULTURE.....	62
3.7.1. Analyses pédologiques.....	62
3.7.2. Concentration en chlordécone dans la solution du sol	63
3.7.3. Pluviométrie, irrigation et concentration en chlordécone dans l'eau d'irrigation.....	64
3.8. SUIVI AGRONOMIQUE ET RÉCOLTE DES CULTURES	64
3.8.1. Suivi de la biomasse des radis.....	64
3.8.2. Récolte et préparation des échantillons de radis pour mesures du rendement et analyse des teneurs en chlordécone.....	65
3.8.3. Récolte et préparation des échantillons de concombre pour mesures du rendement et analyse des teneurs en chlordécone.....	66
3.8.4. Récolte et préparation des échantillons de patate douce pour mesures du rendement et analyse des teneurs en chlordécone.....	67
3.9. ANALYSE DE LA CONCENTRATION EN CHLORDÉCONE ET CERTAINS DE SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LES VÉGÉTAUX ET LES SOLS À PROXIMITÉ IMMÉDIATE DES RÉCOLTES.....	68
3.9.1. Analyses des échantillons de végétaux	68
3.9.2. Prélèvements et préparation des échantillons de sol	68
3.10. ANALYSE STATISTIQUE DES RÉSULTATS.....	69
3.11. TABLEAU SYNTHÉTIQUE DE SUIVI DES CULTURES.....	70

4. Matériel et méthodes du volet agronomique pour la parcelle de sol alluvionnaire ...73

4.1. LES DEUX PLANTES TESTÉES.....	73
4.2. PRÉPARATION DES ESSAIS EN BACS SOUS SERRE, PLANTATION ET ENTRETIEN DES CULTURES	73
4.2.1. Mise en bacs des sols	73
4.2.2. Modalités d'implantation des cultures	74
4.3. IRRIGATION.....	75
4.4. FERTILISATION.....	75
4.5. DÉSHERBAGE.....	75
4.6. SUIVI SANITAIRE DES CULTURES	75
4.7. RÉCOLTE ET PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE RADIS ET DE CONCOMBRES POUR ANALYSE DES TENEURS EN CHLORDÉCONE.....	75
4.8. ANALYSE DE LA CONCENTRATION EN CHLORDÉCONE ET CERTAINS DE SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LES VÉGÉTAUX, LES SOLS À PROXIMITÉ IMMÉDIATE DES RÉCOLTES ET L'EAU D'IRRIGATION	75

5. Résultats et discussion du volet physico-chimie77

5.1. CARACTÉRISATION PÉDOLOGIQUE GLOBALE DES DEUX PARCELLES DE NITISOL ET DE LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE	77
5.1.1. 1 ^{ère} parcelle de nitisol utilisée pour les deux premiers essais	77
5.1.2. 2 ^{ème} parcelle de nitisol utilisée pour le troisième essai	77
5.1.3. Parcelle de sol alluvionnaire	79
5.2. CARACTÉRISATION MINÉRALOGIQUE DES SOLS DE LA 1 ^{ère} PARCELLE DE NITISOL	80
5.2.1. Diffraction des rayons X.....	80
5.2.2. Spectroscopie Infra Rouge	80
5.3. SUIVI DE LA TENEUR EN EAU DU NITISOL LORS DU 2 ^{ème} ESSAI DANS LA 1 ^{ère} PARCELLE.....	81
5.3.1. Horizon 0 - 20 cm	81
5.3.2. Horizon 20 - 40 cm	82
5.4. EFFET DE LA COMPACTION SUR LA DENSITE SECHE APPARENTE LORS DE L'ESSAI SUR LA 2 ^{ème} PARCELLE DE NITISOL.....	83
5.5. SUIVI DU POTENTIEL REDOX LORS DES DEUX ESSAIS DANS LA 1 ^{ère} PARCELLE DE NITISOL	84
5.5.1. Essai 1 (08/04 au 20-21/06), horizon 0 - 20 cm.....	84
5.5.2. Essai 1 (08/04 au 20-21/06), horizon 20 - 40 cm.....	85
5.5.3. Essai 2 (27/06 au 26/09) avec compaction, doses d'amendement et irrigation plus fortes : horizon 0 - 20 cm	86

5.5.4. Essai 2 (27/06 au 26/09) avec compaction, doses d'amendement et irrigation plus fortes : horizon 20 - 40 cm	88
5.6. SUIVI DU POTENTIEL REDOX LORS DE L'ESSAI DANS LA 2 ^{ème} PARCELLE DE NITISOL.....	89
5.7. SUIVI DU POTENTIEL REDOX LORS DES DEUX ESSAIS MENÉS SUR LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE.....	93
5.7.1. Premier essai du 25 mars au 22 avril 2014.....	96
5.7.2. Deuxième essai du 23 avril au 27 mai 2014	96
5.8. CHLORDÉCONE ET SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LES SOLS DE LA 1 ^{ère} PARCELLE DE NITISOL.....	97
5.8.1. 1 ^{er} essai	97
5.8.2. 2 ^{ème} essai avec compaction, doses d'amendement et irrigation plus fortes	99
5.8.3. Chlordécone et ses produits de dégradation dans les sols de la 2 ^{ème} parcelle de nitisol.....	103
5.8.4. Chlordécone et dérivés déchlorés dans les eaux des bougies poreuses	106
5.9. CHLORDÉCONE ET SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE	112
5.9.1. Taux d'abattement de la chlordécone	118
5.10. EAUX DES BOUGIES POREUSES MISES EN PLACE DANS LA PARCELLE ALLUVIONNAIRE	119
5.10.1. Substances quantifiées lors du 1 ^e essai	119
5.10.2. Substances quantifiées lors du 2 ^{ème} essai	121
5.10.3. Aires relatives de pics des substances identifiées lors du 1 ^e essai	123
5.10.4. Aires relatives de pics de toutes les substances identifiées lors du 2 ^{ème} essai.....	123
6. Résultats et discussion du volet agronomie	127
6.1. PARCELLE DE NITISOL	127
6.1.1. Impact des traitements sur la composition physico-chimique du sol avant la mise en culture.....	127
6.1.2. Effet agronomique des modalités de traitement	129
6.1.3. L'eau de pluie, d'irrigation et de la solution du sol	142
6.1.4. Concentrations en chlordécone et produits de dégradation dans les organes végétaux.....	146
6.2. PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE.....	157
6.2.1. Effet agronomique des modalités de traitement.....	157
6.2.2. L'eau d'irrigation	159
6.2.3. Concentration en chlordécone et produits de dégradation dans les organes végétaux.....	159
7. Aspects économiques de l'ISCR et de la séquestration par ajout de compost	161
7.1. COÛT DES AMENDEMENTS.....	161
7.1.1. Fer Zéro Valent et Daramend rendus à la parcelle	161

7.1.2. Compost Végéthumus rendu à la parcelle	162
7.2. COÛT DE L'APPLICATION ET DE L'INCORPORATION DES AMENDEMENTS SUIVIES DE COMPACTION ET IRRIGATIONS	162
7.2.1. ISCR.....	162
7.2.2. Séquestration par ajout de compost	163
7.3. COÛT GLOBAL ET PERSPECTIVES D'EVOLUTION	163
8. Conclusions et perspectives	165
9. Remerciements.....	169
10. Bibliographie	171
11. Annexes	175
11.1. SPECTRES RAYONS X ET IR	175
11.1.1. Fiches ASTM de composés Halloysite et Silice	175
11.1.2. Diffractogrammes RX des parcelles étudiées	181
11.1.3. Spectres Infrarouges des parcelles étudiées	185

Liste des illustrations

Illustration 1 : Parcelle de nitisol : localisation géographique (image de gauche, échelle : 1/250 000) et vue aérienne (image de droite).	21
Illustration 2 : Teneurs en chlordécone des sols prélevés le 28/01/13 sur la parcelle de nitisol.	22
Illustration 3 : Disposition des modalités sur la parcelle de nitisol.	23
Illustration 4 : Photographies des produits appliqués pour chacune des modalités de traitement.	23
Illustration 5 : Rotobêche (propriété CIRAD) utilisée pour l'incorporation des amendements sur les modalités P1, P5 et P6.	24
Illustration 6 : Rotoculteur (propriété FMC-Adventus) utilisé pour l'incorporation des amendements sur les modalités P3 et P4.	25
Illustration 7 : Application manuelle du FZV (P1 et P5).	25
Illustration 8 : Incorporation du mélange bagasse + FZV par la rotobêche (P6).	26
Illustration 9 : Dépôt et étalement du Daramend® bagasse (P3).	26
Illustration 10 : Irrigation avec 5 lignes d'aspersion et bâchage des modalités après irrigation.	28
Illustration 11 : Disposition des modalités P8, PB et PA créées dans la 2 ^e parcelle de nitisol.	30
Illustration 12 : Parcelle alluvionnaire : localisation géographique (image de gauche) et vue aérienne (photographie de droite).	33
Illustration 13 : Schéma de la disposition des modalités à Union.	35
Illustration 14 : État des amendements Daramend standard (2 photos du haut) et Daramend bagasse (2 photos du bas) à la surface (gauche) et à l'intérieur (droite) des bigs bags lors du lancement des travaux.	37
Illustration 15 : Motopompe utilisée pour le prélèvement d'eau dans la ravine bordant la parcelle et asperseurs d'irrigation en fonctionnement sur la parcelle.	38

Illustration 16 : Couverture des modalités expérimentales par bâches après irrigation.	39
Illustration 17 : Mesures redox dans l'horizon 0 - 20 cm à gauche et dans l'horizon 20 - 30 cm à droite.	44
Illustration 18 : Évolution de la valeur du potentiel redox mesuré (moyenne et écart-type, n = 7 points différents pour le bleu, n = 3 pour le rouge et n = 8 pour le vert) en fonction du temps de mesure pour 3 conditions bien contrastées rencontrées dans la parcelle d'étude traitée.	45
Illustration 19 : Prélèvement de sol pour la mesure de la densité apparente avant et après compaction.	47
Illustration 20 : Tête de bougie poreuse en verre Ecotech.	48
Illustration 21 : Étapes de mise en place des bougies poreuses dans le sol.	50
Illustration 22 : Mise en dépression des bougies poreuses.	50
Illustration 23 : Incorporation de la matière organique sur la modalité compost (P7).	54
Illustration 24 : Billonneuse utilisée pour la préparation du sol avant les plantations.	55
Illustration 25 : Schéma de plantation d'une parcelle de 15 x 7 m.	56
Illustration 26 : Les 4 variétés de patates douces utilisées pour l'étude.	58
Illustration 27 : Retenue collinaire et pompe d'irrigation.	59
Illustration 28 : Asperseur utilisé pour l'irrigation.	59
Illustration 29 : Dégâts de rats sur concombre.	62
Illustration 30 : Positionnement d'une bougie poreuse sur le billon.	63
Illustration 31 : Découpe des concombres pour générer les sous-échantillons destinés à l'analyse de chlordécone.	67
Illustration 32 : Tri des tubercules de patates douces.	67
Illustration 33 : Préparation des échantillons de patates douces.	68
Illustration 34 : Concassage du sol au pilon.	69
Illustration 35 : Dispositif en serre mis en place pour l'essai de culture sur sol alluvionnaire après traitement par ISCR (photographie de Luc Rangon, IRD).	74
Illustration 36 : Diffractogramme de rayons X d'un échantillon de sol de la parcelle P2 (témoin).	80
Illustration 37 : Spectre IR d'un échantillon de sol de la parcelle P2 (témoin).	81
Illustration 38 : Suivi de la teneur en eau sur l'horizon 0 - 20 cm du 27/06 au 30/07 (2 ^{ème} essai sur nitisol).	82
Illustration 39 : Suivi de la teneur en eau sur l'horizon 20 - 40 cm du 27/06 au 30/07 (2 ^{ème} essai sur nitisol).	83
Illustration 40 : Densité apparente du sol sec avant et après compaction dans les modalités PA et PB de la 2 ^{ème} parcelle de nitisol.	84
Illustration 41 : Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 0 - 20 cm pendant le 1 ^{er} essai sur nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; les principales actions menées, ajout d'amendement, et irrigation, sont représentées par des flèches).	85
Illustration 42 : Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 20 - 40 cm pendant le 1 ^{er} essai sur nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; les principales actions menées, ajout d'amendement, et irrigation, sont représentées par des flèches).	86

Illustration 43 :	Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 0 - 20 cm pendant le 2 ^{ème} essai sur la 1 ^{ère} parcelle de nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; flèches bleues = irrigation ; flèches noires = mesures d'humidité du sol ; flèches rouges = analyses de CLD et dérivés dans les sols ; flèches brunes = labour).....	87
Illustration 44 :	Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 20 - 40 cm pendant le 2 ^e essai sur la 1 ^e parcelle de nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; flèches bleues = irrigation ; flèches noires = mesures d'humidité du sol ; flèches rouges = analyses de CLD et dérivés dans les sols ; flèches brunes = labour).....	89
Illustration 45 :	Suivi du 31/10/2013 au 16/02/2014 du potentiel redox (valeurs moyennes et écart-types) dans l'horizon 0 - 20 cm des modalités PA et PB de la 2 ^{ème} parcelle de nitisol. Les principales actions menées pendant cette période sont représentées par des flèches.....	91
Illustration 46 :	Suivi du 31/10/2013 au 16/02/2014 du potentiel redox (valeurs moyennes et écart-types) dans l'horizon 20 - 40 cm des modalités PA et PB de la 2 ^{ème} parcelle de nitisol. Les principales actions menées pendant cette période sont représentées par des flèches.....	92
Illustration 47 :	Évolution du potentiel redox dans l'horizon 0 - 20 cm en fonction du temps et des principales actions menées dans la parcelle de sol alluvionnaire. La flèche orange étiquetée « 2 ^{ème} ajout » marque le début de 2 ^{ème} essai.	94
Illustration 48 :	Évolution du potentiel redox dans l'horizon 20 - 30 cm en fonction du temps et des principales actions menées dans la parcelle de sol alluvionnaire. La flèche orange étiquetée « 2 ^{ème} ajout » marque le début de 2 ^{ème} essai.	95
Illustration 49 :	Évolution en fonction du temps de la biomasse fraîche des radis, racines + feuilles (moyennes + ou – écart-type ; 1 seul écart-type est représenté, pour optimiser la lisibilité de la figure).	131
Illustration 50 :	Radis des modalités P2 (témoin1, photographie de gauche) et P3 (Daramend bagasse, photographie de droite) 20 jours après le semis.....	131
Illustration 51 :	Rendement des radis 27 jours après semis (moyenne générale = 163 grammes/mètre linéaire ; écart-type : 33). Les traits verts horizontaux donnent la fourchette de l'objectif de rendement. Les moyennes affectées d'une même lettre (a, b, c ou d) à côté de leur histogramme ne sont pas significativement différentes au niveau 5 % (test statistique de Wilcoxon).....	132
Illustration 52 :	Exemples de défauts de qualité visuelle de radis récoltés sur des modalités traitées.	133
Illustration 53 :	Pourcentage moyen de plants de concombre vivants 40 jours après la première plantation.	135
Illustration 54 :	Plant de concombre mort sur la modalité PA (Fer zéro valent seul).	136
Illustration 55 :	Rendement moyen par plant de concombre (kg/plant ; cumul des masses de fruits récoltés et commercialisables) en fonction des dates de récoltes et des modalités de traitement.	137
Illustration 56 :	Composantes responsables du rendement final de la culture de patate douce.	139
Illustration 57 :	Rendement moyen commercialisable par plant de patate douce pour chacune des modalités étudiées.	141
Illustration 58 :	Couleur de l'eau des échantillons d'eau d'irrigation « Composite 1 » et « Composite 5 ».....	143
Illustration 59 :	Concentrations en chlordécone (moyenne et écart-type, n = 5) dans les 3 cultures pour les 7 modalités étudiées.	146
Illustration 60 :	Effet de la durée de culture (récolte 2 = 7 jours de plus que récolte 1) sur la concentration en chlordécone dans les radis (moyenne et écart-type, n = 5).....	149

Illustration 61 : État de développement des bananiers cinq mois après leur repiquage dans la modalité traitée par le fer zéro valent (photo de droite) et dans la modalité témoin (photo de gauche).....	158
--	-----

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Granulométrie des amendements en fer zéro valent utilisés lors de l'étude.	24
Tableau 2 : Codifications des 7 modalités de traitement, apports d'amendements effectués et composition de ces amendements.....	27
Tableau 3 : Historique des principales opérations réalisées pour les deux premiers essais sur la parcelle de nitisol.....	29
Tableau 4 : Relevé pluviométrique sur la parcelle de nitisol entre le 16/04 et le 20/12/2013 ; la période classiquement « humide » couvre de juillet à octobre (valeurs en italique).....	31
Tableau 5 : Historique des principales opérations réalisées pour l'essai sur la deuxième parcelle de nitisol.....	32
Tableau 6 : Relevé pluviométrique d'octobre 2013 à mai 2014 pour la parcelle de sol alluvionnaire sise au lieu-dit Union.....	34
Tableau 7 : Relevé pluviométrique pendant la période « humide » (juillet à octobre 2013) effectué sur la parcelle de nitisol à 5 km au Nord de la parcelle Union	39
Tableau 8 : Historique des principales opérations réalisées sur la parcelle de sol alluvionnaire.	43
Tableau 9 : Besoin des cultures en azote (N), phosphore (P) et potasse (K) en kg/ha par cycle de culture (Chambre d'Agriculture de Martinique, communication personnelle à J. M. Gaude).....	60
Tableau 10 : Caractéristiques des engrais utilisés.....	60
Tableau 11 : Quantités d'engrais apportées (en kg/parcelle) pour chaque culture.	61
Tableau 12 : Dates de récolte des radis.....	65
Tableau 13 : Calendrier du suivi des trois cultures dans la parcelle de nitisol.....	71
Tableau 14 : Valeurs des paramètres mesurés pour caractériser globalement la pédologie de la parcelle de nitisol à partir de 12 échantillons composites obtenus chacun à partir de 6 prises indépendantes.	77
Tableau 15 : Caractéristiques pédologiques du sol étudié dans les modalités PA et PB de la 2 ^{ème} parcelle utilisée pour le 3 ^{ème} essai sur nitisol.	78
Tableau 16 : Valeurs des paramètres mesurés pour caractériser globalement la pédologie des sols de chacune des 6 modalités étudiées dans la parcelle de sol alluvionnaire (Union). Les mesures ont été faites sur un échantillon composite obtenu à partir de 6 prises indépendantes de chaque modalité. Les moyennes, écarts-types et coefficients de variation sont calculés à partir des 6 valeurs des 6 modalités.	79
Tableau 17 : Résultats de l'analyse en chlordécone (CLD) et de ses produits de dégradation (- 1 Cl et - 2 Cl) dans les terres prélevées sur l'horizon 0 - 40 cm 2 jours après l'incorporation des amendements lors du 1 ^{er} essai sur la 1 ^{ère} parcelle de nitisol.....	97
Tableau 18 : Résultats d'analyse en chlordécone (CLD) et ses produits de dégradation (- 1 Cl et - 2 Cl) dans les sols prélevés sur l'horizon 0-40 cm du nitisol 73 jours après l'incorporation des amendements lors du 1 ^{er} essai sur la 1 ^{ère} parcelle de nitisol.....	98
Tableau 19 : Concentrations en CLD et produits de transformation (Inconnu 2 = une di-hydroCLD ; inconnu 3 = une tétrahydroCLD) dans l'horizon 0 - 40 cm des sols des 6 modalités 24 jours après l'incorporation des amendements du 2 ^{ème} essai sur la 1 ^{ère} parcelle de nitisol.	100

Tableau 20 :	Taux d'abattement de la teneur en CLD et rapport des concentrations (5a-hydroCLD/CLD) dans les 6 modalités 24 jours après l'incorporation des amendements du 2 ^{ème} essai sur la 1 ^{ère} parcelle de nitisol.	101
Tableau 21 :	Concentrations en CLD et produits de transformation (Inconnu 2 = une di-hydroCLD ; inconnu 3 = une tétrahydroCLD) dans l'horizon 0 - 40 cm des sols des 6 modalités 94 jours après l'incorporation des amendements du 2 ^{ème} essai sur la 1 ^{ère} parcelle de nitisol.	102
Tableau 22 :	Taux d'abattement de la teneur en CLD et rapport des concentrations (CLD -1Cl/CLD) dans les 6 modalités 94 jours après l'incorporation des amendements du 2 ^{ème} essai sur la 1 ^{ère} parcelle de nitisol.	102
Tableau 23 :	Moyennes et écart-types (n=6) des concentrations en chlordécone (CLD), 5a-hydrochlordécone, 5b-hydrochlordécone et chlordécol des sols de la modalité PA (FZV « grossier ») et PB (FZV « fin »).	104
Tableau 24 :	Évolution en fonction du temps des aires relatives de pics chromatographiques (moyenne ± écart-type, n = 6) des produits de dégradation de la chlordécone détectés dans les sols de la modalité PA (FZV « grossier »). Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.	105
Tableau 25 :	Évolution en fonction du temps des aires relatives de pics chromatographiques (moyenne ± écart-type, n = 6) des produits de dégradation de la chlordécone détectés dans les sols de la modalité PB (FZV « fin »). Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.	106
Tableau 26 :	Quantification de la chlordécone (CLD), la 5a- et la 5a,6-hydrochlordécone et aires de pics relatives des autres produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuses pour la modalité PA (FZV « grossier », 2 ^{ème} parcelle de nitisol) à la profondeur de 35 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.	108
Tableau 27 :	Quantification de la chlordécone (CLD), la 5a- et la 5a,6-hydrochlordécone et aires de pics relatives des autres produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuses pour la modalité PA (FZV « grossier », 2 ^{ème} parcelle de nitisol) à la profondeur de 50 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.	109
Tableau 28 :	Quantification de la chlordécone (CLD) et la 5a-monohydrochlordécone et aires de pics relatives aux produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuse pour la modalité PB (FZV « fin », 2 ^{ème} parcelle de nitisol) à la profondeur de 35 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.	110
Tableau 29 :	Quantification de la chlordécone (notée CLD) et la 5a-hydrochlordécone et aires de pics relatives aux produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuse pour la modalité PB (FZV « fin », 2 ^e parcelle de nitisol) à la profondeur de 50 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.	111
Tableau 30 :	Évolution en fonction du temps des concentrations en chlordécone (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T ₀ est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2 ^{ème} essai.	113
Tableau 31 :	Évolution en fonction du temps des concentrations en chlordécol (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T ₀ est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2 ^{ème} essai.	114

Tableau 32 :	Évolution en fonction du temps des concentrations en 5a-hydrochlordécone (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T0 est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2 ^{ème} essai.	115
Tableau 33 :	Évolution en fonction du temps des aires relatives de pic de la 5a,6-chlordécone (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T0 est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2 ^{ème} essai.	116
Tableau 34 :	Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés (pour la plupart identifiés mais non quantifiables faute d'étalons) à la fin du 2 ^{ème} essai (27 jours de traitement) avec le FZV à 4,3 % dans le sol de la parcelle alluvionnaire.	117
Tableau 35 :	Taux d'abattement (%) des concentrations en chlordécone dans le sol calculé à la fin du traitement selon deux références (voir texte) pour chacune des modalités de traitement testées dans la parcelle alluvionnaire.	118
Tableau 36 :	Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 13 jours après l'ajout des amendements du 1 ^{er} essai.	121
Tableau 37 :	Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 20 jours après l'ajout des amendements du 1 ^{er} essai.	121
Tableau 38 :	Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 12 jours après l'ajout des amendements lors du 2 ^{ème} essai (pour le Daramend standard, 32 jours en cumulé avec le cycle 1 ; 12 jours pour le 1 ^{er} cycle amélioré pour FZV).	122
Tableau 39 :	Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 46 jours après l'ajout de l'amendement lors du 1 ^{er} essai pour FZV, soit 26 jours après l'ajout des amendements lors du 2 ^{ème} essai (pour le Daramend standard, 46 jours en cumulé avec le 1 ^{er} cycle ; 26 j pour le 1 ^{er} cycle amélioré pour FZV).	122
Tableau 40 :	Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 13 jours après l'ajout des amendements du 1 ^{er} essai.	124
Tableau 41 :	Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 20 jours après l'ajout des amendements du 1 ^{er} essai.	124
Tableau 42 :	Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 12 jours après l'ajout des amendements lors du 2 ^{ème} essai (pour le Daramend standard, 32 jours en cumulé avec le cycle 1 ; 12 jours pour le 1 ^{er} cycle amélioré pour FZV).	125
Tableau 43 :	Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 46 jours après l'ajout de l'amendement lors du 1 ^{er} essai pour FZV, soit 26 jours après l'ajout des amendements lors du 2 ^{ème} essai (pour le Daramend standard, 46 jours en cumulé avec le 1 ^{er} cycle ; 26 j pour le 1 ^{er} cycle amélioré pour FZV).	126
Tableau 44 :	Résultats des analyses physico-chimiques des sols de la parcelle de nitisol avant la mise en culture.	129

Tableau 45 :	Composantes du rendement de la culture de radis 27 jours après le semis. Les chiffres en gras indiquent la (les) meilleure(s) valeur(s) pour le paramètre considéré. Pour le paramètre « rendement moyen par mètre linéaire », considéré comme le plus important, le test statistique de Wilcoxon a été appliqué : les moyennes ayant au moins une lettre commune (a, b, c ou d) sous leur valeur ne sont pas significativement différentes au niveau 5 %.	130
Tableau 46 :	Synthèse qualitative des effets des traitements sur les composantes agronomiques du radis. Par rapport aux radis témoins, 0 = pas d'effet ; + = effet positif ; ++ = effet positif marqué ; - = effet négatif.	134
Tableau 47 :	Composantes du rendement de la culture de concombre (n = le nombre de dates auxquelles ont pu être effectués les prélèvements. Certaines modalités n'ont pas donné de fruits à 1 des 5 dates de récolte, d'où n = 4). Les valeurs de rendement moyen affectées d'une ou des deux mêmes lettres a ou b ou c ne sont pas significativement différentes entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon). Les chiffres en gras indiquent la (les) meilleure(s) valeur(s) pour les paramètres considérés les plus influents dans le rendement.	138
Tableau 48 :	Composantes du rendement de la culture de patates douces. Les chiffres en gras indiquent la (les) meilleure(s) valeur(s) pour les paramètres considérés les plus influents dans le rendement. Les valeurs d'une ou des mêmes lettres a ou b ou c ne sont pas significativement différentes entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon pour le rendement moyen, test LSD pour les autres variables).	140
Tableau 49 :	Pluviométrie et quantité d'eau apportée par irrigation au cours de la période de culture.	142
Tableau 50 :	Concentration en chlordécone dans l'eau d'irrigation.	143
Tableau 51 :	Concentration en chlordécone et produits de transformation quantifiables (étalons disponibles au Brgm ; CLD – 1 = 5a-hydroCLD) dans les eaux des bougies poreuses.	144
Tableau 52 :	Concentrations en chlordécone, CLD 5b-hydro et chlordécol dans les sols, les radis et les concombres, et taux de transfert sol-plantes de la chlordécone calculés pour chaque modalité avec différentes valeurs de référence dans le sol (à la récolte ou à T0). Pour un même paramètre descripteur, les résultats affectés d'une ou plus des mêmes lettres a, b, c, d ou e ne sont pas significativement différentes entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon). Les chiffres en gras indiquent le meilleur résultat pour le descripteur concerné.	148
Tableau 53 :	Poids moyen des radis analysés (en grammes frais/radis) n = 5.	150
Tableau 54 :	Concentrations en chlordécone, CLD 5b-hydro et chlordécol dans les sols et les patates douces, et taux de transfert sol-plantes de la chlordécone calculés pour chaque modalité avec différentes valeurs de référence dans le sol (à la récolte ou à T0). Pour un même paramètre descripteur, les résultats affectés d'une ou plus des mêmes lettres a, b, c, d ou e ne sont pas significativement différentes entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon). Les chiffres en gras indiquent le meilleur résultat pour le descripteur concerné.	153
Tableau 55 :	Bilan global des 4 modalités d'ISCR et de la modalité de séquestration par ajout de compost au regard des critères agronomiques (implantation et rendement) et sanitaires (concentrations en CLD et transfert sol – plantes) suivis lors de l'essai en plein champ de la parcelle de nitisol.	156
Tableau 56 :	Résultats agronomiques (moyenne ± écart-type, n = 4) de la culture de radis menée sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.	157
Tableau 57 :	Résultats agronomiques (moyenne ± écart-type, n = 20) de la culture de concombres menée sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.	157
Tableau 58 :	Aires de pic relatives de la CLD et ses dérivés dans les échantillons d'eau utilisée au CAEC pour l'irrigation en serre des radis et concombres.	159

Tableau 59 : Concentrations en chlordécone et 5b-H-CLD (moyenne \pm écart-type, n = 4 échantillons composites regroupant chacun 25 individus pour les radis) mesurées par le LDA 26 dans les radis cultivés en serre sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.....	159
Tableau 60 : Concentrations en chlordécone et 5b-H-CLD (moyenne \pm écart-type, n = 4 échantillons composites regroupant chacun 4 individus pour les concombres) mesurées par le LDA 26 dans les concombres cultivés en serre sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.	160
Tableau 61 : Éléments financiers relatifs aux divers amendements testés.	161

1. Introduction

Dans le cadre de ses missions de Service public, le BRGM apporte depuis 2010 ses compétences au Ministère de l'Écologie, du Développement durable et de l'Énergie pour étudier la faisabilité de décontaminer les sols antillais dont les teneurs en chlordécone (CLD) posent de sérieux problèmes environnementaux. En effet, la contamination par la CLD des eaux souterraines et superficielles et d'organismes terrestres et aquatiques continentaux et marins est suspectée d'engendrer des effets sur la santé humaine (Multigner *et al.*, 2010 ; Dallaire *et al.*, 2012 ; Kadhel *et al.*, 2014).

Des travaux de recherche en laboratoire ont été réalisés par le BRGM sur les trois principaux types de sols antillais concernés par la contamination par la chlordécone. Six mois de traitement par réduction chimique (mécanisme principal du procédé d'*In Situ* Chemical Reduction, ISCR) avec l'amendement Daramend® permettent de diminuer de 74 % la teneur initiale en chlordécone du nitisol, de 71 % celle du ferralsol, et de 22 % celle de l'andosol (Dictor *et al.*, 2011).

Le Service de la Prévention des Nuisances et de la Qualité de l'Environnement de la Direction Générale de la Prévention des Risques du Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie a demandé au BRGM de valider sur le terrain aux Antilles les résultats des études en laboratoire. Le présent rapport détaille les résultats obtenus suite à la mise en œuvre de différentes modalités d'ISCR lors d'essais en plein champ sur un nitisol et un sol alluvionnaire de bananeraie en Martinique.

Deux volets distincts mais complémentaires ont été traités. Le premier consiste en des suivis physico-chimiques détaillés focalisés sur le suivi du potentiel redox et des concentrations en chlordécone et produits de dégradation dans les sols (et les eaux du sol pour certains essais). Le second volet, mené en collaboration avec le CIRAD et l'IRD, consiste en un suivi agronomique et sanitaire de trois espèces de plantes cultivées sur les parcelles témoins et traitées de chacun des deux types de sol testés.

Cette étude est réalisée dans le cadre des opérations de Service public du BRGM 2010 10POLA27 correspondant à la convention MEDDE / DGPR n° 2100598309 intitulée : « Décontamination de sols pollués à la chlordécone : essai de remédiation *in situ* de sols contaminés aux Antilles ».

2. Matériel et méthodes du volet physico-chimique

2.1. MISE EN ŒUVRE DE LA MÉTHODE ISCR LORS DES 2 ESSAIS SUR LA 1^{ÈRE} PARCELLE DE NITISOL

2.1.1. Choix de la parcelle

La parcelle d'étude est une bananeraie située en Martinique à une altitude de 71 m, environ 15 km au nord-est de Fort-de-France (Illustration 1). À la demande du propriétaire, le nom de l'exploitation et les coordonnées précises ne sont pas communiqués.



Illustration 1 : Parcelle de nitisol : localisation géographique (image de gauche, échelle : 1/250 000) et vue aérienne (image de droite).

Le choix de la parcelle a été guidé par plusieurs critères :

- la nature du sol : il s'agit d'un nitisol, sol pour lequel l'efficacité du traitement ISCR[®] a été démontrée en laboratoire (Dictor *et al.*, 2011) ;
- la contamination avérée en chlordécone du sol sur l'horizon 0 - 40 cm, $0,71 \pm 0,26$ mg/kg, $n = 24$ (Illustration 2). Cette contamination rendrait déconseillée la culture de différentes productions vivrières sur cette parcelle (Cabidoche & Lesueur-Jannoyer, 2012) ;
- la motivation du propriétaire terrien, très volontariste dans la mise en œuvre du projet.

D'autres caractéristiques de la parcelle sont intervenues dans la sélection, e. g. la possibilité de mise en jachère du terrain pour toute la durée de l'étude et la disponibilité en eau pour faciliter l'irrigation.



Illustration 2 : Teneurs en chlordécone des sols prélevés le 28/01/13 sur la parcelle de nitisol.

L'année avant le lancement des travaux, la parcelle était en jachère avec une implantation de crotalaire.

2.1.2. Modalités de traitement et amendements utilisés

Le procédé d'ISCR utilise classiquement l'amendement Daramend®, constitué pour l'étude par un mélange de luzerne (60 %) et de Fer Zéro Valent (FZV ; 40 %) acheté à la société américaine FMC. D'autres amendements ont été testés pour mieux comprendre le rôle respectif de la matière organique et inorganique, mais aussi pour concevoir un traitement optimisé pour le contexte antillais avec l'emploi de la bagasse, une matière première locale correspondant au résidu de la canne à sucre après extraction du jus. En plus du Daramend® standard, 2 autres amendements analogues ont été étudiés : le Daramend® bagasse (également conçu par FMC, 60 % de bagasse, 40 % de FZV) et le mélange bagasse/FZV (conçu par le BRGM ; 60 % de bagasse, 40 % de FZV). Deux autres amendements constitués uniquement de FZV ont été testés, avec une granulométrie relativement « grossière » (30 % < 50 µm) ou « fine » (98 % < 50 µm). Des photographies de ces divers amendements sont fournies à l'illustration 4.

La surface de la parcelle (1 000 m²) a été divisée en 6 sous-parcelles de 105 m² (15 m x 7 m) chacune en vue de tester 6 modalités différentes : une modalité témoin où il n'y a eu ni travail du sol ni incorporation d'amendement, et 5 modalités de traitement ayant chacune un amendement spécifique (Illustration 3).

Les modalités ont été disposées de manière aléatoire, chaque modalité étant séparée par des bordures de 2 m de large sur toute leur longueur, et d'au moins 1 m de large sur leur largeur. Ces bordures permettent d'éviter le charriage des amendements sur les modalités voisines lors de l'incorporation.

P1	P2	P3	P4	P5	P6
FZV « grossier »	Témoin	Daramend®	Daramend®	FZV fin	Bagasse/FZV
Lövink		Standard	bagasse	Dousselin	
Pologne		FMC	FMC	France	BRGM

Illustration 3 : Disposition des modalités sur la parcelle de nitisol.



Illustration 4 : Photographies des produits appliqués pour chacune des modalités de traitement.

Pour caractériser la granulométrie des deux poudres de FZV utilisées, un tamisage à sec a été effectué avec pesée des fractions successives (Tableau 1). Le FZV fourni par Lovink Technocast b.v (7060 AA terborg, Netherlands, qui l'importe de Pologne) présente une granulométrie « grossière » avec un mélange constitué de 38,1 % (pourcentage donné par rapport à la masse totale) de particules entre 250-400 µm, 12,4 % entre 160-250 µm, 17,5 % entre 50-160 µm et 30,3 % avec une granulométrie inférieure à 50 µm. Le second fer zéro-valent, fourni par Dousselin (poudre de fer NC 100.24 ; Dousselin & Geoffroy-Jacquet Réunion, 69270 Couzon au Mont D'Or) présente une granulométrie plus homogène et plus fine, avec 98,4 % de particules inférieurs à 50 µm. Des mesures complémentaires par granulométrie laser ont montré que les fractions < 50 µm des fournisseurs Lovink et Dousselin étaient constituées de 90 % de particules entre 48 à 50 µm et de 10 % entre 6 et 16 µm.

Fournisseur	Pourcentage (%) de la fraction				
	> 400 µm	250-400 µm	160-250 µm	50-160 µm	< 50 µm
FZV Lövink « grossier »	1.7	38.1	12.4	17.5	30.3
FZV Dousselin « fin »	0.0	0.0	0.0	1.6	98.4

Tableau 1 : Granulométrie des amendements en fer zéro valent utilisés lors de l'étude.

2.1.3. Application et incorporation des amendements

Deux essais de traitement ont été réalisés. Au lancement du 1^{er} essai (08/04/2013), 840 kg de chaque amendement ont été appliqués sur les modalités de traitement (correspondant à une dose de 2 % du poids sec du sol, surface égale à 105 m², profondeur de labour compris entre 35 et 40 cm, densité du sol sec = 1). La masse totale de chaque amendement a été incorporée par deux applications successives d'une demi-dose, avec un labour croisé après chaque application (3 en direction nord/sud et 3 en direction est/ouest). La rotobêche (Illustration 5) a été utilisée pour les modalités P1, P5 et P6, le rotoculteur (outil agricole développé par Adventus-FMC ; Illustration 6) pour les modalités P3 et P4. L'objectif de ces labours est d'obtenir une homogénéité optimale d'incorporation des amendements et de démotter l'horizon superficiel des sols.



Illustration 5 : Rotobêche (propriété CIRAD) utilisée pour l'incorporation des amendements sur les modalités P1, P5 et P6.



Illustration 6 : Rotoculteur (propriété FMC-Adventus) utilisé pour l'incorporation des amendements sur les modalités P3 et P4.

Le FZV a été appliqué sur les modalités P1, P5 et P6 à l'aide de seaux percés (10 L, trous de 5 mm de diamètre ; Illustration 7), la bagasse sur P6 a été étalée manuellement à partir de poubelles de 80 L, l'incorporation se faisant ensuite à la rotobêche (Illustration 8). Enfin, les traitements Daramend® (P3 et P4) ont été étalés à l'aide de pelles et de râpeaux, après dépôt des big bags au centre de ces modalités (illustration 9) ; 300 kg de chaux vive à 52 % de CaO ont également été apportés sur les modalités P3 et P4 pour atteindre le pH recommandé par FMC, de l'ordre de 6,5 (la masse de chaux à ajouter a été calculée suite à des essais de laboratoire permettant de remonter le pH à la valeur souhaitée).



Illustration 7 : Application manuelle du FZV (P1 et P5).



Illustration 8 : Incorporation du mélange bagasse + FZV par la rotobêche (P6).



Illustration 9 : Dépôt et étalement du Daramend® bagasse (P3).

Pour le 2^{ème} essai lancé le 24/06/2013 sur les même parcelles, les doses apportées ont été modifiées : 4 % pour les modalités P1 et P5 (320 kg de FZV sur une surface de 20 m²) et 6 % pour les modalités P3, P4 et P6 (2 520 kg d'amendements sur une surface de 105 m²). Les surfaces de P1 et P5 ont été réduites à cause des faibles quantités de FZV qui restaient disponibles ; la profondeur de labour est restée inchangée (entre 35 et 40 cm de profondeur). L'application et l'incorporation des amendements se sont faites de la même manière que pour le 1^{er} essai de traitement.

Le tableau 2 ci-après résume l'ensemble des apports d'amendements effectués sur la parcelle.

N° parcelle	Traitement	Cycle(s) - Apport(s) d'amendements	Composition amendement - caractéristiques
P2	Témoïn 1 (105m ²)	Aucun apport	
P3	Daramend Bagasse (105m ²)	Cycle 1 : 2% le 08 Avril 2013 + 300 kg de chaux Cycle 2 : 6% le 24 Juin 2013 + 300kg de chaux Fin le 27 septembre 2013	- Amendement prêt à l'emploi de la société Adventus : 30 % Fer zero valent 70% Bagasse - Chaux broyé 1/3mm : calcaire broyé contenant 52%CaO
P4	Daramend Standard (105m ²)	Cycle 1 : 2% le 08 Avril 2013 + 300 kg de chaux Cycle 2 : 6% le 24 Juin 2013 + 300kg de chaux Fin le 27 septembre 2013	- Amendement prêt à l'emploi de la société Adventus : 30 % Fer zero valent 70% Luzerne - Chaux broyé 1/3mm : calcaire broyé contenant 52%CaO
P6	Bagasse+Fer (105m ²)	Cycle 1 : 2% le 08 Avril 2013 + 300 kg de chaux Cycle 2 : 6% le 24 Juin 2013 + 300kg de chaux Fin le 27 septembre 2013	30 % Fer zéro valent "grossier" Lovink 70% Bagasse de la distillerie Saint James
P7	Matière organique ou compost (105m ²)	Apport 9,6% le 13/12/13 (4,050 tonnes)	Végéthumus ® (Fumiers de moutons, assemblage de tourteaux végétaux compostés, Magnésium)
P8	Témoïn 2 (90 m ²)	Aucun apport	
PA	Fer "grossier" Lovink (70m ²)	2,8 % le 13/11/13 Fin le 20/12/13	100% Fer "grossier" Lovink. 19%<50µm. Origine : Pologne

Tableau 2 : Codifications des 7 modalités de traitement, apports d'amendements effectués et composition de ces amendements.

2.1.4. Compaction

Une modification importante du protocole a été appliquée pour le 2^{ème} essai : une légère compaction du sol a été réalisée après les labours d'incorporation par passage d'un tracteur agricole à une vitesse d'avancement estimée à 0,5 km/h.

2.1.5. Irrigation

L'apport d'eau au sol se fait par un système d'irrigation constitué de lignes d'aspersion, parallèles les unes aux autres, le long de la parcelle (Illustration 10). Sur chacune des lignes d'aspersion sont fixés 10 asperseurs rotatifs espacés de 10 m. Le rayon d'irrigation de chaque asperseur est de 5 m. Du 08/04 au 23/05/2013, 2 lignes d'aspersion assuraient un débit moyen en fonctionnement de 5,2 mm/h (\pm 2,4 mm/h, n = 21, 79 minutes d'irrigation). À partir du 23/05/2013, 3 autres lignes d'aspersion ont été installées assurant ainsi un débit moyen en fonctionnement de 10,9 mm/h (\pm 1,3 mm/h, n = 12, entre 65 et 83 minutes d'irrigation selon la parcelle). La mesure de débit a été faite à partir des volumes d'eau recueillis dans des barquettes disposées au hasard sur toute la parcelle d'étude. Un pluviomètre (marque : Benoit Plastique ; modèle : SPIEA à lecture directe ; volume max : 100 mm ; fournisseur : Martinique Irrigation) a également été installé sur la parcelle. Afin de conserver l'humidité du sol et de réduire les échanges gazeux (dont l'oxygène) avec l'atmosphère, des bâches imperméables ont été étendues au-dessus de chaque modalité (Illustration 10).



Illustration 10 : Irrigation avec 5 lignes d'aspersion et bâchage des modalités après irrigation.

2.1.6. Chronologie des actions et prélèvements

La phase d'anaérobie du 1^{er} essai s'est terminée le 20/06/2013 par le labour de l'ensemble des modalités déclenchant le passage en conditions d'aérobie.

La phase d'anaérobie du 2^{ème} essai s'est terminée de la même manière le 27/09/2013.

Le tableau 3 résume l'ensemble des actions menées sur la parcelle.

<i>Date de 2013</i>	<i>Action</i>
19 mars	<i>Labour de l'ensemble de la parcelle d'étude (P1 à P6)</i>
8 avril	<i>Lancement de l'essai 1</i>
10 - 11 avril	<i>T0 (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)</i>
12 avril	<i>Irrigation : 44 mm (2 lignes d'aspersion, 8,5 heures d'irrigation)</i> <i>Bâchage de toutes les modalités</i>
3 mai	<i>Débâchage de toutes les modalités</i> <i>Irrigation : 98 mm (5 lignes d'aspersion, 6,5 heures d'irrigation)</i> <i>Bâchage de toutes les modalités</i>
20-21 juin	<i>Débâchage de toutes les modalités</i> <i>T1 (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)</i>
20 juin	<i>Labour des modalités de traitement</i>
24 juin	<i>Lancement de l'essai 2</i>
25 juin	<i>Irrigation : 33 mm (5 lignes d'aspersion, 3 heures d'irrigation)</i>
26 juin	<i>Irrigation : 44 mm (5 lignes d'aspersion, 4 heures d'irrigation)</i>

27 juin	<i>Irrigation : 11 mm (5 lignes d'aspersion, 1 heure d'irrigation)</i> <i>Bâchage de toutes les modalités</i>
18 juillet	<i>Débâchage</i> <i>T2 (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)</i> <i>Bâchage de toutes les modalités</i>
22 juillet	<i>Débâchage</i> <i>Irrigation : 33 mm (5 lignes d'aspersion)</i>
23 juillet	<i>Irrigation : 33 mm (5 lignes d'aspersion)</i> <i>Bâchage de toutes les modalités</i>
29 août	<i>Débâchage</i> <i>T3 (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)</i>
26 septembre	<i>T4 (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)</i>
27 septembre	<i>Labour de l'ensemble des modalités (P1 à P6)</i>

Tableau 3 : Historique des principales opérations réalisées pour les deux premiers essais sur la parcelle de nitisol.

2.2. MISE EN ŒUVRE DE LA MÉTHODE ISCR LORS DE L'ESSAI SUR LA 2^{ÈME} PARCELLE DE NITISOL

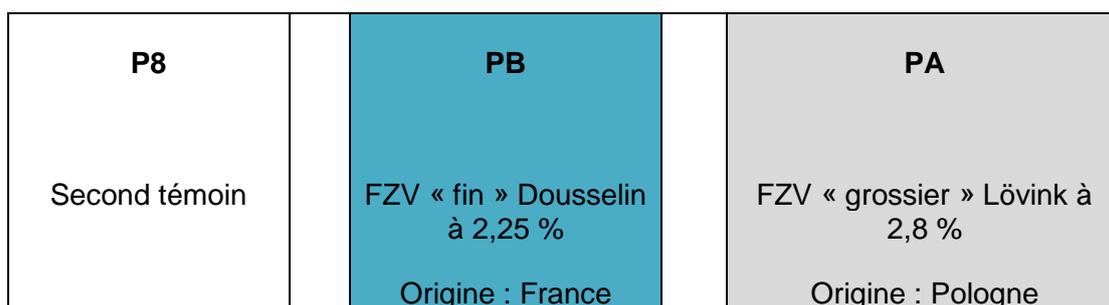
2.2.1. Choix de la parcelle

À la fin du 2^{ème} essai décrit ci-dessus, les superficies disponibles des modalités FZV « fin » et FZV « grossier » sur la parcelle n'étaient pas suffisantes pour y permettre la partie agronomique de l'étude avec les 3 cultures choisies, radis, concombre et patates douces. Un nouveau traitement par ces deux amendements a donc été lancé en octobre 2013 sur une surface de 250 m² (5,5 m de large sur 46 m de long) mitoyenne de la parcelle des modalités P4 (Daramend standard), P5 (FZV « fin ») et P6 (mélange FZV « grossier » / bagasse) de la parcelle d'étude précédente. Des jeunes vitroplants de bananiers, de 30 à 40 cm de haut, étaient implantés dans le sol au moment du choix du terrain. Ces plants ont été déterrés puis du Glyphosate (Touch Down System 4) a été pulvérisé manuellement sur la zone d'étude le 14 octobre 2013.

Les deux nouvelles modalités de traitement ont été codées PA, FZV « grossier » (18,2 m * 5,5 m = 100 m²) et PB, FZV « fin » (14,5 m * 5,5 m = 80 m²). Leur superficie a été déterminée en fonction des stocks de FZV qui restaient disponibles. Les 2 modalités sont séparées par une bande de 2 m de large et 5,5 m de long pour éviter le charriage des amendements dans la modalité voisine lors de l'incorporation du FZV et pendant les manœuvres du tracteur (Illustration 11).

Le niveau de contamination en CLD à T₀ dans PA (1,50 ± 0,16 mg/kg, n = 6, 24 octobre 2013) et PB (1,35 ± 0,13 mg/kg, n = 6, 24 octobre 2013) s'est révélé nettement supérieur à celui de la première zone traitée (modalités P1 à P6, 0,71 ± 0,26 mg/kg lors de la prospection du 28/01/2013, n = 24, horizon 0 - 40 cm), et en particulier de la modalité témoin P2 de la zone d'étude précédente (0,88 ± 0,23 mg/kg, n = 30, du 10/04 au 26/09/2013).

La parcelle témoin P8, adjacente à la modalité PB, a donc été ajoutée au dispositif le 27 janvier 2014 pour offrir un niveau de contamination plus semblable à PA et PB avant traitement que le témoin de l'essai initial, P2. Cette précaution visait surtout à disposer d'un témoin le plus approprié possible pour le calcul ultérieur des taux de transfert de CLD du sol vers les plantes cultivées sur ces deux nouvelles modalités (cf. 6.1.4). Le niveau de contamination en CLD de P8 (1,03 ± 0,28 mg/kg, n = 6, 31 janvier 2014) s'est révélé moins fort qu'attendu (vu sa proximité avec PA et PB). Il se confirme toutefois plus proche des valeurs de PA et PB avant traitement que ne le sont les valeurs de P2.



Echelle :  7 m

Illustration 11 : Disposition des modalités P8, PB et PA créées dans la 2^e parcelle de nitisol.

Entre le 23 octobre (enlèvement de la biomasse morte) et le 13 novembre 2013 (ajout des amendements d'ISCR), 4 labours de 5 passages chacun (horizon 0 - 40 cm) à la rotobèche ont été réalisés à 4 dates différentes, dans le sens est-ouest. Ces labours avaient pour objectif d'obtenir un sol suffisamment sec pour réduire la taille des mottes de terre et optimiser ainsi l'efficacité du traitement. Lors de passages pluvieux, la parcelle était bâchée pour éviter la réhumidification du sol qui engendrerait des difficultés lors de l'incorporation ultérieure des amendements.

2.2.2. Application et incorporation des amendements

Le cycle de traitement a été lancé le 13 novembre 2013. Juste avant l'application du FZV, un sixième labour (1 passage, horizon 0 - 40 cm) a été réalisé pour émietter le plus finement possible le sol.

1 120 kg de FZV « grossier » ont été appliqués sur la modalité PA, ce qui correspond à une dose de 2,8 % en poids sec du sol (surface égale à 100 m², profondeur moyenne d'incorporation de 40 cm).

725 kg de FZV « fin » ont été appliqués sur la modalité PB correspondant à une dose de 2,3 % en poids sec du sol (surface égale à 80 m², même profondeur d'incorporation que pour PA). La différence de dose entre les deux granulométries de FZV n'était pas souhaitée mais s'est révélée nécessaire vu les masses de matière première restant disponibles et les superficies nécessaires en prévision des mises en culture ultérieures.

Les modalités d'incorporation de ces amendements sont restées les mêmes que celles décrites pour le 2^{ème} essai.

2.2.3. Compaction

À la fin de l'incorporation, le sol a été compacté par 6 passages successifs du tracteur équipé de la rotobêche, protocole identique à celui utilisé pour le 2^{ème} essai de la 1^{ère} parcelle (cf. 2.1.4).

2.2.4. Irrigation

Le système utilisé a été décrit précédemment en 2.1.5. La lame d'eau totale apportée a été de 195 mm sur les 12 semaines de traitement, soit l'équivalent de 10 semaines d'irrigation classique en culture bananière dans la zone d'étude, ou bien d'un mois de pluie en période « humide » (cf. Tableau 4).

Du	Au	Pluie (mm)
16/04/2013	29/04/2013	320
29/04	24/05	161
24/05	01/07	406
01/07	30/07	212
30/07	30/08	165
30/08	26/09	233
26/09	28/10	183
28/10	28/11	194
28/11	20/12	140

Tableau 4 : Relevé pluviométrique sur la parcelle de nitisol entre le 16/04 et le 20/12/2013 ; la période classiquement « humide » couvre de juillet à octobre (valeurs en italique).

Afin de conserver l'humidité du sol et de réduire les échanges gazeux (dont l'oxygène) avec l'atmosphère, des bâches imperméables ont été étendues à la surface du sol après chaque phase d'irrigation.

2.2.5. Chronologie des actions et prélèvements

L'historique des principales actions menées sur les modalités PA, PB et P8 est résumé au tableau 5.

Date	Action
14 octobre	Passage du Glyphosate (Touch Down System 4)
23 octobre	Enlèvement au râteau de la matière organique morte et labour de la nouvelle surface d'étude pour PA et PB
24 octobre	T0 (prélèvements de sols pour analyse CLD et dérivés, mesures de potentiel redox) ; installation des lignes d'irrigation Bâchage des 2 modalités
29 octobre	Débâchage des 2 modalités ; labour : 2 passages ; bâchage
05 – 08 novembre	3 labours d'un passage chacun
13 novembre	Incorporation des amendements et mise en place des bougies poreuses dans PA et PB
14 novembre	Irrigation : 46 mm
15 novembre	Irrigation : 46 mm ; bâchage
18-19 novembre	1 ^{ère} mise en dépression des bougies poreuses. Eau jetée
19-21 novembre	2 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses : T1 eaux
21 novembre	Débâchage pour T1 (prélèvements de sols pour analyse CLD et dérivés, mesures de potentiel redox)
22 novembre	Irrigation : 40 mm ; bâchage
28 novembre	Mesures de potentiel redox dans PA et PB
02-04 décembre	3 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses : T2 bis
03 décembre	Débâchage pour T2 (prélèvements de sols pour analyse CLD et dérivés, mesures de potentiel redox) ; rebâchage
04 décembre	Débâchage
06 décembre	Irrigation : 33 mm ; bâchage
13 décembre	Mesures de potentiel redox dans PA et PB
16 décembre	Débâchage puis irrigation de 33 mm suivie de rebâchage
17-19 décembre	4 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses : T3 bis
19 décembre	Débâchage pour T3 (prélèvements de sols pour analyse CLD et dérivés, mesures de potentiel redox)
20 décembre	Labour des modalités PA et PB : 4 passages
15 janvier 2014	Labour des modalités P1 à P7, PA et PB : 3 passages
27 janvier	Labour de la modalité P8 : 4 passages
29 janvier	Plantation des concombres dans PA et P8
31 janvier	Prélèvements de sols et mesures de potentiel redox dans PA pour mesures de T0 avant les plantations
	Semis des radis et repiquage des patates douces dans PA et P8
05 février	Prélèvements de sols dans PB pour suivre l'évolution de la concentration en CLD en phase aérobie

Tableau 5 : Historique des principales opérations réalisées pour l'essai sur la deuxième parcelle de nitisol.

2.3. MISE EN ŒUVRE DE LA MÉTHODE ISCR LORS DES 2 ESSAIS SUR LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE

2.3.1. Choix de la parcelle

Pour tester la robustesse des résultats obtenus sur la parcelle de nitisol, une seconde parcelle plus contaminée et localisée en contexte alluvionnaire, largement représenté dans les bananeraies de la plaine du Lamentin, a fait l'objet entre mars et mai 2014 d'un traitement ISCR, suivi d'une étude agronomique en serre entre octobre 2014 et mai 2015.

Localisée au lieu-dit « Union » à 10 km à l'est de Fort-de-France, dans l'ancien lit de la rivière Lézarde (Illustration 12), la parcelle est caractérisée par un sol de type alluvionnaire, une topographie relativement plane et une exploitation en bananeraie.

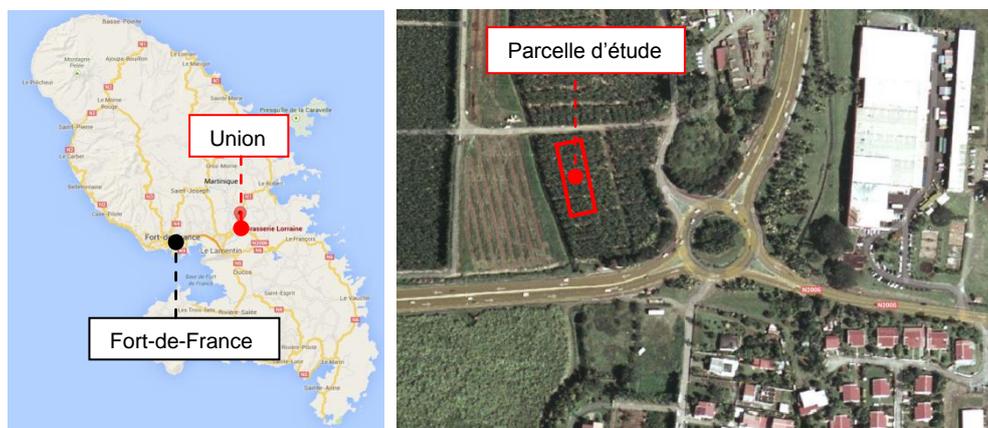


Illustration 12 : Parcelle alluvionnaire : localisation géographique (image de gauche) et vue aérienne (photographie de droite).

Le propriétaire terrien a mis à disposition une surface d'environ 1 300 m² (48 m de long sur 27 m de large) en jachère depuis juillet 2013. La parcelle est délimitée par une trace (d'environ 2 m de largeur), elle-même longée par une rivière, la route N1 au sud et un chemin d'accès au nord.

Des prélèvements de sol dans l'horizon 0 - 40cm ont été réalisés le 20 mars 2014 pour connaître les caractéristiques pédologiques et la contamination initiale du sol en CLD et dérivés. En prévision des tests à effectuer, la parcelle a été divisée en 6 zones d'égale superficie destinées chacune à une modalité de traitement.

Pour connaître le niveau de contamination initial, 9 échantillons composites constitués chacun de 4 sous-échantillons indépendants ont été analysés. Le niveau de contamination en CLD dans l'horizon 0 - 40 cm à T0 (20/03/2014, avant traitement) est de $2,09 \pm 0,27$ mg/kg (en moyenne \pm écart-type, n = 9).

La parcelle d'étude présente donc bien une plus forte contamination avant traitement que la parcelle de nitisol étudiée auparavant : $0,71 \pm 0,26$ mg/kg, n = 24, et $1,43 \pm 0,16$ mg/kg, n = 12 pour l'extension aux modalités PA et PB.

2.3.2. Modalités de traitement et amendements utilisés

Le 1^{er} octobre 2013, le sol a été labouré à la herse rotative (1 passage dans le sens nord-sud, horizon 0 - 30 cm) afin de nettoyer la parcelle des ficelles enterrées dans le sol et des souches de bananiers toujours présentes. Les mottes de terre générées par le passage de la herse rotative ont ensuite été fragmentées par le passage de la rotobèche (1 passage dans le sens nord-sud, horizon 0 - 40 cm).

Les labours de la parcelle ont également permis d'aplanir la surface du sol. En effet, la pratique agricole bananière sur ce type de sol consiste à créer une topographie assez nettement bombée - carreau bombé - de manière à favoriser le drainage de l'eau vers des canaux latéraux.

Un pluviomètre (fournisseur : Martinique Irrigation, marque : Benoit Plastique, modèle SPIEA à lecture directe, volume max : 100 mm) a été installé sur la parcelle.

Le lancement des travaux, initialement prévu en octobre 2013, a dû être reporté en mars 2014 à cause des fortes précipitations pendant la période d'octobre 2013 à fin février 2014 (Tableau 6). La très forte humidité du sol le rendait impossible à labourer ; le passage du tracteur entraînait une baisse de niveau du sol pouvant atteindre 25 cm et des flaques se formaient à l'intérieur de la parcelle après les passages pluvieux.

Du	Au	Pluie (mm)
16/10/2013	28/10/2013	116
28/10	29/11	207
29/11	20/12	106
20/12/2013	31/01/2014	219
31/01	28/02	146
28/02	01/04	49
01/04	06/05	99
06/05	28/05	36

Tableau 6 : Relevé pluviométrique d'octobre 2013 à mai 2014 pour la parcelle de sol alluvionnaire sise au lieu-dit Union.

La surface de la parcelle a été divisée en 5 modalités de 60 m² chacune (12 m x 5 m, modalités : P1, P2, P3, P4 et P6) et 1 modalité de 28 m² (5,6 m x 5 m, modalité : P5). La surface de la modalité P5 est plus faible que celle des autres modalités à cause de la faible quantité de matière première (Daramend bagasse) disponible. La modalité « FZV fin » testée sur nitisol n'a pu être incluse ici faute de matière première.

Les modalités ont été disposées de manière à faciliter la manutention des amendements et éviter les contaminations croisées. Chaque modalité est séparée par des bordures de 2 m de large sur leur longueur et de 3 m de large sur leur largeur pour éviter le charriage des amendements sur les modalités voisines lors de l'incorporation (Illustration 13).

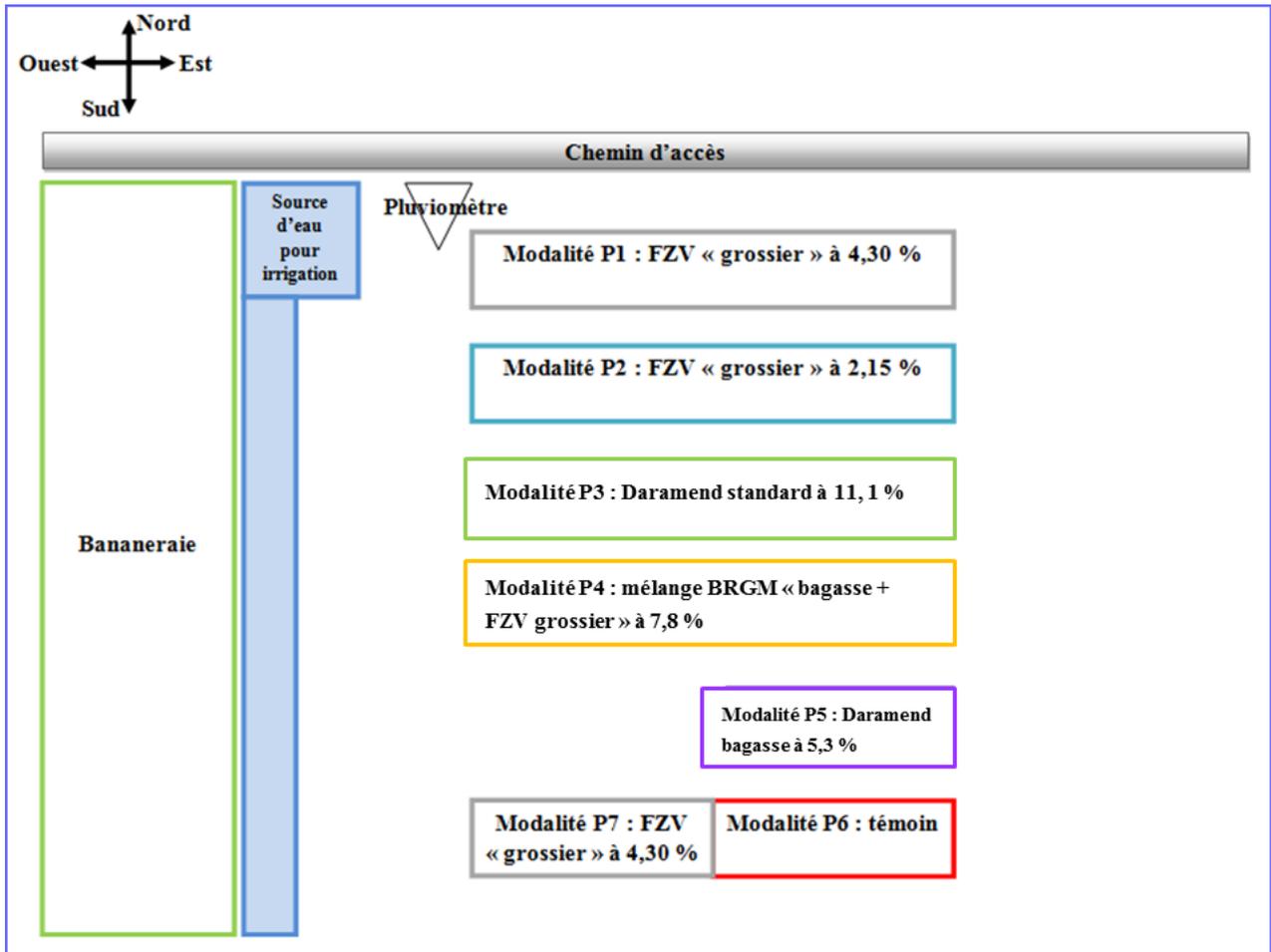


Illustration 13 : Schéma de la disposition des modalités à Union.

2.3.3. Application et incorporation des amendements

Deux essais de traitement ISCR ont été réalisés.

Le 1^{er} essai de traitement ISCR a été lancé le 25 mars 2014.

Les modalités de traitement ont reçu chacune un amendement spécifique, en visant toutefois à avoir autant que possible les mêmes pourcentages de FZV ajoutés par rapport à la masse sèche de sol sur l'horizon 0 - 40 cm. Les modalités ont été labourées au motoculteur (1 passage nord - sud) et à la rotobèche (1 passage nord - sud et 1 passage est - ouest) après l'application de la première demi-dose, et uniquement à la rotobèche après la 2^e application (1 passage nord - sud et 1 passage est - ouest). Les observations sur le terrain ont en effet montré que l'incorporation des amendements à la rotobèche était plus efficace (émiettement fin du sol, rapidité, profondeur d'incorporation) que par le motoculteur. La vitesse estimée d'avancement du tracteur était de 0,5 km/h. L'arbre moteur entraînant la rotobèche tournait à 5 000 tr/min. Le sol charrié en dehors de la modalité par les labours a été remis sur la modalité avant le dernier passage de labour.

Chacune des modalités de traitement est décrite ci-dessous :

- modalité P1 : FZV « grossier » ajouté à raison de 4,30 % en poids sec par rapport à la masse sèche de sol sur l'horizon 0 - 40 cm ;
- modalité P2 : FZV « grossier » à 2,15 % ; cette dose 2 fois plus faible qu'en P1 visait à tester l'effet « dose de FZV » ;
- modalité P3 : Daramend standard (composé à 40 % de FZV et à 60 % de luzerne) à 5,6 % (1^{er} essai) + 5,5 % (2^{ème} essai) = dose totale de 11,1 %, soit 4,4 % en FZV ;
- modalité P4 : Mélange FZV « grossier » / bagasse S^T-James (ratio 30 / 60 en masse) à 7,8 %, soit 2,2 % de FZV ; la masse de FZV restant disponible ne permettait pas de traiter la surface de la modalité à une dose de 4,3 % ;
- modalité P5 : Daramend bagasse (composé à 40 % de FZV et à 60 % de bagasse origine Brésil) à 5,3 %, soit 2,2 % en FZV ;
- modalité P6 : témoin, aucun apport d'amendement ;
- modalité P7 : FZV « grossier » à 4,3 %.

La modalité P7 correspond à la moitié de la superficie de la modalité témoin P6 et a été utilisée pour le 2^{ème} essai de traitement avec le FZV (voir plus loin).

Modalités avec seulement le FZV

775 kg et 391 kg de FZV « grossier » ont respectivement été appliqués dans les modalités P1 et P2 correspondant à un dosage à 4,30 % et 2,15 % en poids sec du sol (surface égale à 60 m², profondeur moyenne d'incorporation de 30 cm à la rotobêche).

Modalités avec les Daramend

Pour les modalités avec les Daramend, un prétraitement des amendements a été nécessaire. Suite au stockage de 12 mois en conditions extérieures très humides et malgré l'emballage censé protéger le contenu des big bags de Daramend, des tâches de rouille étaient visibles à la surface des big bags (Illustration 14) suggérant une détérioration de la qualité des amendements (oxydation du FZV). Avant le lancement des travaux, les big bags ont été découpés pour en sélectionner la matière active non visiblement oxydée et la reconditionner dans des sacs plastiques.





Illustration 14 : État des amendements Daramend standard (2 photos du haut) et Daramend bagasse (2 photos du bas) à la surface (gauche) et à l'intérieur (droite) des bigs bags lors du lancement des travaux.

1 002 kg de Daramend standard et 441 kg de Daramend bagasse ont été appliqués dans les modalités P3 et P5 correspondant à un dosage respectif à 5,6 % et 5,3 % en poids sec du sol (surface égale à 60 m² pour la modalité 3 et de 28 m² pour la modalité 5, profondeur moyenne d'incorporation de 30 cm à la rotobêche).

Par ailleurs, 156 kg et 40 kg de chaux vive à 52 % CaO ont été apportés sur les modalités P3 (surface : 60 m²) et P5 (surface : 28 m²) pour remonter le pH du sol, comme recommandé par FMC, détenteur du brevet d'ISCR.

Pour le Daramend standard, partant d'un pH de $5,50 \pm 0,15$ ($n = 3$), cet ajout de chaux a effectivement permis d'atteindre au premier temps de mesure (9 jours après incorporation) un pH de $6,37 \pm 0,13$ ($n = 3$). Pour le Daramend bagasse, partant d'un pH de $5,45 \pm 0,09$ ($n = 3$), cet ajout de chaux a permis d'atteindre un pH de $5,84 \pm 0,11$ ($n = 3$), 9 jours après incorporation.

Modalité avec le mélange BRGM bagasse – FZV « grossier »

387 kg de FZV « grossier » et 1 025 kg de bagasse ST-James ont été appliqués dans la modalité P4 correspondant à un dosage en FZV « grossier » à 2,15 % et un total à 7,8 % en poids sec du sol (surface égale à 60 m² profondeur moyenne d'incorporation de 20 cm de profondeur au motoculteur et de 30 cm de profondeur à la rotobêche).

2.3.4. Compaction du sol

Après l'incorporation de tous les amendements dans le sol, les modalités ont été compactées par 1 passage du tracteur équipé de la rotobêche (masse du tracteur : 8 500 kg, masse de la rotobêche : entre 850 et 1 000 kg). Cette phase de compaction permet également de re-niveler le sol, en gommant les dénivelés de 10 - 15 cm créés par le labour à la rotobêche.

2.3.5. Irrigation

L'apport d'eau d'irrigation s'est fait par un système de 4 lignes d'aspersion espacées d'environ 3,5 m chacune et parallèles les unes aux autres. Le système d'irrigation est alimentée par une motopompe Mitsubishi GM 182 (fournisseur : Gamm Vert, débit max : 500 L/min, puissance max : 4,4 kW, 3 600 rpm) qui prélève dans la ravine longeant la parcelle et qui serpente au milieu des bananeraies de la zone (Illustration 15).



Illustration 15 : Motopompe utilisée pour le prélèvement d'eau dans la ravine bordant la parcelle et asperseurs d'irrigation en fonctionnement sur la parcelle.

Sur chacune des lignes d'aspersion sont fixés 5 asperseurs rotatifs espacés de 10 m. Le rayon d'irrigation de chaque asperseur est d'environ 5 m. Le débit moyen en fonctionnement était de $6,7 \pm 1,47$ mm/h, $n = 35$, mesuré sur une durée d'irrigation de 60 minutes à partir des volumes d'eau recueillis dans des barquettes disposées au hasard sur toute la parcelle d'étude.

La lame d'eau totale apportée a été de 199 mm en 5 épisodes journaliers d'irrigation (au début du traitement, du 26 au 28 mars, 116 mm ; au milieu du traitement, 07 au 08 avril, 83 mm) sur les 23 jours de traitement du 1^{er} essai. C'est l'équivalent de 7 à 10 semaines d'irrigation classique en culture bananière dans la zone d'étude ou d'un mois de pluie en période « humide » (Tableau 7).

Du	Au	Pluie (mm)
01/07/2014	30/07/2014	212
30/07	30/08	165
30/08	26/09	233
26/09	28/10	183

Tableau 7 : Relevé pluviométrique pendant la période « humide » (juillet à octobre 2013) effectué sur la parcelle de nitisol à 5 km au Nord de la parcelle Union

L'humidité du sol a été maintenue lors du 1^{er} essai en disposant au ras du sol des bâches imperméables après chaque série d'irrigation (Illustration 16). Ces bâches avaient également comme objectif de réduire les échanges gazeux (dont l'oxygène) avec l'atmosphère.



Illustration 16 : Couverture des modalités expérimentales par bâches après irrigation.

Le dispositif de bâchage s'est révélé insuffisant pour maintenir l'humidité du sol, contrairement aux essais menés dans la parcelle de nitisol. L'humidité du sol (par rapport au poids sec du sol) après l'irrigation du 26 au 27 mars (74 mm) était en moyenne de $38 \pm 2 \%$ ($n = 3$, horizon 0 - 30 cm) puis est descendue à $24 \pm 3 \%$ ($n = 18$, horizon 0 - 30 cm) 7 jours plus tard (3 avril 2014).

Cette chute de la teneur en eau du sol est attribuée aux fortes chaleurs de cette période qui ont asséché le sol tout autour de la parcelle d'étude et abaissé le niveau de la ravine.

La phase anaérobie du 1^{er} essai de traitement (en fait l'unique cycle imposé aux modalités P1, P2, P4 et P5 ; voir plus loin) s'est terminée le 17 avril 2014 par le labour à la rotobêche (1 passage dans le sens est-ouest et 1 passage dans le sens nord-sud) des 6 modalités.

2.3.6. Lancement d'un 2^e cycle pour la modalité Daramend standard et relance d'un 2^e essai d'1 cycle avec le FZV seul

Les valeurs redox dans les modalités de traitement au cours de la phase anaérobie du 25/03/2014 au 16/04/2014 se sont révélées (voir 5.7) beaucoup moins basses que celles obtenues dans les modalités du nitisol lorsque les baisses de concentration en CLD étaient significatives. Une irrigation et/ou une compaction insuffisantes(s) est/sont très probablement la/les causes de ces valeurs restées globalement positives. De telles valeurs redox présageant d'une absence d'effet sur la chlordécone, il a été décidé de relancer un nouveau cycle dans les modalités où les masses résiduelles d'amendement le permettaient. Ce fut le cas de la modalité Daramend standard sur la superficie complète de la modalité P3, et de la modalité P7 FZV « grossier » seul, mise en œuvre sur une zone correspondant à la moitié de la superficie de la parcelle témoin P6, cette dernière continuant à être suivie sans apport d'amendement.

La modalité P6 a été sélectionnée car c'était la seule surface disponible où le sol était suffisamment travaillé (émiettement fin du sol, absence de végétaux) pour mettre en œuvre une nouvelle modalité de traitement.

Le second cycle de traitement dans la modalité P3 (Daramend standard) et l'unique cycle P7 (FZV « grossier ») ont été lancés le 23 avril 2014.

Toutes les conditions pratiques d'incorporation des amendements (masse totale appliquée en 2 demi-doses selon des axes orientés à 90 ° l'un de l'autre selon la dose, seaux de 10 L percés de trous de 10 mm de diamètre pour le FZV grossier, incorporation par rotobêche...) sont restées identiques à celles décrites pour le 1^{er} essai sur cette parcelle de sol alluvionnaire.

a) Modalité P3 avec le Daramend standard

La modalité de traitement a été subdivisée en 6 zones d'application de superficies égales sur lesquelles les big bags étaient déposés. Le contenu de chaque big bag était étalé manuellement de la manière la plus homogène possible à l'aide de pelles et de râteliers. 996 kg de Daramend standard ont été appliqués dans la modalité P3 correspondant à un dosage à 5,5 % en poids sec du sol (surface égale à 60 m², profondeur moyenne d'incorporation de 30 cm).

Il n'y a pas eu d'application de chaux.

Modalité P7 avec le FZV

385 kg de FZV « grossier » ont été appliqués dans la modalité P7 subdivisée en 3 zones d'application de superficies égales correspondant à un dosage à 4,3 % en poids sec du sol (surface égale à 30 m², profondeur moyenne d'incorporation de 30 cm).

Compaction

Après l'incorporation de tous les amendements dans le sol, les modalités ont été compactées par 4 passages du tracteur équipé de la rotobêche (poids total : environ : 9 450 kg).

Irrigation

Le système d'irrigation est alimentée par une motopompe Mitsubishi GM 182 (fournisseur : Gamm Vert, débit max : 500 L/min, puissance max : 4,4 kW, 3 600 rpm). Cette pompe alimente un système d'irrigation constitué de 8 lignes d'aspersion espacées d'environ 2,5 m chacune et parallèles les unes aux autres, le long de la parcelle.

Sur chacune des lignes d'aspersion sont fixés 5 asperseurs rotatifs espacés de 10 m. Le rayon d'irrigation de chaque asperseur est d'environ 5 m. Le débit moyen en fonctionnement était de $3,3 \pm 2,34$ mm/h, $n = 19$, mesuré sur une durée d'irrigation de 60 minutes à partir des volumes d'eau recueillis dans des barquettes disposées au hasard sur toute la parcelle d'étude.

Ce nouvel essai initié le 23 avril 2014 s'est caractérisé par une irrigation moindre en intensité totale (142 mm contre 199 mm pour l'essai précédent) mais beaucoup plus fréquente (cf. tableau 8). Aucun bâchage n'a été mis en place pendant cet essai, pour simuler un mode opératoire simplifiant au maximum les interventions humaines. À partir du 12 mai, l'irrigation a été arrêtée pour permettre un assèchement du sol conduisant à une teneur en eau propice à un labour de mise en aérobie sans création de mottes trop grossières.

Les dates de prélèvements de sols lors de cet essai ont été choisies pour suivre l'évolution des concentrations à court terme (1 semaine après le début du traitement), à la fin de la période de saturation en eau du sol (3 semaines ; ce temps correspond au T0 de la phase dite « aérobie »), et après une semaine de mise en aérobie. La phase aérobie n'a pas pu être prolongée au-delà d'une semaine, le propriétaire terrien exigeant de reprendre le contrôle de ces terres en vue d'une replantation de bananiers.

Chronologie des actions et prélèvements :

Les principales actions et leurs dates de mise en œuvre sont présentées au Tableau 8.

Date	Action
28 février 2014	Hersage : 1 passage nord-sud et 1 passage est-ouest (profondeur moyenne de labour de 30 cm)
11 mars	Labour : 1 passage nord-sud (profondeur moyenne de labour de 30 cm)
14 mars	Labour : 1 passage nord-sud (profondeur moyenne de labour de 35 cm)
18 mars	Labour : 1 passage nord-sud (profondeur moyenne de labour de 35 cm)
20 mars	T0 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)
21 mars	Labour : 1 passage nord-sud (profondeur moyenne de labour de 35 cm)
24 mars	Labour : 4 passages nord-sud (profondeur moyenne de labour de 35 cm) Labour au motoculteur : 1 passage nord-sud (profondeur moyenne de labour de 35 cm) pour émietter le sol le plus finement possible
25 mars	Lancement du premier cycle de traitement sur toutes les modalités Mise en place des bougies poreuses
26 mars	Irrigation : 37 mm (3 lignes d'aspersion, 1 h 50 d'irrigation puis 4 lignes

	d'aspersion, 4 h 15)
27 mars	Irrigation : 37 mm (4 lignes d'aspersion, 5 h 40)
28 mars	Irrigation : 35 mm (4 lignes d'aspersion, 5 h 20) + pluie : 6,5 mm Bâchage
02-03 avril	Débâchage 1 ^{ère} mise en dépression des bougies poreuses. Eau jetée Bâchage
03 avril	Débâchage T1 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox) Bâchage
04-07 avril	2 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses : T1 ter
07 avril	Débâchage Irrigation : 39 mm (4 lignes d'aspersion, 6 h 00) Bâchage
08 avril	Débâchage Irrigation : 44 mm (4 lignes d'aspersion, 6 h 45) Bâchage
10 avril	Débâchage T2 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox) Bâchage
11-14 avril	3 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses : T2 ter
16 avril	Débâchage T3 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)
17 avril	Labour :
22 avril	T4 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)
23 avril	Lancement du second cycle de traitement sur P3 et P7 Irrigation : 3,3 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 00)
24 avril	Irrigation : 19,8 mm (8 lignes d'aspersion, 6 h 00)
25 avril	Irrigation : 24,1 mm (8 lignes d'aspersion, 7 h 20)
26 avril	Irrigation : 14,9 mm (8 lignes d'aspersion, 4 h 30)
27 avril	Irrigation : 9,9 mm (8 lignes d'aspersion, 3 h 00)
28 avril	Irrigation : 9,9 mm (8 lignes d'aspersion, 3 h 00)
29 avril	Irrigation : 9,9 mm (8 lignes d'aspersion, 3 h 00)
30 avril	T5 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox) : P3, P6 et P7 Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)

01 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
02 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
30 avril - 2 mai	4 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses. Eau jetée
03 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
04 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
05 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
02 - 05 mai	5 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses : T5 ter
06 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
07 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
09 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
12 mai	Irrigation : 5,0 mm (8 lignes d'aspersion, 1 h 30)
16 - 19 mai	6 ^{ème} mise en dépression des bougies poreuses : T5 ter
19 mai	T6 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)
21 mai	Labour :
27 mai	T7 ter (prélèvements de sols, mesures de potentiel redox)
28 mai	Prélèvements sols pour mise en culture de P3, P6 et P7 au CAEC

Tableau 8 : Historique des principales opérations réalisées sur la parcelle de sol alluvionnaire.

2.4. LES PRÉLÈVEMENTS DE SOL POUR ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

Les modalités sont subdivisées en 3 zones d'égale superficie. Pour chaque zone, 4 points de prélèvement sont localisés par tirage aléatoire de coordonnées X - Y sous Excel en respectant une distance de 0,5 m avec les bordures de la modalité (et d'au moins 0,5 m des bougies poreuses pour les cas où l'eau du sol a été étudiée).

Pour les essais réalisés dans la parcelle de nitisol, en chacun de ces 4 points, environ 900 g de sol sont prélevés à la fourche bêche dans l'horizon 0 - 20 cm, environ 450 g sont prélevés à la tarière dans l'horizon 20 - 30 cm (1^{er} passage de tarière) et 450 g dans l'horizon 30 - 40 cm (2^{ème} passage de tarière). Ces prélèvements à 3 profondeurs sont ensuite regroupés et bien mélangés pour constituer un échantillon unitaire 0 - 40 cm. Un échantillon composite est ensuite réalisé à partir des 4 échantillons unitaires de la zone. Pour chaque modalité, il y a donc 3 composites de sol prélevés dans l'horizon 0 - 40 cm qui seront utilisés pour les diverses analyses physico-chimiques.

Pour la parcelle de sol alluvionnaire, les prélèvements ont été faits sur la profondeur 0 - 30 cm, à la fourche bêche dans l'horizon 0 - 20 cm et à la tarière dans l'horizon 20 - 30 cm. Pour augmenter la représentativité de l'échantillon prélevé sur 20 - 30 cm (le magasin de la

tarière a un volume beaucoup plus faible que celui du trou fait à la fourche bêche), 2 prélèvements indépendants sont réalisés par 2 passages de tarière à l'intérieur du trou fait à la fourche-bêche dans l'horizon 0 - 20 cm. Le composite 0 - 30 cm de chacune des 3 zones est réalisé en prenant environ 1200 g de sol du sac avec les 4 prélèvements de l'horizon 0 - 20 cm et environ 600 g de sol du sac avec les 4 prélèvements de l'horizon 20 - 30 cm, de manière à avoir la même masse de sol par cm de profondeur et éviter ainsi de fausser la mesure moyenne sur 0 - 30 cm.

Les échantillons mis sur le terrain dans des sachets en plastique sont ensuite transvasés dans des barquettes en aluminium pour séchage avant broyage et tamisage. Une étuve à 105 ± 5 °C a été utilisée pendant 24 h pour le 1^{er} essai de la parcelle de nitisol. La température de séchage a été baissée à 40 ± 1 °C pendant 72 h pour tous les autres essais afin d'éviter que les composés organiques à analyser ne se volatilisent.

Les échantillons secs ont ensuite été broyés puis tamisés à < 2 mm.

2.5. MESURES DE PARAMÈTRES PHYSICO-CHIMIQUES MAJEURS DU SOL

Sauf indication contraire, les modes opératoires ont été les mêmes pour les études conduites dans les deux parcelles de nitisol et la parcelle de sol alluvionnaire.

2.5.1. Potentiel redox

La mesure du potentiel redox indique si les conditions d'oxydo-réduction obtenues par l'activation des différents amendements sont propices à la réduction chimique de la CLD qui se produit d'autant mieux que le potentiel redox est négatif.

Les mesures dans l'horizon 0 - 20 cm sont effectuées dans les faces des trous réalisés à la fourche bêche pour prélever les échantillons de sols destinés aux mesures de chlordécone et dérivés, et dans le magasin d'une tarière à main pour les profondeurs plus importantes (Illustration 17). La localisation des points de mesures est définie aléatoirement (tirage aléatoire de coordonnées X - Y sous Excel) en respectant une distance de 0,5 m avec les bordures de la modalité et d'au moins 0,5 m des bougies poreuses.



Illustration 17 : Mesures redox dans l'horizon 0 - 20 cm à gauche et dans l'horizon 20 - 30 cm à droite.

L'étalonnage de la sonde avant et pendant les mesures a été fait avec une solution étalon à 220 mV du 10/04/2013 au 11/07/2013, puis avec une solution étalon à 240 mV à partir du 18/07/2013. L'électrode de référence est une électrode Ag/AgCl (WTW, IDS ORP Electrode Sentix® ORP 900, fournisseur : VWR). L'électrode indicatrice est constituée d'un anneau

de platine, et l'électrolyte de référence est du KCl à 3 M (plage de mesures : - 1 250,0 à + 1 250,0 ± 0,2 mV). Le boîtier utilisé est un boîtier multi-paramètres numérique portable 3 420 de la marque WTW® (fournisseur : Val de Loire Labo, F-41220 Saint-Laurent-Nouan).

La valeur de potentiel redox lue est transformée en valeur exprimée par rapport à l'électrode à hydrogène à partir de l'équation suivante :

$$Eh \text{ corrigé} = Eh \text{ mesuré} + 224,6 - 0,71418 \times T \text{ (}^\circ\text{C)} + DE$$

où DE est l'écart entre la valeur mesurée de l'étalon à la T° de mesure et la valeur théorique qu'aurait dû donner l'étalon à cette T°.

À chaque point de mesures du potentiel redox, la température du sol a été relevée (thermomètre digital, marque Multi Thermometer, à longue tige : - 50 °C à 150 °C, ± 0,5 °C) sur les horizons 0 - 20 cm, 20 - 30 cm, et 30 - 40 cm. La prise de température du sol est nécessaire pour corriger les valeurs de potentiel redox.

Une des limites de la mesure du redox dans les sols est la durée de contact entre l'électrode et le sol. En effet, la valeur lue varie en fonction du temps d'équilibration avec le sol (Illustration 18). La durée de mesure préconisée par la norme NF ISO 11271 (AFNOR, 2003) est de 10 min. Avec un temps de mesure égal à 30 sec, les valeurs ont tendance, par rapport à un temps de mesure de 10 min, à être sous-estimées de 16 % lorsque le potentiel redox est positif, et surestimées de 18 % lorsque le potentiel redox est négatif. Le nombre très élevé de mesures nécessaire pour prendre en compte l'hétérogénéité du sol après l'incorporation des amendements étant incompatible avec une durée de mesure unitaire de 10 min, le choix a été fait de prendre une durée systématique de 30 secondes, mesurées avec un chronomètre, avant lecture.

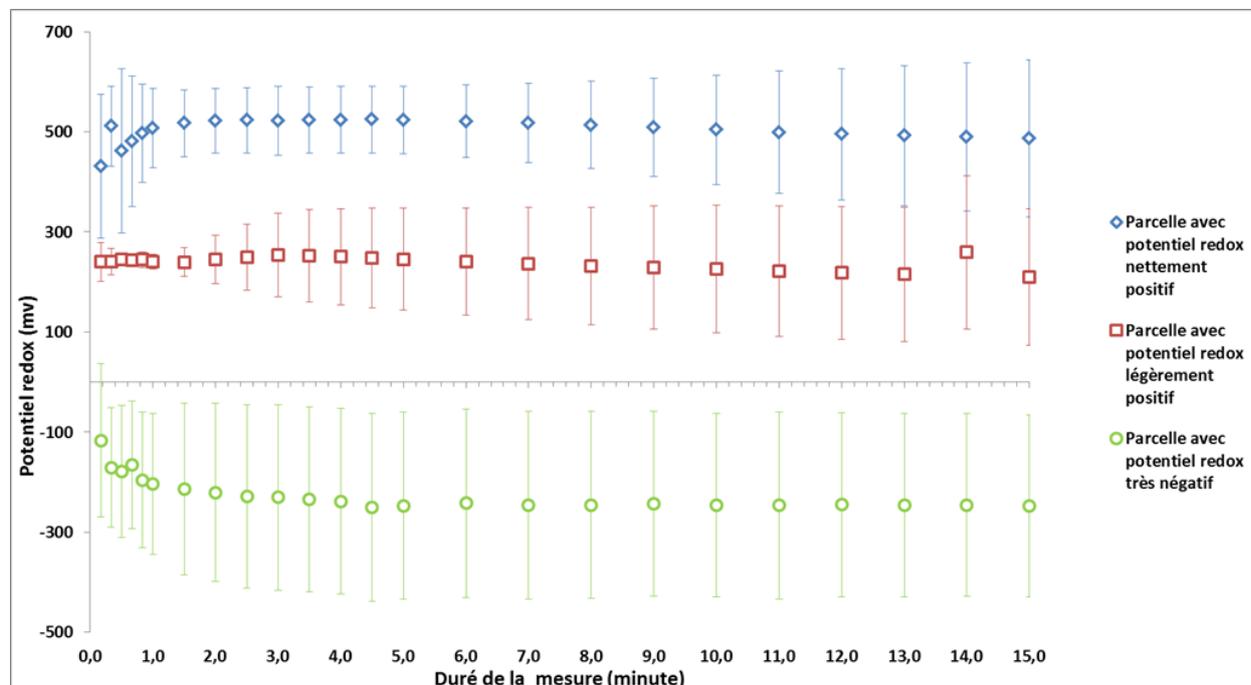


Illustration 18 : Évolution de la valeur du potentiel redox mesuré (moyenne et écart-type, n = 7 points différents pour le bleu, n = 3 pour le rouge et n = 8 pour le vert) en fonction du temps de mesure pour 3 conditions bien contrastées rencontrées dans la parcelle d'étude traitée.

Du 10/04/2013 au 20 - 21/06/2013 (premier et dernier temps de mesures du 1^{er} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol), le nombre de mesures de potentiel redox dans l'ensemble des modalités n'était pas régulier car le protocole était en cours d'élaboration.

À partir du 20-21/06/2013, le protocole a été défini de la manière suivante : pour chaque point de mesures 5 mesures de redox de 30 secondes sont effectuées sur l'horizon 0 - 20 cm (1 sur chaque face et dans le fond d'un trou réalisé à la fourche bêche), 3 mesures de 30 secondes sur l'horizon 20 - 30 cm (en 3 endroits différents du magasin d'une tarière à main), et 3 mesures de 30 secondes sur l'horizon 30 - 40 cm remonté lors d'un 2^{ème} passage de tarière. Le but de ce grand nombre de mesures est de diminuer les effets d'hétérogénéité du sol. Dans l'interprétation des résultats, les valeurs mesurées à 20 - 30 cm et 30 - 40 cm ont été moyennées pour former l'horizon 20 - 40 cm.

Pour la parcelle de nitisol, les 3 campagnes de mesures les plus intensives ont été réalisées le 10/04/2013 (T₀ essai 1), le 20 - 21/06/2013 (T1 du 1^e essai), le 18/07/2013 (T2 = 1^{er} temps essai 2), le 29/08/2013 (T3 = 2^{ème} temps essai 2) et le 26/09/2013 (T4 = 3^{ème} temps essai 2) avec entre 24 et 130 mesures par modalité. Au cours de ces 2 essais, d'autres campagnes de mesures ont été réalisées (en moyenne une fois tous les 10 jours) mais avec un nombre de mesures moins important (entre 4 et 50 mesures par modalité).

Pour la parcelle Union, le nombre de mesures par point a été légèrement diminué, avec 4 mesures sur l'horizon 0 - 20 cm (3 dans les faces et 1 dans le fond d'un trou réalisé à la fourche bêche), 2 sur l'horizon 20 - 30 cm (en 3 endroits différents du magasin d'une tarière à main) d'un premier trou et 2 sur l'horizon 20 - 30 cm (3 endroits différents du magasin d'une tarière à main) d'un second trou. Les 8 campagnes de mesures ont été réalisées le 20/03/2014 (T₀), le 03/04/2014 (T1), le 10/04/2014 (T2), le 16/04/2014 (T3), le 22/04/2014 (T4), le 30/04/2014 (T5), le 19/05/2014 (T6) et le 27/05/2014 (T7). Au total, il y avait 12 points de mesures redox par modalité pour ces dates, soit 96 mesures redox par modalité.

2.5.2. Teneur en eau

Les échantillons de sols prélevés aux horizons 0 - 20 cm et 20 - 40 cm en chaque point de mesures sont transvasés dans des barquettes en aluminium puis mis à l'étuve à 105 ± 5 °C pendant 24 h.

2.5.3. pH

Le pH mètre utilisé est un boîtier multi 3210 de la marque WTW muni d'une sonde pH WTW SenTix® 41 (Fournisseur : Val de Loire Labo, F-41220 Saint-Laurent-Nouan). L'état de la sonde pH est d'abord contrôlé avec les solutions tampons pH = 4 et pH = 7. Si l'écart entre la valeur mesurée et la valeur théorique est supérieur à $\pm 0,1$, la sonde est étalonnée avec les solutions tampons pH = 4 et pH = 7.

$20 \pm 0,2$ g de sol sec, broyé et tamisé (diamètre < 2 mm) sont prélevés avec une spatule en métal en plusieurs prises (au moins 4) à partir de l'échantillon de sol à analyser. Le sol est mis dans un flacon en plastique. 100 ± 2 mL d'eau déminéralisée (conductivité < 50 μ S) sont ajoutés dans ce même flacon. Les flacons, fermés par des couvercles également en plastique, sont placés dans un agitateur vertical (Heidolph Reax 2). La capacité maximale de l'agitateur est de 22 flacons. Les flacons sont agités pendant 60 ± 5 minutes à la vitesse mesurée de 110 tours/min (vitesse maximale de l'agitateur), puis laissés à décanter pendant 1 h 45 (norme AFNOR 2005 ISO 10390 : entre 1 h et 3 h). C'est le temps nécessaire pour avoir une eau relativement limpide.

La mesure de pH s'effectue en remuant la sonde pH dans la suspension de particules de sol. La valeur pH est relevée lorsque la variation de pH sur une durée de 10 secondes est inférieure à 0,02 (norme AFNOR 2005 ISO 10390). La température ambiante est de $23,3 \pm 0,1$ °C.

Entre chaque mesure de pH, la sonde est nettoyée soigneusement à l'eau déminéralisée.

2.5.4. Densité apparente

Pour les modalités où ce type de suivi a été effectué, la densité apparente du sol dans l'horizon 0 - 10 cm a été mesurée en 3 points avant et après compaction en enfonçant avec un marteau un cylindre en PVC de 10 cm de long et 9,5 cm de diamètre dans le sol (Illustration 19). La pesée du volume de sol avant et après séchage jusqu'à poids constant permet le calcul de la densité apparente.



Illustration 19 : Prélèvement de sol pour la mesure de la densité apparente avant et après compaction.

2.5.5. Caractérisation minéralogique de la parcelle de nitisol (collaboration IRD ; T. Woignier)

Cette caractérisation avait pour objectif de vérifier que toutes les modalités de la parcelle nitisol sont bien constituées de nitisols dont la caractéristique principale est la présence de l'argile halloysite. Cette étude a été réalisée par diffractions des rayons X et spectroscopie infra rouge.

Pour la diffraction des rayons X, la structure cristalline de l'halloysite a été caractérisée au moyen d'un diffractomètre Philips PW 1830 (Cu $K\alpha$). La gamme d'angle de diffraction étudiée est 2-50 degrés et d, les distances inter réticulaires explorées, couvre le domaine 1,1 à 11 Å.

Pour la spectroscopie infra-rouge, le spectromètre utilisé est un IR-FT Nicolet 510P (ThermoFischer Scientific Inc., Waltham, MA, USA) et les sols ont été caractérisés en configuration de transmission après dilution dans du KBr (transparent dans l'IR) dans un ratio de 5×10^{-3} . Les spectres IR ont été obtenus sur ces pastilles composites dans la gamme de longueurs d'onde 400 - 4 000 cm^{-1} .

2.6. ÉTUDE DES EAUX DU SOL PAR BOUGIES POREUSES

Lors de l'essai sur la 2^{ème} parcelle de nitisol (modalités PA et PB), lors du volet agronomique du 2^{ème} essai dans la parcelle de nitisol et lors du volet physico-chimique de la parcelle alluvionnaire, des bougies poreuses ont été installées en vue de déterminer dans les eaux porales du sol la présence possible de la chlordécone et de ses éventuels produits de dégradation.

2.6.1. Choix des bougies et modalités d'installation et de prélèvements

Différents matériaux de bougies poreuses ont été testés en laboratoire à Orléans : céramique, acier inoxydable et verre. Le choix s'est porté sur le verre (Illustration 20 : article 4311.20/00 Ecotech, Allemagne ; diamètre des pores : 20 μ m ; tube de recueil de l'eau : téflon d'un mètre de longueur ; flacon récepteur : verre ambré de 1 L) car la CLD est moins adsorbée sur ce matériau que sur la céramique et l'acier inoxydable (données expérimentales non présentées ici).



Illustration 20 : Tête de bougie poreuse en verre Ecotech.

Avant leur installation sur le terrain (Illustration 21), toutes les bougies poreuses ont été immergées dans de l'eau déminéralisée pendant environ 12 heures pour les nettoyer d'éventuelles particules résiduelles de fabrication.

Les bougies poreuses ont été installées dans le sol à 35 cm et 50 cm de profondeur en chaque point, avec un angle d'inclinaison de 45° afin de minimiser les chemins d'écoulement préférentiels vers les bougies poreuses. Le trou est effectué avec une tarière de 5 cm de diamètre.

Les bougies poreuses sont introduites dans le sol à l'aide d'un tube rigide de diamètre légèrement supérieur à celui de la bougie poreuse, l'emploi d'un tube garantissant que la bougie soit bien implantée à la profondeur souhaitée au fond du trou.

Le trou est rebouché avec une boue de silice de consistance épaisse (mélange eau/silice, rapport en poids 500 g / 800 g), et une centaine de grammes de sol d'origine est remis en surface pour finir de boucher le trou. Pour terminer, le sol est légèrement compacté en marchant dessus à plusieurs reprises.





Illustration 21 : Étapes de mise en place des bougies poreuses dans le sol.

Les coordonnées spatiales des bougies poreuses sont déterminées par genèse de suites de nombres aléatoires (Excel) et en respectant une distance de 0,5 m des bordures à l'intérieur des modalités.

Dans chaque modalité, il y a 3 groupes de 2 bougies poreuses espacées d'environ 30 cm, l'une à 35 cm et l'autre à 50 cm de profondeur.

La première mise en dépression (Illustration 22 : durée : 25 h, - 0,4 bar \pm 0,02 bar) a pour objectif d'éliminer l'eau provenant de la boue de silice ainsi que les eaux qui ont percolé rapidement lors de la première irrigation.

Les eaux analysées sont prélevées à partir de la deuxième mise en dépression (durée : 48 h à 50 h, - 0,4 bar \pm 0,02 bar).

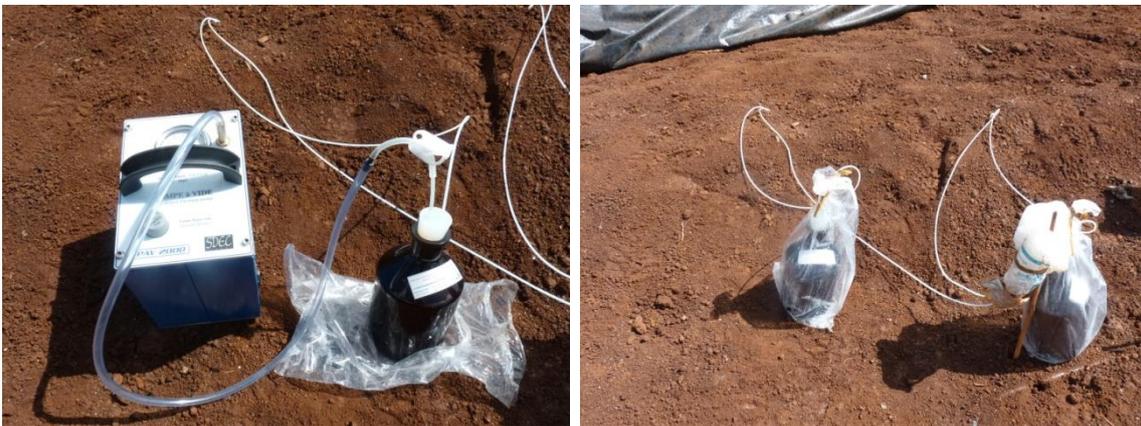


Illustration 22 : Mise en dépression des bougies poreuses.

Pour éviter toute contamination avec de la terre, les bouteilles en verre marron sont mises dans des sacs plastiques fermés et les tubes en téflon sont recouverts de parafilm.

L'eau recueillie dans les bouteilles en verre marron est ensuite transvasée en laboratoire dans des flacons de 250 mL avec un ajout d'acétone (de qualité analytique) à 0,1 % du volume d'eau.

2.6.2. Analyse de la chlordécone et ses produits de dégradation dans les eaux

La chlordécone et les produits de dégradation sont extraits des eaux (100 mL) par une extraction liquide/liquide en présence de chlorure de sodium (50 g/L) à un pH de 2,5 (\pm 0,5). Les échantillons sont dopés en chlordécone marquée ^{13}C (standard interne pour la chlordécone et ses produits de dégradation) et transnonachlore (standard interne pour le chlordécol). L'extraction se fait par 2 fois 5 mL d'un mélange hexane/acétone (85/15, v/v). L'extrait est évaporé et finalisé à 0,5mL dans le cyclohexane.

L'analyse se fait par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse avec les mêmes paramètres que pour l'analyse des sols. La limite de quantification pour l'analyse de la chlordécone, 5b-hydrochlordécone et 5a-hydrochlordécone est de 0,07 $\mu\text{g/L}$.

2.7. SUIVI DANS LE SOL DE LA CONCENTRATION EN CHLORDÉCONE ET DE SES PRODUITS DE DÉGRADATION

Une aliquote représentative des échantillons séchés à 40 °C est broyée à < 80 μm , granulométrie optimisant la représentativité de la prise d'essai destinée à l'analyse. Une autre aliquote représentative est séchée à 105 °C pour mesurer la teneur en eau résiduelle après séchage à 40 °C et utilisée pour exprimer les résultats par rapport à la vraie masse sèche.

Le protocole d'extraction (ASE) et d'analyse (GC/MS/MS) décrit en détail dans la publication de Bristeau *et al.* (2014), est résumé ci-dessous.

L'extraction est réalisée à partir de 5 g de sol par un système avec fluide pressurisé (Pressurized Fluid Extraction) ASE® avec un mélange acétone/hexane 50/50 v/v à 100 °C sous une pression de 110 bars qui maintient le solvant à l'état liquide durant l'extraction. L'extrait est ensuite évaporé jusqu'à 10 ml, puis fractionné au 1/10 et transféré dans 1ml de cyclohexane par évaporation sous flux d'azote du solvant. Les analyses ont été faites par chromatographie gazeuse couplée à une spectrométrie de masse (GC/MS/MS) avec une limite de quantification de 0,03 mg/kg pour la CLD. La présence éventuelle de deux produits de transformation de la CLD, la 5b-monoCLD et le chlordécol, a pu être quantifiée sur tous les échantillons car leurs étalons analytiques étaient disponibles dès mai 2013. Pour les produits de transformation dont il n'existe pas d'étalon analytique, la concentration massique ne peut être calculée. Une estimation de l'abondance relative de ces produits peut toutefois être fournie en calculant l'aire de pic relative de chaque produit. L'étalon analytique du principal produit de transformation (5a-hydroCLD, CLD -1 Cl) de la CLD formé par l'ISCR n'a été obtenu qu'après les analyses effectuées sur les échantillons du 1^{er} essai ; les résultats de l'essai 1 seront donc donnés en aire relative, alors qu'ils le seront en mg/kg pour le 2^{ème} essai sur nitisol et pour les deux essais sur sol alluvionnaire.

3. Matériel et méthodes du volet agronomique pour la parcelle de nitisol

Toute cette partie a été rédigée au départ par J. M. Gaude et M. Lesueur-Jannoyer puis éditée par C. Mouvet en collaboration avec les auteurs initiaux.

3.1. LES TROIS PLANTES TESTÉES

Les 3 plantes testées sont :

- le radis (*Raphanus sativus*, Brassicaceae) ;
- le concombre (*Cucumis sativus*, [Cucurbitaceae](#), Var. EUREKA) ;
- la patate douce (*Ipomoea batatas*, [Convolvulaceae](#)).

Ces 3 plantes ont été retenues car elles sont des productions végétales de référence pour leur comportement vis-à-vis de la pollution (plantes sensibles, Clostre *et al.*, 2014) et parce qu'elles sont des productions contributrices à l'exposition des consommateurs (Dubuisson *et al.*, 2007). De plus, ces cultures permettent d'étudier le transfert vers 3 types d'organes différents : l'hypocotyle (partie de la tige sous les cotylédons) et la racine pour le radis, le fruit pour le concombre, et la racine tubérisée pour la patate douce. Enfin, ces plantes offrent l'intérêt de présenter 3 modes différents de transfert de la chlordécone :

- contact et diffusion pour le radis ;
- transfert xylémien pour le concombre ;
- contact, diffusion et dilution phloémique au sein de la tige souterraine pour la patate douce.

3.2. PRÉPARATION DES PARCELLES, PLANTATION ET ENTRETIEN DES CULTURES

3.2.1. Apport de matière organique sur la parcelle P7

Le 13 décembre 2013, 4,05 tonnes de végéthumus® ont été appliquées sur les 105 m² de la parcelle « matière organique » (P7). 4,05 tonnes correspondent à 9,6 % en masse sèche sur l'horizon 0-40 cm (4,05/105 m² x 0,4 m x 1 ; 0,4 = profondeur d'incorporation ; 1 = densité apparente). Le choix de ce compost résulte de travaux antérieurs qui ont montré son efficacité dans la réduction du transfert de chlordécone vers les radis et concombres (Woignier *et al.*, 2012, 2013 ; Clostre *et al.*, 2014 b) ainsi que les laitues (Woignier *et al.*, 2013). La profondeur de 40 cm a été choisie car la majorité des racines des cultures testées se trouvent dans ce volume de sol. Cette profondeur correspond par ailleurs à celle pour laquelle les engins agricoles disponibles pour l'étude (équipement CIRAD du Pôle de Recherche Agro-environnementale de la Martinique) étaient bien adaptés.

a) Méthode d'application et d'incorporation (Illustration 23)

1. disposition de 84 sacs de 25 kg sur la parcelle, 12 rangées de 7 sacs (soit 2,1 tonnes) ;
2. ouverture des sacs puis étalement du végéthumus® à l'aide d'un râteau ;

3. deux passages de motoculteur pour l'incorporation de la matière dans le sens de la longueur de la parcelle sur environ 10 – 15 cm d'épaisseur (profondeur atteinte par le motoculteur utilisé) ;
4. disposition de 78 sacs de 25kg sur la parcelle, 11 rangées de 7 sacs + 1 sac, (soit 1,95 tonnes) ;
5. ouverture des sacs puis étalement du végéthumus® à l'aide d'un râteau ;
6. deux passages de tiller pour l'incorporation de la matière dans le sens de la longueur de la parcelle, environ 10 cm de profondeur.



Illustration 23 : Incorporation de la matière organique sur la modalité compost (P7).

Caractéristiques du végéthumus® :

- amendement organique fabriqué par FRAYSSINET – 81240 ROUAIROUX - France ;
- composition : fumiers de moutons sélectionnés et analysés, assemblage de tourteaux végétaux compostés, magnésium ;
- dosages garantis :
 - N_t : 2 %,
 - N_{org} : 1,8 %,
 - P_2O_5 : 0,5 %,
 - K_2O : 1 %,
 - MgO : 2,5 %,
 - taux de matière organique : 55 %.

3.2.2. Préparation du sol avant plantation

Le 15 janvier 2014, 3 passages de rotobêche ont été effectués sur chaque parcelle à une profondeur de 40 cm. L'objectif était de préparer le sol avant l'implantation des cultures et de mélanger le végéthumus sur tout l'horizon 0 - 40 cm. Le lendemain, le 16 janvier 2014, le passage d'une billonneuse (Illustration 24) a formé 4 billons par parcelle (billon de 30 cm de hauteur, distant de 1,2 m) pour optimiser la croissance et le développement des plants et faciliter les déplacements dans les placettes.

Par la suite, le 22 et 28 janvier 2014, un passage manuel à l'aide d'un râteau et d'une houe a permis de finaliser le travail d'émiettement des mottes et de formation des billons.



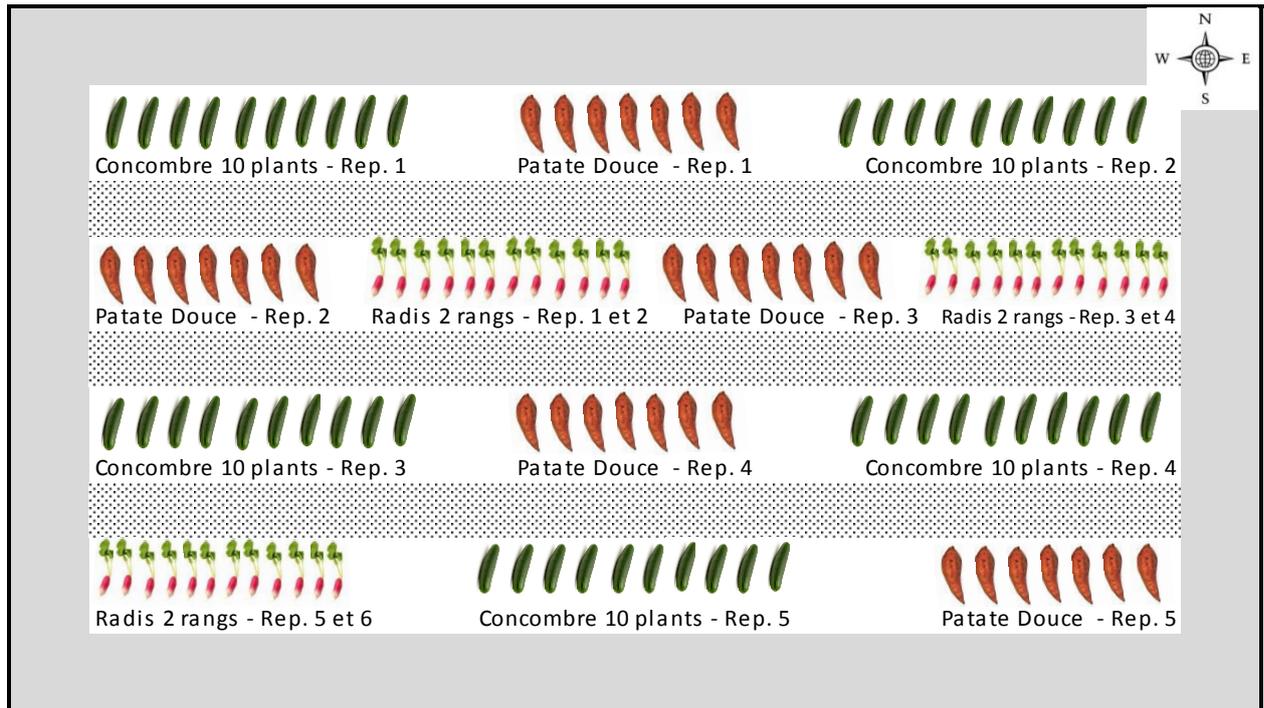
Illustration 24 : Billonneuse utilisée pour la préparation du sol avant les plantations.

3.2.3. Modalités générales d'implantation des cultures

Le mode d'implantation et les densités sont établis en respectant les préconisations des fiches de culture de la Chambre d'Agriculture de Martinique pour rendre compte d'une conduite usuelle.

Les 3 plantes testées sont implantées sur billon, par semis pour les radis, par plants en mini-mottes pour les concombres, par boutures pour les patates douces. Pour les concombres et les patates douces, 5 blocs de 10 plants sont implantés sur chaque parcelle. Pour les radis, 3 blocs de 2 rangs sont semés sur chaque parcelle.

Le schéma de plantation est identique pour les 7 parcelles (Illustration 25).



Légende :

-  : Marge de 1 mètre autour de la parcelle
-  : Billon
-  : Allée entre les billons (passage pour l'entretien des cultures)

Rep. : Répétition (pour les concombres et les patates douces, une répétition correspond à 10 plants, pour les radis, une répétition correspond à 3 mètres linéaires de semis)

Illustration 25 : Schéma de plantation d'une parcelle de 15 x 7 m.

3.2.4. Semis des radis

Les radis ont été semés le 31 janvier 2014. Pour chaque parcelle, les radis sont implantés de la façon suivante :

- 3 blocs de 3 mètres linéaires ;
- 2 lignes de semis séparées de 15 cm/bloc.

Au total, il y a donc 6 lignes de 3 mètres linéaire/parcelle.

Considérant :

- une distance souhaitée entre les radis = 4 cm ;
- un pourcentage de germination théorique = 75 % ;
- un nombre de graines de radis /gramme = 100 ;
- une marge de sécurité = 30 %.

1,3 grammes de semence ont été semés pour chaque ligne de 3 mètres linéaires.

3.2.5. Semis et repiquage des concombres

Les concombres (var. EUREKA) ont été semés le 23 janvier 2014 en mini-mottes compressées, fournis par l'EARL pépinière ADELE (Beleme - 97232 Le Lamentin) puis plantés au champ le 29 janvier 2014.

Pour chaque parcelle, 50 plants sont repiqués (5 blocs de 10 plants). La distance entre chaque plant est de 45 cm.

À la suite de mortalité excessive sur les parcelles 3, 4 et A (Daramend, Daramend Bagasse, Fer Zéro Valent seul), une seconde série de plantation a eu lieu le 12 mars 2014 sur ces parcelles ainsi que sur une nouvelle parcelle témoin (témoin 2, parcelle P8). Les plants avaient été semés en pépinière le 6 mars 2014.

3.2.6. Repiquage des patates douces

Les boutures de patates douces ont été prélevées sur une parcelle expérimentale de la Chambre d'Agriculture de Martinique le 30 janvier 2014 puis plantées le 31 janvier 2014.

Par manque de matériel végétal, 4 variétés différentes ont été implantées (Cam09/002, Cam09/005, Cam09/001, Var. Blanche). (Illustration 26). Ces variétés sont parmi les plus utilisées chez les planteurs de patates douces.

Pour chaque parcelle, 50 boutures sont plantées (5 blocs de 10 boutures). La distance entre chaque bouture est de 25 cm. Les boutures mesurent en moyenne 25 cm de long et ont au minimum 3 nœuds. Les boutures mortes ont été remplacées le 10 février 2014.

Variété	Description	Bloc
Cam09/002	Peau Rouge, chair rouge Feuillage découpé Variété très prisée des producteurs et des consommateurs	Bloc 1 de toutes les parcelles + Bloc 3 des parcelles 2, 3, 4 et 7
Cam09/005	Peau rouge, chair blanche	Bloc 2 de toutes les parcelles
Cam09/001	Peau rouge, chair orange claire	Bloc 5 de toutes les parcelles + Bloc 3 des parcelles 6, 8 et A
Var. Blanche	Peau blanche, chair blanche	Bloc 4 de toutes les parcelles

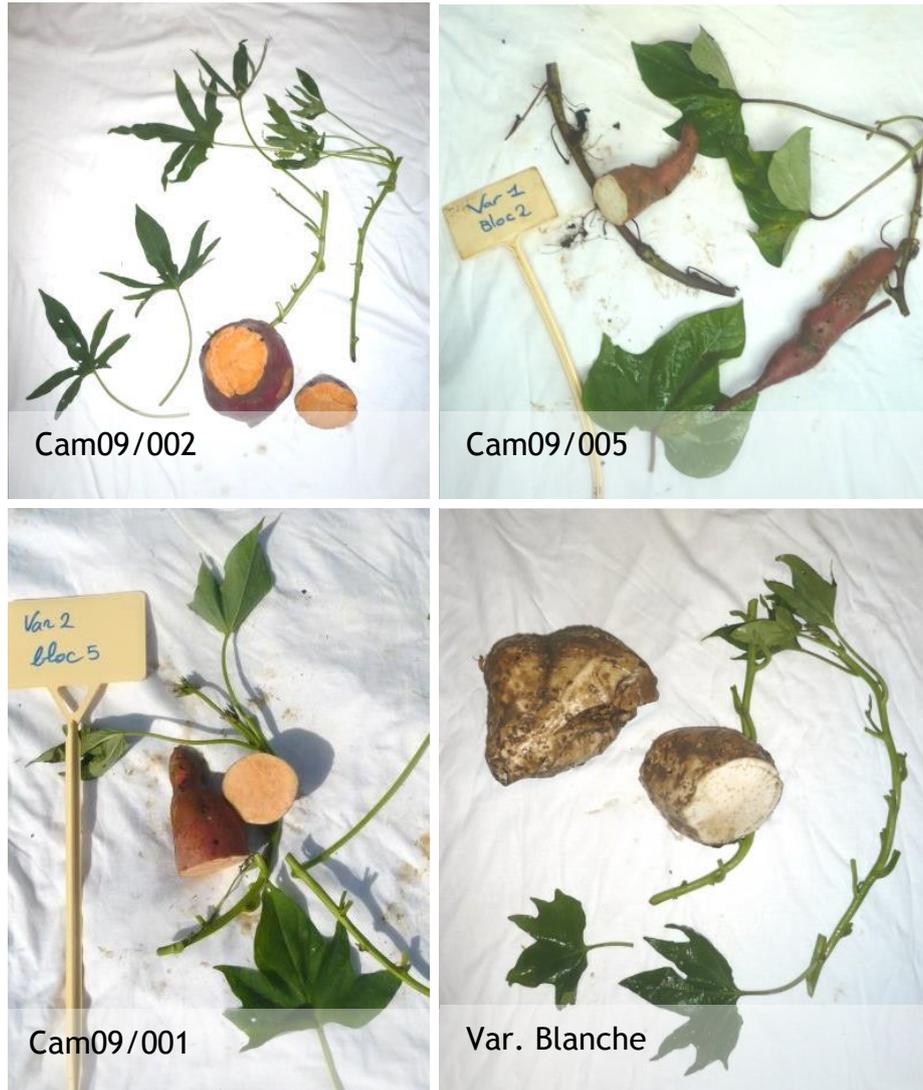


Illustration 26 : Les 4 variétés de patates douces utilisées pour l'étude.

3.3. IRRIGATION

Les 23 et 24 janvier 2014, un système d'irrigation de type « banane » a été installé.

Ce système comprenant une crépine, une pompe (Illustration 27), 400 mètres de tuyau et 14 asperseurs (Illustration 28) a permis de couvrir les besoins en eau des cultures pour chacune des parcelles.

Les asperseurs ont un rayon d'aspersion de 5 mètres. Un asperseur est donc placé tous les 9 mètres afin d'assurer un recouvrement total (2 asperseurs/modalité). Les « piquets » d'aspersion sont enfoncés le plus verticalement possible, à la même hauteur. La qualité de l'aspersion est régulièrement surveillée (asperseurs éventuellement bouchés) afin d'obtenir une irrigation similaire sur chaque parcelle.

L'alimentation du réseau d'irrigation est assurée par une pompe placée au niveau d'une retenue collinaire entourée de bananeraies située à 250 mètres des parcelles. Cette retenue collinaire est alimentée par les eaux de pluie, les eaux de ruissellement et sporadiquement (une semaine ou deux semaines pendant la période sèche) à l'aide d'une pompe par l'eau de la rivière Lézarde.

Le débit du système d'irrigation a été évalué le 26 mars 2014 à l'aide de barquettes placées sur la parcelle durant une heure en cours d'irrigation. Le débit moyen est de 2,6 mm/heure (n = 12, écart type = 0,8).



Caractéristique de la pompe d'irrigation :

Mitsubishi GM182 P
Modèle SERM 50V,
Capacité max = 500 litres/minute
Hauteur d'élévation = 90 mètres
P max = 4,4 kW
3600 tours/min

Illustration 27 : Retenue collinaire et pompe d'irrigation.



Illustration 28 : Asperseur utilisé pour l'irrigation.

3.4. FERTILISATION

Afin de répondre aux besoins des cultures en azote, phosphore et potasse (Tableau 9), des apports d'engrais ont été réalisés sur toutes les parcelles. L'objectif était de limiter les éventuels écarts de croissance entre les modalités et d'assurer un bon développement des cultures.

Culture	N	P	K
Radis	60	80	150
Concombre	150	150	300
Patate douce	60	80	200

Tableau 9 : Besoin des cultures en azote (N), phosphore (P) et potasse (K) en kg/ha par cycle de culture (Chambre d'Agriculture de Martinique, communication personnelle à J. M. Gaude).

Des mélanges d'engrais complets de type « banane » (14 - 4 - 28), de DAP (Di-Ammonium Phosphate) et de KCl (chlorure de potassium) (Tableau 10), - 3 engrais couramment utilisés en agriculture aux Antilles -, ont permis de couvrir les besoins des cultures.

Pour la culture de radis, l'engrais a été apporté en une seule fois le 7 février, une semaine après le semis. Pour les concombres et les patates douces, les apports ont été fractionnés, conformément aux recommandations de la Chambre d'Agriculture et aux pratiques des agriculteurs. Pour les concombres, l'apport a été fractionné en deux, 50 % une semaine après la plantation, 50 % un mois après la plantation. Pour les patates douces, l'apport a été fractionné en 3, un tiers le 07 février, une semaine après la plantation, un tiers le 18 mars, 1,5 mois après plantation, puis le dernier tiers un mois plus tard, le 11 avril 2014.

Les quantités d'engrais apportées par culture et par parcelle sont mentionnées dans le tableau 11.

Nom	Composition	Caractéristiques
Engrais complet "banane" 14 - 4 - 28 + 5 MgO	14 % d'azote dont 12% sous forme uréique et 2% sous forme ammoniacale 4 % d'anhydride phosphorique soluble 28 % d'oxyde de potassium 5 % d'oxyde de magnésium 15 % de soufre (SO ₃)	Le 14.4.28 + 5 Mgo est un engrais complet, spécialement équilibré de façon à satisfaire les besoins spécifiques de la banane, dans pratiquement toutes les zones de culture des Antilles.
DAP Di-Ammonium Phosphate	18% d'azote sous forme ammoniacale 46% d'anhydride phosphorique (P ₂ O ₅)	Le Phosphate di-ammonique (encore appelé DAP) est un produit de la réaction de l'ammoniaque sur l'acide phosphorique de qualité agricole. La forte concentration totale obtenue, les bonnes qualités de tenue du granulé, sa compatibilité en mélange avec d'autres types d'engrais, en font le premier produit phosphaté consommé aujourd'hui dans le monde.
KCl Chlorure de potassium	60 % d'oxyde de potassium (K ₂ O)	Le chlorure de potassium est la forme naturelle la plus courante de potassium exploitée dans le monde. Sa forte concentration et son faible niveau de transformation en font de loin le produit potassique le plus économique pour l'agriculture. Contrairement à une idée largement répandue, le produit n'est pas acidifiant pour les sols, mais parfaitement neutre.

Tableau 10 : Caractéristiques des engrais utilisés.

Culture	Engrais complet	DAP	KCl
Patate douce	0,15	0,30	0,45
Concombre	2,92	1,25	0,75
Radis	0,05	0,11	0,11

Tableau 11 : Quantités d'engrais apportées (en kg/parcelle) pour chaque culture.

3.5. DÉSHERBAGE

Sur les parcelles, le désherbage est réalisé manuellement de façon régulière à l'aide d'une houe. Les abords des parcelles sont entretenus à la débroussailleuse.

3.6. SUIVI SANITAIRE DES CULTURES

Une surveillance très fréquente, au minimum 3 fois par semaine, a permis de repérer au plus vite d'éventuelles attaques de ravageurs et maladies et d'intervenir si nécessaire afin d'assurer une récolte satisfaisante. Tous les produits mis en œuvre sont classiquement utilisés en Martinique.

3.6.1. Escargots et limaces

Un molluscicide, du Metarex M (5 % de Méthaldéhyde) en granulés, a été appliqué de façon préventive avant la plantation puis de façon ponctuelle en cours de culture pour maîtriser les attaques d'escargots et de limaces. Au total, 1,3 kg de Metarex M ont été utilisés pour l'ensemble des parcelles.

3.6.2. Rongeurs

800 grammes de Rodilon® Pâte RB (Diféthialone 0,0025 % ; fournisseur : Bayer) et 4 kg de Broma Blé (Bromadiolone 0,005 % sur blé ; fournisseur : AEDES) ont été disposés autour des parcelles au cours des 5 mois d'essai afin de contrôler les populations de rats. En effet, les rats noirs (*Rattus rattus*) et les rats gris (*Rattus norvegicus*) engendrent des dégâts sur les concombres (Illustration 29) et les tubercules de patates douces.



Illustration 29 : Dégâts de rats sur concombre.

3.6.3. Pyrale des cucurbitacées

Les concombres de la première plantation ont subi une attaque de pyrale des cucurbitacées (*Diaphana hyalinata* (L.)). Un traitement à l'aide d'un insecticide biologique (*Bacillus thuringiensis* serotype 3) a donc été réalisé le 1 mars 2014 à la dose de 4 grammes/litre. Au total, 4 litres de bouillies ont été pulvérisés sur les 350 plants de concombre de l'essai.

3.7. LES PARAMÈTRES DU SOL SUIVIS AVANT ET PENDANT LA CULTURE

3.7.1. Analyses pédologiques

Les sols de chaque parcelle ont été analysés avant l'implantation des cultures. Durant l'année 2013, lors du traitement par ISCR, les différentes parcelles ont subi de nombreuses sources de perturbations (travail du sol, apports conséquents d'amendements, irrigation massive, bâchage etc.). Il convenait donc d'évaluer l'état du sol avant l'implantation des cultures. Cette caractérisation permettra de mieux comprendre d'éventuelles différences de croissance de plantes entre les modalités.

Dans chaque parcelle, un échantillon composite de sol est constitué à partir de 15 carottes de terre prélevées à l'aide d'une tarière Edelman dans l'horizon 0 - 40 cm. Les sols ont ensuite été séchés à l'air, broyés, tamisés à 2 mm puis analysés par le laboratoire PERformances des SYStèmes de production et de transformation Tropicaux du CIRAD de Montpellier (Persyst, Unité de Service Analyses, 34398 Montpellier Cedex 5). Les paramètres mesurés sont la granulométrie standard, pH eau, pH KCl, matière organique (carbone et azote), phosphore assimilable (Olsen), complexe absorbant (méthode $\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3$), calcium, magnésium, potassium, sodium, fer, aluminium, manganèse.

Un prélèvement a été effectué dans la parcelle « matière organique » avant l'apport de compost, le 12 décembre 2013. Un prélèvement a été effectué dans chacune des 7 modalités avant la plantation, le 31 janvier 2014. Au total, 8 échantillons de sols ont donc été analysés.

3.7.2. Concentration en chlordécone dans la solution du sol

L'eau est le compartiment faisant le lien entre le sol et le système racinaire, point d'entrée de la chlordécone dans la plante. Connaître la teneur en chlordécone dans la solution du sol devrait aider à mieux comprendre la dynamique de la molécule entre les différentes matrices (sol, eau, racines, parties consommables). L'eau de la solution du sol est prélevée à l'aide de bougies poreuses.

a) Installation des bougies poreuses

Les 12 bougies poreuses (BP) disponibles (fournisseur ecoTECH, D 53129 Bonn, modèle 4311.20/00, partie poreuse en verre) ont été réparties sur 4 parcelles (P2 - témoin 1 -, P4 - Daramend standard -, P7 - compost - et PA - FZV seul) choisies pour cibler les effets du traitement ISCR et le comparer au compost. Pour chacune de ces parcelles, 3 bougies poreuses sont installées, la première au niveau du bloc 2 de patates douces, la deuxième sur le bloc 4 et la troisième sur le bloc 5. Toutes les bougies sont positionnées de la même façon, au centre et au « fond » du billon, entre 2 plants de patates douces (Illustration 30). Mettre 1 seule bougie par type de culture (radis, concombre, patate douce) dans chacune de ces 4 parcelles n'aurait pas permis de prendre en compte un minimum de la variabilité spatiale de la composition des eaux du sol. Le choix a donc été fait de n'implanter les BP qu'au niveau des billons de patates douces dont la durée de culture, nettement plus longue que celle des 2 autres plantes, permettait de prévoir un suivi sur une durée susceptible de faire apparaître des variations de composition des eaux.

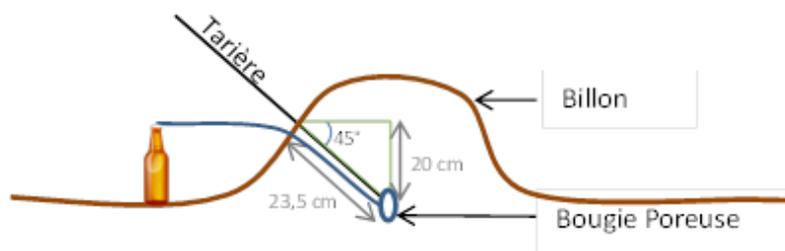


Illustration 30 : Positionnement d'une bougie poreuse sur le billon.

Les bougies poreuses ont été mises à tremper dans de l'eau déminéralisée pendant une nuit puis installées le 03 février 2014 de la même manière que celle décrite pour le suivi physico-chimique (cf. 2.6.1).

b) Prélèvement d'eau du sol

Le protocole utilisé est le même que celui décrit pour le suivi physico-chimique (cf. 2.6.1).

Les prélèvements ont été effectués par mise en dépression (durée : 48 h, - 0,4 ± 0,02bar) à trois dates : le 10 mars, le 10 avril et le 13 juin 2014.

Pour chaque point de prélèvement (chaque bougie), un échantillon composite est ensuite effectué à partir des 3 dates d'échantillonnage.

c) Analyse de la concentration en chlordécone et des produits de dégradation

Les 11 échantillons composites d'eau collectés (une des 12 bougies poreuses n'a jamais donné d'eau) ont été analysés par le laboratoire du BRGM à Orléans en suivant le protocole décrit pour le volet physico-chimique (cf. 2.6.2).

3.7.3. Pluviométrie, irrigation et concentration en chlordécone dans l'eau d'irrigation

La pluviométrie est suivie à l'aide d'un pluviomètre de terrain à lecture directe SPIEA (modèle 2PLUG, fournisseur : Bauchery) placé sur la parcelle à un mètre de hauteur et relevé au minimum 3 fois par semaine. Tous les apports en eau par irrigation sont calculés à partir de la durée d'irrigation et du débit moyen mesuré avant le lancement des travaux.

La concentration en chlordécone dans l'eau d'irrigation a été suivie par 9 prélèvements d'eau à la sortie des asperseurs en cours d'irrigation. Les prélèvements ont été faits le 12 et 14 février, le 3, 13 et 28 mars, le 2, 10 et 14 avril et le 05 mai 2014. À chaque date de prélèvement, l'eau est prélevée à l'aide d'une bouteille en verre à la sortie de 4 asperseurs choisis au hasard parmi tous ceux irrigant les 7 parcelles d'étude, à raison de 250 ml/asperseur (correspondant à environ 10 secondes d'aspersion) regroupés dans une seule bouteille. Par la suite, des échantillons composites ont été constitués en mélangeant ensemble 2 dates de prélèvements successives, 12 et 14 février, 3 et 13 mars, etc. Seule l'eau prélevée le 05 mai a été analysée sans mélange avec un échantillon d'une autre date.

Par exemple ; l'échantillon « Composite3 » est composé :

- d'eau prélevée le 28/03/14 à la sortie de 4 asperseurs présents sur les parcelles 2, 4, 6 et 8 ;
- +
- d'eau prélevée le 02/04/14 à la sortie de 4 asperseurs provenant des parcelles 7, 3 et A.

Cette stratégie d'échantillonnage avec des échantillons composites intégrateurs était imposée par le nombre très limité d'analyses pouvant être réalisé par l'IRD suite à des contraintes opérationnelles locales et financières globales. Par ailleurs, le but était d'avoir une idée du niveau de contamination de l'eau d'irrigation provenant d'une seule source mais alimentant toutes les parcelles. Le fait de ne pas avoir de suivi individualisé de chaque parcelle ni un suivi journalier a donc été accepté comme une contrainte sans implication majeure sur l'intérêt des résultats.

Un échantillon d'eau a également été prélevé directement dans la retenue collinaire au niveau de la crépine d'aspiration de la pompe, le 14 février 2014. Après le prélèvement, les échantillons sont stockés à une température de 20 °C, sans ajout de solvant. Les analyses ont été faites par Yoan Labrousse de l'IRD sur le site du CAEC en Martinique. La procédure associe une micro-extraction en phase solide (SPME) de 10 min, une séparation par chromatographie en phase gazeuse (GC) et une identification par spectrométrie de masse (MS et MS/MS). La quantification est basée sur une méthode d'ajouts dosés (Soler *et al.*, 2014).

3.8. SUIVI AGRONOMIQUE ET RÉCOLTE DES CULTURES

3.8.1. Suivi de la biomasse des radis

Afin d'établir les courbes de croissance des plants en fonction des traitements de remédiation appliqués au sol, des radis ont été pesés de façon hebdomadaire durant toute la culture. 7, 14, 21, 27, et 35 jours après le semis (soit le 07 février, le 14 février, le 21 février, le 27 février et le 07 mars 2014), 6 radis par parcelle ont été prélevés puis pesés à l'aide d'une balance de précision Mettler Toledo AG 104 en séparant le système végétatif du système racinaire.

Un suivi de la croissance végétative aérienne (cadre de 0.25 m²) a également été réalisé par photographie pour chaque culture.

3.8.2. Récolte et préparation des échantillons de radis pour mesures du rendement et analyse des teneurs en chlordécone

Pour les 3 cultures, l'impact des traitements sur le rendement a été évalué et des échantillons composites ont été constitués pour mesurer les concentrations en chlordécone dans les parties consommées.

Le dispositif mis en place (6 mètres linéaires de semis/parcelle) permettait de faire 2 récoltes par parcelle, afin de comparer d'une part les teneurs en fonction du stade de récolte (calibre) et d'autre part, les teneurs à une même date de récolte pour tous les traitements (N. B. pour les concombres, la période de récolte a été étalée sur plusieurs jours ; pour les patates douces, il faut déterrer le tubercule pour avoir le calibre et il est très difficile de replanter si le calibre est trop petit, donc une seule récolte a été effectuée à la même date pour toutes les modalités).

La parcelle compost, plus précoce, a été récoltée le 20 février 2014. Une semaine plus tard, le 27 février 2014, toutes les parcelles ont été récoltées. Pour les parcelles 3 (Daramend bagasse) et 6 (bagasse + FZV), plus tardives, la seconde récolte a eu lieu le 06 mars 2014 (Tableau 12). Cet étalement des récoltes avait pour objectif d'évaluer l'effet sur la concentration en CLD du paramètre « durée de culture » ainsi que l'effet « dilution », lié à la taille et au calibre du radis. Pour les 2 témoins et pour les traitements « Daramend standard et FZV seul, une seule récolte a eu lieu car la date choisie pour la récolte synchronisée de toutes les modalités a correspondu à la date où les radis avaient atteint le calibre commercialisable dans ces modalités.

Traitements	20 février	27 février	6 mars
Témoin 1		x	
Daramend Bagasse		x	X
Daramend standard		x	
Fer+ Bagasse		x	x
Compost	x	x	
Témoin 2		x	
Fer Zéro Valent seul		x	

Tableau 12 : Dates de récolte des radis.

a) Récolte et estimation du rendement

Les radis ont été prélevés délicatement à l'aide d'une mini pelle afin de récupérer les racines fines. La récolte d'une répétition correspond au prélèvement de tous les radis présents sur une ligne de 1,5 mètre (l'autre ligne de 1,5 m sert à la deuxième récolte). Ces radis ont été triés en 2 catégories, ceux d'une taille commercialisable, supérieure à un diamètre de 1,2 cm, et ceux d'une taille inférieure, puis comptés et pesés (Balance de précision Mettler PE600).

b) Préparation des échantillons de radis pour l'analyse de la chlordécone

Les analyses de chlordécone ont été réalisées pour chaque date de récolte. Pour chaque répétition, 25 radis homogènes de taille médiane, ni trop gros ni trop petits, ont été choisis puis traités de la façon suivante :

1. lavage à l'eau du robinet puis à l'eau distillée : les radis à analyser sont lavés consciencieusement afin qu'aucun résidu de sol ne soit analysé avec les radis ;
2. séchage des radis à l'aide de papier absorbant ;
3. découpage des radis en fractions homogènes selon une symétrie axiale afin de constituer les échantillons à analyser et les échantillons à conserver comme doublons. Les radis sont coupés en deux dans le sens de la longueur, deux aliquotes sont constituées avec une moitié de chaque tubercule de radis. On obtient ainsi un échantillon composite principal et un double ;
4. emballage en sachet plastique propre, étiqueté et référencé puis mis sous vide et thermosoudé (thermosoudeuse sous vide AudionVac) ;
5. stockage au congélateur à - 18 °C puis expédition au laboratoire départemental de la Drôme par colis isotherme réfrigéré par carboglace (3 kg par glacière de 36 L).

3.8.3. Récolte et préparation des échantillons de concombre pour mesures du rendement et analyse des teneurs en chlordécone

a) Récolte et estimation du rendement

La récolte des concombres a débuté lorsque les concombres des modalités témoins ont atteint un stade commercialisable (longueur de 12 cm). À partir de cette date, 6 récoltes ont eu lieu, une récolte tous les 3 à 4 jours pendant 3 semaines. Pour les concombres des modalités P2 (témoin), P7 (compost) et P6 (bagasse + FZV), les 6 récoltes ont eu lieu le 14 mars, 17 mars, 20 mars, 24 mars, 27 mars et 31 mars 2014. Pour les concombres des modalités P3 (Daramend standard), P4 (Daramend Bagasse), P8 (témoin) et PA (Fer Zéro Valent seul), où une 2^e série de repiquage avait dû être réalisée, les 6 récoltes ont eu lieu le 24 avril, 28 avril, 02 mai, 05 mai, 09 mai et le 12 mai 2014.

À chaque récolte, les fruits sont pesés, comptés et triés en séparant les fruits commercialisables (L > 12 cm) des fruits non commercialisables (L < 12 cm).

b) Préparation des échantillons pour l'analyse de la chlordécone

Pour les récoltes 1, 3 et 4 (à la date prévue pour la récolte 2, le nombre de fruits était insuffisant), 4 concombres d'une taille moyenne ont été choisis pour chacun des 5 blocs. Les fruits sont lavés à l'eau claire, à l'eau distillée puis séchés à l'aide de papier absorbant. Chaque fruit est ensuite mesuré, pesé puis coupé en quatre selon une symétrie axiale dans le sens de la longueur (Illustration 28) puis en 8 par une troisième coupe dans le sens de la largeur. 4 morceaux par concombre sont ensuite choisis (illustration 31) puis regroupés avec les morceaux issus des 3 autres concombres du même bloc. Pour chaque bloc, on obtient donc un échantillon composite comprenant 48 huitièmes de concombre provenant de 12 fruits récoltés à 3 dates différentes. Chaque échantillon composite a ensuite été emballé dans un sachet plastique, étiqueté, mis sous vide puis stocké au congélateur avant d'être expédié par colis réfrigéré au LDA de la Drôme.

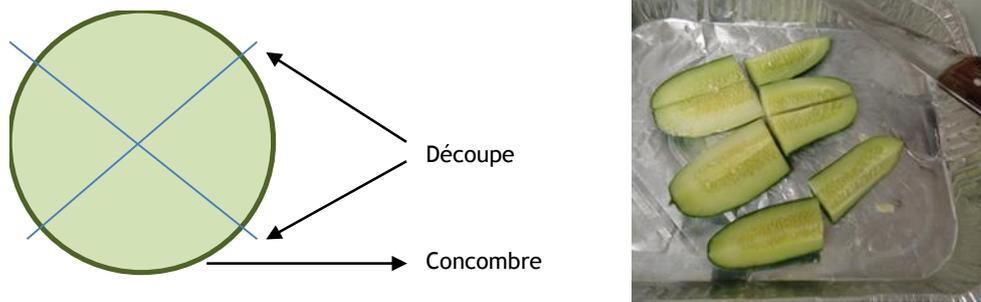


Illustration 31 : Découpe des concombres pour générer les sous-échantillons destinés à l'analyse de chlordécone.

3.8.4. Récolte et préparation des échantillons de patate douce pour mesures du rendement et analyse des teneurs en chlordécone

a) Récolte et estimation du rendement

La récolte des patates douces a été faite 5 mois après la plantation. Les blocs 1, 2 et 4 ont été récoltés le 23 juin, les blocs 3 et 5, le 25 juin 2014. Au champ, une fourche bêche permet de sortir les tubercules de terre. Tous les tubercules sont ramassés. Au laboratoire, les tubercules sont comptés, pesés et triés. Les tubercules non commercialisables ($L < 10$ cm, ou calibre < 5 cm, ou tubercules éclatés) sont comptés et pesés séparément (Illustration 32).

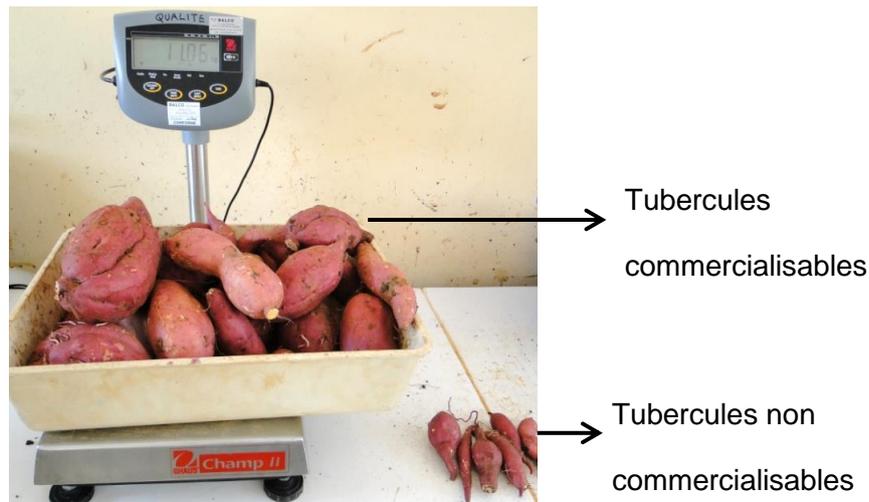


Illustration 32 : Tri des tubercules de patates douces.

b) Préparation des échantillons pour l'analyse de la chlordécone

Pour chacun des 5 blocs, 10 patates douces d'une taille commercialisable et homogène sont choisies puis nettoyées soigneusement à l'eau claire puis à l'eau distillée (Illustration 33). Un brossage doux permet de faciliter le lavage tout en conservant la fine peau recouvrant les tubercules. Un soin particulier est apporté aux tubercules tortueux afin d'éviter toute source de contamination de l'échantillon avec de la terre.

Sur chacun des 10 tubercules, 3 rondelles d'un centimètre d'épaisseur sont prélevées. Les 30 rondelles sont ensuite découpées en deux selon une symétrie axiale afin de constituer un échantillon composite à analyser et un doublon. Enfin, les 30 demi-rondelles sont ensachées, identifiées, stockées au congélateur puis expédiées au LDA 26 par colis réfrigérés.



Illustration 33 : Préparation des échantillons de patates douces.

3.9. ANALYSE DE LA CONCENTRATION EN CHLORDÉCONE ET CERTAINS DE SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LES VÉGÉTAUX ET LES SOLS À PROXIMITÉ IMMÉDIATE DES RÉCOLTES

3.9.1. Analyses des échantillons de végétaux

L'analyse des échantillons végétaux a été réalisée par le laboratoire départementale de la Drôme (LDA 26 - 37 Avenue de Lautagne - BP 118-26904 Valence cedex 9). Les concentrations en chlordécone, chlordécol et chlordécone 5b-hydro ont été mesurées par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (HPLC/MS). Pour ces 3 micro-polluants, la limite de quantification était respectivement de 0,5, 2,6 et 0,5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ de matière fraîche pour les concombres et les patates douces, et de 1, 10 et 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ de matière fraîche pour les radis. La limite de quantification plus élevée pour les radis est due à une plus faible biomasse totale disponible par échantillon. Par convention, la limite de détection est égale à la limite de quantification divisée par 3. Les analyses ont été faites entre le 28 mai et le 18 juin 2014 pour les radis, entre le 03 juillet et le 08 août 2014 pour les concombres et entre le 09 juillet et le 10 août 2014 pour les patates douces. Le pourcentage de matière sèche à 105 °C a également été évalué pour chaque échantillon.

3.9.2. Prélèvements et préparation des échantillons de sol

Un échantillon de sol a été prélevé à proximité immédiate de chaque lot de plantes prélevé. Le but était de disposer de teneurs en CLD dans le sol à proximité immédiate de la zone de pénétration de la molécule dans la plante, et non d'une valeur moyenne sur la parcelle au sein de laquelle la variabilité spatiale des concentrations en CLD dans le sol peut être élevée.

a) Méthode de prélèvement

Pour chaque bloc de 10 plantes (ou pour 3 mètres linéaires dans le cas des radis), 10 carottes de terre (1 carotte/plante) ont été prélevées dans l'horizon exploré par le système racinaire de la plante (0 - 15 cm pour les radis, 0 - 30 cm pour les concombres et les patates douces). Ces 10 carottes sont ensuite regroupées pour constituer un échantillon composite. Vu que chaque type de plante est cultivé dans 4 blocs indépendants, il y a donc 4 échantillons composites de sol par type de plante. Comme il y a eu plusieurs dates de récolte pour les radis et concombres, les sols ont été prélevés à la dernière date de récolte pour ne pas perturber les dernières plantes en développement.

b) Préparation et analyses des échantillons

Tous les échantillons de sol ont été traités de la façon suivante :

- pesée du sol frais (PF) ;
- séchage à l'étuve dans une barquette durant 3 jours à 40 °C ;
- pesée du sol sec (PS) puis mesure de l'humidité pondérale (Hp). $Hp = \frac{PF-PS}{PS}$;
- pilonnage et concassage du sol dans une barquette aluminium (Illustration 34) ;
- tamisage à 2 mm (au minimum 75 % de l'échantillon initial doit passer au travers de cette maille) ;
- homogénéisation manuelle et mélange du sol tamisé ;
- ensachage et identification de la façon suivante : CultureRépétitionParcelle (Exemple : Rad2P7 correspond au sol de radis de la répétition 2 de la parcelle 7 « compost ») ;
- expédition des échantillons au laboratoire du BRGM Orléans ;
- mesures de la concentration en chlordécone et produits de transformation après extraction par ASE et analyse par chromatographie gazeuse couplée à un spectromètre de masse (GC/MS) avec une limite de quantification de 0,03 mg/kg. (Bristeau *et al.*, 2014).



Illustration 34 : Concassage du sol au pilon.

3.10. ANALYSE STATISTIQUE DES RÉSULTATS

Une analyse statistique des résultats a été effectuée pour évaluer l'effet des traitements sur le rendement des cultures et sur la teneur en chlordécone dans les végétaux. L'analyse des résultats a également été effectuée sur trois taux de transfert différents : TRANSFERT_récolte, TRANSFERT_MS et TRANSFERT_T0. TRANSFERT_récolte rend compte du rapport de concentration en CLD entre les végétaux et le sol à la récolte, TRANSFERT_T0 rend compte du même rapport en considérant la teneur du sol avant

traitement, TRANSFERT_Ms rend compte du même rapport que TRANSFERT avec des teneurs rapportées à la Matière Sèche pour les plantes.

$$\text{TRANSFERT}_{\text{récolte}} = \frac{\text{concentration en chlordécone dans les végétaux en } \mu\text{g/kg de matière fraîche}}{\text{concentration en chlordécone dans le sol à la récolte en } \mu\text{g/kg de sol sec}} \times 100$$

$$\text{TRANSFERT}_{\text{MS}} = \frac{\text{concentration en chlordécone dans les végétaux en } \mu\text{g/kg de matière sèche}}{\text{concentration en chlordécone dans le sol à la récolte en } \mu\text{g / kg de sol sec}} \times 10\,000$$

$$\text{TRANSFERT}_{\text{T0}} = \frac{\text{concentration en chlordécone dans les végétaux en } \mu\text{g/kg de matière fraîche}}{\text{conc. CLD dans le sol avant l'application des amendements (} \mu\text{g/kg de sol sec)}} \times 100$$

Toutes les analyses statistiques ont été effectuées avec le logiciel R (R Core Team, 2014). Le package « ggplot2 » (H. Wickham, 2009) a été utilisé pour visualiser les densités des échantillons. Les tests suivants ont été utilisés pour évaluer l'effet des traitements sur chaque culture :

- test de normalité de Shapiro-Wilk, package « stats » du logiciel R ;
- test d'égalité des variances de Bartlett, package « stats » du logiciel R ;
- test de comparaison des traitements par rapport à un témoin de Dunnett, package « multcomp » (Torsten Hothorn *et al.*, 2008),
- test de comparaison des traitements de Tukey HSD (Honest Significant Difference), package « stats » du logiciel R ;
- test de comparaison des traitements par groupe à l'aide de la méthode LSD (Least Significant Difference) ajustée par Bonferroni, package « agricolae » du logiciel R (Felipe de Mendiburu, 2014) ;
- test de comparaison des traitements de Wilcoxon-Mann-Whitney, package « stats » du logiciel R, dans le cas des échantillons de distribution non normale ou de variances inégales.

Pour les échantillons de distribution non normale ou de variances inégales, le test de Wilcoxon-Mann-Whitney a été effectué, package « stats » du logiciel R. Ce test indique seulement si un traitement est différent d'un autre, c'est la personne en charge de l'interprétation (Jean-Marie Gaude) qui, à partir de ces différences ou ressemblances, propose un regroupement ou un classement des traitements. Pour toutes les analyses effectuées, le risque de première espèce est de 5 %. Dans l'application des tests, une hypothèse forte a été supposée : l'indépendance des observations. Cela signifie que la valeur d'une observation ne doit aucunement influencer la valeur d'une autre observation. D'un point de vue spatial, la distance entre chaque répétition nous permet de considérer qu'elles ne s'influencent pas entre elles (Illustration 22).

3.11. TABLEAU SYNTHÉTIQUE DE SUIVI DES CULTURES

Le tableau 13 présente de façon synthétique les principales dates de prélèvements, mise en culture et récolte.

Décontamination par *In Situ* Chemical Reduction de nitisols pollués par la chlordécone

Mois	Date	Radis	Concombre plantation1	Concombre plantation2	Patate douce
déc-13	12-déc.	Prélèvement de sol sur la parcelle 7 "compost" pour analyse complète			
	13-déc.	Incorporation de la matière organique sur la parcelle 7 "compost"			
janv-14	15-janv.	3 passages de rotobèche			
	16-janv.	Passage de la billonneuse			
	22-janv.	Passage du rateau et d'une houe			
	23-janv.		Semis (pépinière Adèle)		
	29-janv.		Plantation au champ		
	30-janv.				Prélèvement et préparation des boutures
	31-janv.		Un prélèvement de sol par parcelle pour analyse complète		
31-janv.	Semis au champ			Plantation	
févr-14	3-févr.	Installation des bougies poreuses			
	7-févr.	Apport d'engrais n°1	Apport d'engrais n°1		Apport d'engrais n°1
	10-févr.				Remplacement des plants morts
	12-févr.	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	14-févr.	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	20-févr.	Récolte Parcelle 7			
	27-févr.	Récolte de toutes les parcelles			
	28-févr.		Apport d'engrais n°2		
mars-14	1-mars	Traitement au <i>Bacillus thuringiensis</i>			
	3-mars	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	6-mars	Récolte Parcelle 3 et 6		Semis (pépinière Adèle)	
	10-mars	Mise en dépression des bougies poreuses pour prélèvements d'eau dans la solution du sol			
	10-mars	Prélèvement des sols			
	12-mars			Plantation au champ	
	13-mars	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	13-mars		Recolte n°1		
	17-mars	Sols placés à l'étuve 40°C	Recolte n°2		
	18-mars				Apport d'engrais n°2
	21-mars	Sols sorties de l'étuve		Apport d'engrais n°1	
	20-mars		Recolte n°3		
	24-mars		Recolte n°4		
	27-mars		Recolte n°5		
28-mars	Prélèvement d'eau d'irrigation				
31-mars		Recolte n°6 +Prélèvement de sol	Observation : 80% des plants morts sur PA		
avr-14	2-avr.	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	10-avr.	Mise en dépression des bougies poreuses pour prélèvements d'eau dans la solution du sol			
	11-avr.	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	11-avr.			Apport d'engrais n°2	Engrais apport n°3
	14-avr.	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	16-avr.	Broyage et tamisage des sols puis expédition au BRGM			
mai-14	24-avr.			Recolte n°1	
	28-avr.			Recolte n°2	
	2-mai			Recolte n°3	
	3-mai	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	5-mai			Recolte n°4	
	6-mai	Sols placés à l'étuve à 40°C			
	9-mai			Recolte n°5	
	12-mai	Sols sortis de l'étuve		Recolte n°6 +Prélèvement de sol	
	13-mai	Prélèvement d'eau d'irrigation			
	13-mai			Sols placés à l'étuve à 40°C	
16-mai			Sols sortis de l'étuve		
26-mai	Expédition 50 échantillons de radis au LDA 26				
juin-14	5-juin	Broyage et tamisage des sols	Broyage et tamisage des sols		
	12-juin	Expédition des 23 sols au BRGM Préparation échantillons composites "fruits"	Départ 13 sols au BRGM Orléans Préparation échantillons composites "fruits"		
	13-juin	Mise en dépression des bougies poreuses pour prélèvements d'eau dans la solution du sol			
	16-juin	Expédition des 23 échantillons de concombre au LDA 26	Expédition des 13 échantillons de concombre au LDA 26		
	23-juin				Récolte Bloc 1/2/4 (Patates + sols)
	24-juin				Préparation des échantillons de patates
	25-juin				Récolte Bloc 3/5 (Patates+sols)
	26-juin				Préparation des échantillons de patates
	30-juin				Sols placés à l'étuve 40°C
	4-juil.				Sols sortis de l'étuve
juil-14	7-juil.				Broyage et tamisage 35 sols Expédition des 35 échantillons de patates au LDA 26
	11-juil.				Expédition 35 sols au BRGM

Tableau 13 : Calendrier du suivi des trois cultures dans la parcelle de nitisol.

4. Matériel et méthodes du volet agronomique pour la parcelle de sol alluvionnaire

Par rapport à l'essai sur le nitisol, trois modifications majeures ont été apportées. Tout d'abord le fait que ce volet a eu lieu non pas en plein champ mais dans une serre du PRAM, le propriétaire de la parcelle désirant la remettre en culture bananière immédiatement après l'arrêt du traitement par ISCR. Ensuite, l'irrigation, qui a été réalisée avec un système de micro-asperseurs au lieu d'asperseurs, et avec une alimentation à partir d'eau de distribution et non d'une retenue collinaire en contexte bananier. Enfin, pour des contraintes de temps restant disponible pour cette étude, la patate douce, dont le cycle cultural s'étale sur plusieurs mois, n'a pas pu être étudiée.

Pour l'essentiel du reste, les protocoles ont été globalement les mêmes que ceux mis en œuvre pour le volet « nitisol », dans le souci de permettre autant que possible la comparaison entre les deux expérimentations. Certains aspects (suivi de biomasse) n'ont toutefois pu être étudiés en raison de contraintes budgétaires.

Toute cette partie a été gérée à titre gracieux par L. Rangon (IRD), T. Woignier (IRD), Éliane Marville (CIRAD) et M. Lesueur - Jannoyer (CIRAD).

4.1. LES DEUX PLANTES TESTÉES

Les 2 plantes testées sont le radis (*Raphanus sativus*, Brassicacea ; Radis Agrinova, Miami FL 33122 « Radish French Breakfast 18 days », code 3RAFBC100G) et le concombre (*Cucumis sativus*, Var. EUREKA pépinières ADELE, Béleme Lamentin. Repiqué à 2 feuilles). Les raisons de ce choix ont été exposées dans la section agronomique relative au nitisol (cf. 3.1).

4.2. PRÉPARATION DES ESSAIS EN BACS SOUS SERRE, PLANTATION ET ENTRETIEN DES CULTURES

4.2.1. Mise en bacs des sols

À la fin du traitement ISCR en plein champ, 800 kg de sols de chacune des modalités témoin (P6), Daramend standard (P3) et fer zéro valent grossier (P7) ont été ramenées le 27 juin 2014 sur le site du PRAM et laissés en dépôt extérieur pendant 3 semaines. Ils ont ensuite été émiettés et homogénéisés avec un motoculteur puis répartis pour chaque modalité dans deux bacs de 225 cm x 46 cm x 56 cm (Longueur/largeur/profondeur intérieures) sous serre (Illustration 35). Trois labours manuels avec crochet jusqu'à environ 40 cm de profondeur ont été réalisés avant les semis (radis) et repiquages (concombres) pour optimiser l'homogénéité des sols.



Illustration 35 : Dispositif en serre mis en place pour l'essai de culture sur sol alluvionnaire après traitement par ISCR (photographie de Luc Rangon, IRD).

4.2.2. Modalités d'implantation des cultures

Les densités de semis (radis) ou de repiquage (concombre) ont été choisies en respectant les préconisations des fiches de culture de la Chambre d'Agriculture de Martinique pour rendre compte d'une conduite usuelle. Le besoin de disposer de biomasse pour les analyses de 4 composites indépendants résultant d'un nombre suffisant d'individus récoltés indépendamment les uns des autres a également été pris en compte dans les linéaires de culture mis en place.

Chacun des 2 bacs de chaque modalité a reçu 2 séries de 5 plants de concombre en quinconce, chaque série occupant un carré de 56 x 56 cm, et 8 lignes de radis pour une longueur totale de 450 cm avec, environ, 2,8 g de graines.

4.3. IRRIGATION

L'irrigation a été réalisée avec un système de micro-asperseurs alimenté 2 fois 3 min/j par le réseau d'eau de distribution. Un contrôle visuel journalier de l'état des cultures a permis d'ajuster au mieux l'apport d'eau en fonction du besoin des plantes. Environ 45 litres ont été apportés par semaine et par bac.

4.4. FERTILISATION

Une dose d'environ 92 grammes d'un engrais 12/12/24 +5 (N/P/K + Mg ; Fabricant : Société Caraïbes Industries Chimiques) a été apporté le 22 septembre 2014 dans chaque carré de 0,3 m² de sol à 6 centimètres des plants de concombres.

4.5. DÉSHERBAGE

Le désherbage a été réalisé manuellement de façon régulière.

4.6. SUIVI SANITAIRE DES CULTURES

Une surveillance très fréquente, au minimum 3 fois par semaine, a permis de repérer au plus vite d'éventuelles attaques de ravageurs et maladies et d'intervenir si nécessaire afin d'assurer une récolte satisfaisante.

Les deux insecticides qui ont été mis en œuvre, Solabiol *Bacillus Thuringiensis* et Suprême® 20 SG (insecticide systémique multi - cultures distribué par Certis Europe BV) sont classiquement utilisés en Martinique. Le Suprême® a été appliqué à 5 reprises sur l'ensemble des cultures à raison d'1 litre par traitement. Le Solabiol *Bacillus Thuringiensis* préparé à une dose de 7,5g pour 5 litres d'eau) a été appliqué à 5 reprises sur l'ensemble des cultures à raison d'1 litre par traitement.

Des granulés de KB Limace appât Granulé pour limaces et escargots (n° AMM 9100231 (5 % métaldéhyde), Scotts France SAS, 69134 Ecully) ont été dispersés sur le sol de la serre.

4.7. RÉCOLTE ET PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS DE RADIS ET DE CONCOMBRES POUR ANALYSE DES TENEURS EN CHLORDÉCONE

Les modalités de prélèvements, de tris pour mesure du pourcentage de radis et concombres commercialisables, de constitution des 5 échantillons composites (par composite, 25 individus pour les radis, 4 pour les concombres), d'envoi au LDA26 et d'analyse dans ce laboratoire sont identiques à celles décrites pour le nitisol (cf. 3.8.1 à 3.8.3).

4.8. ANALYSE DE LA CONCENTRATION EN CHLORDÉCONE ET CERTAINS DE SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LES VÉGÉTAUX, LES SOLS À PROXIMITÉ IMMÉDIATE DES RÉCOLTES ET L'EAU D'IRRIGATION

Aucune modification n'a été apportée à tous ces protocoles par rapport à ceux utilisés pour le nitisol.

Pour les sols, au moment de la récolte des cultures, 6 prélèvements de sol à la tarière ont été effectués à proximité immédiate des plants de concombre ou des rangs de radis pour générer, par culture et modalité, 4 échantillons composites envoyés au BRGM et traités comme décrit plus haut pour les opérations de séchage, concassage, extraction et analyse.

5. Résultats et discussion du volet physico-chimie

5.1. CARACTÉRISATION PÉDOLOGIQUE GLOBALE DES DEUX PARCELLES DE NITISOL ET DE LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE

5.1.1. 1^{ère} parcelle de nitisol utilisée pour les deux premiers essais

Les résultats des paramètres mesurés sur les échantillons de cette parcelle sont donnés au tableau 14.

Paramètre	Moyenne et écart-type (n = 12)	Coefficient de variation (%)
Rapport C/N	9,5 ± 0,5	5
P ₂ O ₅ Olsen (mg/kg)	49 ± 9	17
K ₂ O échangeable (mg/kg)	962 ± 241	25
pH eau	5,7 ± 0,4	6
pH KCl	4,6 ± 0,3	7
CEC (méq/100g)	18,9 ± 0,7	3
Fer Total (%)	8,4 ± 0,3	3
Carbone organique (%)	1,3 ± 0,1	10
Azote Total (%)	0,14 ± 0,01	8
MgO échangeable (mg/kg)	400 ± 46	11
CaO échangeable (mg/kg)	1758 ± 327	19
Calcaire total (%)	< 0,1	0
% Sables grossiers (200 - 2000 µm)	5,9 ± 0,7	12
% Sables fins (50 - 200 µm)	8,4 ± 0,5	6
% Limons grossiers (20 - 50 µm)	13,2 ± 1,8	13
% Limons fins (2 - 20 µm)	8,6 ± 1,3	15
% Argile (< 2 µm)	61,5 ± 1,8	3

Tableau 14 : Valeurs des paramètres mesurés pour caractériser globalement la pédologie de la parcelle de nitisol à partir de 12 échantillons composites obtenus chacun à partir de 6 prises indépendantes.

Une hétérogénéité certaine (CV > 15 %) entre les 12 réplicats apparaît pour les paramètres P₂O₅, K₂O et CaO. Ces paramètres sont toutefois peu susceptibles d'influencer les mécanismes impliqués dans l'ISCR. Les paramètres *a priori* les plus importants pour l'étude (pH, Fer total, Corg et granulométrie 5 classes) sont, par contre, assez homogènes entre réplicats.

5.1.2. 2^{ème} parcelle de nitisol utilisée pour le troisième essai

Les analyses effectuées pour caractériser les modalités PA et PB de la 2^e parcelle de nitisol ont donné les résultats du tableau 15.

Echantillon	CEC (méq/100g)	Argile inférieur à 2 µm (%)	Limons fins entre 2 et 20 µm (%)	Limons grossiers entre 20 et 50 µm (%)	Sables fins entre 50 et 200 µm (%)	Sables grossiers entre 200 et 2000 µm (%)	pH eau	Rapport C/N	Azote Total (%)	Carbone organique (%)	Fer Total (%)
PA1	19,2	63,6	8,6	11,7	8,3	5,2	5,3	10,4	0,14	1,5	7,9
PA2	18,6	64,0	8,5	11,6	8,1	5,2	6,0	9,1	0,16	1,5	8,4
PA3	20,4	63,2	8,9	12,8	7,9	5,1	5,5	9,3	0,13	1,2	8,0
PA4	18,2	63,0	8,9	12,7	7,7	5,2	6,1	9,4	0,15	1,4	8,4
PA5	19,5	60,4	9,1	12,9	9,1	6,1	5,3	10,0	0,14	1,4	8,6
PA6	18,9	58,7	4,7	18,2	9,6	6,3	6,1	10,0	0,15	1,5	8,5
Moyenne	19,1	62,2	8,1	13,3	8,4	5,5	5,7	9,7	0,14	1,4	8,3
Ecart type	0,8	2,1	1,7	2,4	0,7	0,5	0,4	0,5	0,01	0,1	0,3
CV (%)	4	3	21	18	9	10	7	5	7	6	3
PB1	18,5	61,5	8,7	13,2	7,9	6,5	5,7	9,4	0,13	1,2	8,7
PB2	18,1	61,9	8,4	12,5	8,5	6,6	5,2	9,2	0,13	1,2	8,5
PB3	18,6	59,5	9,3	14,5	8,3	5,8	6,3	9,5	0,16	1,5	8,2
PB4	18,5	61,3	10,1	12,6	8,6	5,4	5,7	8,7	0,13	1,1	8,3
PB5	18,6	59,1	9,3	13,9	8,0	7,1	5,8	9,5	0,15	1,4	8,0
PB6	19,3	61,8	8,5	12,4	8,4	6,7	5,5	9,1	0,14	1,2	8,7
Moyenne	18,6	60,9	9,0	13,2	8,3	6,4	5,7	9,2	0,14	1,3	8,4
Ecart type	0,4	1,2	0,6	0,9	0,3	0,6	0,4	0,3	0,01	0,1	0,3
CV (%)	2	2	7	7	3	10	6	4	9	12	3

Tableau 15 : Caractéristiques pédologiques du sol étudié dans les modalités PA et PB de la 2^{ème} parcelle utilisée pour le 3^{ème} essai sur nitisol.

Pour tous les paramètres mesurés, les valeurs sont quasi identiques à celles obtenues dans la 1^{ère} parcelle.

En prenant en compte les 18 échantillons indépendants pris sur les 2 parcelles, les valeurs moyennes et leurs écart-types sont de $61,5 \pm 0,6$ % pour les argiles, $1,33 \pm 0,06$ % pour le carbone organique, $8,37 \pm 0,06$ % pour le fer total, $18,9 \pm 0,3$ pour la CEC et $5,7 \pm 0,1$ pour le pH eau.

5.1.3. Parcelle de sol alluvionnaire

Les résultats des paramètres mesurés sur les échantillons de la parcelle Union sont donnés au tableau 16.

Paramètre	Modalité						Moy \pm s	CV (%)
	P1	P2	P3	P4	P5	P6		
Rapport C/N	10,3	8,0	8,2	9,6	8,9	9,1	$9,0 \pm 0,9$	10
P2O5 Olsen (mg/kg)	119	93	78	78	79	67	85 ± 18	21
K2O échangeable (mg/kg)	1390	1344	1132	1184	1193	729	1162 ± 24	20
pH eau	6,1	6,1	5,8	5,7	5,7	5,8	$5,9 \pm 0,2$	3
pH KCl	5,1	5,3	4,8	4,6	4,7	4,5	$4,8 \pm 0,3$	6
CEC (méq/100g)	22,2	21,1	22,5	23,1	22,0	22,5	$22,2 \pm 0,7$	3
Fer Total (%)	6,8	6,8	4,7	7	6,7	6,8	$6,5 \pm 0,9$	13
Carbone organique (%)	1,5	1,4	1,4	1,4	1,4	1,4	$1,4 \pm 0,1$	4
Azote Total (%)	0,14	0,17	0,17	0,15	0,15	0,15	$0,16 \pm 0,01$	8
MgO échangeable (mg/kg)	763	722	726	742	717	515	698 ± 91	13
CaO échangeable (mg/kg)	2809	3141	2873	2466	2550	1692	2589 ± 501	19
Calcaire total (%)	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0
<hr/>								
% Sables grossiers (0,2 - 2 mm)	5,6	5,3	4,9	3,7	4,9	4,5	$4,8 \pm 0,6$	13
% Sables fins (0,05 - 0,2 mm)	7,8	8,0	8,1	8,0	7,7	7,2	$7,8 \pm 0,3$	4
% Limons grossiers (0,02 - 0,05 mm)	15,6	15,0	13,7	19,2	17,7	17,6	$16,5 \pm 2,1$	13
% Limons fins (0,002 - 0,02 mm)	26,9	24,7	24,9	21,2	24,4	25,5	$24,6 \pm 1,9$	8
% Argile (< 0,002 mm)	41,5	44,7	45,9	45,3	42,9	42,8	$43,8 \pm 1,7$	4

Tableau 16 : Valeurs des paramètres mesurés pour caractériser globalement la pédologie des sols de chacune des 6 modalités étudiées dans la parcelle de sol alluvionnaire (Union). Les mesures ont été faites sur un échantillon composite obtenu à partir de 6 prises indépendantes de chaque modalité.

Les moyennes, écarts-types et coefficients de variation sont calculés à partir des 6 valeurs des 6 modalités.

On retrouve l'hétérogénéité intra-parcellaire observée dans le nitisol pour les paramètres P₂O₅, K₂O et CaO et la relative homogénéité des paramètres, pH, Fe total, Corg et granulométrie 5 classes. Par rapport à la parcelle de nitisol, les différences les plus nettes apparaissent pour le pH (moins acide de 0,5 unité dans le sol de Union), le Fe total (environ 2 % de moins dans le sol de Union), les limons fins (environ 16 % de plus dans le sol de Union) et les argiles (environ 18 % de moins dans le sol de Union). Ces deux derniers paramètres illustrent bien la différence de typologie entre les deux parcelles, avec le caractère alluvionnaire du sol de Union qui confirme la carte pédologique de la zone (Colmet-Daage, F., 1969).

5.2. CARACTÉRISATION MINÉRALOGIQUE DES SOLS DE LA 1^{ère} PARCELLE DE NITISOL

5.2.1. Diffraction des rayons X

L'illustration 36 montre le diffractogramme de la parcelle P2 (témoin) qui met en évidence les pics de diffraction à 4.45 et 7.4 Å. Ces distances inter réticulaires sont caractéristiques des argiles halloysite (Dubroeuq *et al.* 1998; Onodera *et al.* 2001) et par conséquent des nitisols. On note aussi la présence de pics de diffraction relatifs à la présence de silice (3.34 et 2.46 Å, cf. annexe 1).

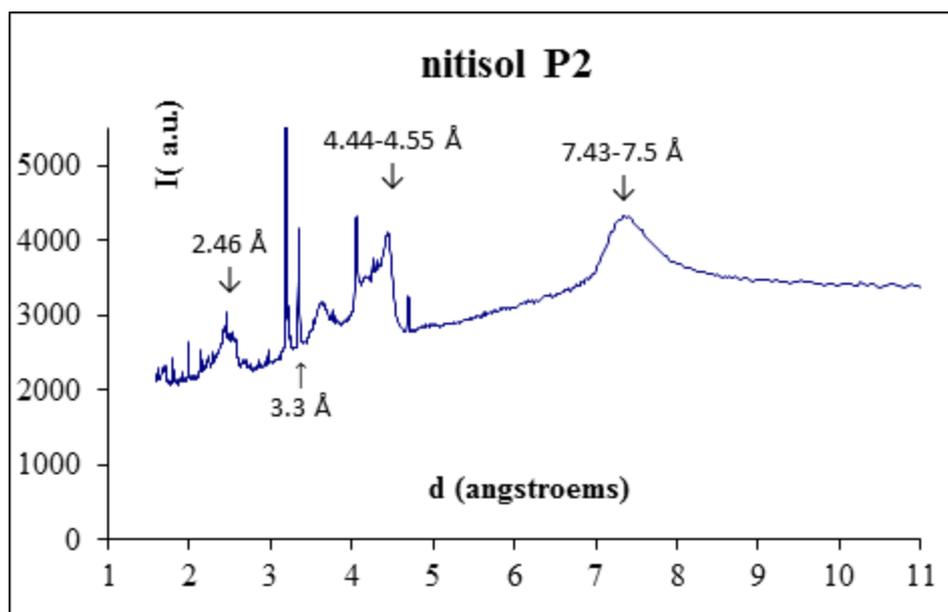


Illustration 36 : Diffractogramme de rayons X d'un échantillon de sol de la parcelle P2 (témoin).

L'annexe 1 montre les différents diffractogrammes des parcelles P1, P2, P3, P4, P5, P6, Pa et P8. Elles présentent toutes les pics caractéristiques de l'argile Halloysite.

5.2.2. Spectroscopie Infra Rouge

Le spectre IR de l'échantillon P2 (témoin) présenté à l'illustration 37 met en évidence 2 pics bien nets dans la région - OH ($3\ 500 - 3\ 800\ \text{cm}^{-1}$), caractéristiques des argiles phyllosilicates de type halloysite (Colmet Dage 1972, Gustaffson 1998), contrairement aux argiles amorphes qui ne présentent pas ces bandes bien définies.

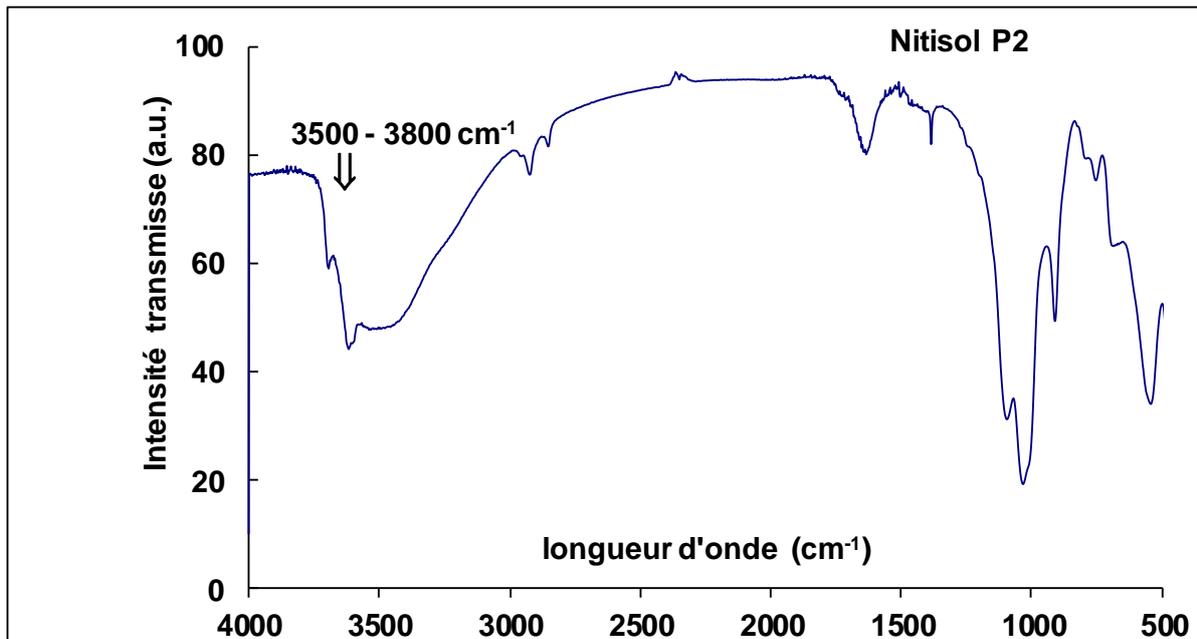


Illustration 37 : Spectre IR d'un échantillon de sol de la parcelle P2 (témoin).

Les spectres IR des parcelles P1, P2, P3, P4, P5, P6, Pa et P8 (annexe 1) présentent tous les deux bandes IR entre 3500 et 3800 cm^{-1} ; il s'agit donc bien de nitisols contenant l'argile Halloysite.

5.3. SUIVI DE LA TENEUR EN EAU DU NISOL LORS DU 2^{ème} ESSAI DANS LA 1^{ère} PARCELLE

Les résultats du 1^{er} essai ne sont pas présentés car trop peu nombreux et peu riches en valeur informative.

L'objectif du suivi de la teneur en eau du sol est de déterminer si l'irrigation couplée à la compaction du sol et au bâchage sont suffisants pour obtenir puis maintenir une humidité du sol élevée, égale voire supérieure à la capacité au champ avant traitement (0,42).

Suite à l'incorporation des amendements réalisé le 24/06, le sol a été compacté par des passages successifs d'un tracteur agricole, puis irrigué du 25/06 au 27/06 (88 mm).

5.3.1. Horizon 0 - 20 cm

Pour les modalités P3 (Daramend bagasse) et P6 (bagasse + FZV), il n'y a pas de variation significative de la teneur en eau du sol sur l'horizon 0 - 20 cm (Illustration 38) pendant les 3 semaines de bâchage (27/06 au 18/07) qui suivirent l'irrigation (25/06 au 27/06). L'humidité moyenne du sol est respectivement de $0,43 \pm 0,01$ et $0,47 \pm 0,01$. La teneur en eau dans la modalité P4 (Daramend standard) est en moyenne de $0,51 \pm 0,06$ sur cette même période, avec un pic de teneur en eau atteint le 11/07 à 0,59 (teneur en eau relative 25 % plus importante que la moyenne des autres dates de la même modalité). Ce pic est caractérisé par une forte hétérogénéité spatiale des valeurs (CV : 30 %), variabilité en moyenne 8 fois plus élevée que dans les autres modalités.

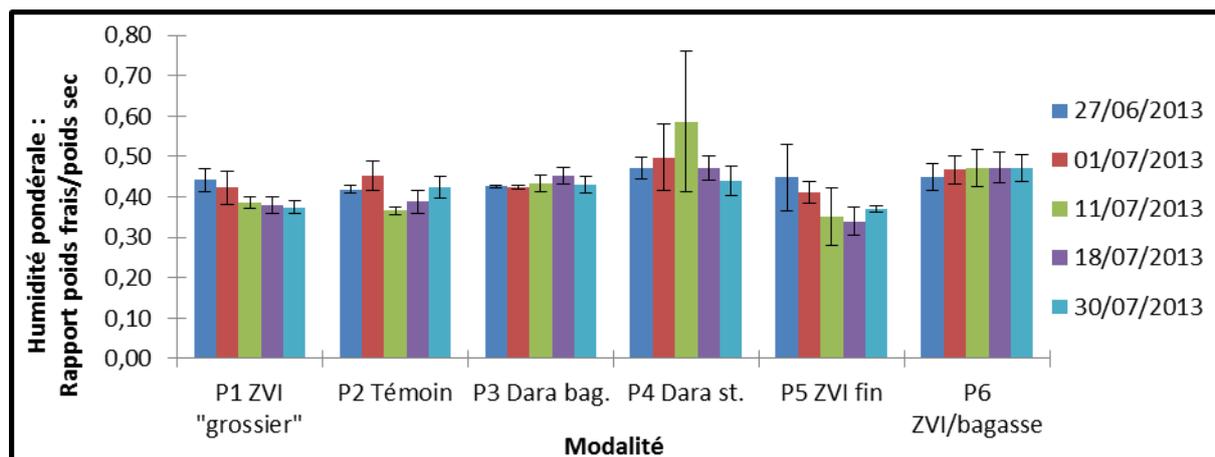


Illustration 38 : Suivi de la teneur en eau sur l'horizon 0 - 20 cm du 27/06 au 30/07 (2^{ème} essai sur nitisol).

Pour les modalités P1 (FZV grossier) et P5 (FZV fin), entre le 27/06 et le 18/07, les mesures indiquent une baisse relative de l'humidité du sol de 14 % dans P1, et de 24 % dans P5, comparé aux teneurs initiales (0,44 et 0,45). On observe également une diminution relative de la teneur en eau de 7 % entre le 27/06 (0,42) et le 18/07 (0,39) dans la modalité témoin (P2).

Les plus fortes teneurs en eau sur la période de bâchage (du 27/06 au 18/07) sont situées dans les modalités P3 (0,43 ± 0,01), P4 (0,51 ± 0,05) et P6 (0,47 ± 0,01). Ces trois modalités sont celles où l'amendement consiste en un mélange de FZV et de matière organique, cette dernière contribuant très probablement à une augmentation de la capacité de rétention en eau du sol.

L'irrigation du 22/07 au 23/07 (66 mm) a permis de faire remonter la teneur en eau à la valeur mesurée le 27/06 dans les modalités P2, P3, et P6. Les mesures faites le 30/07, modalités toujours bâchées, indiquent effectivement une humidité moyenne de 0,44 ± 0,03. Pour les modalités P1 et P5, la teneur en eau (0,37) est restée en-dessous de la capacité au champ.

5.3.2. Horizon 20 - 40 cm

Pour les modalités P3 et P6 sur l'horizon 20 - 40 cm (Illustration 39), l'humidité relative du sol a augmenté de 11 % pendant la période de bâchage du 27/06 au 18/07 (P3 : 0,44 à 0,49 et P6 : 0,45 à 0,50). Cette augmentation n'est probablement pas significative au regard des écart-types. Dans la modalité P4, la teneur en eau est restée quasi-constante sur cette même période (0,48 ± 0,02).

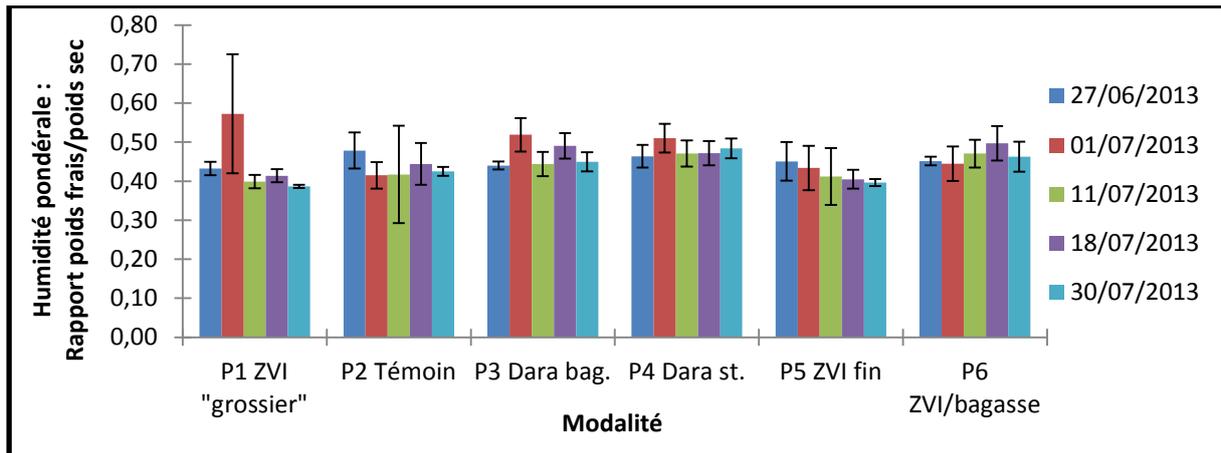


Illustration 39 : Suivi de la teneur en eau sur l'horizon 20 - 40 cm du 27/06 au 30/07 (2^{ème} essai sur nitisol).

Dans les modalités P1, P2 et P5 par contre, le sol tend à s'assécher pendant les 3 semaines (entre le 27/06 et le 18/07) de bâchage après l'irrigation (25/06 au 27/06). La teneur en eau dans ces modalités est effectivement en baisse relative de 5 %, de 13 % et de 11 %. Cependant, ces teneurs ne sont probablement pas statistiquement différentes comparées aux teneurs initiales. On observe le 01/07 dans la modalité P1 (CV : 27 %) et le 11/07 dans la modalité P2 (CV : 30 %) un coefficient de variation jusqu'à 11 et 13 fois plus élevé que dans les autres modalités. Cela témoigne également d'une forte variabilité spatiale des valeurs sur l'horizon 20 - 40 cm.

Sur la période de bâchage du 27/06 au 18/07, les plus fortes teneurs en eau sont obtenues dans les modalités P3 ($0,47 \pm 0,04$), P4 ($0,48 \pm 0,02$) et P6 ($0,47 \pm 0,02$).

L'irrigation du 22/07 au 23/07 (66 mm) a permis de restaurer la teneur initiale en eau dans les modalités P3, P4 et P6 (0,45, 0,48 et 0,46). Ce n'est pas le cas des modalités P1, P2 et P5 où la teneur en eau est en moyenne inférieure de 11 ± 2 % à la teneur initiale. L'humidité du sol dans les 6 modalités du 27/06 au 30/06 sur l'horizon 0 - 20 cm est proche ($0,45 \pm 0,02$) de celle sur l'horizon 0 - 20 cm ($0,43 \pm 0,04$).

5.4. EFFET DE LA COMPACTION SUR LA DENSITE SECHE APPARENTE LORS DE L'ESSAI SUR LA 2^{ème} PARCELLE DE NITISOL

L'effet de la compaction est très net, avec une augmentation de 50 % de la densité apparente du sol sec aussi bien pour PA que PB (Illustration 40).

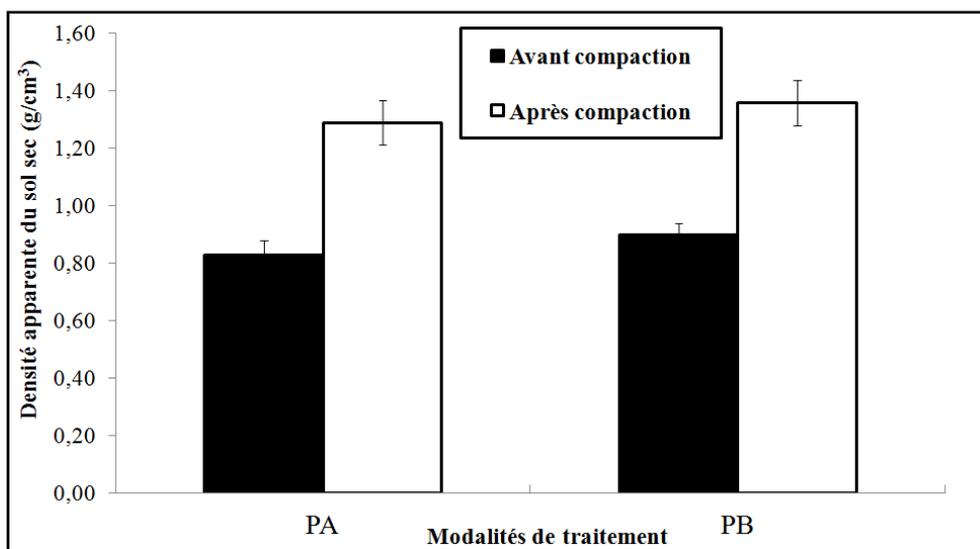


Illustration 40 : Densité apparente du sol sec avant et après compaction dans les modalités PA et PB de la 2^{ème} parcelle de nitisol.

5.5. SUIVI DU POTENTIEL REDOX LORS DES DEUX ESSAIS DANS LA 1^{ère} PARCELLE DE NITISOL

5.5.1. Essai 1 (08/04 au 20-21/06), horizon 0 - 20 cm

Le potentiel redox moyen mesuré tout au long de cet essai est nettement positif (toutes les valeurs moyennes sont > + 250 mV) avec une variabilité qui peut être importante (coefficients de variation de 20 à 30 %) au sein de chaque modalité à une date donnée. Les moyennes des valeurs moyennes de chaque temps de mesure sont de 508 ± 146 mV dans P1 (FZV grossier), 539 ± 53 mV dans P2 (témoin), 522 ± 51 mV dans P3 (Daramend bagasse), 441 ± 125 mV dans P4 (Daramend standard), 448 ± 79 mV dans P5 (FZV fin) et 412 ± 96 mV dans P6 (FZV + bagasse ; Illustration 41). Par rapport à cette gamme de valeurs, on note les valeurs nettement plus basses de P6 (FZV + bagasse) aux 1^{er} et 4^{ème} temps de mesure (1 et 14 jours après l'incorporation de l'amendement), de P4 (Daramend standard) au 3^e temps de mesure (7 jours après l'incorporation), et de P1 (FZV « grossier ») et P5 (FZV « fin ») au 1^{er} temps de mesure (1 ou 2 jours après l'incorporation).

La similitude globale des valeurs des modalités traitées par rapport au témoin montre que l'ajout des amendements n'a eu qu'un effet très limité sur le potentiel redox moyen de ces sols. Certaines valeurs descendues autour de 100 mV, nettement plus basses que le témoin, peuvent toutefois être observées très sporadiquement (1 seul temps de mesure) et ponctuellement (1 seul point de mesure), p. ex. 99 mV (modalité P6 au 4^{ème} temps de mesure le 24 avril).

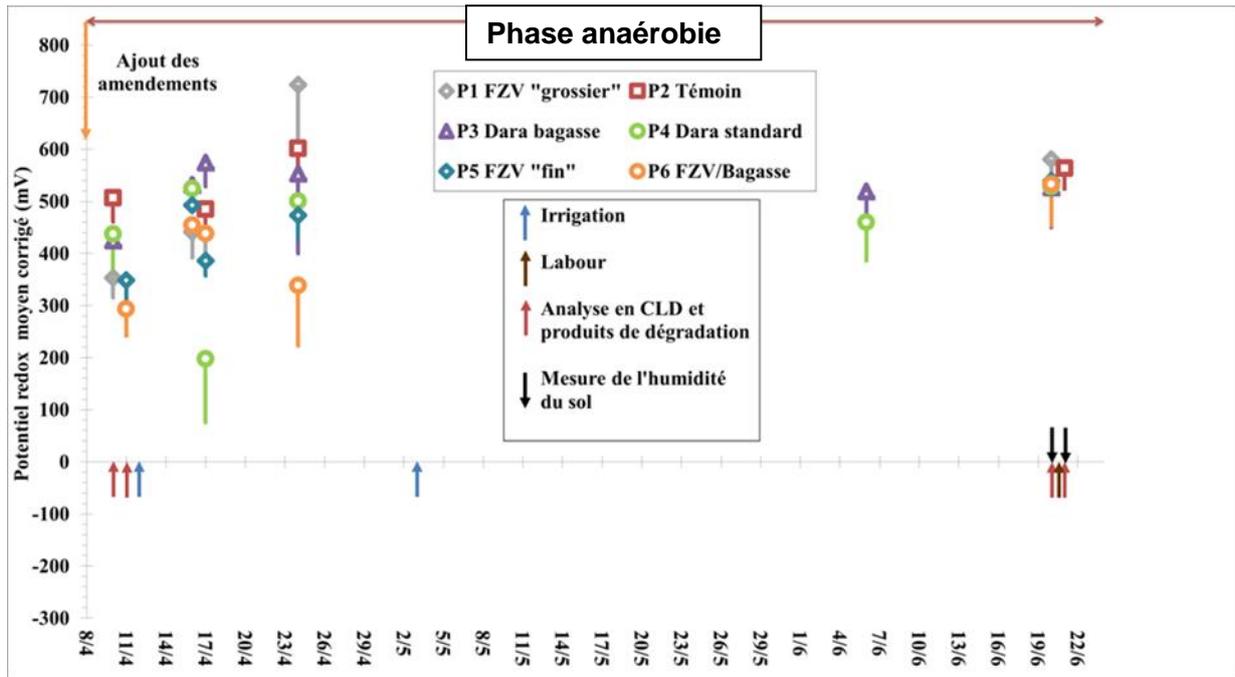


Illustration 41 : Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 0 – 20 cm pendant le 1^{er} essai sur nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; les principales actions menées, ajout d'amendement, et irrigation, sont représentées par des flèches).

5.5.2. Essai 1 (08/04 au 20-21/06), horizon 20 - 40 cm

Les observations sont en tout point semblables à celles faites sur l'horizon 0 – 20 cm, avec des valeurs moyennes de potentiel redox supérieures à + 250 mV dans toutes les modalités : 522 ± 149 mV dans P1, 617 ± 112 mV dans P2, 520 ± 52 mV dans P3, 443 ± 129 mV dans P4, 428 ± 106 mV dans P5 et 442 ± 114 mV dans P6 (Illustration 42). Des valeurs moyennes plus basses sont observées dans les modalités P4, P6 et P1 aux mêmes dates que dans l'horizon 0 - 20 cm.

L'ajout des amendements n'a donc pas eu un effet général différent sur le potentiel redox moyen de l'horizon 20 - 40 cm que dans l'horizon 0 - 20 cm. Certaines valeurs négatives ont toutefois été observées dans l'horizon 20 - 40 cm, très sporadiquement (1 seul temps de mesure) et ponctuellement (1 seul point de mesure), en l'occurrence - 96 mV en 1 point de la modalité P1 au 4^e temps de mesure le 20 juin.

La quasi parfaite similitude des résultats mesurés aux deux profondeurs suggère que l'incorporation des amendements a été réalisé de manière très comparable sur toute la profondeur du profil.

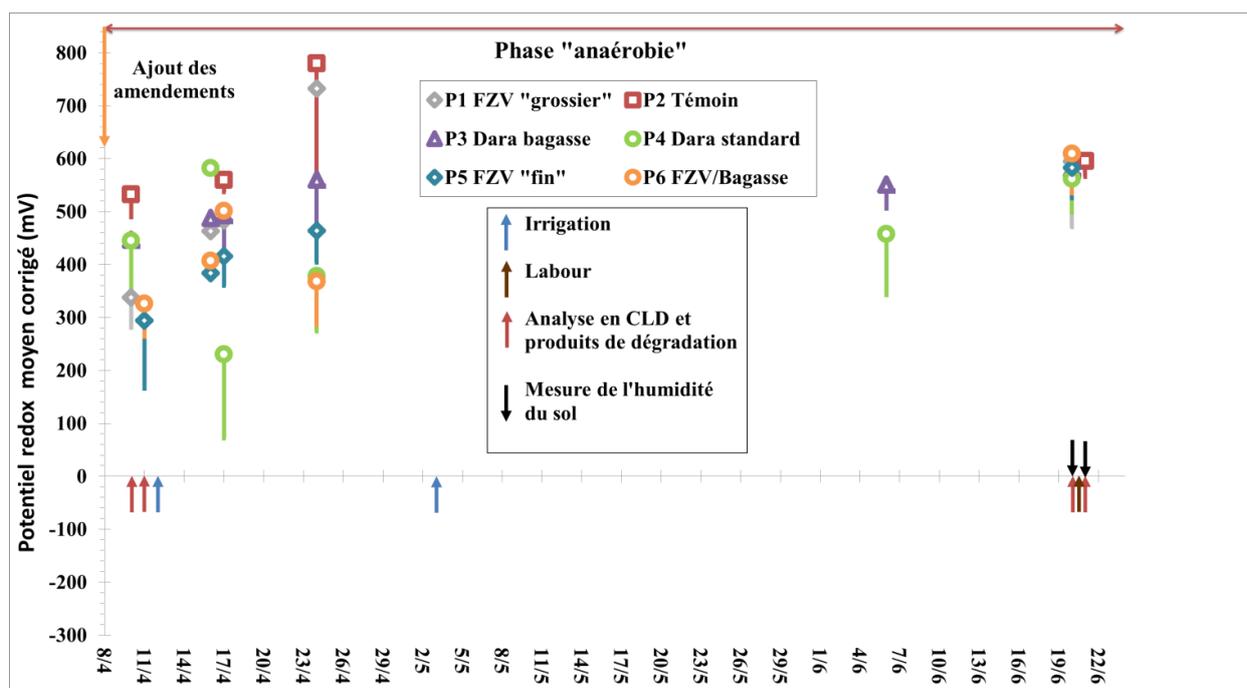


Illustration 42 : Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 20 – 40 cm pendant le 1^{er} essai sur nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; les principales actions menées, ajout d'amendement, et irrigation, sont représentées par des flèches).

5.5.3. Essai 2 (27/06 au 26/09) avec compaction, doses d'amendement et irrigation plus fortes : horizon 0 - 20 cm

Entre le 20-21/06 (dernier temps de mesures de la phase anaérobie du 1^{er} essai) et le 27/06 (premier temps de mesures du 2^{ème} essai après incorporation des amendements, compaction, et irrigation de 88 mm entre les 25/06 et 27/06), le potentiel redox moyen dans la modalité témoin P2 a légèrement augmenté, de 65 mV (563 mV à 628 mV ; Illustration 43). Par contre, le potentiel redox moyen a chuté de 835 mV dans la modalité P1 (FZV « grossier »), 795 mV en P5 (FZV « fin »), 522 mV en P4 (Daramend standard), 470 mV en P6 (mélange FZV-bagasse), 206 mV en P3 (Daramend bagasse). Les potentiels redox moyens les plus bas au 1^e temps de mesure après l'incorporation sont atteints dans les modalités P1, - 254 ± 58 mV, et P5 - 255 ± 132 mV. La valeur ponctuelle extrême est obtenue pour P4, avec - 432 mV le 29/08/2014. Trois autres valeurs ponctuelles sont < - 400 mV, 2 en P4 et 1 en P5.

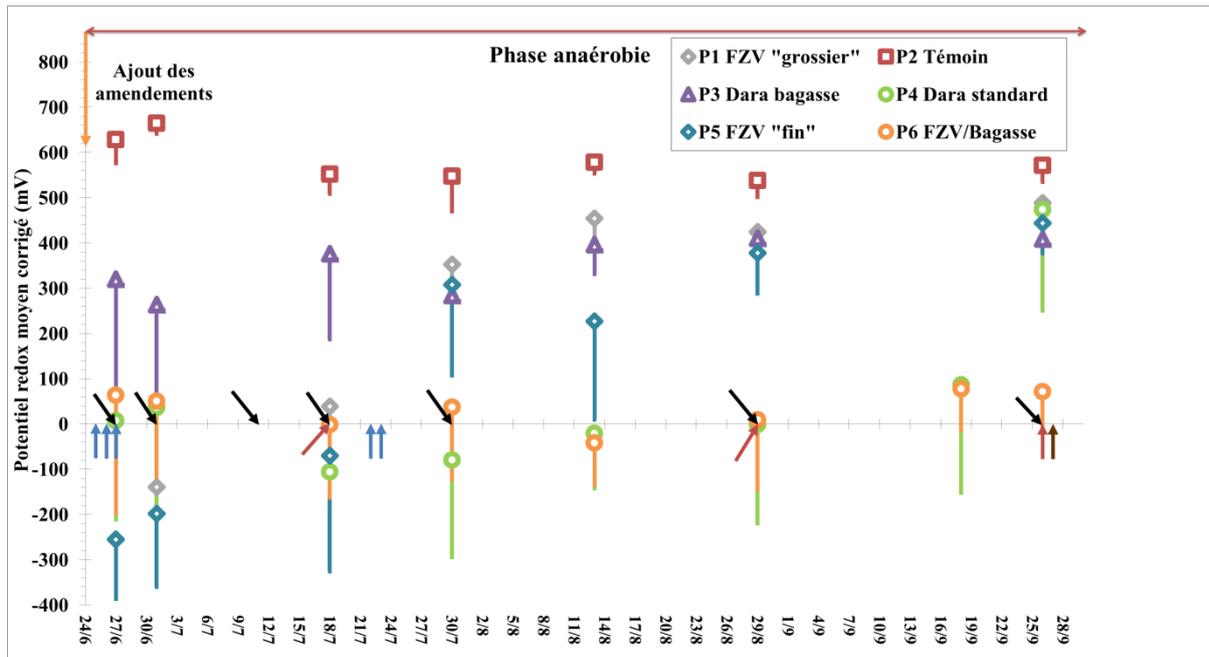


Illustration 43 : Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 0 - 20 cm pendant le 2^{ème} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; flèches bleues = irrigation ; flèches noires = mesures d'humidité du sol ; flèches rouges = analyses de CLD et dérivés dans les sols ; flèches brunes = labour).

La combinaison d'une dose plus élevée avec une compaction et une irrigation plus forte qu'au 1^{er} essai a donc permis de faire chuter, dans 2 des 5 modalités traitées, le potentiel redox à des niveaux analogues à ceux engendrés lors des travaux en laboratoire (Dictor *et al.*, 2011). La modalité avec le Daramend® bagasse (P3) montre un potentiel redox moyen > 250 mV tout au long du 2^e essai (moyenne de l'ensemble des mesures : 351 ± 61 mV). Une explication à ces valeurs nettement positives pourrait être une moindre stabilité dans le temps (stockage de 3 mois dans des big bags fermés mais en plein air) de cette préparation faite spécialement pour l'étude, l'oxydation éventuelle du FZV faisant perdre l'efficacité réductrice de l'amendement.

Entre le 27/06 et le 18/07, soit entre les 3^e et 21^e jours après l'incorporation, le potentiel redox moyen dans la modalité P2 (qui n'a pas reçu d'amendement) augmente de 76 mV. Au cours de la même période, le potentiel redox moyen augmente de 56 mV en P3, mais baisse de 113 mV en P4 et de 64 mV en P6. Par contre, la remontée du potentiel redox moyen est très nette, pour P1, + 293 mV, et pour P5, + 185 mV.

Malgré une seconde irrigation (66 mm) réalisée du 22/07 au 23/07, soit 1 mois après la première, le potentiel redox a continué d'augmenter dans les modalités P1 et P5, atteignant des valeurs autour de + 300 mV le 30/07, alors qu'il est resté quasi constant dans les autres modalités de traitement. L'absence d'effet de cette irrigation peut être dû au fait qu'elle était moins forte que la première (88 mm), mais plus probablement au fait que les mécanismes d'action du FZV seul en P1 et P5 avaient déjà atteint leur limite d'efficacité vis-à-vis du potentiel redox. Du 27/06 au 30/07, les hétérogénéités sont nettement plus fortes dans les modalités de traitement (CV : 144 ± 119 %) que dans la modalité témoin (CV : 12 ± 6 %).

5.5.4. Essai 2 (27/06 au 26/09) avec compaction, doses d'amendement et irrigation plus fortes : horizon 20 - 40 cm

Par rapport à la dernière mesure du 1^{er} essai, le potentiel redox moyen en date du 27/06 a chuté de 706 mV en P1 pour atteindre une valeur moyenne de - 111 mV (Illustration 44). La baisse est de 714 mV en P5 pour atteindre la valeur moyenne de - 132 mV, baisse de 497 mV en P6 pour atteindre la valeur moyenne de + 112 mV, baisse de 483 mV en P4 pour atteindre la valeur moyenne de + 80 mV, et baisse de 274 mV en P3 pour atteindre la valeur moyenne de + 307 mV. Cette baisse est analogue à celle observée dans l'horizon 0 - 20 cm. Dans le même temps, la valeur moyenne du témoin P2 n'a fluctué que de + 69 mV P3 (valeur moyenne le 27/06 : + 663 mV).

Entre le 27/06 et le 18/07, le potentiel redox moyen dans les modalités avec du FZV seul augmente, de 111 mV pour P1 et de 46 mV pour P5, mais la valeur moyenne reste négative, - 1 mV en P1, - 86 mV en P5. Pendant cette même période, le potentiel redox moyen diminue de 160 mV en P4 et 125 mV en P6 pour atteindre - 80 mV en P4 et - 13 mV en P6. Le potentiel redox dans la modalité P3 (Daramend[®] bagasse) est resté positif, + 388 mV.

Entre le 18/07 et le 29/08, le potentiel redox dans les modalités avec du FZV seul continue de remonter, en restant légèrement négatif jusqu'au 30/07 en P5 mais devenant nettement positif (+ 150 mV en P5, + 390 mV en P1) au 29/08 et au-delà. Pendant cette même période de 5 semaines, le potentiel redox dans les modalités avec apport de matière organique augmente également mais nettement moins et reste légèrement négatif, jusqu'au 25/09 pour la modalité Dramend standard. Le potentiel redox dans la modalité P3 (Daramend[®] bagasse) est resté positif.

Seize valeurs sont < - 400 mV : 7 en P5, 5 en P4, 2 en P1 et en P6. Le nombre plus élevé de valeurs très négatives à 20 - 40 cm qu'à 0 - 20 cm suggère une meilleure efficacité à la profondeur la plus forte, probablement liée à de moindres échanges avec l'atmosphère.

Lors de ce 2^{ème} essai, les coefficients de variations sont 13 fois plus élevés dans les modalités de traitement (116 ± 20 %) que dans la modalité témoin (9 ± 3 %). Cette très forte variabilité des valeurs de Eh dans les modalités traitées traduit le fait que malgré les efforts consentis (multiples labours croisés), l'incorporation des amendements n'aboutit pas à des conditions redox homogènes à l'échelle du volume (quelques dizaines de cm³) dans lequel se fait la mesure du redox.

Les modifications apportées au protocole de mise en œuvre de l'ISCR ont donc porté leurs fruits, permettant l'atteinte de valeurs de redox beaucoup plus faibles que dans le témoin et négatives dans certaines modalités sur une durée de plusieurs jours à semaines.

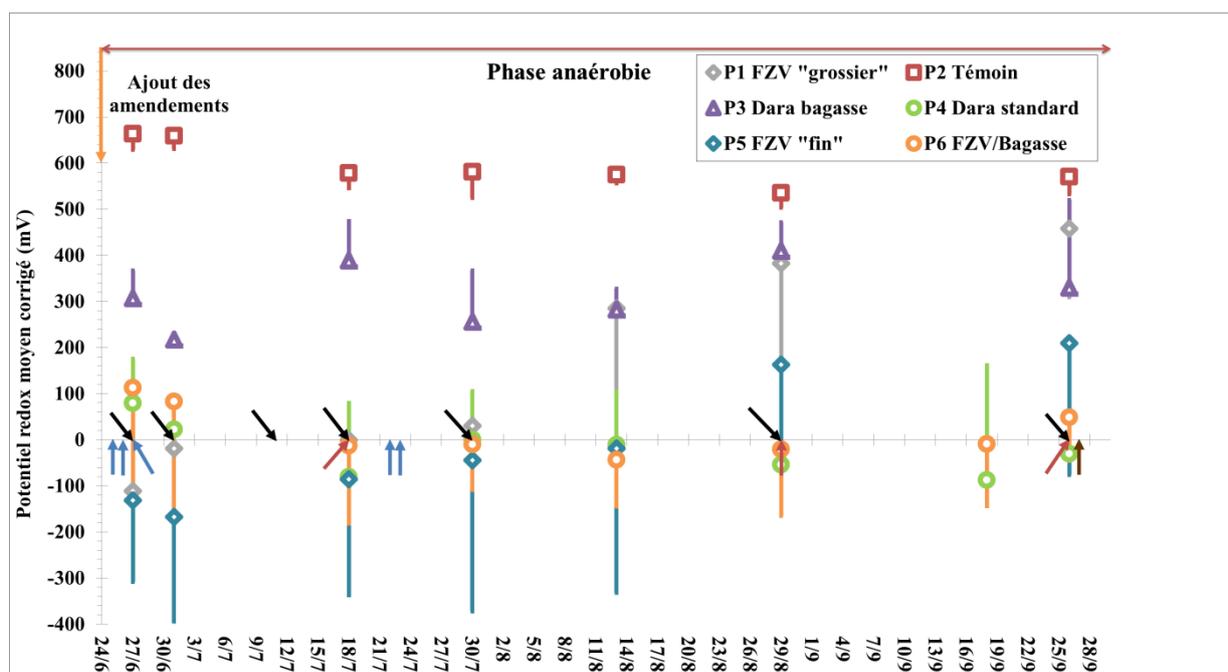


Illustration 44 : Évolution en fonction du temps du potentiel redox moyen de l'horizon 20 - 40 cm pendant le 2^{ème} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol (seul 1 écart-type est figuré, + ou -, pour optimiser la lisibilité de la gamme de valeurs de chaque modalité ; flèches bleues = irrigation ; flèches noires = mesures d'humidité du sol ; flèches rouges = analyses de CLD et dérivés dans les sols ; flèches brunes = labour).

5.6. SUIVI DU POTENTIEL REDOX LORS DE L'ESSAI DANS LA 2^{ème} PARCELLE DE NITISOL

Dans la présentation des résultats, la moyenne des valeurs mesurées dans la couche de 20 à 30 cm et 30 à 40 cm a été calculée pour générer la valeur prise en compte pour l'horizon 20 - 40 cm.

Les potentiels d'oxydo-réduction mesurés sur les parcelles PA (FZV « grossier ») et PB (FZV « grossier ») sont présentés à l'illustration 45 pour l'horizon de 0 - 20 cm et à l'illustration 46 pour l'horizon 20 - 40 cm. Deux phases peuvent être distinguées : la phase anaérobie entre le 13/11/2013 (date de l'ajout des amendements) et le 19/12/2013, et la phase aérobie déclenchée par le labour du 19/12/2013 et qui se prolonge jusqu'au 31/01/2014 date de la mise en culture faite en collaboration avec le CIRAD et l'IRD (voir plus loin, partie « Agronomie »).

Avant le traitement par le FZV, les potentiels redox du sol mesurés à T0 (le 24/10/2013) sur l'horizon 0-20 cm étaient de 635 ± 18 mV pour la modalité PA et de 614 ± 39 mV pour la modalité PB. Sur l'horizon 20-40 cm, les potentiels redox étaient de 644 ± 26 mV pour PA et 628 ± 40 mV pour PB.

La phase anaérobie débute après l'incorporation du FZV et l'irrigation du sol. Afin de minimiser l'évaporation de l'eau, le sol a été bâché tout au long de cette phase d'anaérobiose.

Neuf jours après l'application du FZV (le 20/11/2013, T1), les potentiels redox moyens sur l'horizon 0 - 20 cm sont descendus à des valeurs de 11 ± 277 mV pour la modalité PA et atteignent -195 ± 242 mV pour la modalité PB. Pour l'horizon 20 - 40 cm les valeurs moyennes ont diminué pour atteindre 7 ± 317 mV pour la modalité PA et 128 ± 312 mV pour la modalité PB.

Après 21 jours (03/12/2013, T2), les valeurs moyennes des potentiels redox sur l'horizon 0 - 20 cm sont de 2 ± 332 mV pour la modalité PA et -186 ± 239 mV pour la modalité PB ; sur l'horizon 20-40 cm les valeurs moyennes sont de 18 ± 333 mV pour PA et 40 ± 309 mV pour PB.

À ces deux dates, les écart-types très élevés qui affectent les valeurs moyennes sont dus à un nombre non négligeable de valeurs très négatives. Pour PA, FZV « grossier », le nombre plus élevé de valeurs positives aboutit toutefois à une valeur moyenne positive. Les valeurs moyennes à 20 - 40 cm en PB beaucoup moins négatives que dans la couche 0 - 20 cm peuvent être dues à une incorporation insuffisamment profonde des amendements en PB.

La diminution des potentiels redox par rapport à T0 est maintenue jusqu'à la fin du traitement, à 37 jours (le 19/12/2013, T3). Toutefois, à cette date, les potentiels redox ont remonté et les valeurs moyennes sont devenues positives dans les 2 parcelles ; dans l'horizon 0 - 20 cm, 264 ± 289 mV pour la modalité PA et 120 ± 291 mV pour la modalité PB, et pour l'horizon de 20 - 40 cm, 184 ± 282 mV pour PA et 145 ± 298 mV pour PB.

Les tests statistiques de Student effectués sur l'horizon 0 - 20 cm montrent que les potentiels redox de la modalité PB sont significativement inférieurs à ceux de la modalité PA pour T1 après 9 jours de traitement ($t = 4,33$; ddl = 116 $p = 0.00002$ bilatéral), T2 après 21 jours de traitement ($t = 3,56$; ddl = 107 $p = 0,0003$ bilatéral) et T3 après 37 jours de traitement ($t = 2,72$; ddl = 117 $p = 0,003$ bilatéral). Le FZV utilisé pour PB a une granulométrie (98 % en masse des particules sont $\leq 50 \mu\text{m}$) plus fine que celui utilisé pour la modalité PA (30 % en masse des particules sont $\leq 50 \mu\text{m}$ et 70 % ont une taille supérieure à $50 \mu\text{m}$). La baisse des potentiels redox est d'autant plus forte que la granulométrie du FZV est fine, la plus grande surface de contact induisant une plus forte baisse de potentiel redox. Cet effet de la granulométrie est renforcé par le fait que la dose de FZV fin appliqué (2,25 %) était inférieure de 20 % à la dose de FZV « grossier » (2,80 %).

Quelle que soit la modalité, les mesures de potentiel redox montrent une très forte hétérogénéité, avec des coefficients de variation allant de 140 % à 517 % pour PA, et de 61 % à 426 % pour PB alors qu'ils étaient entre 4 à 10 % pour les témoins sans FZV de la parcelle voisine de nitisol étudiée juste avant celle-ci (voir section 5.5). Etant donné que l'hétérogénéité des résultats est beaucoup plus importante que pour les sols témoins, elle résulte très probablement d'effets liés au traitement lui-même. Malgré les labours répétés, la présence du FZV reste donc hétérogène. La faible surface de contact de l'électrode avec le mélange sol-FZV peut par ailleurs contribuer, plus que dans les sols témoins, aux forts coefficients de variation observés. En effet, à cause de l'hétérogénéité de distribution du FZV dans le sol traité, l'électrode peut être soit en contact direct avec du FZV induisant des potentiels redox très négatifs, ou en contact avec seulement le sol induisant des potentiels redox plus élevés.

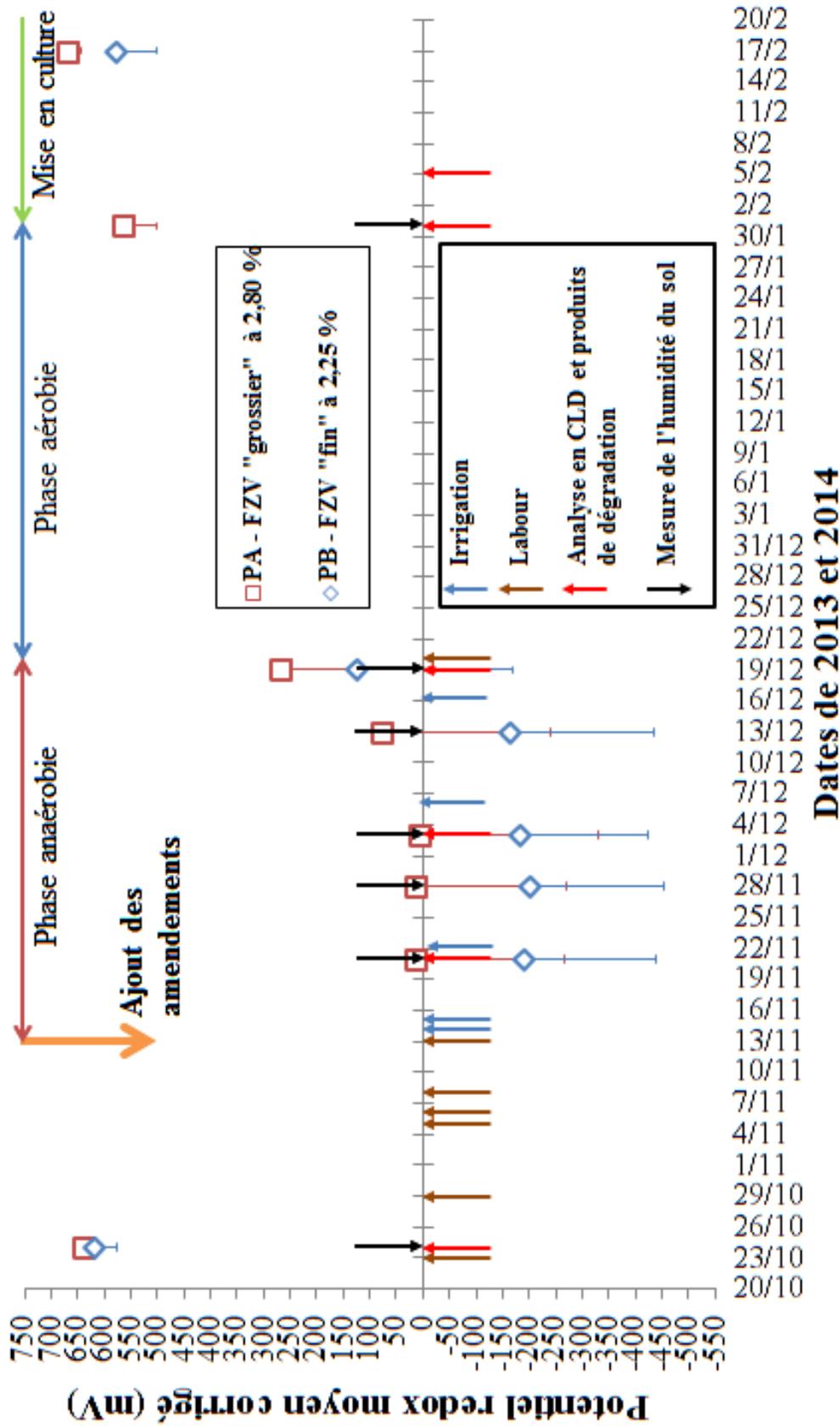


Illustration 45 : Suivi du 31/10/2013 au 16/02/2014 du potentiel redox (valeurs moyennes et écart-types) dans l'horizon 0 - 20 cm des modalités PA et PB de la 2^{ème} parcelle de nitisol. Les principales actions menées pendant cette période sont représentées par des flèches.

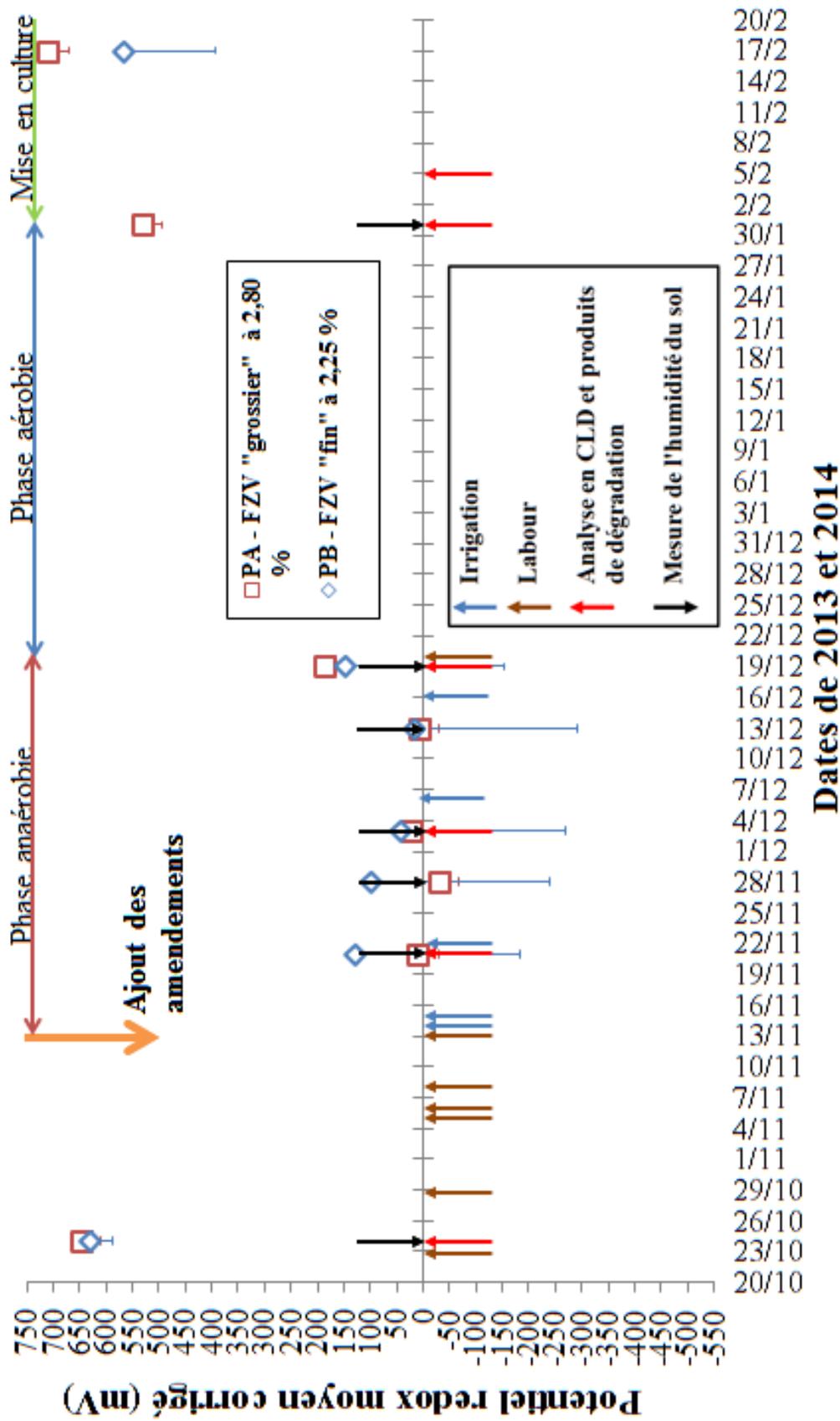


Illustration 46 : Suivi du 31/10/2013 au 16/02/2014 du potentiel redox (valeurs moyennes et écart-types) dans l'horizon 20 - 40 cm des modalités PA et PB de la 2^{ème} parcelle de nitisol. Les principales actions menées pendant cette période sont représentées par des flèches.

Le labour visant à une mise en phase aérobie permet de faire remonter les valeurs de potentiels redox à des valeurs proches de T0, quelle que soit la profondeur de l'horizon (0 - 20 cm ou 20 - 40 cm). Pour l'horizon 0 - 20 cm, huit semaines après le labour et le débâchage, les potentiels redox moyens pour PA sont remontés à 665 ± 20 mV (le potentiel redox de PA à T0 était de 635 ± 18 mV) et pour PB à 572 ± 70 mV (le potentiel redox de PB à T0 était de 614 ± 39 mV). L'effet assez drastique de l'ajout du FZV sur les conditions d'oxydo-réduction du sol est donc facilement et rapidement réversible.

5.7. SUIVI DU POTENTIEL REDOX LORS DES DEUX ESSAIS MENÉS SUR LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE

L'évolution du potentiel redox en fonction du temps et des principales actions menées dans la parcelle est illustrée à l'illustration 47 pour l'horizon 0 - 20 cm et à l'illustration 48 pour l'horizon 20 - 30 cm.

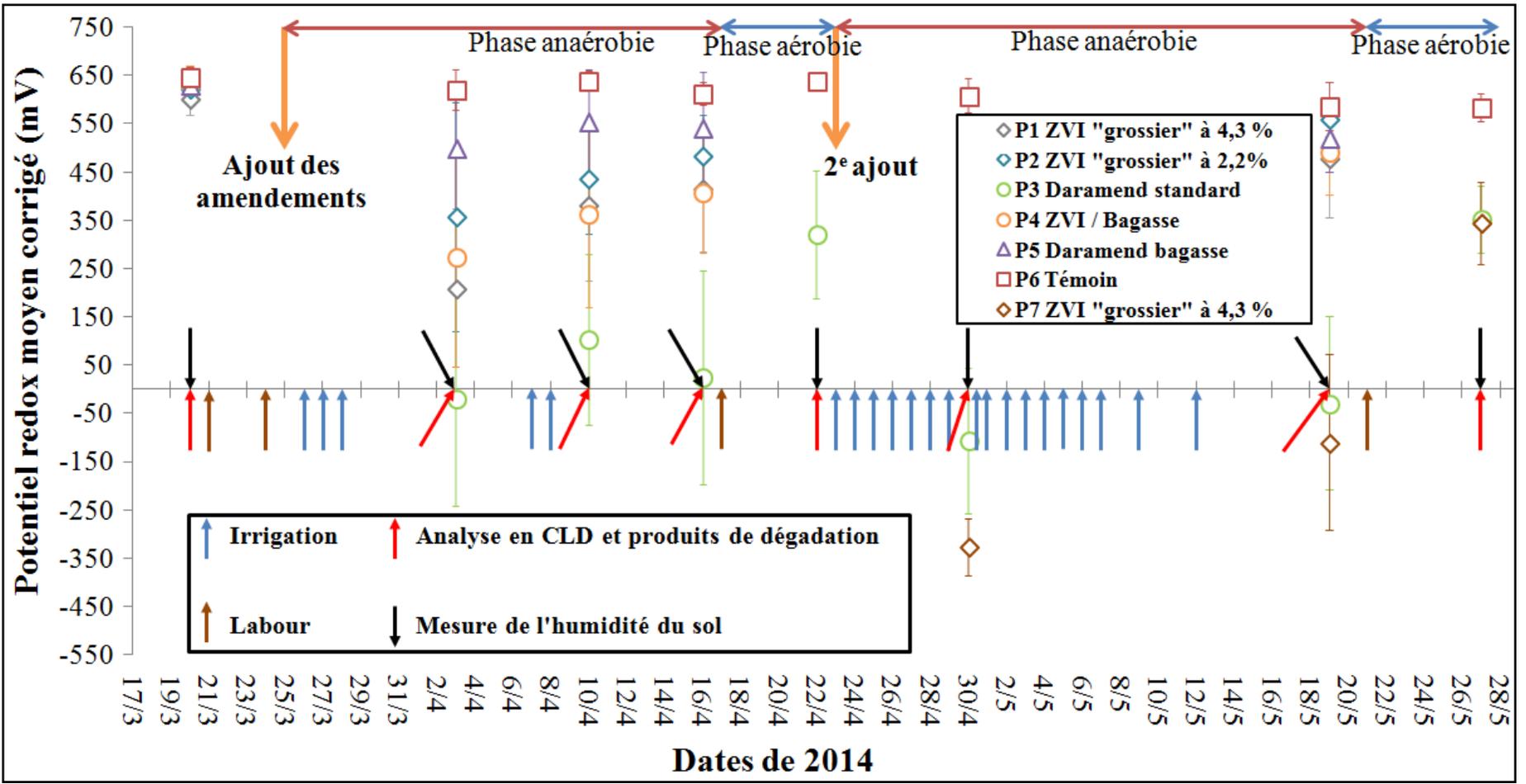


Illustration 47 : Évolution du potentiel redox dans l'horizon 0 - 20 cm en fonction du temps et des principales actions menées dans la parcelle de sol alluvionnaire. La flèche orange étiquetée « 2^{ème} ajout » marque le début de 2^{ème} essai.

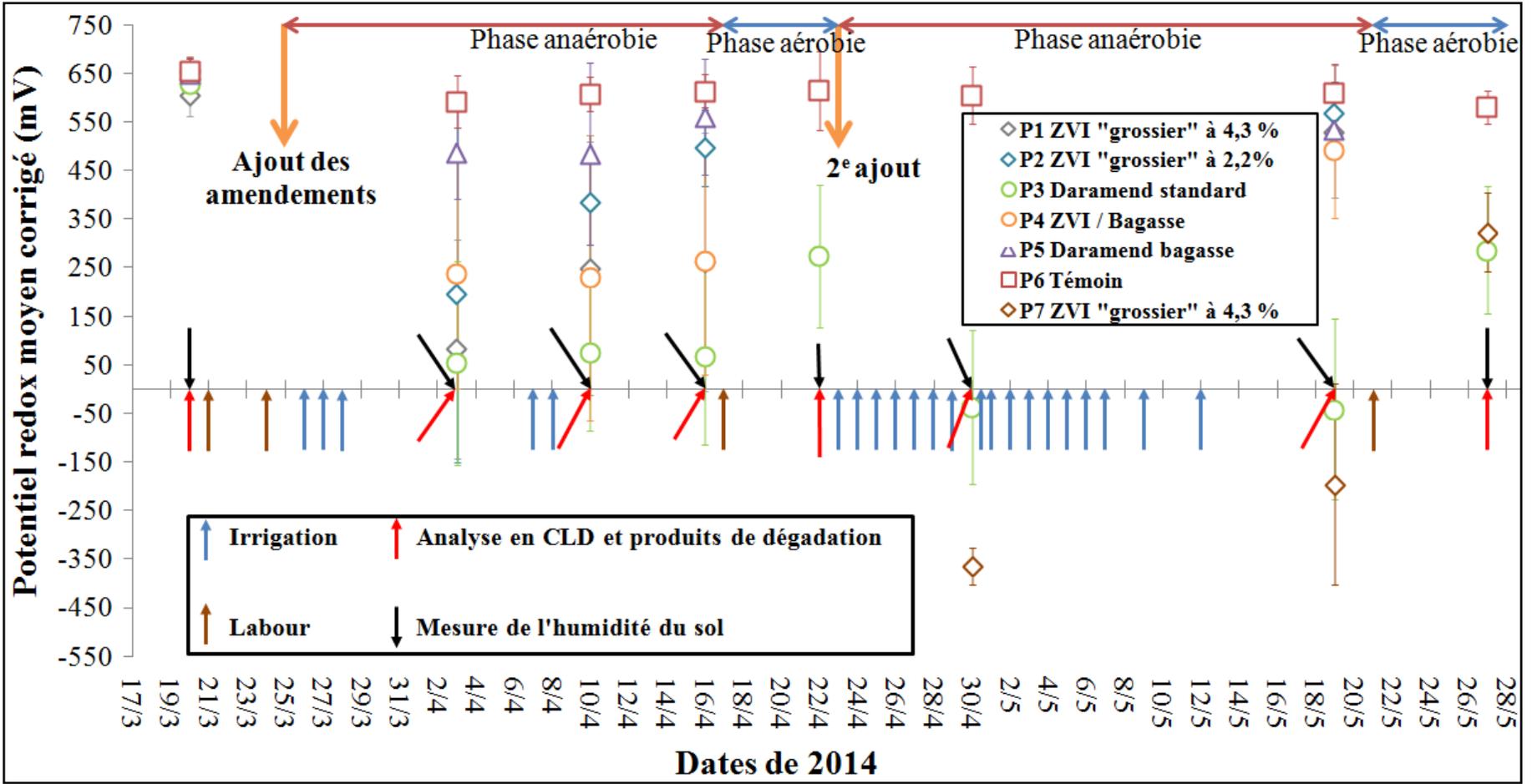


Illustration 48 : Évolution du potentiel redox dans l'horizon 20 - 30 cm en fonction du temps et des principales actions menées dans la parcelle de sol alluvionnaire. La flèche orange étiquetée « 2^{ème} ajout » marque le début de 2^{ème} essai.

Quelle que soit la profondeur de sol étudiée, les résultats des deux essais successifs sont très différents entre eux.

5.7.1. Premier essai du 25 mars au 22 avril 2014

Les conditions de mise en œuvre du 1^{er} cycle entre le 25 mars et le 22 avril 2014 n'ont permis d'atteindre des valeurs moyennes négatives de redox dans aucune des 2 profondeurs d'aucune des 6 modalités et (Figures 44 et 45). Une compaction insuffisante et une irrigation inappropriée ont été probablement la cause de cet échec, aggravé dans le cas du Daramend bagasse par le fait que l'amendement utilisé était une récupération de big bags au contenu altéré (cf. 2.3.3. a). Malgré les précautions prises, le matériau utilisé n'avait peut-être plus son efficacité initiale.

Certaines valeurs négatives sont toutefois mesurées dans toutes les modalités traitées sauf celles avec le Daramend bagasse. Les valeurs les plus négatives sont obtenues dans les modalités avec le ZVI seul (P1 et P2 ; minimum = - 441 mV, P2 le 3 avril), les modalités avec le mélange ZVI/Bagasse (P4) et le Daramend standard (P3) donnant également des valeurs minimales dans la gamme des - 300 à - 400 mV. C'est dans la modalité Daramend standard que les valeurs négatives sont les plus fréquentes. Néanmoins, le beaucoup plus grand nombre de valeurs positives génère des valeurs moyennes positives, avec des coefficients de variation qui peuvent atteindre 907 % (P3 le 16 avril : 24 ± 222 mV).

Les redox restés globalement positifs laissent augurer un effet limité sur les concentrations en CLD des sols. Il a donc été décidé de réaliser un 2^{ème} essai, en optimisant la compaction (plus forte) et l'irrigation (moins abondante par phase, mais avec un beaucoup plus grand nombre de phases - flèches bleues sur les figures 44 et 45).

5.7.2. Deuxième essai du 23 avril au 27 mai 2014

Au vu des masses d'amendements restant disponibles, ce 2^{ème} essai n'a concerné que le ZVI grossier et la modalité Daramend standard (P3).

La parcelle P3 a d'abord fait l'objet d'un labour le 17 avril déclenchant une semaine de phase aérobie. Bien que les résultats en laboratoire indiquent que le 2^{ème} ajout de Daramend après une phase aérobie ne réussit pas à refaire chuter le redox aussi bas que lors du 1^{er} ajout, cette alternance de phases a été mise en œuvre pour procéder au test d'ISCR en suivant au mieux les préconisations d'usage données par les inventeurs du procédé d'ISCR. Le nouvel ajout de Daramend standard sur P3 a ensuite été effectué le 23 avril à une dose de 5,5 % par rapport au poids sec de sol sur la profondeur d'incorporation.

Dans le cas du FZV seul, le choix a été fait de ne pas procéder à un nouvel ajout sur la parcelle P1 ou P2, pour laisser le temps agir et voir quel effet pouvait avoir ce traitement sur une durée totale de 2 mois sans phase aérobie. Par ailleurs, le propriétaire terrien a imposé une contrainte : l'impossibilité de dédier 100 nouveaux m² à ce 2^{ème} essai. La moitié de la parcelle témoin P6 a donc servi de base au 2^e essai avec le ZVI, prenant le code P7 avec un ajout de 4,3 % de FZV grossier.

Les moyens humains disponibles à ce stade du projet n'ont permis qu'un monitoring très allégé par rapport aux essais précédents. Une campagne de mesures et prélèvements a été effectuée en P6 (témoin), P3 (Daramend standard) et P7 (ZVI grossier) une semaine après l'ajout des amendements. Une deuxième campagne le 20 mai, avant un labour déclenchant la semaine d'aérobie pour P3 et P7, a concerné toutes les modalités. La dernière campagne, à la fin de la semaine d'aérobie déclenchée pour P3 et P7 par le labour du 21 mai, s'est limitée à la parcelle témoin et à P3 et P7.

Les résultats (parties droites des figures 44 et 45) montrent des valeurs moyennes de redox négatives dans les deux modalités traitées, nettement plus basses pour le FZV (ex : à 20 cm de profondeur le 30 avril : $- 357 \pm 58$ mV ; le 19 mai : $- 110 \pm 182$ mV) que pour le Daramend standard (ex. à 20 cm de profondeur le 30 avril : $- 106 \pm 150$ mV ; le 19 mai : $- 29 \pm 180$ mV). La remontée des redox dans la modalité FZV au cours de la phase d'anaérobie (mesures disponibles les 30 avril et 19 mai) avait déjà été observée lors du 2^{ème} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol, de même que la stabilité des valeurs redox moyennes de Daramend au cours de ces 3 semaines d'anaérobie (cf. Figures 40 et 41). Il faut noter que la semaine d'aérobie n'a pas permis de retrouver, dans ces deux modalités, un redox moyen aussi positif que ceux du témoin. Les fortes compactations et irrigations mises en œuvre sont probablement responsables de ce fait.

5.8. CHLORDÉCONE ET SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LES SOLS DE LA 1^{ère} PARCELLE DE NITISOL

5.8.1. 1^{er} essai

Bien que les conditions redox du sol n'aient pas été *a priori* favorables aux mécanismes de déchloration réductive, des échantillons de sol ont toutefois été analysés afin d'acquérir une 1^{ère} vision de l'efficacité comparative éventuelle des différentes modalités de traitement.

a) 2 jours après l'incorporation des amendements

Dans la modalité témoin P2 (Tableau 17), la teneur moyenne en CLD sur l'horizon 0 - 40 cm, $0,82 \pm 0,21$ mg/kg (n = 6), est très semblable à celle mesurée avant le début du traitement sur 24 échantillons couvrant l'ensemble des modalités ($0,71 \pm 0,20$ mg/kg).

La plus faible teneur moyenne en CLD est observée dans la modalité P1, avec 0,57 mg/kg, nettement plus faible que la valeur moyenne du témoin. La distribution spatiale des concentrations en CLD semble plus hétérogène dans les modalités de traitement (moyenne des 5 CV : 40 %) que dans la modalité témoin (CV : 26 %), mais ceci est dû à l'extrême variabilité des valeurs mesurées en P4. En effet, si on exclut une valeur aberrante en P4, 6,56 mg/kg, le CV des 5 échantillons restants de cette modalité descend à 38 % et le CV moyen des 5 parcelles devient 24 %.

Modalité	CLD (mg/kg)	Composé	
		5a-hydroCLD (CLD-1 Cl) (aire de pic relative)	Dihydro (CLD-2Cl) (aire de pic relative)
P1 FZV « grossier »	$0,57 \pm 0,12$	446 ± 204	33 ± 23
P2 Témoin	$0,82 \pm 0,21$	< 4	< 4
P3 Dara bagasse	$0,80 \pm 0,14$	4 ± 9	< 4
P4 Dara standard	$1,98 \pm 2,28$	52 ± 59	3 ± 7
1 valeur aberrante enlevée	$1,06 \pm 0,41$	59 ± 64	4 ± 8
P5 FZV « fin »	$0,79 \pm 0,22$	556 ± 191	12 ± 14
P6 FZV/bagasse	$0,83 \pm 0,14$	78 ± 28	0

Tableau 17 : Résultats de l'analyse en chlordécone (CLD) et de ses produits de dégradation (- 1 Cl et - 2 Cl) dans les terres prélevées sur l'horizon 0 - 40 cm 2 jours après l'incorporation des amendements lors du 1^{er} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol.

Bien que les conditions soient restées en moyenne oxydantes dans les modalités traitées (Eh compris entre + 220 et + 600 mV, cf. Figures 38 et 39), des produits de dégradation déchlorés - 1 Cl et - 2 Cl y apparaissent (aucun dans la modalité témoin P2) dès 2 jours après l'incorporation des amendements. L'effet initial est donc très rapide. Les aires de pic pour la 5a-hydroCLD (CLD - 1 Cl) sont 11 fois plus élevées dans les modalités P1 et P5 (moyennes des 2 modalités : 501 ± 78) que dans les modalités P3, P4, et P6 (moyenne des 3 modalités : 45 ± 38). Cette observation, ajoutée au fait que la plus faible concentration en CLD soit observée en P1, suggère d'éventuelles différences d'efficacité entre les traitements. La variabilité spatiale des aires de pic de la CLD-1Cl dans P3 et P4 (CV : 245 % et 113 %) est 3 à 6 fois plus élevée que dans les autres modalités.

Bien que les aires relatives de pic soient extrêmement faibles pour la CLD - 2 Cl, la composition chimique de ce produit ne peut être mise en cause vu la puissance des outils d'identification utilisés. Le composé - 2 Cl n'apparaît que dans les sols prélevés dans les modalités traitées P1, P4 et P5. Les aires de ce composé sont 14 à 45 fois plus faibles que celles de la CLD - 1 Cl.

La 5b-hydroCLD (CLD dont le Cl en position 5b - nomenclature CAS - a été remplacé par un hydrogène), et le chlordécol (CLD dont la fonction cétone a été transformée en fonction alcool), n'ont pas été recherchés dans ces échantillons.

b) 73 jours après l'incorporation des amendements

L'analyse des sols prélevés le 20 - 21/06, juste avant le lancement du 2^{ème} essai, révèle une teneur moyenne en CLD dans la modalité témoin P2 égale à $0,79 \pm 0,16$ mg/kg (n = 6), très semblable à celle observée lors des deux précédentes campagnes d'analyse. Par contre, des valeurs moyennes plus élevées que celles mesurées initialement, 71 jours avant, sont observées pour P1, P3 et P5, sans donnée aberrante nette (Tableau 18). De la CLD n'ayant pu s'auto-générer, ces résultats témoignent de la forte variabilité spatiale intra-modalité, malgré le nombre d'analyses sur échantillons indépendants (n = 6, sauf cas particulier). La distribution spatiale des concentrations en CLD peut d'ailleurs être particulièrement hétérogène au sein même d'une modalité de 100 m², avec jusqu'à 62 % de coefficient de variation (modalité P3). Vu ces hétérogénéités des concentrations en CLD, la preuve d'un éventuel effet du traitement doit donc plutôt être recherchée du côté des produits de transformation.

Modalité	Composé		
	CLD (mg/kg)	5a-hydroCLD (CLD - 1 Cl) (aire de pic relative)	Dihydro (CLD-2Cl) (aire de pic relative)
P1 FZV « grossier »	$0,74 \pm 0,37$	111 ± 103	< 4
P2 Témoin	$0,79 \pm 0,16$	0	0
P3 Dara bagasse	$1,24 \pm 0,76$	15 ± 26	0
P4 Dara standard	$1,07 \pm 0,16$	61 ± 66	0
P5 FZV « fin »	$1,17 \pm 0,31$	300 ± 129	0
P6 FZV/bagasse	$0,76 \pm 0,22$	13 ± 32	0

Tableau 18 : Résultats d'analyse en chlordécone (CLD) et ses produits de dégradation (- 1 Cl et - 2 Cl) dans les sols prélevés sur l'horizon 0-40 cm du nitisol 73 jours après l'incorporation des amendements lors du 1^{er} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol.

La 5a-hydroCLD (CLD - 1 Cl) n'apparaît que dans les modalités de traitement, avec une aire de pic plus forte dans les modalités P1 et P5 (202 ± 139 unités d'aire) que dans les modalités P3 et P4 (38 ± 32 unités d'aire). La variabilité spatiale dans les modalités P3 et P4 est 3 à 5 fois plus élevée que dans les autres modalités (CVs respectifs : 169 % et 108 %).

Entre le début (08/04) et la fin (20-21/06) du 1^{er} essai, les aires relatives de pic de la CLD - 1 Cl diminuent fortement ($- 299 \pm 61$ unités d'aire) dans les modalités P1 et P5, alors qu'elles ne varient quasiment pas ($- 10 \pm 2$ unités) dans les modalités P3 et P4. C'est toutefois dans les modalités P1 et P5 que la CLD - 1 Cl reste présente en plus grande quantité.

Le composé - 2 Cl, présent à l'état de traces dans les premiers jours du traitement (tableau 17), n'est plus détecté 73 jours après le début du traitement.

Bien que préliminaires, ces résultats suggèrent d'ores et déjà un effet positif de l'ISCR sur les concentrations en CLD dans le sol. Les produits formés par l'ISCR ne semblent pas s'accumuler dans le sol et ne constituent peut-être que des produits intermédiaires au sein du (des) processus de transformation de la CLD engendré(s) par l'ISCR.

5.8.2. 2^{ème} essai avec compaction, doses d'amendement et irrigation plus fortes

Bénéficiant de l'expérience acquise au cycle 1, une adaptation du protocole de mise en œuvre de l'ISCR a permis d'atteindre dans ce 2^{ème} cycle des valeurs de Eh beaucoup plus basses dans 4 des 5 modalités de traitement (Figures 40 et 41). Il est donc particulièrement intéressant de voir si les tendances observées au 1^{er} essai (dès les premiers jours, légère baisse de la concentration en CLD et formation de produits déchlorés ; modalités avec FZV seul plus efficaces que les amendements Daramend[®]) se confirment, voire se renforcent.

Trois campagnes intensives de prélèvements de sols ont été réalisées, 24, 64 et 94 jours après l'incorporation des amendements. Les résultats obtenus à T = 24 et 94 jours sont présentés ci-dessous, les valeurs à T = 64 j n'étant pas suffisamment différentes de celles observées à T = 24 j pour être incluses ici.

a) 24 jours après l'incorporation des amendements

Par rapport au témoin P2, une nette diminution des concentrations en CLD est observée dans les modalités P1 et P5 où le FZV a été ajouté seul (Tableau 19). Bien que l'hétérogénéité spatiale reste forte, avec la plupart des CVs aux alentours de 20 %, l'ampleur de la diminution est nette.

Par rapport au 1^{er} essai, trois produits de transformation supplémentaires ont été quantifiés. La 5b-hydroCLD et le chlordécol (CLDOH), deux produits dont les étalons analytiques sont disponibles sur le marché, et la 5a-hydroCLD, disponible seulement au BRGM et à l'Institut de Chimie Organique et Analytique (ICOA) de l'Université d'Orléans. La disponibilité sous forme d'étalon de qualité analytique (pureté = 98 %) et l'identification formelle de ce 3^{ème} produit est un des résultats majeurs de la thèse de H. Belghit. menée en partenariat BRGM - ICOA (Belghit, 2014 ; Directeur de thèse : Prof. B. Maunit).

La 5b-hydroCLD (CLD-5B) n'est détectée ni dans la modalité témoin ni dans les modalités traitées. Ce dérivé de la CLD peut être quantifié dans des sols antillais non traités par ISCR, mais lorsque les teneurs en CLD sont plus élevées que celles de la parcelle étudiée ici. La CLD-5B est une impureté présente dans les formulations commerciales contenant la CLD mais également susceptible de résulter d'une dégradation naturelle de la CLD à très long terme (Devault *et al.*, 2015).

Les teneurs en chlordécol sont très semblables entre les modalités (hormis la valeur très faible mesurée dans la modalité FZV « fin »), ce qui n'est pas surprenant dans la mesure où le traitement mis en œuvre vise à la déchloration réductive et où le chlordécol a le même nombre de chlores que la CLD. Une diminution de la concentration en CLDOH suite à sa déchloration partielle n'est toutefois pas à exclure.

Par contre, les teneurs en 5a-hydroCLD (CLD – 1 Cl) sont bien quantifiables (au moins 2 fois la limite de quantification, 0,03 mg/kg) et peuvent représenter jusqu'à 67 % de la teneur résiduelle en CLD (FZV « fin »).

Quatre autres produits de déchloration (deux di-hydroCLD - dont « l'inconnu 2 », une tri-hydroCLD, et une tétra-hydroCLD - « inconnu 3 ») sont observés mais ne peuvent être quantifiés vu l'absence d'étalons analytiques. L'aire de pic relative de ces produits est d'autant plus élevée que la diminution de la concentration en CLD est forte ; il s'agit donc bien de produits formés suite au traitement.

Les deux modalités pour lesquelles l'effet est le moins net sont celles mettant en œuvre les amendements commerciaux Daramend[®], dont la dose appliquée implique une teneur en FZV plus faible (2,4 %) que celle des modalités avec FZV seul (4 %). L'amendement préparé sur place avec de la bagasse locale et du FZV (1,8 % par rapport au poids de sol sec) a un effet un peu meilleur que celui des amendements commerciaux.

Modalité	Descripteur statistique	CLD	5a- hydroCLD 5b- hydroCLD			CLDOH	DihydroCLD Inconnu 2 Inconnu 3 CLD-3 Cl		
			(mg/kg)				(aire de pic relative)		
Témoïn	moy. (n = 6)	0,92	< 0,03	< 0,05	0,09	0	0	0	0
	écart-type	0,23	< 0,03	< 0,05	0,03	0	0	0	0
	CV (%)	25	0	0	32	0	0	0	0
FZV "grossier"	moy. (n = 3)	0,50	0,13	< 0,05	0,07	209	73	60	205
	écart-type	0,08	0,03	< 0,05	0,01	67	25	53	78
	CV (%)	15	27	0	12	32	34	88	38
Dara bagasse	moy. (n = 6)	0,82	0,08	< 0,05	0,09	31	27	0	0
	écart-type	0,18	0,02	< 0,05	0,01	25	26	0	0
	CV (%)	22	28	0	16	83	96	0	0
Dara Standard	moy. (n = 6)	0,80	0,09	< 0,05	0,08	50	12	0	7
	écart-type	0,18	0,02	< 0,05	0,01	14	23	0	11
	CV (%)	22	20	0	11	28	184	0	155
FZV "fin"	moy. (n = 3)	0,34	0,23	< 0,05	0,04	169	125	0	236
	écart-type	0,00	0,03	< 0,05	0,00	23	21	0	65
	CV (%)	1	15	0	9	14	17	0	27
Bagasse/FZV	moy. (n = 6)	0,57	0,08	< 0,05	0,07	52	12	0	44
	écart-type	0,08	0,02	< 0,05	0,00	45	20	0	43
	CV (%)	14	23	0	7	86	163	0	99

Tableau 19 : Concentrations en CLD et produits de transformation (Inconnu 2 = une di-hydroCLD ; inconnu 3 = une tétrahydroCLD) dans l'horizon 0 – 40 cm des sols des 6 modalités 24 jours après l'incorporation des amendements du 2^{ème} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol.

En terme d'abattement (calculé comme = $100 * (1 - (\text{concentration moyenne de la modalité traitée} / \text{concentration moyenne de la modalité témoin à la même date}))$), l'efficacité atteint 63 % dans le meilleur des cas (FZV « fin », Tableau 20). Le deuxième meilleur abattement, 45 %, est obtenu avec le FZV « grossier ». Les deux amendements commerciaux ont une nettement moindre efficacité (11 et 14 %), le mélange local bagasse - FZV « grossier » ayant une efficacité intermédiaire (39 %).

Vu la forte hétérogénéité des concentrations en CLD, il est utile de juger de l'efficacité des divers traitements en « corrigeant » les concentrations du produit principalement formé (5a-hydroCLD) par les concentrations en CLD du même échantillon (Tableau 20). Ce rapport est égal à l'infini pour la modalité témoin où la 5a-hydroCLD n'est jamais détectée. Pour les modalités avec le FZV seul, la 5a-hydroCLD formée représente entre 26 % (FZV « grossier ») et 67 % (FZV « fin ») de la concentration en CLD. Cette « correction » aboutit à la même conclusion que le calcul du simple abattement de la CLD : les deux traitements à base de FZV seul ont la meilleure efficacité.

Modalité	Abattement CLD (%)	Rapport des conc. [5a-hydroCLD/CLD] (%)
Témoin	0	∞
FZV "grossier"	45	26
Dara bagasse	11	10
Dara Standard	14	12
FZV "fin"	63	67
Bagasse/FZV	39	14

Tableau 20 : Taux d'abattement de la teneur en CLD et rapport des concentrations (5a-hydroCLD/CLD) dans les 6 modalités 24 jours après l'incorporation des amendements du 2^{ème} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol.

b) 94 jours après l'incorporation des amendements

La plupart des observations faites après 24 jours sont confirmées après 94 jours (Tableau 21). Une certaine évolution apparaît toutefois au niveau des produits de transformation. Les inconnus 2 (CLD - 2Cl) et 3 (CLD - 4Cl) ne sont plus détectés (à part de très petites traces du - 2 Cl dans la modalité Daramend standard), et les aires relatives de pics de la dihydroCLD et de la CLD - 3 Cl sont en nette diminution, jusque d'un facteur 10 pour le - 3Cl dans les modalités FZV « grossier » et « fin ». Il semble donc que la transformation de la CLD soit un processus en plusieurs étapes dont les produits actuellement identifiables ne sont probablement pas les produits finaux. Cette observation a des implications environnementales non négligeables car elle suggère que des niveaux de déchloration plus importants que ceux identifiés sont susceptibles d'être atteints. Dans la mesure où la dégradation microbienne est a priori favorisée par un niveau élevé de déchloration, la formation de produits avec jusqu'à 4 Cl enlevés pourrait préparer la voie à l'attaque du squelette carboné et un début de minéralisation de la CLD.

Modalité	Descripteur statistique	CLD	5a-	5b-	CLDOH	DihydroCLD	Inconnu 2	Inconnu 3	CLD-3 CI
			hydroCLD	hydroCLD					
			(mg/kg)						
Témoïn	moy. (n = 6)	0,82	< 0,03	< 0,05	0,08	0	0	0	0
	écart-type	0,29	< 0,03	< 0,05	0,03	0	0	0	0
	CV (%)	35	0	0	31	0	0	0	0
FZV "grossier"	moy. (n = 3)	0,38	0,07	< 0,05	0,06	83	0	0	24
	écart-type	0,05	0,01	< 0,05	0,00	15	0	0	21
	CV (%)	14	16	0	9	18	0	0	89
Dara bagasse	moy. (n = 6)	0,73	0,07	< 0,05	0,08	7	0	0	0
	écart-type	0,11	0,04	< 0,05	0,02	11	0	0	0
	CV (%)	15	55	0	19	155	0	0	0
Dara Standard	moy. (n = 6)	0,54	0,16	< 0,05	0,07	62	3	0	0
	écart-type	0,10	0,02	< 0,05	0,01	30	7	0	0
	CV (%)	18	15	0	14	48	245	0	0
FZV "fin"	moy. (n = 3)	0,25	0,18	< 0,05	0,04	89	0	0	25
	écart-type	0,01	0,00	< 0,05	0,01	9	0	0	22
	CV (%)	5	3	0	21	10	0	0	87
Bagasse/FZV	moy. (n = 6)	0,47	0,09	< 0,05	0,07	37	0	0	8
	écart-type	0,03	0,01	< 0,05	0,01	21	0	0	19
	CV (%)	7	10	0	8	55	0	0	245

Tableau 21 : Concentrations en CLD et produits de transformation (Inconnu 2 = une di-hydroCLD ; inconnu 3 = une tétrahydroCLD) dans l'horizon 0 - 40 cm des sols des 6 modalités 94 jours après l'incorporation des amendements du 2^{ème} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol.

Les taux d'abattement en CLD (Tableau 22) les plus élevés sont à nouveau observés pour les modalités FZV « fin » et « grossier ». La prolongation des conditions de redox légèrement négatives (Figures 40 et 41) obtenue dans les modalités P3 et P4 grâce à la présence de matière organique végétale exogènes s'avère donc moins efficace que l'atteinte, certes sur une durée plus courte, de redox plus négatifs grâce à une dose de FZV plus élevée.

Modalité	Abattement CLD	Rapport des conc. [5a-hydroCLD/CLD]
	(%)	(%)
Témoïn	0	∞
FZV "grossier"	54	19
Dara bagasse	11	10
Dara Standard	35	30
FZV "fin"	69	69
Bagasse/FZV	43	18

Tableau 22 : Taux d'abattement de la teneur en CLD et rapport des concentrations (CLD -1CI/CLD) dans les 6 modalités 94 jours après l'incorporation des amendements du 2^{ème} essai sur la 1^{ère} parcelle de nitisol.

On observe une certaine évolution des taux d'abattement, légèrement plus élevés après 94 jours qu'après 24 jours. Le gain est toutefois assez faible (maximum 20 % en relatif) pour les modalités qui étaient déjà apparues les plus efficaces après seulement 24 jours. Par contre, pour la modalité avec le Daramend® standard, prolonger le traitement de 70 jours permet de doubler le taux d'abattement, qui reste toutefois nettement moins bon que les conditions avec le FZV seul.

Selon les modalités, les rapports de concentrations (5a-hydroCLD/CLD) diminuent ou augmentent au temps 94 j par rapport à 24 jours. L'évolution relative peut être faible (rapport 27 % plus faible pour FZV « grossier »), nulle (Daramend bagasse) ou forte (doublement pour Daramend® standard). D'un point de vue mécanistique, une diminution du rapport peut traduire la transformation de la 5a-hydroCLD en des produits plus déchlorés, et/ou l'entraînement par les eaux d'infiltration de la 5a-hydroCLD en plus forte proportion que la CLD au-delà de la profondeur échantillonnée (la solubilité aqueuse de la 5a-hydroCLD est en théorie plus forte que celle de la CLD ; Dolfing *et al.*, 2012). Les données disponibles ne permettent pas de conclure à l'importance respective de ces deux mécanismes. L'augmentation de ce rapport peut traduire un certain « retard » à la formation de la 5a-hydroCLD dans la modalité avec le Daramend standard par rapport aux modalités où ce rapport diminue.

5.8.3. Chlordécone et ses produits de dégradation dans les sols de la 2^{ème} parcelle de nitisol

a) Chlordécone, 5a- et 5b-hydrochlordécone et chlordécol

Les concentrations en chlordécone au cours du traitement sont présentées dans le Tableau 23. La concentration en chlordécone à T0 avant l'application du FZV était de $1,50 \pm 0,16$ mg/kg pour la modalité PA et de $1,35 \pm 0,13$ mg/kg pour la modalité PB (moyennes et écarts-types, $n = 6$). Malgré que 6 échantillons indépendants distribués de manière aléatoire soient pris au sein de chaque modalité et à chaque temps de prélèvements, les écart-types correspondent à des coefficients de variation de l'ordre de 10 % qui illustrent l'hétérogénéité spatiale des concentrations en chlordécone.

Neuf jours (T1) de traitement avec du FZV ont permis de réduire les concentrations en chlordécone à $0,91 \pm 0,16$ mg/kg pour PA et à $0,76 \pm 0,11$ mg/kg pour PB, soit des taux d'abattements respectifs de 40 et 44 %. Après 21 jours de traitement (T2), les taux d'abattements sont de 53 % pour PA et 52 % pour PB. Au temps final, à 37 jours, les taux d'abattement atteignent 74 % pour PA et 62 % pour PB.

Temps de prélèvement	Modalité PA			
	CLD (mg/kg)	5a-hydroCLD (mg/kg)	5b-hydroCLD (mg/kg)	Chlordécol (mg/kg)
T0 = 0 j	$1,50 \pm 0,16$	< 0,03	< 0,05	$0,10 \pm 0,01$
T1 = 9 j	$0,91 \pm 0,16$	$0,11 \pm 0,02$	< 0,05	$0,09 \pm 0,01$
T2 = 21 j	$0,71 \pm 0,13$	$0,09 \pm 0,02$	< 0,05	$0,06 \pm 0,01$
T3 = 37 j	$0,39 \pm 0,06$	$0,07 \pm 0,01$	< 0,05	$0,06 \pm 0,01$

Temps de prélèvement	Modalité PB			
	CLD (mg/kg)	5a-hydroCLD (mg/kg)	5b-hydroCLD (mg/kg)	Chlordécol (mg/kg)
T0 = 0 j	1,35 ± 0,13	< 0,03	< 0,05	0,12 ± 0,03
T1 = 9 j	0,76 ± 0,11	0,18 ± 0,02	< 0,05	0,09 ± 0,02
T2 = 21 j	0,64 ± 0,09	0,16 ± 0,04	< 0,05	0,07 ± 0,02
T3 = 37 j	0,51 ± 0,13	0,13 ± 0,04	< 0,05	0,06 ± 0,01

Tableau 23 : Moyennes et écart-types ($n=6$) des concentrations en chlordécone (CLD), 5a-hydrochlordécone, 5b-hydrochlordécone et chlordécol des sols de la modalité PA (FZV « grossier ») et PB (FZV « fin »).

Il faut rappeler que les potentiels redox mesurés pour la modalité PB étaient significativement (test de Student bilatéral, $p \leq 0,003$) inférieurs à ceux de la modalité PA. Malgré cette différence, les taux d'abattement obtenus à T1 et T2 sont très semblables pour les deux modalités. De plus, au temps final (T3), le taux d'abattement pour la modalité PA est supérieur à celui de la modalité PB. La diminution de la granulométrie du FZV n'influence donc pas les taux d'abattement de la chlordécone. Le FZV « grossier », moins coûteux que le FZV « fin », est tout aussi efficace et permet d'atteindre un taux d'abattement de 74 % de la chlordécone présente initialement dans le sol.

La concentration en 5b-hydrochlordécone reste inférieure à la limite de quantification (0,05 mg/kg) dans tous les échantillons, témoins et traités. Cette observation confirme que la 5b-hydrochlordécone n'est pas formée à des niveaux quantifiables par le procédé d'ISCR.

Par contre, la 5a-hydrochlordécone qui est inférieure aux limites de quantification (0,03 mg/kg) à T0 pour les deux modalités, atteint après 9 jours une concentration de $0,11 \pm 0,02$ mg/kg pour PA, soit par conversion molaire, 8 % de la concentration initiale en chlordécone (C_{CLDi}). Elle diminue après 21 jours à $0,09 \pm 0,02$ mg/kg, soit 6 % de la C_{CLDi} , et à T3 (temps final) sa concentration de $0,07 \pm 0,01$ mg/kg représente 5% de la C_{CLDi} en PA. Pour la modalité PB, la 5a-hydrochlordécone apparaît aussi à 9 jours, avec une concentration de $0,18 \pm 0,02$ mg/kg, soit 13 % de la C_{CLDi} ; à 21 jours, sa concentration de $0,16 \pm 0,04$ mg/kg équivaut à 12 % de la C_{CLDi} ; à 37 jours, sa concentration de $0,13 \pm 0,04$ mg/kg, soit 10 % de la C_{CLDi} , a diminué par rapport aux 2 premiers temps de traitement.

Bien que les taux d'abattement en chlordécone soient équivalents entre les deux modalités, la 5a-hydrochlordécone est, pour des teneurs en CLD globalement équivalentes, produite à des concentrations deux fois supérieures dans la modalité PB par rapport à la modalité PA. La granulométrie du FZV semble donc avoir un effet sur la proportion de 5a-hydroCLD formée.

La diminution au cours du temps des concentrations en 5a-hydrochlordécone peut traduire un entraînement par les eaux d'infiltration, ou suggérer que cette molécule est un produit intermédiaire dans la chaîne de dégradation de la CLD qui disparaît ensuite car il est transformé en produits plus déchlorés. Un suivi de l'apparition d'autres produits de dégradation permettra de tester cette hypothèse.

Le chlordécol est présent dans les sols avant traitement à des concentrations de $0,10 \pm 0,01$ mg/kg pour PA et de $0,12 \pm 0,03$ mg/kg pour PB. Sa concentration diminue au cours du temps pour atteindre au temps final de 37 jours $0,06 \pm 0,01$ mg/kg, soit 57 % de diminution pour la modalité PA, et $0,07 \pm 0,01$ mg/kg, soit une diminution de 55 % de pour la modalité PB. Une légère diminution du CLDOH avait également été observée lors du 2^e essai dans la 1^{ère} parcelle de nitisol (section 5.8.2). Le traitement appliqué semble donc entraîner une disparition partielle du CLDOH.

b) Apparition des produits de dégradation autres que les 5a- et 5b-hydrochlordécone dans les sols

L'apparition des produits de dégradation et leur évolution en fonction du temps ont été suivies par la recherche de leurs pics et fragments massiques spécifiques, et le cas échéant, par le calcul de leurs aires relatives de pics chromatographiques. Pour maximiser les aires des pics des produits de dégradation potentiellement formés, le suivi a été réalisé par la méthode de Selected Reaction Monitoring (SRM).

Pour la modalité PA, les cinq produits de dégradation détectés sont la 5a,6-hydrochlordécone, une deuxième dihydrochlordécone notée "Dihydro (2)", une trihydrochlordécone, une tétrahydrochlordécone et une pentahydrochlordécone (Tableau 24). Neuf jours de traitement montrent la formation prédominante de la 5a,6-dihydrochlordécone, la dihydrochlordécone (2), la trihydrochlordécone et la pentahydrochlordécone. La tétrahydrochlordécone n'apparaît que sporadiquement, après 21 jours de traitement, avec une aire de pic de 45 ± 27 , moment où la 5a,6-dihydrochlordécone, la trihydrochlordécone et la pentahydrochlordécone restent les produits de dégradation majoritairement formés (avec des aires de pic supérieures à 100). Au temps final de 37 jours, les aires de pic de la 5a,6-hydrochlordécone et la pentahydrochlordécone diminuent à des valeurs 2 à 7 fois inférieures à celles mesurées à 21 jours. Cette diminution suggère à nouveau la possible formation d'autres produits au niveau de déchloration plus élevé.

Les hexa- et heptahydrochlordécones identifiées lors des phases de mise au point de la méthode d'analyse à partir d'un sable dopé à 25 mg/kg (Mouvet & Bristeau, 2012) n'ont toutefois pas été observées. Elles, et d'autres dérivés, peuvent toutefois avoir été formés mais ne pas avoir atteint des aires de pics détectables.

Temps de traitement	5a,6-dihydroCLD	Dihydro (2)	Tétrahydro CLD	Trihydro CLD	Pentahydro CLD
T0= 0 j	0	0	0	0	0
T1= 9 j	128 ± 39	63 ± 14	0	176 ± 47	88 ± 16
T2= 21 j	252 ± 68	50 ± 12	45 ± 27	214 ± 48	133 ± 28
T3= 37 j	157 ± 37	81 ± 20	0	201 ± 35	18 ± 30

Tableau 24 : Évolution en fonction du temps des aires relatives de pics chromatographiques (moyenne ± écart-type, n = 6) des produits de dégradation de la chlordécone détectés dans les sols de la modalité PA (FZV « grossier »). Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.

Pour la modalité PB (FZV « fin », Tableau 25), les produits de dégradation observés sont les mêmes que pour la modalité PA (FZV « grossier ») mais avec des aires de pic 2 à 100 fois inférieures. L'hétérogénéité spatiale est forte, y compris pour la 5a,6-dihydrochlordécone qui présente aux temps 9 et 21 jours des coefficients de variations respectifs de 157 % et 63 % alors qu'ils étaient de 30 et 27 % pour la modalité PA. La tétra- et la pentahydrochlordécone n'ont été détectées qu'à 21 jours avec un coefficient de variation de 63% lié à la fois aux très faibles aires de pics dont l'intégration peut être délicate, et à une réelle hétérogénéité spatiale.

Temps de traitement	5a,6-DihydroCLD	Didydro (2)	Tétrahydro CLD	Trihydro CLD	Pentahydro CLD
T0= 0 j	0	0	0	0	0
T1= 9 j	8 ± 12	47 ± 33	0	52 ± 34	0
T2= 21 j	66 ± 42	20 ± 21	3 ± 7	87 ± 47	36 ± 26
T3= 37 j	0	62 ± 53	0	50 ± 84	0

Tableau 25 : Évolution en fonction du temps des aires relatives de pics chromatographiques (moyenne ± écart-type, n = 6) des produits de dégradation de la chlordécone détectés dans les sols de la modalité PB (FZV « fin »). Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.

Bien que la comparaison des aires de pics soit qualitative, ces résultats montrent que la formation des produits de dégradation pour la modalité PA est plus importante que pour la modalité PB. Cette observation suggère que 5a-hydrochlordécone se transforme en d'autres produits de dégradation déchlorés d'une manière plus efficace en PB que pour la modalité PA. L'explication de cet éventuel phénomène n'est pas connue.

Pour les deux modalités, les aires de pics diminuent au temps 37 jours sans apparition de nouveaux produits de dégradation. Cette observation peut être expliquée par plusieurs hypothèses dont: i) la formation d'autres produits de dégradation à des teneurs inférieures aux limites de détection, ii) la « perte » des produits de dégradation détectés (plus polaires que la chlordécone) par infiltration suite aux opérations d'irrigation, ou iii) une minéralisation complète de ces dérivés. Le suivi des eaux de bougies poreuses permettra peut-être d'apporter des éléments de réponse au sujet des deux premières hypothèses, notamment parce que les effets matrices lors de l'analyse dans les eaux sont considérablement moindres que dans les sols. Cela permet de réduire les limites de quantification à 0,07 µg/L soit, quasiment, d'un facteur 500 par rapport au sol. L'hypothèse de minéralisation complète ne peut par contre être vérifiée avec les moyens mis en œuvre.

5.8.4. Chlordécone et dérivés déchlorés dans les eaux des bougies poreuses

Les résultats obtenus dans les eaux de la modalité PA sont présentés dans le Tableau 26 pour la profondeur de 35 cm et le Tableau 27 pour la profondeur de 50 cm. Les tableaux 28 et 29 contiennent les résultats pour la modalité PB. Les concentrations en 5b-hydrochlordécone, inférieures aux limites de quantification dans tous les échantillons, ne sont pas présentées dans les tableaux. Certains temps pour certains points (T2 au point 2 pour PA à 35 et 50 cm de profondeur ; T3 au point 3 pour PA à 50 cm ; T2 aux points 2 et 3 pour PB à 35 cm) ne sont pas inclus dans les tableaux car les volumes d'eau récoltés étaient trop faibles (parfois même nuls) pour les analyses.

En plus de ceux observés dans les sols, trois nouveaux produits déchlorés de la CLD apparaissent dans les eaux des BPs des deux modalités : une pentahydroCLD différente de celle vue dans les sols, une heptahydroCLD dont l'identification n'est pas sûre (problème de bruit de fond et de pic chromatographique non parfaitement résolu), et un « inconnu » dont le niveau de déchloration est très probablement supérieur à 5 car son temps de rétention est inférieur de 0,7 à 1,6 minutes à celui des deux autres pentahydroCLD identifiées de manière non équivoque (dans les conditions analytiques de cette étude, les temps de rétention sont systématiquement d'autant plus courts que le niveau de déchloration est élevé). L'étude des eaux des bougies poreuses apporte donc une information complémentaire importante : l'évolution en fonction du temps des concentrations (ou aires de pics relatives) des produits

identifiés dans les sols traduit au moins en partie la formation de produits de transformation supplémentaires, dont certains avec un niveau de déchloration > 5 .

L'évolution en fonction du temps des aires de pics des produits de niveau de déchloration > 2 dans les eaux des BPs apporte également une information intéressante.

Pour la modalité PA, dans 25 cas sur les 28 où 3 temps de mesure sont disponibles en 1 même point, la valeur maximale est observée au 2^{ème} des 3 temps de prélèvement. Cette tendance quasi systématique conforte deux hypothèses. Tout d'abord celle d'une transformation de la CLD par déchloration successive, le(s) produit(s) à niveau de déchloration n donnant naissance à des produits de niveau de déchloration $n + 1$. Ensuite, celle de l'absence d'accumulation des produits de transformation intermédiaires qui est renforcée par le fait qu'aucun cas d'augmentation des aires relatives en fonction du temps n'est observé.

Pour la modalité PB, dans 17 cas sur les 24 où 3 temps de mesure sont disponibles en 1 même point, la valeur maximale est observée au 2^{ème} temps de prélèvement. Une stabilité des aires est observée dans 3 cas (point 1 à 35 cm), et une augmentation entre le 2^{ème} et le 3^{ème} temps n'est observée que dans 4 cas, au point 2 à 50 cm de profondeur. Cette augmentation est particulièrement marquée pour les deux produits les plus déchlorés. Les enseignements à tirer sont donc globalement les mêmes que ceux fournis par les résultats de la parcelle PA.

Point de prélèvement	Temps	Concentration (µg/L)			Aire relative des produits de dégradation						
		CLD	5a-hydroCLD	5a,6-hydroCLD	Dihydro (2)	Tétrahydro-CLD	Trihydro-CLD	Pentahydro-CLD	-5Cl (2)	-7Cl?	Inconnu 5
Point 1	T1= 9 j	0,6	2,0	15,7	3,8	1,2	12,4	0,4	0,1	2,0	5,5
	T2= 21 j	0,7	3,1	51,5	9,6	7,1	75,4	6,0	6,5	37,0	55,7
	T3= 37 j	0,3	1,0	5,0	2,3	0,4	6,6	0,9	0,9	23,9	25,7
Point 2	T1= 9 j	0,7	5,2	54,6	15,4	2,9	43,2	1,4	0,4	3,1	5,4
	T3= 37 j	0,3	1,2	8,4	4,3	< 0,7	8,6	2,8	1,4	11,7	2,0
Point 3	T1= 9 j	1,1	3,8	48,1	10,0	4,0	46,4	1,9	0,4	2,2	3,3
	T2= 21 j	1,3	3,8	34,1	11,8	3,2	54,7	6,1	4,1	47,2	56,3
	T3= 37 j	0,9	2,8	10,4	5,8	0,6	14,9	0,6	1,0	30,4	38,9

Tableau 26 : Quantification de la chlordécone (CLD), la 5a- et la 5a,6-hydrochlordécone et aires de pics relatives des autres produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuses pour la modalité PA (FZV « grossier », 2^{ème} parcelle de nitisol) à la profondeur de 35 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.

Point de prélèvement	Temps	Concentration (µg/L)			Aire relative des produits de dégradation						
		CLD	5a- hydroCLD	5a,6- hydroCLD	Dihydro (2)	Tétrahydro- CLD	Trihydro- CLD	Pentahydro- CLD	-5Cl (2)	-7Cl?	Inconnu 5
Point 1	T1= 9 j	2,0	5,2	15,1	10,3	0,5	10,6	0,3	<	2,0	3,2
	T2= 21 j	2,0	5,8	25,3	12,6	1,4	24,7	4,9	2,4	7,7	1,7
	T3= 37 j	0,9	1,9	4,9	2,8	< 0,5	4,3	1,1	0,6	2,2	0,7
Point 2	T1= 9 j	5,0	6,5	7,6	6,0	<	4,0	<	<	0,5	1,2
	T3= 37 j	6,3	6,9	9,0	8,6	0,3	8,1	1,1	0,6	5,8	2,3
Point 3	T1= 9 j	0,5	2,5	12,0	5,6	0,3	9,9	0,5	<	1,4	4,6
	T2= 21 j	0,9	1,6	20,7	7,2	2,5	30,0	6,0	3,3	29,0	24,1
	T3= 37 j	0,8	1,2	8,3	4,3	0,7	11,7	0,9	1,2	21,9	13,0

Tableau 27 : Quantification de la chlordécone (CLD), la 5a- et la 5a,6-hydrochlordécone et aires de pics relatives des autres produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuses pour la modalité PA (FZV « grossier », 2^{ème} parcelle de nitisol) à la profondeur de 50 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.

Point de prélèvement	Temps	Concentration (µg/L)				Aire relative des produits de dégradation					
		CLD	5a-hydro CLD	5b-hydroCLD	5a,6-hydroCLD	Dihydro (2)	Tétrahydro CLD	Trihydro CLD	Pentahydro CLD	-5Cl	-7Cl?
Point 1	T1= 9 j	6,4	45,2	0,2	31,6	44,1	1,2	46,1	0,5	0,2	2,5
	T2= 21 j	6,1	49,1	< LQ	56,1	72,2	5,0	139,8	10,1	3,9	4,8
	T3= 37 j	4,7	33,4	0,4	41,0	36,0	< 0,3	47,1	1,1	1,3	0,8
Point 2	T1= 9 j	2,8	26,8	< LQ	53,0	37,2	4,6	85,1	1,5	0,4	2,1
	T3= 37 j	2,9	23,5	<0,2	20,1	34,1	1,3	50,5	3,0	1,8	19,8
Point 3	T1= 9 j	2,5	19,7	< LQ	25,2	23,8	1,2	32,1	0,6	< LQ	< LQ
	T3= 37 j	1,6	15,4	0,3	25,6	18,1	< 1,8	37,8	< 1,8	< 1,8	< 1,8

Tableau 28 : Quantification de la chlordécone (CLD) et la 5a-monohydrochlordécone et aires de pics relatives aux produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuse pour la modalité PB (FZV « fin », 2^{ème} parcelle de nitisol) à la profondeur de 35 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.

Point de prélèvement	Temps	Concentration (µg/L)				Aire relative des produits de dégradation						
		CLD	5a-hydroCLD	5b-hydroCLD	5a,6- DihydroCLD	Dihydro (2)	Tétrahydro CLD	Trihydro CLD	Pentahydro CLD	-5Cl (2)	-7Cl?	
Point 1	T1= 9 j	16,70	22,98	0,27	10,1	12,8	< LQ	6,8	< LQ	< LQ	< LQ	
	T2= 21 j	14,95	18,24	0,23	6,3	14,0	< LQ	8,2	0,2	< LQ	< LQ	
	T3= 37 j	10,92	12,52	1,15	15,4	8,3	< 1,2	7,1	< 1,2	< 1,2	< 1,2	
Point 2	T1= 9 j	3,46	8,36	0,05	7,3	6,6	< LQ	6,4	0,1	< LQ	0,5	
	T2= 21 j	5,40	9,75	< LQ	10,5	16,7	0,8	27,9	2,6	1,3	17,8	
	T3= 37 j	3,40	14,46	0,25	15,8	19,3	< 0,6	29,6	1,7	2,0	42,1	
< LQ Point 3	T1= 9 j	9,83	7,91	0,12	8,5	6,4	< LQ	6,4	< LQ	< LQ	< LQ	
	T2= 21 j	11,72	6,03	< LQ	9,8	8,9	1,1	19,8	3,0	1,1	1,0	
	T3= 37 j	5,64	4,38	0,63	7,6	4,5	< 1,2	9,4	< 1,2	< 1,2	< 1,2	

Tableau 29 : Quantification de la chlordécone (notée CLD) et la 5a-hydrochlordécone et aires de pics relatives aux produits de dégradation détectés dans les eaux des bougies poreuse pour la modalité PB (FZV « fin », 2^e parcelle de nitisol) à la profondeur de 50 cm. Les produits sont donnés de gauche à droite dans l'ordre décroissant de leurs temps de rétention sur la colonne chromatographique.

5.9. CHLORDÉCONE ET SES PRODUITS DE DÉGRADATION DANS LA PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE

Les résultats obtenus pour la chlordécone, pour son principal produit de dégradation quantifié, la 5a-hydroCLD, et son deuxième principal produit de dégradation, la 5a,6-CLD, au long des 55 jours d'expérimentation dans les 7 modalités étudiées sont donnés aux Tableaux 30 et 32. Les données acquises pour le chlordécol, substance dérivée de la CLD mais non connue comme étant formée par l'ISCR (et peu susceptible de l'être), sont fournies dans le Tableau 31 à titre de comparaison.

L'attention est attirée sur le fait que seule la modalité P3, Daramend standard, a fait l'objet d'un second ajout lors du 2^{ème} cycle d'ISCR lancé après 28 jours du 1^{er} traitement. Ce 2^{ème} cycle a, par ailleurs, bénéficié d'une compaction plus forte et d'une amélioration de la procédure d'irrigation par des apports unitaires moins importants mais plus fréquents. La parcelle FZV bis seul, P7, n'a reçu qu'un seul apport mais dans des conditions d'irrigation optimisées par rapport au 1^{er} cycle. Vu les moyens disponibles pour cette phase de l'étude et vu les résultats des mesures de redox peu prometteurs pendant le 1^{er} cycle de 28 j, le choix a été fait de ne pas analyser certains échantillons.

Pour la chlordécone (Tableau 30), la première constatation est celle d'une hétérogénéité spatiale non négligeable au sein même des 1 000 m² de la parcelle. Par exemple, à T₀ la modalité « FZV à 4,3 % » a une teneur en CLD supérieure de 33 % à la valeur moyenne des 5 autres modalités à la même date. Au sein du témoin P6, modalité ne subissant aucun traitement, l'écart-type pour 18 échantillons prélevés au cours des 55 jours d'expérimentation, 0,29 mg/kg, correspond à un coefficient de variation de 20 % autour de la moyenne, 1,49 mg/kg. Cette dispersion des valeurs se marque malgré que chacun des 3 échantillons composites analysés rassemble 4 sous-échantillons unitaires prélevés de manière indépendante et en des localisations définies de manière aléatoire au sein de chaque modalité. Malgré cette hétérogénéité, le niveau moyen de contamination est plus élevé que lors des essais sur nitisol, ce qui répond à un des premiers buts de cet essai supplémentaire. La concentration moyenne de tous les échantillons à T₀ (1,9 ± 0,3 mg/kg, n = 18), est nettement plus élevée que celle mesurée dans les parcelles de nitisol (0,8 à 1,5 mg/kg, sections 5.8.1 à 5.8.3).

Aux différents temps de suivi pendant le 1^{er} essai (de T₀ à T 28 jours), des diminutions des concentrations en CLD sont observées pour tous les traitements, avec toutefois certaines évolutions un peu erratiques (FZV 4,3 % à T16 j supérieur à T9 et T 22 j.). Des fluctuations non négligeables sont également observées dans le témoin. Tout ceci rend délicat la mise en évidence d'effets très nets.

Modalité	T ₀	Chlordécone (mg/kg sol sec)					2 ^e essai	36 j	55 j
		9 j	16 j	22 j	28 j				
Témoin	1,88 ± 0,10	1,45 ± 0,03	1,89 ± 0,04	1,17 ± 0,05	1,41 ± 0,02	Rien de changé	1,18 ± 0,03	1,47 ± 0,28	
FZV grossier 4,3 %	2,39 ± 0,16	1,22 ± 0,09	1,69 ± 0,12	1,13 ± 0,11	-	Rien de changé	pas analysé	1,35 ± 0,03	
FZV grossier 2,15 %	1,92 ± 0,08	1,43 ± 0,10	1,41 ± 0,12	1,28 ± 0,06	-	Rien de changé	-	1,51 ± 0,25	
Daramend std. 11,1 %	1,99 ± 0,19	1,98 ± 0,26	1,82 ± 0,27	1,21 ± 0,18	1,41 ± 0,10	Nouvel ajout	1,13 ± 0,17	1,55 ± 0,16	
Bagasse + FZV 7,8 %	1,58 ± 0,16	1,38 ± 0,18-	1,24 ± 0,22-	1,17 ± 0,11	-	Rien de changé	-	1,34 ± 0,17	
Daramend bagasse 5,3 %	1,58 ± 0,15	1,45 ± 0,29-	1,52 ± 0,07	1,08 ± 0,05	-	Rien de changé	-	1,04 ± 0,11	
FZV bis 4,3 % (P7)	1,88 ± 0,10	-	-	-	-	1^e ajout	0,62 ± 0,11	0,66 ± 0,01	

Tableau 30 : Évolution en fonction du temps des concentrations en chlordécone (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T₀ est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2^{ème} essai.

Pour le chlordécol (Tableau 31), les fluctuations de valeurs en fonction du temps pour la modalité témoin et entre modalités à T₀ illustrent une variabilité intra-modalités analogue à celle observée pour la CLD. Globalement, les valeurs sont très stables, avec $0,11 \pm 0,03$ (n = 21) pour l'ensemble de tous les témoins, $0,12 \pm 0,03$ (n = 81) pour l'ensemble des valeurs sauf les témoins. Le traitement par le FZV lors du 2^{ème} essai entraîne toutefois une baisse des concentrations de l'ordre de 50 %. La valeur de 0,09 mg/kg mesurée 9 j après le lancement du 2^{ème} essai avec le Daramend standard n'est pas confirmée 19 j plus tard.

Modalité	Chlordécol (mg/kg sol sec)					2 ^e essai	36 j	55 j
	T ₀	9 j	16 j	22 j	28 j			
Témoin	0,15 ± 0,01	0,09 ± 0,01	0,14 ± 0,01	0,08 ± 0,01	0,10 ± 0,01	<i>Rien de changé</i>	0,08 ± 0,01	0,10 ± 0,01
FZV grossier 4,3 %	0,17 ± 0,01	0,10 ± 0,01	0,14 ± 0,02	0,10 ± 0,01	-	<i>Rien de changé</i>	-	0,13 ± 0,01
FZV grossier 2,15 %	0,14 ± 0,01	0,11 ± 0,02-	0,13 ± 0,01	0,12 ± 0,01	-	<i>Rien de changé</i>	-	0,14 ± 0,01
Daramend std. 11,1 %	0,15 ± 0,02	0,16 ± 0, 02	0,16 ± 0,01	0,10 ± 0,02	0,10 ± 0,01	Nouvel ajout	0,09 ± 0,01	0,16 ± 0,02
Bagasse + FZV 7,8 %	0,10 ± 0,01	0,12 ± 0,02-	0,11 ± 0,03	0,10 ± 0,01	-	<i>Rien de changé</i>	-	0,12 ± 0,01
Daramend bagasse 5,3 %	0,11 ± 0, 01	0,12 ± 0,01-	0,13 ± 0,01	0,08 ± 0,01	-	<i>Rien de changé</i>	-	0,09 ± 0,01
FZV bis 4,3 % (P7)	0,15 ± 0, 01	-	-	-	-	1^e ajout	0,06 ± 0,01	0,08 ± 0,01

Tableau 31 : Évolution en fonction du temps des concentrations en chlordécol (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T₀ est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2^{ème} essai.

Pour la 5a-hydrochlorodécone, son absence de détection dans toutes les modalités à T₀ et dans tous les échantillons de la modalité témoin confirme bien que les processus naturels n'engendrent pas sa formation à des niveaux égaux aux seuils de quantification atteints ici. Les moyens mobilisés pour cette dernière partie de l'étude ont permis de suivre la cinétique de formation de la 5a-CLD dans toutes les modalités assez finement jusqu'au 22^{ème} j puis à la fin de l'expérimentation. On voit (Tableau 32) que la 5a-chlordécone est quantifiable dès le 1^{er} temps de prélèvement 7 à 9 j (selon l'essai) après l'application du FZV seul, et ceci que la compaction et l'irrigation aient été améliorées (2^e essai) ou pas (1^{er} essai). Dans ce dernier cas, il est intéressant de noter que la 5a-hydroCLD est formée bien que le traitement avec FZV à une dose de 4,3% n'ait pas engendré des valeurs moyennes de redox négatives (cf. Figures 44 et 45). La 5a-hydroCLD est quantifiable également à partir du 22^{ème} j de traitement du 1^{er} essai avec le Daramend standard, et dès le 7^{ème} j après le 2^{ème} ajout de Daramend standard faisant suite à une amélioration de la compaction et de l'irrigation par rapport au 1^{er} essai. En fin d'expérimentation, les concentrations en 5a-hydroCLD sont très semblables entre modalités sauf celle avec le Daramend bagasse dont la concentration est 3,5 fois inférieure à la moyenne des 5 autres modalités.

Modalité	5a-hydrochlorodécone (mg/kg sol sec)					2 ^e essai	36 j	55 j
	T ₀	9 j	16 j	22 j	28 j			
Témoin	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	< 0,03	Rien de changé	< 0,03	< 0,03
FZV grossier 4,3 %	< 0,03	0,11 ± 0,03	0,05 ± 0,02	0,09 ± 0,01	-	Rien de changé	-	0,11 ± 0,02
FZV grossier 2,15 %	< 0,03	0,10 ± 0,03-	0,12 ± 0,01	0,09 ± 0,02	-	Rien de changé	-	0,10 ± 0,02
Daramend std.11,1 %	< 0,03	< 0,03	< 0,03	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01	Nouvel ajout	0,07 ± 0,01	0,08 ± 0,01
Bagasse + FZV 7,8 %	< 0,03	0,08 ± 0,03-	0,08 ± 0,03	0,07 ± 0,01	-	Rien de changé	-	0,08 ± 0,03
Daramend bagasse 5,3 %	< 0,03	< 0,03	0,04 ± 0,01	< 0,03	-	Rien de changé	-	0,03 ± 0,01
FZV bis 4,3 % (P7)	< 0,03	-	-	-	-	1^e ajout	0,10 ± 0,02	0,11 ± 0,01

Tableau 32 : Évolution en fonction du temps des concentrations en 5a-hydrochlorodécone (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T₀ est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2^{ème} essai.

Pour la 5a,6-chlordécone (CLD dont 2 Cl ont été enlevés sur les carbones en position 5a et 6, nomenclature CAS), l'étalon analytique produit lors de la thèse de H. Belghit (Belghit, 2014) n'était pas disponible en masse suffisante pour préparer les solutions étalons qui en auraient permis la quantification. Les résultats du Tableau 33 sont donc exprimés en aires relatives de pic chromatographique. A tous les temps où cette molécule a été recherchée, elle n'est pas détectée dans les témoins mais l'est dans les sols traités, que les conditions de traitement aient été améliorées (essai 2) ou pas (essai 1). Sa formation apparait aussi rapide que la 5a-hydroCLD puisqu'elle est détectée lors des 2 essais aux 1^{er} temps de prélèvement, 7 ou 9 j après l'incorporation des amendements. L'évolution en fonction du temps de ses aires de pics, en prenant en compte la variabilité des résultats de chaque date et modalité, ne semble pas indiquer une accumulation de cette substance, sauf pour la modalité Daramend standard. Un suivi de plus longue durée serait nécessaire pour en savoir plus sur le devenir de cette substance.

Modalité	5a,6-chlordécone (mg/kg sol sec)					2 ^e essai	36 j	55 j
	T ₀	9 j	16 j	22 j	28 j			
Témoin	< 4	< 6	< 4	< 6	< 6	<i>Rien de changé</i>	< 6	< 6
FZV grossier 4,3 %	< 4	75 ± 29	64 ± 34	74 ± 21	-	<i>Rien de changé</i>	-	89 ± 18
FZV grossier 2,15 %	< 4	68 ± 25-	71 ± 4	56 ± 14	-	<i>Rien de changé</i>	-	60 ± 13
Daramend std. 11,1 %	< 4	23 ± 6	22 ± 3	16 ± 3	22 ± 1	Nouvel ajout	28 ± 3	46 ± 8
Bagasse + FZV 7,8 %	< 4	52 ± 17	47 ± 12	41 ± 1	-	<i>Rien de changé</i>	-	56 ± 31
Daramend bagasse 5,3 %	< 4	30 ± 16-	34 ± 15	28 ± 10	-	<i>Rien de changé</i>	-	26 ± 1
FZV bis 4,3 % (P7)	< 4	-	-	-	-	1^e ajout	183 ± 53	199 ± 22

Tableau 33 : Évolution en fonction du temps des aires relatives de pic de la 5a,6-chlordécone (mg/kg, moyenne ± écart-type, n = 3) dans les modalités de la parcelle de sol alluvionnaire traitée par ISCR. L'absence de chiffres correspond aux échantillons n'ayant pas été analysés ou pas prélevés. Pour FZV bis à 4,3 %, P7, la valeur à T0 est prise égale à celle de la parcelle témoin dont une partie a servi à cette parcelle P7 lors du 2^{ème} essai.

Au-delà de ces deux principaux dérivés déchlorés, le traitement mis en place pour le 2^{ème} essai avec le FZV à 4,3 % a permis de retrouver une série de produits plus fortement déchlorés, qui n'avaient jusqu'à présent été observés que suite à des expérimentations de laboratoire avec du sable de Fontainebleau dopé à 25 mg/kg (niveau bien supérieur à ceux rencontrés *in situ* avait été choisi pour maximiser les masses de produits éventuellement formés et en permettre l'identification ; Mouvet et Bristeau, 2012) et dans les eaux des bougies poreuses lors de l'essai sur la 2^{ème} parcelle de nitisol (cf. 5.8.4).

Des traces de CLD ayant vu 7 de ses 10 chlores remplacés par un atome d'hydrogène sont ainsi observées, de même qu'une di-hydroCLD (CLD – 2 Cl) autre que la dihydro en positions 5a,6-, une tri-hydroCLD (CLD – 3 Cl), un dérivé dont le niveau de déchloration n'est pas connu de manière sûre (Non Clairement Identifié, NCI 4), deux tétra-hydroCLD, deux penta-hydroCLD, une substance pouvant être de la CLD-7Cl, et un dernier dérivé NCI 5 (Tableau 34). Bien que tous ces produits soient présents à l'état de traces, il faut noter que la variabilité des résultats entre les 3 réplicats est faible, avec 9 coefficients de variation sur 11 inférieurs à 20 %, le maximum étant de 27 %.

Paramètre statistique	Substance (NCi = non clairement identifié)														
	CLD	5b-H-CLD	5a-H-CLD	5a,6-CLD	-2 Cl	-4 Cl	-3 Cl	NCi 4	-4Cl	-5 Cl (a)	-5Cl (b)	-6Cl	-7Cl	-7Cl ?	NCi 5
Moyenne (n = 3)	3707	34	1147	199	84	106	301	27	19	103	28	< 6	< 6	191	50
Ecart-type	144	3	39	22	10	12	49	3	2	25	7	< 6	< 6	21	3
C. V. (%)	4	9	3	11	12	11	16	11	10	24	27	-	-	11	5

Tableau 34 : Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés (pour la plupart identifiés mais non quantifiables faute d'étalons) à la fin du 2^{ème} essai (27 jours de traitement) avec le FZV à 4,3 % dans le sol de la parcelle alluvionnaire.

5.9.1. Taux d'abattement de la chlordécone

Vu la variabilité intra-modalité à tout moment et la variabilité inter-modalités à T_0 , la question se pose de la meilleure manière de calculer l'efficacité des divers traitements appliqués. Rapporter pour chaque modalité la valeur après une durée de traitement X à celle mesurée à T_0 dans cette même modalité présente l'avantage de tenir compte de la valeur initiale de cette modalité. Elle présente par contre l'inconvénient de reposer sur un nombre restreint de mesures, les 3 répliquats prélevés à T_0 dans cette modalité, ce qui ne garantit pas d'avoir une valeur vraiment représentative de la valeur réelle dans cette modalité. Une seconde manière consiste à comparer les résultats de chaque traitement à une moyenne calculée sur un beaucoup plus grand nombre de valeurs, en l'occurrence les valeurs à T_0 de toutes les modalités (6 valeurs venant chacune de 3 répliquats) et toutes les valeurs obtenues sur la parcelle non traitée pendant la durée de l'expérimentation (6 valeurs de plus venant chacune de 3 répliquats aux 6 temps autres que T_0).

Les taux d'abattement calculés de ces deux manières sont donnés au Tableau 35.

Référence de calcul	Modalité					
	FZV 4,3 %	FZV 2,15 %	Daramend std. 11,1 %	Bagasse + FZV 7,8 %	Daramend bagasse 5,3 %	FZV bis 4,3 % (P7)
T_0 de la modalité	44	21	24	15	34	57
Moyenne du T_0 de la modalité et de tous les temps du témoin	19	9	9	19	37	61

Tableau 35 : Taux d'abattement (%) des concentrations en chlordécone dans le sol calculé à la fin du traitement selon deux références (voir texte) pour chacune des modalités de traitement testées dans la parcelle alluvionnaire.

Le mode de calcul a une influence non négligeable. La prise en compte de l'ensemble des valeurs de la modalité témoin en plus de la valeur à T_0 de la modalité considérée divise le taux d'abattement calculé d'un facteur 2 et le fait descendre en-dessous de 20 % pour 3 modalités sur 6.

Toutefois, quels que soient le mode de calcul et le traitement appliqué, un effet positif est systématiquement obtenu. Cet effet est le plus net pour le 1^{er} essai avec le FZV à 4,3 % si la référence prise est celle du T_0 de cette modalité, et encore plus pour le FZV seul à 4,3 % lors du 2^{ème} essai avec compaction et irrigations améliorées. Dans ce dernier cas, le taux d'abattement est aux alentours de 60 %.

5.10. EAUX DES BOUGIES POREUSES MISES EN PLACE DANS LA PARCELLE ALLUVIONNAIRE

L'interprétation des données provenant de bougies poreuses doit se faire avec la plus grande prudence car l'eau ainsi échantillonnée est un mélange d'eau « libre » et d'eau plus ou moins fortement liée au sol et que la dépression appliquée remobilise. Par ailleurs, la sphère d'influence de ce type de système de prélèvement est très difficile à déterminer car elle est fonction des propriétés du sol et des modalités de prélèvement (porosité de la bougie, valeur et durée de la dépression appliquée). L'hétérogénéité spatiale du sol complique encore la situation. Les comparaisons entre modalités et pour chaque modalité en fonction du temps se limiteront donc à la mise en avant de tendances générales.

Malgré les restrictions, non exhaustives, listées ci-dessus, un certain nombre d'enseignements importants peuvent toutefois être tirés. La discussion se fera en deux parties : les substances ayant pu être quantifiées grâce à l'existence d'étalons, et celles dont seules les aires relatives de pics ont pu être calculées faute d'étalons.

5.10.1. Substances quantifiées lors du 1^{er} essai

Deux campagnes de prélèvements ont été réalisées, 13 et 20 jours après l'ajout des amendements. Les Tableaux 36 et 37 donnent les résultats obtenus dans chacune des trois modalités qui avaient pu être équipées de bougies poreuses. À chaque date, 1 échantillon composite a été constitué avec les eaux des 3 bougies installées à 25 cm de profondeur (en prenant le même volume d'eau recueilli par chacune des 3 bougies), et 1 deuxième échantillon composite avec les eaux des 3 bougies installées à 40 cm de profondeur (en prenant le même volume d'eau recueilli par chacune des 3 bougies).

Les résultats les plus nets sont les suivants :

- des concentrations en chlordécone beaucoup plus faibles dans les deux modalités traitées (de l'ordre du µg/L) que dans la modalité témoin (de l'ordre de la dizaine de µg/L) ;
- des concentrations en 5b-H-CLD et CLDOH plus fortes dans la modalité témoin que dans les deux modalités traitées, toutes étant de l'ordre du dixième de µg/L ;
- la CLD - 3 Cl et - 4 Cl quantifiées seulement dans les deux modalités traitées, les concentrations en CLD-3Cl aux alentours du µg/L, celles de la - 4 Cl de l'ordre du dixième de µg/L ;
- la 5a-hydroCLD quantifiée dans les 3 modalités, les valeurs les plus fortes étant mesurées dans l'eau du sol traité par le FZV, 5 à 8 µg/L contre quelques dixièmes de µg/L dans le témoin ;
- tendance assez nette (23 cas sur 36) à des concentrations plus élevées à - 40 cm qu'à - 25 cm, en particulier pour la 5a-hydroCLD et encore plus spécifiquement dans le sol de la parcelle témoin (dont les concentrations sont toutefois jusqu'à 10 fois inférieures à celles de la modalité FZV).

Toutes ces observations sont globalement cohérentes avec celles faites sur les sols, à une exception près : la détection de la 5a-hydroCLD dans les eaux du sol de la parcelle témoin. En effet, cette mono-hydroCLD n'a jamais été détectée dans les extraits de sols témoins, et la conclusion tirée de cette absence était que cette substance n'est formée que suite à l'intervention humaine liée à la mise en œuvre de l'ISCR. Cette interprétation est donc mise en défaut et des explications à la présence de la 5a-hydroCLD dans les eaux du sol de la parcelle témoin doivent être recherchées.

Une première hypothèse est celle de contaminations lors des prélèvements et/ou des procédures d'extraction et d'analyse. Cette hypothèse ne peut être totalement exclue mais toutes les précautions avaient été prises pour éviter cet artefact. Par ailleurs, si contamination il y a eu, pour qu'elle se marque au niveau des 2 échantillons composites, elle aurait dû se produire au niveau observé dans tous les flacons échantillonnés (rappel : 3 par échantillon composite analysé) ou à un niveau plus élevé dans certains d'entre eux seulement.

Dans le même ordre d'idée, une contamination par transfert naturel d'eau du sol depuis les modalités traitées vers la modalité témoin peut aussi être imaginée. La disposition respective des modalités (3 des 4 côtés de la parcelle témoin sont du sol où aucun traitement n'a été appliqué), l'écartement entre parcelles traitées (2 m), l'implantation des bougies plusieurs mètres à l'intérieur de chaque modalité, et la topographie du terrain (pente perpendiculaire à l'axe que devrait suivre l'eau du sol pour passer d'une modalité à l'autre) sont 4 faits qui vont totalement à l'encontre de cette hypothèse.

Une deuxième hypothèse serait celle d'une erreur d'identification lors de l'analyse. L'emploi de la GS/MS/MS réduit ce risque quasiment à zéro, et la mise en cause de la certitude des identifications devrait alors être faite pour tous les composés dans toutes les modalités.

La troisième hypothèse consiste à envisager l'existence de mécanismes naturels entraînant la formation de cette 5a-hydroCLD. Un récent traitement statistique de 307 échantillons de sols où la CLD et la 5b-CLD ont été quantifiées (Devault *et al.*, 2015) conclut à cette possibilité pour le 5b-CLD, une autre monohydro-CLD. Rien ne peut a priori exclure le même mécanisme pour la 5a-hydroCLD.

Une dernière hypothèse doit toutefois être prise en compte : la présence de cette 5a-hydroCLD en impuretés dans la formulation commerciale de CLD appliquée jusqu'il y a 20 ans sur le sol. Des analyses effectuées sur 1 lot de curlone (nom commercial de la formulation de la chlordécone utilisée en Martinique) confirment cette hypothèse, avec une aire relative de pic de 5a-hydroCLD d'environ 0,25 % de celle de la CLD (données non publiées, en cours d'exploitation avec H. Macarie, IRD/IMBE).

Pour établir un lien entre ces deux dernières hypothèses, il faut comparer les rapports [aires relatives de pic 5a-hydroCLD / aires relatives de pic CLD] dans les eaux des bougies poreuses à ces mêmes rapports dans le curlone. Avec 1,8 % pour les eaux des bougies poreuses (voir Tableaux 36 et 37), ce rapport moyen est nettement plus fort que celui mesuré dans le lot de curlone. Bien que le nombre limité d'échantillons d'eaux de bougies poreuses disponibles ici (n = 8) ne permette pas de donner un fort poids statistique à ces rapports, ils suggèrent toutefois une certaine formation naturelle de la 5a-hydroCLD.

La comparaison des deux dates de prélèvements suggère une certaine cinétique dans la formation des produits déchlorés. La -3Cl et la -4Cl décroissent au 20^{ème} jour par rapport au 13^{ème} jour dans la modalité FZV alors que la -4Cl n'apparaît qu'au 20^{ème} jour dans la modalité Daramend, moment auquel la -3Cl augmente dans cette modalité. Ces observations, bien que reposant sur un nombre très limité d'échantillons et de dates, sont toutefois en cohérence avec la cinétique observée en laboratoire dans un système eau/acétone/CLD/FZV (Belghit *et al.*, 2015).

Modalité - profondeur	CLD (µg/L)	5a-H-CLD (µg/L)	5b-H-CLD (µg/L)	CLD-3Cl (µg/L)	CLD-4Cl (µg/L)	CLDOH (µg/L)
FZV seul 1e essai - 25 cm	1,1	4,0	0,09	1,45	0,07	0,07
FZV seul 1e essai - 40 cm	1,6	7,2	0,11	1,59	0,05	0,07
Dara. std. 1e cycle - 25 cm	0,5	0,9	< 0,10	0,17	< 0,10	0,16
Dara. std. 1e cycle - 40 cm	0,7	1,3	0,09	< 0,10	< 0,10	< 0,10
Témoin - 25 cm	9,5	0,1	0,38	< 0,10	< 0,10	0,26
Témoin - 40 cm	10,1	0,9	0,34	< 0,10	< 0,10	0,22

Tableau 36 : Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 13 jours après l'ajout des amendements du 1^{er} essai.

Modalité - profondeur	CLD (µg/L)	5a-H-CLD (µg/L)	5b-H-CLD (µg/L)	CLD-3Cl (µg/L)	CLD-4Cl (µg/L)	CLDOH (µg/L)
FZV seul 1e essai - 25 cm	1,5	5,1	0,08	0,88	< 0,10	< 0,10
FZV seul 1e essai - 40 cm	2,7	11,6	0,18	1,25	< 0,10	0,14
Dara. std. 1e cycle - 25 cm	1,9	1,4	0,08	0,09	< 0,10	< 0,10
Dara. std. 1e cycle - 40 cm	0,3	3,3	< 0,10	2,64	0,16	< 0,10
Témoin - 25 cm	9,5	0,1	0,31	< 0,10	< 0,10	0,22
Témoin - 40 cm	11,7	0,5	0,35	< 0,10	< 0,10	0,30

Tableau 37 : Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 20 jours après l'ajout des amendements du 1^{er} essai.

5.10.2. Substances quantifiées lors du 2^{ème} essai

Les résultats obtenus pour les prélèvements réalisés 12 et 26 jours après l'ajout des amendements lors du 2^{ème} essai sont rassemblés aux Tableaux 38 et 39.

La majorité des observations faites lors du 1^{er} essai sont confirmées lors de ce 2^{ème} essai. Quelques différences méritent toutefois d'être relevées :

- formation moins rapide de la - 4 Cl ;
- non détection de la 5a-hydroCLD dans la modalité FZV à 12 jours ;
- moindre fréquence (22 cas sur 42) des concentrations plus élevées à - 40 cm qu'à - 25 cm, en particulier pour la 5a-hydroCLD qui n'est plus détectée dans l'eau du sol de la parcelle témoin à la fin de l'expérimentation.

<i>Durée de traitement</i> Modalité- profondeur	CLD (µg/L)	5a-H-CLD (µg/L)	5b-H-CLD (µg/L)	CLD-3Cl (µg/L)	CLD-4Cl (µg/L)	CLDOH (µg/L)
<i>32 j de traitement cumulé (20 j du 1e cycle, 12 j du 2e cycle)</i>						
Dara. std. 2e cycle - 25 cm	0,4	0,3	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10
Dara. std. 2e cycle - 40 cm	1,6	0,4	< 0,10	< 0,10	< 0,10	0,07
<i>12 j de traitement du 2e essai</i>						
FZV seul 2e essai - 25 cm	0,6	1,0	< 0,10	0,36	< 0,10	< 0,10
FZV seul 2e essai - 40 cm	2,8	1,9	0,07	0,27	< 0,10	0,08
<i>date de prélèvement identique aux 2 modalités ci-dessus</i>						
Témoin - 25 cm	9,3	< 0,10	0,27	< 0,10	< 0,10	0,23
Témoin - 40 cm	11,6	0,05	0,26	< 0,10	< 0,10	0,25

Tableau 38 : Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 12 jours après l'ajout des amendements lors du 2^{ème} essai (pour le Daramend standard, 32 jours en cumulé avec le cycle 1 ; 12 jours pour le 1^{er} cycle amélioré pour FZV).

<i>Durée de traitement</i> Modalité- profondeur	CLD (µg/L)	5a-H-CLD (µg/L)	5b-H-CLD (µg/L)	CLD-3Cl (µg/L)	CLD-4Cl (µg/L)	CLDOH (µg/L)
<i>46 j de traitement cumulé (20 j du 1e cycle, 26 j du 2e cycle)</i>						
Dara. std. 2e cycle - 25 cm	0,4	0,5	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10
Dara. std. 2e cycle - 40 cm	2,5	0,9	0,16	< 0,10	< 0,10	< 0,10
<i>26 j de traitement</i>						
FZV seul 2e essai - 25 cm	0,6	1,6	< 0,10	1,08	0,09	< 0,10
FZV seul 2e essai - 40 cm	3,3	3,2	0,11	0,59	< 0,10	0,11
<i>46 j de traitement cumulé (1 seul cycle)</i>						
FZV seul 1e essai - 40 cm	0,8	1,6	< 0,10	0,29	< 0,10	< 0,10
FZV seul 1e essai - 25 cm	1,3	7,1	0,09	0,71	< 0,10	0,06
<i>date de prélèvement identique aux 3 modalités ci-dessus</i>						
Témoin - 25 cm	7,4	< 0,10	0,38	< 0,10	< 0,10	0,14
Témoin - 40 cm	6,4	< 0,10	0,46	< 0,10	< 0,10	0,14

Tableau 39 : Concentrations (µg/L) de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 46 jours après l'ajout de l'amendement lors du 1^{er} essai pour FZV, soit 26 jours après l'ajout des amendements lors du 2^{ème} essai (pour le Daramend standard, 46 jours en cumulé avec le 1^{er} cycle ; 26 j pour le 1^{er} cycle amélioré pour FZV).

5.10.3. Aires relatives de pics des substances identifiées lors du 1^e essai

Les valeurs des Tableaux 40 et 41 permettent de mettre en avant les points suivants dans les modalités traitées :

- présence de toutes les substances qui avaient été trouvées dans des extraits de sable dopé à 25 mg/kg en laboratoire et traités par du Daramend standard ;
- jusqu'à 7 des 10 atomes de Cl remplacés par un hydrogène ;
- prépondérances des formes avec -1, -2 et - 3 Cl ;
- aires de pics significatives de deux produits à l'identité incertaine (- 7Cl ? et NCi5) ;
- traitement par le FZV plus efficace (aires relatives de pics nettement plus élevées au t = 13 j) pour déchlorer la CLD que le traitement avec le Daramend standard ;
- cinétique de disparition suggérée par l'évolution entre les 13^{ème} et 20^{ème} j pour les 6 formes les plus déchlorées dans la modalité FZV ;
- cinétique de formation suggérée par l'évolution entre les 13^{ème} et 20^{ème} j pour les 6 formes les plus déchlorées dans la modalité Daramend standard ;
- peu de différences en fonction de la profondeur sauf pour la - 2 Cl, al - 3 Cl et la - 4 Cl dans la modalité daramend après 20 j.

Tous ces résultats sont remarquablement similaires à ceux obtenus dans les eaux des bougies poreuses lors de l'essai sur la 2^{ème} parcelle de nitisol (cf. 5.6.4). L'effet du traitement est donc particulièrement reproductible même sur 2 types de sol différents.

Pour la modalité témoin, les dérivés plus déchlorés que la dihydroCLD sont absents, hormis le - 3Cl après 12 j.

5.10.4. Aires relatives de pics de toutes les substances identifiées lors du 2^{ème} essai

Ce 2^{ème} essai confirme la plupart des observations faites au 1^{er} essai, hormis la cinétique de formation/disparition qui apparaît plus lente au 2^{ème} essai pour la modalité FZV, et les aires de pic des deux substances les plus déchlorées nettement plus faibles dans les eaux du sol traité par le Daramend au 2^{ème} essai par rapport au 1^{er} (50 µg/L pour la - 3 Cl à 40 cm de profondeur 20 j après l'ajout du Daramend lors du 1^{er} essai ; 0,5 à 0,8 µg/L lors du 2^{ème} essai).

Aucune explication convaincante ne peut être donnée actuellement à la 1^{ère} différence évoquée ci-dessus. Pour la seconde, l'hypothèse peut être émise que le 2^{ème} cycle de traitement par le Daramend est moins efficace que le 1^{er}, et/ou que le pool de matière première susceptible de donner naissance aux produits très déchlorés a été assez largement consommé lors du 1^{er} essai.

En ce qui concerne l'évolution en fonction de la profondeur, les différences nettes de concentrations entre - 25 et - 40 cm sont beaucoup moins nombreuses et moins fortes que lors du 1^{er} essai.

Des suivis de terrain beaucoup plus long et exhaustifs seraient nécessaires pour confirmer ces observations et valider les hypothèses émises.

Modalité	CLD	5a-H-CLD	5b-H-CLD	5a,6,-CLD	- 2 CI	-4 CI	-3 CI	NCi 4	- 4 CI	-5 CI (1)	-5CI (2)	-6CI	-7CI	-7CI?	NCi 5
FZV seul 1e essai - 25 cm	26	122	1,2	20,2	11,6	1,8	27,0	1,9	1,1	2,6	1,4	0,1	0,1	16,9	24,0
FZV seul 1e essai - 40 cm	35	218	1,4	25,4	18,1	1,4	30,8	1,7	1,0	1,8	1,1	< 0,1	0,1	14,2	14,9
Dara. std. 1e cycle - 25 cm	9	24	0,7	4,0	2,1	< 0,1	2,6	0,2	0,1	0,3	< 0,1	< 0,1	< 0,1	1,0	0,9
Dara. std. 1e cycle - 40 cm	16	41	1,3	2,7	2,4	< 0,1	1,2	0,2	< 0,1	0,2	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,3	0,3
Témoin - 25 cm	196	3	3,7	< 0,1	0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Témoin - 40 cm	218	26	3,3	0,4	0,6	< 0,1	0,2	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1

Tableau 40 : Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 13 jours après l'ajout des amendements du 1^{er} essai.

Modalité	CLD	5a-H-CLD	5b-H-CLD	5a,6,-CLD	- 2 CI	-4 CI	-3 CI	NCi 4	- 4 CI	-5 CI (1)	-5CI (2)	-6CI	-7CI	-7CI?	NCi 5
FZV seul 1e essai - 25 cm	35	161	1,6	19,2	11,4	1,2	19,1	1,7	0,5	1,2	1,0	0,1	0,1	6,6	4,9
FZV seul 1e essai - 40 cm	58	363	2,3	33,8	25,1	1,2	30,9	1,7	0,7	0,8	0,8	< 0,1	< 0,1	9,3	8,1
Dara. std. 1e cycle - 25 cm	38	38	1,8	3,6	2,2	0,1	2,2	0,2	< 0,1	0,2	< 0,1	0,1	< 0,1	1,0	1,1
Dara. std. 1e cycle - 40 cm	6	89	0,5	31,4	14,0	3,0	50,3	3,1	1,5	2,2	2,3	0,2	0,2	24,7	20,3
Témoin - 25 cm	199	4	4,3	0,1	0,2	< 0,1	0,07	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Témoin - 40 cm	250	14	4,6	0,2	0,5	< 0,1	0,08	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1

Tableau 41 : Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 20 jours après l'ajout des amendements du 1^{er} essai.

<i>Durée de traitement</i> Modalité	CLD	5a-H-CLD	5b-H-CLD	5a,6,-CLD	- 2 CI	-4 CI	-3 CI	NCi 4	- 4 CI	-5 CI (1)	-5CI (2)	-6CI	-7CI	-7CI?	NCi 5
<i>32 j de traitement cumulé (20 j du 1^{er} cycle, 12 j du 2^{ème} cycle)</i>															
Dara. std. 2e cycle - 25 cm	10	6	0,4	0,1	0,3	< 0,1	0,5	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,4	< 0,1
Dara. std. 2e cycle - 40 cm	31	11	0,5	0,2	0,5	< 0,1	0,5	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,3	0,2
<i>12 j de traitement du 2^{ème} essai</i>															
FZV seul 2e essai - 25 cm	11	28	0,6	5,2	2,9	1,0	8,2	0,6	0,4	2,3	0,6	0,1	0,2	10,9	12,0
FZV seul 2e essai - 40 cm	59	54	1,5	5,3	3,6	0,7	6,4	0,5	0,3	1,6	0,4	< 0,1	0,1	6,0	8,9
<i>date de prélèvement identique aux 2 modalités ci-dessus</i>															
Témoin - 25 cm	199	2	3,9	< 0,1	0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Témoin - 40 cm	250	2	3,9	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1

Tableau 42 : Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 12 jours après l'ajout des amendements lors du 2^{ème} essai (pour le Daramend standard, 32 jours en cumulé avec le cycle 1 ; 12 jours pour le 1^{er} cycle amélioré pour FZV).

<i>Durée de traitement</i> Modalité	CLD	5a-H-CLD	5b-H-CLD	5a,6,-CLD	- 2 CI	-4 CI	-3 CI	NCi 4	- 4 CI	-5 CI (1)	-5CI (2)	-6CI	-7CI	-7CI?	NCi 5
<i>46 j de traitement cumulé (20 j du 1e cycle, 26 j du 2e cycle)</i>															
Dara. std. 2e cycle - 25 cm	9	14	0,5	1,6	0,7	< 0,1	1,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,7	< 0,1
Dara. std. 2e cycle - 40 cm	51	23	2,4	1,0	1,0	< 0,1	0,8	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	0,3	0,3
<i>26 j de traitement</i>															
FZV seul 2e essai - 25 cm	14	42	1,2	10,9	4,5	2,3	19,4	1,6	0,8	2,4	1,9	0,2	0,12	26,2	13,3
FZV seul 2e essai - 40 cm	70	89	2,0	10,5	5,7	1,1	12,2	0,9	0,4	1,2	0,9	0,1	0,06	10,1	6,0
<i>46 j de traitement cumulé (1 seul cycle)</i>															
FZV seul 1e essai - 40 cm	17	46	1,0	5,1	2,8	0,5	6,2	0,9	0,2	0,3	0,8	0,1	< 0,1	6,8	5,7
FZV seul 1e essai - 25 cm	29	202	1,8	16,6	10,7	0,8	14,6	1,6	0,3	0,4	0,9	< 0,1	< 0,1	10,9	8,5
<i>date de prélèvement identique aux 3 modalités ci-dessus</i>															
Témoin - 25 cm	155	3	6,1	< 0,1	0,3	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Témoin - 40 cm	137	2	7,2	0,1	0,2	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1

Tableau 43 : Aires relatives de pics de la chlordécone et ses dérivés dans les eaux du sol de la parcelle alluvionnaire recueillies par bougies poreuses 46 jours après l'ajout de l'amendement lors du 1^{er} essai pour FZV, soit 26 jours après l'ajout des amendements lors du 2^{ème} essai (pour le Daramend standard, 46 jours en cumulé avec le 1^{er} cycle ; 26 j pour le 1^{er} cycle amélioré pour FZV).

6. Résultats et discussion du volet agronomie

Les essais en plein champ de traitement du sol par ISCR ont donné lieu à un volet agronomique sur deux types de sol différents, un nitisol et un sol alluvionnaire. Par ailleurs, les aspects agronomiques ont été étudiés de deux manières différentes selon le type de sol, en plein champ pour le nitisol, en serre pour le sol alluvionnaire.

Les résultats seront donc présentés séparément pour les deux types de sol bien que ces deux études avaient globalement les mêmes objectifs.

Toute cette partie a été rédigée au départ par J. M. Gaude et M. Lesueur-Jannoyer puis éditée par C. Mouvet en collaboration avec les auteurs initiaux.

6.1. PARCELLE DE NITISOL

Cette parcelle est celle qui a fait l'objet des études les plus poussées, notamment en termes de suivi purement agronomique, car elle a eu lieu dans le meilleur contexte de budget et de ressources humaines compétentes disponibles (en particulier J. M. Gaude, CIRAD). La motivation de l'exploitant agricole a également permis d'y mener les études sur la durée la plus longue.

6.1.1. Impact des traitements sur la composition physico-chimique du sol avant la mise en culture

Les amendements appliqués et les travaux du sol effectués sur les parcelles ont engendré des modifications de la granulométrie et des paramètres physico-chimiques du sol. Les principaux effets observés sont les suivants (Tableau 44) :

- le pH_{eau} des parcelles Daramend et Daramend Standard, 6,9 le jour de la plantation des végétaux, a augmenté de 1,5 unité par rapport au pH des 2 parcelles témoins, 5,4 et 5,3. Considérant l'apport de 600 kg de chaux sur ces deux parcelles (apport visant à optimiser le processus d'ISCR), cette augmentation était prévisible. L'apport massif de chaux se traduit également par l'augmentation de la concentration en Ca (calcium) échangeable. Enfin, on observe également sur ces 2 parcelles une augmentation de 4 à 9 % du pourcentage de sable fin par rapport au témoin ;
- le pH_{eau} de la parcelle A (Fer zéro valent seul), 5,6, n'a que faiblement augmenté par rapport au pH 5,3 du témoin 2 (P8). Ce résultat est très satisfaisant compte tenu des fortes augmentations de pH observées en laboratoire avec du sable de Fontainebleau auquel est appliqué un ajout de 2 % de fer zéro valent (Belghit, 2014) ;
- le rapport carbone/azote (C/N) de la parcelle 6 (Bagasse + Fer) est de 13 alors qu'il est de 11,5 pour la parcelle 3 (Daramend Bagasse). Cette différence entre les deux parcelles ayant reçu de la bagasse peut traduire un degré de maturation différent des 2 bagasses utilisées. Le rapport C/N est de 10,2 et 10,0 pour les 2 témoins. Cette augmentation du rapport C/N dans les 2 parcelles amendées avec de la bagasse peut engendrer une faim d'azote pour les cultures. En effet, le pourcentage de matière organique de la parcelle 6, supérieur de 1,2 % aux témoins, nécessitera une utilisation plus importante de l'azote pour minéraliser le carbone présent en grande quantité. L'azote utilisé pour la minéralisation du carbone du sol ne sera pas disponible pour la croissance des plantes, d'où la faim d'azote pour les cultures ;

- le pourcentage de matière organique dans la parcelle compost était de 2,2 avant l'apport de Végéthumus. Il est de 4,3 un mois après l'apport. Cette augmentation de la teneur en matière organique s'accompagne d'un doublement, par rapport aux 2 témoins, de la teneur en phosphore assimilable Olsen, magnésium, potassium, sodium échangeables et teneur en azote total. L'augmentation de tous ces paramètres va contribuer à favoriser la croissance et le développement des cultures. Dans le cas de tels apports de compost, il faut toutefois veiller à ne pas apporter d'azote supplémentaire car des épisodes pluvieux engendreraient très probablement une perte d'azote par lixiviation ;
- la CEC (Capacité d'Echange Cationique) des parcelles Daramend standard, Daramend bagasse et Compost est 1,5 fois supérieure aux 2 parcelles témoins. Les sols de ces 3 parcelles peuvent donc retenir plus de cations sur leur complexe adsorbant. Les sols de ces 3 parcelles ont également des taux de saturation (TS) supérieurs aux témoins. Avec des taux de saturation supérieurs à 100, ces sols seraient susceptibles de perte d'éléments par lixiviation pour les bases échangeables Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ et Na^+ si des apports supplémentaires de ces éléments étaient effectués. Pour les 2 parcelles Daramend, la CEC a essentiellement été saturée par le Ca, apporté par la chaux ;
- la teneur en fer total des 2 parcelles témoins est de 100 et 98 g/kg. Pour les parcelles ISCR, il est de 118 (Daramend Bagasse), 129 (Daramend standard), 125 (Bagasse + Fer) et 129 g/kg (Fer zéro valent seul). Peu de travaux mentionnent des problèmes de toxicité du fer sur les plantes. En Afrique de l'ouest, dans des sols engorgés aux conditions réductrices, la solubilisation dans la solution du sol de la quasi-totalité du fer sous forme ferreux (Fe^{2+}) cause le « bronzing » du riz qui engendre des pertes de rendement de 10 à 100 % selon la concentration en Fe^{2+} (Centre du riz pour l'Afrique, 2006).

À la vue des analyses de sol, aucun résultat ne semble représenter un frein majeur à la bonne croissance des cultures. Seules les parcelles 3 et 6 risquent une « faim d'azote » mais ceci pourrait être aisément pallié par un apport complémentaire d'azote. L'effet de l'augmentation de la teneur en fer total reste cependant une inconnue dans la mesure où les différentes formes de fer présentes (fer ferreux : Fe^{2+} , probablement très minoritaire vu le passage en phase aérobie à la fin du traitement ; fer ferrique : Fe^{3+}) n'ont pas été mesurées et l'effet de ce fer sur les cultures concernées n'est pas connu.

Paramètres Physico-chimiques	Unité	Témoïn 1	Daramend bagasse	Daramend Standard	Bagasse +Fer	Compost	Com post	Témoïn 2	Fer seul
		P2	P3	P4	P6	P7	P7	P8	PA
		30/01/14	30/01/14	30/01/14	31/01/14	12/12/13	30/01/14	31/01/14	31/01/14
<u>Analyses physiques</u>									
Granulométrie standard									
Argiles	%	25,2	18,3	18,8	27,4		32,5	30,7	21,7
Limons fins	%	36,6	33,9	34,3	31,4		28,3	37,0	35,4
Limons grossiers	%	21,6	26,6	27,1	21,4		21,6	15,7	24,7
Sables fins	%	10,0	14,8	19,1	11,4		9,1	9,1	10,4
Sables grossiers	%	6,7	6,5	6,7	8,4		8,4	7,4	7,9
<u>pH - Calcimétrie</u>									
pH eau		5,4	6,9	6,9	5,9		6,3	5,3	5,6
pH KCl		4,5	6,3	6,4	5,3		5,7	4,3	4,8
<u>Matière Organique</u>									
Matière organique	%	2,1	2,3	2,5	3,3	2,2	4,6	2,1	2,2
Carbone organique	%	1,2	1,3	1,5	1,9	1,3	2,7	1,2	1,3
Azote total	‰	1,2	1,2	1,6	1,5	1,3	2,5	1,2	1,3
C/N		10,2	11,5	9,4	13,0	10,0	10,9	10,0	9,9
<u>Phosphore (exprimé en P)</u>									
Phosphore assimilable Olsen	mg/kg	20,6	12,6	10,8	10,0		25,6	13,8	10,6
<u>Complexe d'échange - Acidité - (Co(NH₃)₆Cl₃)</u>									
Ca éch	me/100g	4,9	10,4	10,2	4,9		7,4	4,3	4,8
Mg éch	me/100g	2,0	1,3	1,6	2,1		3,0	1,9	1,9
K éch	me/100g	0,9	0,5	0,9	0,7		2,6	0,5	0,9
Na éch	me/100g	0,2	0,2	0,2	0,2		0,5	0,3	0,2
Al éch	me/100g	0,0	< 0,01	< 0,01	< 0,01		< 0,01	0,1	0,0
Mn éch	me/100g	0,5	0,0	0,0	1,5		0,7	0,6	0,6
H éch	me/100g	0,0	< 0,01	< 0,01	0,0		< 0,01	0,0	0,0
S(Ca,Mg,K,Na)	me/100g	7,9	12,4	12,9	7,9		13,6	6,9	7,8
CEC	me/100g	8,5	12,2	12,0	9,1		13,4	7,6	8,1
TS	%	92,6	> 100	> 100	86,5		> 100	90,8	96,0
pH Co		5,0	6,6	6,7	5,5		6,0	4,8	5,3
<u>Eléments totaux</u>									
Ca	g/kg	5,5	7,2	7,1	6,1		5,3	5,7	5,6
Mg	g/kg	4,5	3,9	3,8	5,2		4,5	4,8	4,7
K	g/kg	3,8	3,2	3,4	3,2		4,2	3,0	3,3
Na	g/kg	2,8	2,4	2,4	3,0		2,6	3,0	2,8
Fe	g/kg	100,8	118,4	129,4	125,0		99,8	98,4	126,5
Al	g/kg	151,5	145,6	144,2	139,7		152,6	147,0	142,5
Mn	g/kg	3,6	3,4	3,1	3,7		3,2	3,7	3,7

Tableau 44 : Résultats des analyses physico-chimiques des sols de la parcelle de nitisol avant la mise en culture.

6.1.2. Effet agronomique des modalités de traitement

Quelle que soit la culture, une attention particulière a été portée à ce volet pour observer les éventuelles perturbations liées aux traitements sur la croissance, le rendement (quantité et précocité) et la qualité (calibre, rendement commercial) des différents organes récoltés (racine, fruit, tubercule).

a) *Radis***Un taux de germination satisfaisant dans toutes les modalités (Moyenne : 88 % ; Écart type : 6 %, n = 5)**

Le taux de germination moyen dans les modalités témoins, P2 et P8 (rappel : P8 avait été ajouté pour servir de témoin aux parcelles PA et PB vu leur niveau élevé de contamination ; cf. 2.2.1), a été respectivement de 96 et 92 % (Tableau 45). Pour toutes les modalités, le taux est supérieur ou égal à 82 %. Vu qu'au-delà de 80 % le taux de germination est considéré très satisfaisant, on peut considérer qu'il n'y a pas d'effet dépressif des modalités ISCR et du compost sur la germination du radis.

Composantes du rendement	Témoin 1	Daramend bagasse	Daramend standard	Bagasse + Fer	Compost	Témoin 2	Fer
	P2	P3	P4	P6	P7	P8	PA
% moyen de germination (n=5)	97	84	93	87	82	93	85
Ecart type	3	19	3	7	4	3	6
% moyen de radis commercialisables (n=5)	89	54	94	77	96	89	87
Ecart type	3	19	3	7	4	3	6
Calibre moyen (grammes/radis) (n=5)	7,3	3,8	8,2	3,6	13,7	6,8	7,0
Ecart type	0,9	1,1	1,0	0,5	1,2	1,6	1,5
Rendement moyen par mètre linéaire (grammes/mètre linéaire) (n=5)	283,8	80,3	312,2	104,6	465,1	243,4	222,7
	bc	d	b	d	a	c	c
Ecart type	30,9	48,8	37,1	16,3	12,4	36,0	50,9
% moyen de matière sèche (n=5)	4,9	6,6	5,1	5,8	5,3	5,0	4,8
Ecart type	0,2	0,9	0,3	0,4	0,1	0,1	0,1

Tableau 45 : Composantes du rendement de la culture de radis 27 jours après le semis. Les chiffres en gras indiquent la (les) meilleure(s) valeur(s) pour le paramètre considéré. Pour le paramètre « rendement moyen par mètre linéaire », considéré comme le plus important, le test statistique de Wilcoxon a été appliqué : les moyennes ayant au moins une lettre commune (a, b, c ou d) sous leur valeur ne sont pas significativement différentes au niveau 5 %.

Un gain de précocité sur la parcelle compost, P7

Les différences de croissance entre les modalités sont apparues rapidement après la germination (Illustrations 49 et 50) 14 jours après le semis, le poids moyen frais des radis (appareil végétatif et racinaire) de la modalité P7 (compost) est de 3,5 grammes. A la même date, le poids moyen des radis des autres modalités est de 1,3 gramme. Les radis de la modalité P7 (compost) ont atteint une taille commercialisable 21 jours après semis, un peu plus d'une semaine supplémentaire a été nécessaire pour les modalités 2, 4, 8 et A (respectivement Témoin1, Daramend standard, témoin2, FZV seul). Deux semaines plus tard, les radis des modalités 3 (Daramend Bagasse) et 6 (FZV + Bagasse) n'avaient toujours pas atteint ce stade.

Le compost permet donc d'obtenir un gain de précocité. À l'inverse, dans les conditions de fertilisation appliquées sur l'essai, les modalités P3 (Daramend Bagasse) et P6 (Fer+ Bagasse) voient leur récolte retardée.

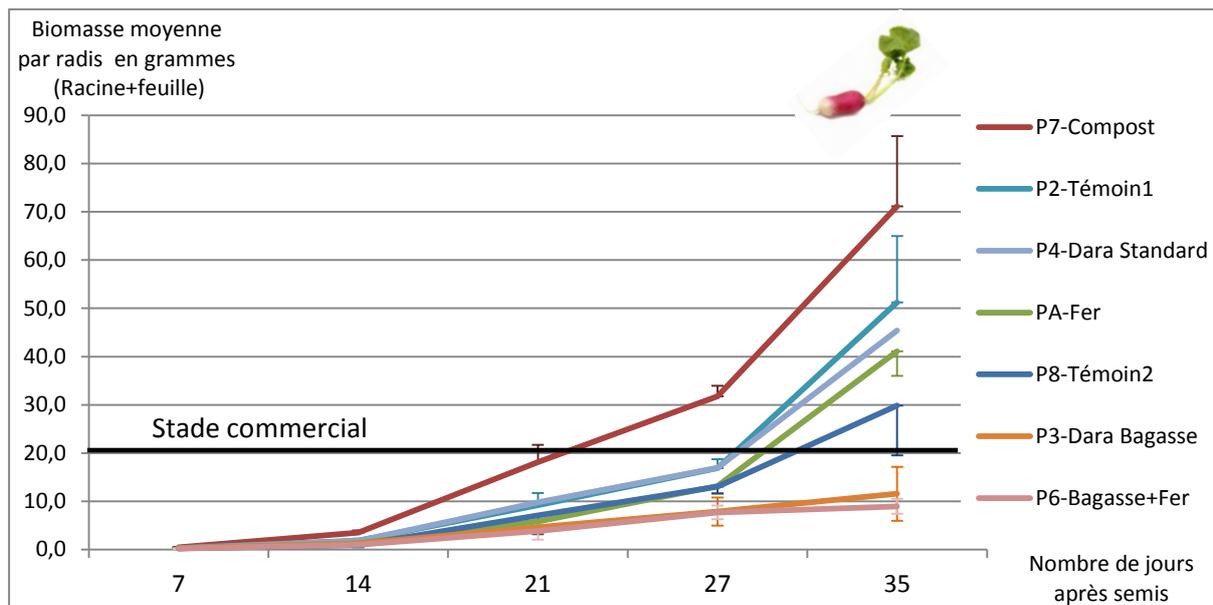


Illustration 49 : Évolution en fonction du temps de la biomasse fraîche des radis, racines + feuilles (moyennes + ou – écart-type ; 1 seul écart-type est représenté, pour optimiser la lisibilité de la figure).



Illustration 50 : Radis des modalités P2 (témoin1, photographie de gauche) et P3 (Daramend bagasse, photographie de droite) 20 jours après le semis.

Moins de rendement dans les parcelles amendées avec de la bagasse

Les rendements sont très variables entre les parcelles. Trois groupes se distinguent (Illustration 51). P3 et P6 (Daramend Bagasse et Bagasse + Fer) ont des rendements moyens très faibles, respectivement de 53 et 69 grammes de radis commercialisables par mètre linéaire (m. l.) de semis, et significativement inférieurs aux 2 témoins ($P = 0,0119$). La bagasse ayant un rapport C/N supérieur à 100 (Mohammadi Torkashvand *et al.*, 2008) contre environ 10 pour la matière organique présente au départ dans le sol, les radis cultivés sur ces parcelles ont subi une faim d'azote. Ceci a engendré, par rapport aux témoins, une réduction de calibre moyen et une perte de rendement. En présence d'une matière organique avec un si fort rapport C/N, les micro-organismes puisent l'azote dans les réserves du sol au lieu d'en libérer. Il est très probable qu'un apport d'azote minéral supplémentaire sur ces parcelles aurait permis de limiter les pertes de rendement. En effet, pour la culture de concombre où les unités d'azote minéral apportées ont été 3 fois plus fortes que pour les cultures de radis et patates, aucune différence de rendement n'a été observée entre les modalités avec bagasse et les autres modalités. Pour les parcelles amendées avec de la bagasse, il est également envisageable d'implanter par semis une légumineuse (exemple : *Crotalaria Juncea*) après l'ISCR. Broyée et incorporée 4 mois plus

tard, avant l'implantation des cultures de rentes, cette légumineuse apporterait l'azote permettant aux micro-organismes de dégrader la bagasse. Le rapport C/N de la luzerne étant de 15 (Silva A., 2005), l'application de Daramend standard dont la composante organique est de la luzerne n'a pas entraîné cet effet « faim d'azote ».

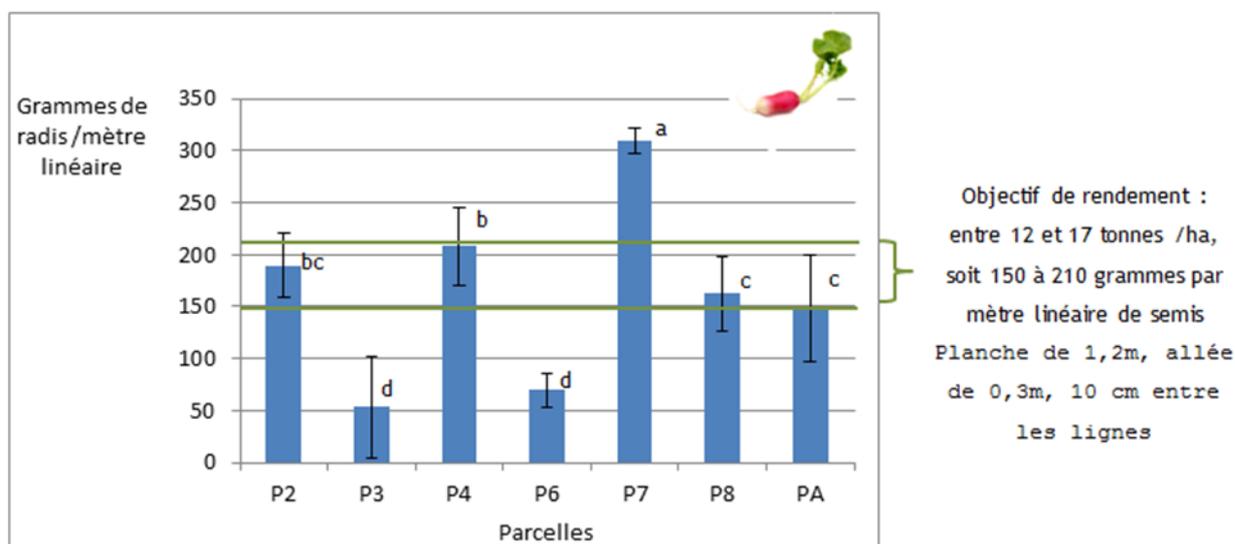


Illustration 51 : Rendement des radis 27 jours après semis (moyenne générale = 163 grammes/mètre linéaire ; écart-type : 33). Les traits verts horizontaux donnent la fourchette de l'objectif de rendement. Les moyennes affectées d'une même lettre (a, b, c ou d) à côté de leur histogramme ne sont pas significativement différentes au niveau 5 % (test statistique de Wilcoxon).

P2, P4, P8 et PA (respectivement Témoin1, Daramend standard, témoin 2, FZV seul) ont des rendements satisfaisants, compris dans une fourchette commercialement acceptable comprise entre 150 et 210 grammes/mètre linéaire (12 à 17 tonnes/ha ; Chambre d'Agriculture Martinique, 2007).

P7 (compost) a un rendement très élevé de 310 grammes/m. l., significativement supérieur à celui des 2 témoins ($P = 0,0119$). Cette valeur est bien plus élevée que les objectifs de rendement d'une culture « traditionnelle ». Ce gain de rendement est à relier à une croissance favorisée et à la précocité du grossissement des racines.

Un plus faible calibre dans les parcelles amendées avec de la bagasse

Le calibre des radis (Tableau 45) confirme les tendances observées concernant les rendements. 27 jours après le semis, le calibre moyen des radis provenant des parcelles 3 et 6 (Daramend Bagasse, Fer + Bagasse) est respectivement de 3,8 et 3,6 grammes/radis (d'un point de vue statistique, ces 2 parcelles sont équivalentes entre elles et différentes des autres parcelles - test LSD en utilisant le logarithme népérien du calibre pour que la distribution suive une loi normale et que la variance soit homogène entre les traitements). Ces valeurs sont bien inférieures aux calibres compris entre 6 et 8,2 grammes/radis des parcelles 2, 4, 8 et A (groupe de parcelles équivalentes entre elles et différentes des autres parcelles, test LSD). Le calibre des radis de P7 (compost) est bien supérieur à celui de tous les autres traitements (test LSD) avec une moyenne de 13,7 grammes (écart type = 1,2), 2,4 fois supérieure à la moyenne des calibres des radis des modalités traitées.

La discussion des effets négatifs de la bagasse sur le rendement global (cf. section précédente) s'applique aussi aux observations faites sur le calibre.

Un pourcentage de matière sèche plus élevé sur les parcelles amendées avec de la bagasse

Le taux de matière sèche (Tableau 45) des radis cultivés sur les parcelles 3 et 6 ayant reçu un amendement à base de bagasse, respectivement 6,6 et 5,8 %, est significativement plus élevé (test LSD) que le taux de chacune des 2 parcelles témoins, 4,9 et 5,0 %.

Quelques problèmes de qualité visuelle

Sur base de la Norme CEE-ONU FFV-43 (CEE-ONU, 1988) concernant la commercialisation et le contrôle de la qualité commerciale des radis, les radis de modalités P3, P4 et P6 ne présentent pas les qualités requises pour être classés en catégorie I. En effet, les radis de ces 3 modalités présentaient les défauts suivants (Illustration 52) :

- défauts de coloration : chair du radis « jaunâtre » et translucide (P3, P4 et P6 ; Daramend Bagasse, Daramend standard, Fer + Bagasse) ;
- défauts de coloration : quasi absence de la coloration rouge de la peau (P3, Daramend Bagasse) ;
- légers défauts de forme : radis très allongés, absence de limite nette entre les racines fines et le radis (P3, Daramend Bagasse) ;
- légères craquelures (P3, Daramend Bagasse).

Malgré ces quelques défauts observés sur les parcelles 3, 4 et 6 (Daramend Bagasse, Daramend standard, Fer + Bagasse), il est important de préciser que d'un point de vue purement visuel, sans considération sanitaire, les radis provenant de ces parcelles sont tout à fait consommables.

Les radis des autres modalités (P2, PA, P7, P8 ; Témoin 1, Fer zéro valent seul, compost, Témoin 2) sont classés dans la catégorie I malgré quelques défauts (coloration rougeâtre de la chair, chair translucide) présents sur moins de 10 % des radis. Les radis de ces modalités sont majoritairement de bonne qualité, la coloration rouge de la peau est bien présente, les racines sont fermes et non fendues.

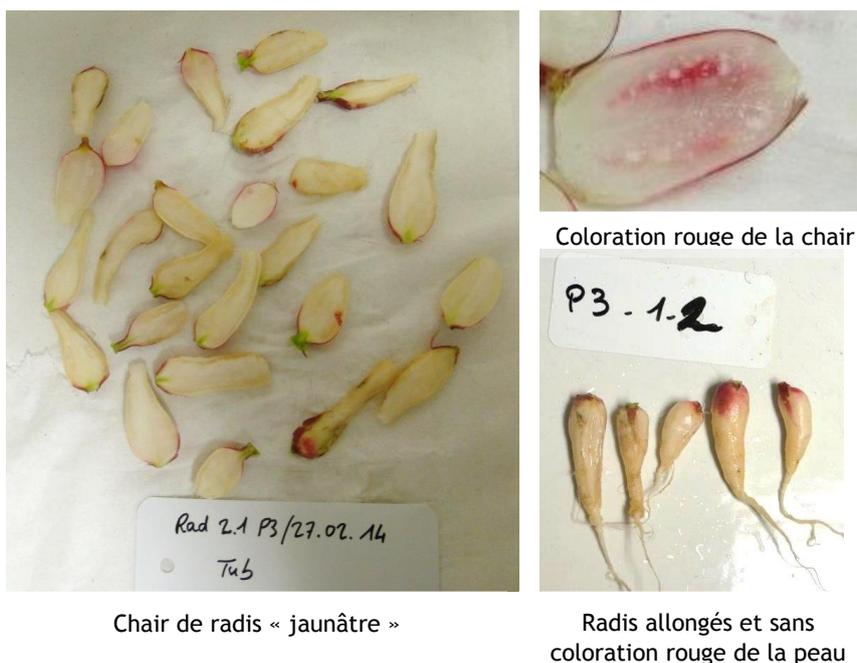


Illustration 52 : Exemples de défauts de qualité visuelle de radis récoltés sur des modalités traitées.

Bilan agronomique radis (Tableau 46)

Les traitements n'ont pas eu d'effet dépressif sur la germination des radis. Cependant, de fortes différences de croissance et de production sont apparues par la suite :

- P7 (compost) permet un gain de précocité et aboutit à un rendement supérieur aux témoins ;
- P4 (Daramend standard) et PA (Fer zéro valent seul) ont un rendement comparable aux témoins ;
- P3 (Daramend Bagasse) et P6 (Fer+ Bagasse) ont une récolte retardée et des rendements inférieurs aux témoins ;
- quelques défauts de qualité visuelle (forme, coloration) sont apparues sur les radis issus des traitements P3, P4 et P6 (Daramend Bagasse, Daramend standard, Fer + Bagasse) ne permettant pas leur commercialisation, cependant ces défauts ne rendent pas les radis impropres à la consommation.

Traitement	Germination	Croissance	Rendement brut	Calibre	Précocité	Qualité visuelle	Rendement commercialisable
Daramend Bagasse, P3	0	-	-	-	-	-	-
Daramend standard, P4	0	+	+	0	0	-	-
Fer + Bagasse, P6	0	-	-	-	-	-	-
Compost, P7	0	++	++	+	+	0	++
FZV seul, PA	0	0	0	0	0	0	0

Tableau 46 : Synthèse qualitative des effets des traitements sur les composantes agronomiques du radis. Par rapport aux radis témoins, 0 = pas d'effet ; + = effet positif ; ++ = effet positif marqué ; - = effet négatif.

b) Concombre

1 542 fruits de concombres ont été récoltés pour une masse totale de 435 kg. 83 % de ces fruits étaient d'une taille commercialisable ($L > 12$ cm), soit 1 294 fruits et 401 kg. La longueur et le poids moyen des concombres commercialisables étaient de 15 cm et 309 grammes.

Une forte mortalité des plants de concombres sur la modalité PA (Fer zéro valent)

La reprise des plants de concombre après la plantation a été parfaite. En effet, 7 jours après la plantation, 100 % des 350 plants étaient en croissance. Par la suite, un apport d'engrais le 07 février 2014 trop près des plants a provoqué des brûlures au niveau du collet des plants et engendré de la mortalité plus ou moins forte entre les parcelles. Les plants des modalités 6, 7 et 8 (Fer+ Bagasse, compost, témoin 2) ont relativement bien résisté (moins de 30 % de mortalité). Pour les parcelles 2, 3, 4 et A (témoin 1, Daramend Bagasse, Daramend standard, Fer zéro valent seul), la mortalité était supérieure à 45 % (Illustration 53).

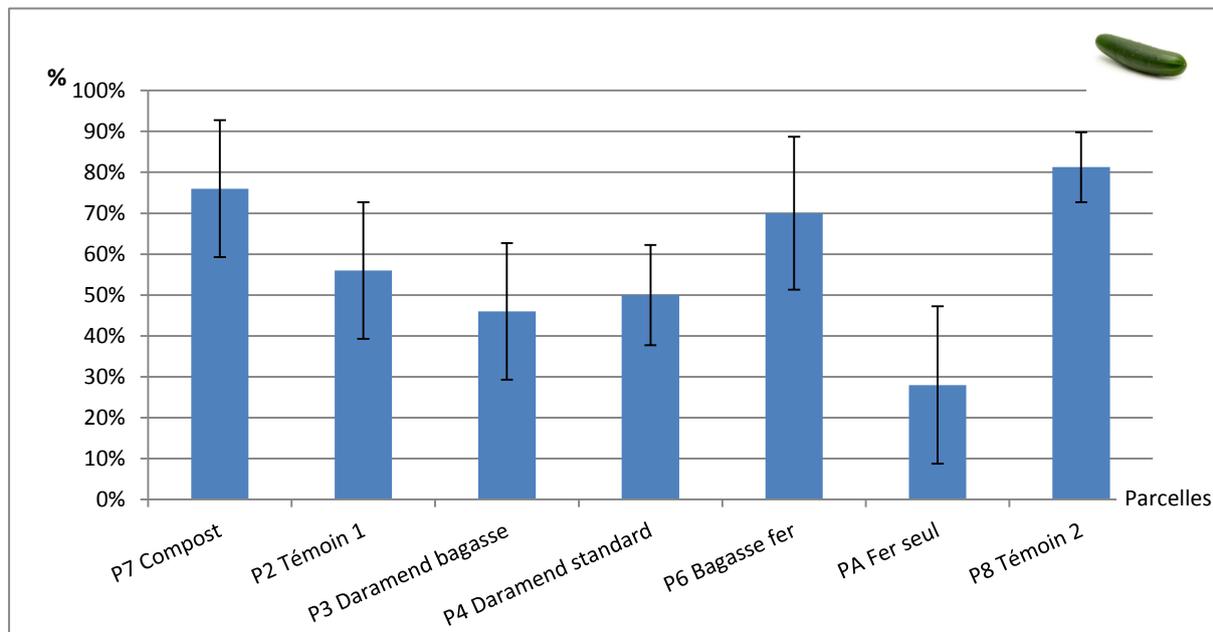


Illustration 53 : Pourcentage moyen de plants de concombre vivants 40 jours après la première plantation.

À la suite de cette erreur, des jeunes plants de concombre ont été replantés dans les parcelles PA, P3, P4 et P8. Malgré le faible taux de mortalité lors de la 1^e plantation pour la parcelle 8 (témoin 2), cette parcelle a été replantée afin d'avoir un témoin complètement comparable aux modalités traitées pour cette seconde série de plantation. Pour les parcelles PA et P3, les plants restants ont été arrachés avant la nouvelle plantation. Pour les parcelles P4 et P8, les plants ont été conservés et les fruits des 2 plantations ont été récoltés.

Pour les parcelles 3, 4 et 8 (Daramend Bagasse, Daramend standard, témoin 2), 40 jours après la 2^{ème} plantation, le taux de mortalité des plants de concombre était respectivement de 2, 9 et 9 % (pour la seconde plantation). Pour la parcelle A (Fer zéro valent seul), des symptômes de brûlures sur les feuilles (tâches nécrotiques) ont été observés 16 jours après la 2^{ème} plantation. Trois jours plus tard, soit 19 jours après la plantation, 80 % des plants étaient morts (Illustration 54). Parmi les 20 % de plants restants, certains ont survécu mais un seul concombre a été récolté sur cette parcelle. La culture de concombre sur la modalité A (Fer zéro valent seul) a donc posé problème. Un temps plus long entre la fin du traitement

et la plantation devrait probablement être observé. La très faible couverture par des adventices sur cette parcelle en confirme la spécificité agronomique. Cette pauvreté en adventices n'implique toutefois pas forcément une chute drastique et encore moins irréversible du potentiel agronomique. Les graines d'adventices présentes dans le sol ont pu être tuées par la température du sol pouvant atteindre 50 °C pendant les premiers jours où la réaction exothermique d'oxydation du fer zéro valent déclenchée par l'irrigation massive est particulièrement active.



Illustration 54 : Plant de concombre mort sur la modalité PA (Fer zéro valent seul).

Un rendement supérieur sur la modalité compost

Le rendement moyen commercialisable le plus élevé par plant est obtenu par la parcelle 7 (compost) avec 3,1 kg de fruits commercialisables/plant (Illustration 55). Le rendement de cette parcelle est significativement supérieur au rendement des 2 témoins ($P = 0,0079$ par rapport au témoin 1, $P = 0,0025$ par rapport au témoin 2) et de toutes les autres parcelles traitées. Un seul petit fruit, non commercialisable, a été récolté sur le seul plant ayant survécu dans la parcelle A (Fer zéro valent seul). Le rendement de cette parcelle est donc nul. Entre ces 2 extrêmes, la moyenne des autres parcelles est de 1,1 kg/plant. Les parcelles P2 (témoin 1), P4/plantation 2 (Daramend standard), P6 (Fer + Bagasse), P8/plantation 1 et 2 (témoin 2) et P3 (Daramend Bagasse) ont des moyennes comprises entre 1,0 et 1,5 kg/plant, sans différence significative entre traitements (test de Wilcoxon). Avec un rendement moyen commercialisable de 0,5 kg de fruits/plant, la parcelle 4/plantation1 (Daramend standard) est légèrement en dessous des performances des autres parcelles. Cependant, considérant le rendement de 1,1 kg/plant de la plantation 2 de cette parcelle, on peut considérer que le Daramend standard n'a pas d'effet dépressif sur le rendement de concombres. Le rendement plus faible obtenu pour la plantation 1 peut être attribué à l'affaiblissement des plants suite à l'effet négatif du premier apport d'engrais trop près des plants (voir plus haut). Pour le témoin 2 (P8), le rendement obtenu pour la 2^{ème} date de plantation est également légèrement supérieur à celui de la 1^{ère} plantation mais reste dans la moyenne générale.

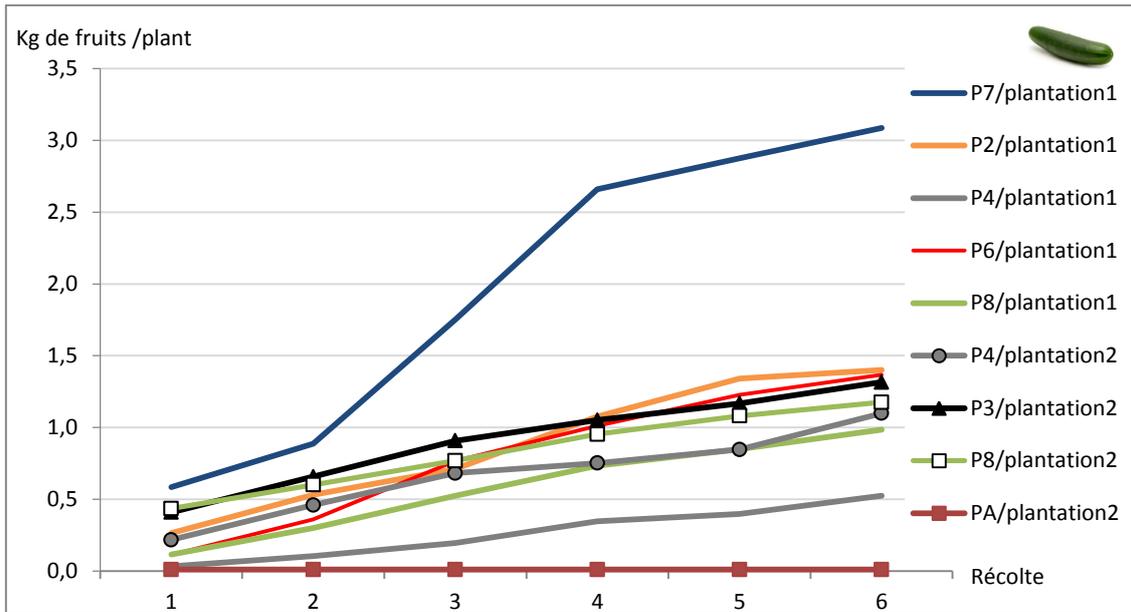


Illustration 55 : Rendement moyen par plant de concombre (kg/plant ; cumul des masses de fruits récoltés et commercialisables) en fonction des dates de récoltes et des modalités de traitement.

Le rendement moyen supérieur sur la parcelle 7 (compost) est essentiellement lié à un plus grand nombre de fruits sur cette parcelle, en moyenne 11,4 fruits par plant (Tableau 47), soit 2 fois plus que sur toutes les autres parcelles. En revanche, les pourcentages moyens de fruits commercialisables, les calibres moyens des fruits et les pourcentages moyens de matière sèche des concombres ne sont pas significativement différents entre modalités (test Wilcoxon, car les distributions des valeurs ne suivent pas une loi normale même avec transformation).

Parcelle	% moyen de mortalité des plants	Nombre moyen de fruits / plant	% moyen de fruits commercialisables	Calibre moyen des fruits (kg)	Rendement moyen par plant (kg)	% moyen de matière sèche
P2 - Temoin1						
Plantation 1 (n=5)	46	5,4	85	0,30	1,4 ± 0,4	bc 4,4
P3- Daramend bagasse						
Plantation 1 (n=5)	56	-	-	-	-	-
Plantation 2 (n=5)	2	5,1	86	0,31	1,3 ± 0,2	b 3,9
P4 - Daramend standard						
Plantation 1 (n=4)	45	2,6	54	0,25	0,4 ± 0,3	c 4,4
Plantation 2 (n=4)	9	4,5	89	0,28	1,1 ± 0,2	4,1
P6 - Bagasse+Fer						
Plantation 1 (n=5)	28	5,2	81	0,29	1,3 ± 0,7	bc 4,4
P7 - Compost						
Plantation 1 (n=5)	22	11,4	86	0,34	3,3 ± 0,6	a
PA - Fer seul						
Plantation 1 (n=4)	72	-	-	-	-	-
Plantation 2 (n=4)	80	-	-	-	-	-
P8 - Temoin 2						
Plantation 1 (n=4)	20	4,7	77	0,29	1,1 ± 0,6	bc 4,2
Plantation 2 (n=4)	9	4,9	83	0,30	1,2 ± 0,5	4,1

Tableau 47 : Composantes du rendement de la culture de concombre (n = le nombre de dates auxquelles ont pu être effectués les prélèvements. Certaines modalités n'ont pas donné de fruits à 1 des 5 dates de récolte, d'où n = 4). Les valeurs de rendement moyen affectées d'une ou des deux mêmes lettres a ou b ou c ne sont pas significativement différentes entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon). Les chiffres en gras indiquent la (les) meilleure(s) valeur(s) pour les paramètres considérés les plus influents dans le rendement.

Bilan agronomique concombre

- une précocité et un plus fort rendement sur la parcelle 7 (Compost) ;
- une très forte mortalité des plants sur PA (Fer zéro valent seul) ;
- une absence d'effet des modalités de traitement Daramend bagasse, Daramend standard et bagasse + FZV (équivalentes aux 2 témoins).

c) Patate douce

Au total, sur les 350 boutures plantées le 31 janvier 2014, 294 ont été récoltées 5 mois plus tard, le 23 juin 2014. Ces 294 plants ont produit 1 358 tubercules, soit 477 kg. Quarante-vingt % de la récolte globale étaient commercialisables, soit 385 kg (775 tubercules). Le poids moyen par tubercule commercialisable était de 496 grammes.

Composantes du rendement de la culture de patate douce

Depuis la plantation jusqu'à la récolte, les facteurs responsables du rendement final sont représentés à l'illustration 56.

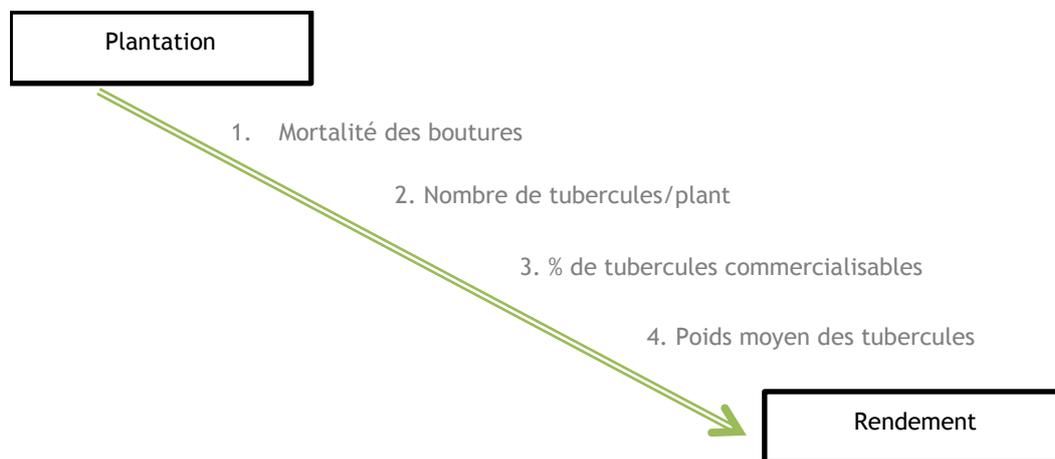


Illustration 56 : Composantes responsables du rendement final de la culture de patate douce.

Une mortalité moyenne des plants inférieure à 25 % dans toutes les parcelles

Le taux moyen de mortalité des plants varie entre les parcelles de 8 à 22 %, avec de fortes variations au sein même de chaque parcelle (exemple : écart type = 30 % sur P3) liées à des attaques très localisées d'escargots ou à la qualité des boutures implantées.

Il n'y a pas d'effet dépressif de l'ISCR et du compost sur l'enracinement des boutures de patates douces (Tableau 48).

Nombre moyen de tubercules par plant (moyenne = 4,8 ; écart type = 1,5)

Toutes modalités confondues, chaque plant de patate a produit en moyenne 4,8 tubercules. Les plants des 2 modalités ayant reçu un amendement à base de bagasse, P3 et P6, ont produit moins de 4 tubercules. On retrouve ici l'effet négatif de la bagasse discuté dans le cas du radis, cf. 6.1.2 a).

P4 et PA (Daramend standard, Fer zéro valent seul) ont, comme les deux modalités témoins, une moyenne comprise entre 4 et 6 tubercules/plant. Enfin, avec 7,6 tubercules par plant, la modalité P7 (compost) est celle dont les plants ont été les plus productifs. Sur base d'un test statistique de LSD, aucun traitement n'a de résultat significativement différent des 2 témoins.

Composantes du rendement	Témoïn 1	Daramend bagasse	Daramend standard	Bagasse + Fer	Compost	Témoïn 2	Fer
	P2	P3	P4	P6	P7	P8	PA
Mortalité moyenne des plants (%) (n = 5)	14	20	22	14	16	8	18
Ecart σ type	11	31	15	13	17	8	19
Nombre moyen de tubercules/plant (n = 50)	5,0 <i>abc</i>	3,4 <i>bc</i>	5,7 <i>ab</i>	2,8 <i>c</i>	7,6 <i>a</i>	4,7 <i>abc</i>	4,2 <i>abc</i>
Ecart σ type	1,6	0,7	1,3	0,8	2,7	2,0	1,2
% moyen de tubercules commercialisables (n = 50)	66 <i>a</i>	58 <i>a</i>	61 <i>a</i>	50 <i>a</i>	60 <i>a</i>	64 <i>a</i>	48 <i>a</i>
Ecart σ type	31	32	20	17	22	23	20
Calibre moyen des tubercules commercialisables (kg) (n = 50)	0,50	0,63	0,43	0,34	0,40	0,48	0,47
Ecart σ type	0,17	0,31	0,16	0,08	0,07	0,16	0,30
Rendement moyen par plant (Kg) (n = 50)	1,7 <i>ab</i>	1,3 <i>ab</i>	1,7 <i>ab</i>	0,4 <i>b</i>	1,7 <i>a</i>	1,3 <i>a</i>	0,9 <i>a</i>
Ecart σ type	0,9	0,9	1,0	0,1	0,6	0,6	0,7
% moyen de matière sèche (n = 5)	26,0 <i>a</i>	24,9 <i>a</i>	25,1 <i>a</i>	25,0 <i>a</i>	24,0 <i>a</i>	26,6 <i>a</i>	26,1 <i>a</i>
Ecart σ type	1,0	2,1	2,0	3,2	2,2	2,9	1,2

Tableau 48 : Composantes du rendement de la culture de patates douces. Les chiffres en gras indiquent la (les) meilleure(s) valeur(s) pour les paramètres considérés les plus influents dans le rendement. Les valeurs d'une ou des mêmes lettres a ou b ou c ne sont pas significativement différentes entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon pour le rendement moyen, test LSD pour les autres variables).

Pourcentage moyen de tubercules commercialisables (moyenne générale = 58 % ; écart type = 24)

En moyenne, 58 % des tubercules récoltés étaient de taille commercialisable. La parcelle A a le plus faible pourcentage avec 48 % et P8 le plus fort avec 66 %. Aucune différence significative entre traitements n'est mise en évidence (test statistique de LSD).

Calibre moyen des tubercules commercialisables (moyenne générale = 0,46 kg ; écart type = 0,09 kg)

Les calibres moyens mesurés à partir de 50 tubercules varient de 0,63 kg (modalité Daramend bagasse) à 0,34 kg (modalité bagasse + FZV). De fortes variabilités sont observées : un coefficient de variation de 64 % pour la modalité FZV seul(PA) et 49 % pour la modalité Daramend bagasse. Aucune différence significative entre traitements n'est toutefois mise en évidence (test statistique de Wilcoxon).

Rendement moyen commercialisable par plant (moyenne générale = 1,3 ; écart type = 0,7)

Le rendement moyen commercialisable des 2 parcelles témoins, P2 et P8, est de 1,5 kg de tubercules par plant (Tableau 48 et illustration 57). Les parcelles 3, 4, 7 et A ont des moyennes comprises entre 0,9 et 1,7 kg de tubercule/plant, non différentes statistiquement des moyennes des 2 témoins. En revanche, la parcelle 6 a un rendement moyen nettement inférieur, 0,43 kg/plant (écart type = 0,1), significativement plus faible que le témoin 2 (test de Wilcoxon) mais pas significativement différent du témoin 1 (P = 0,1508).

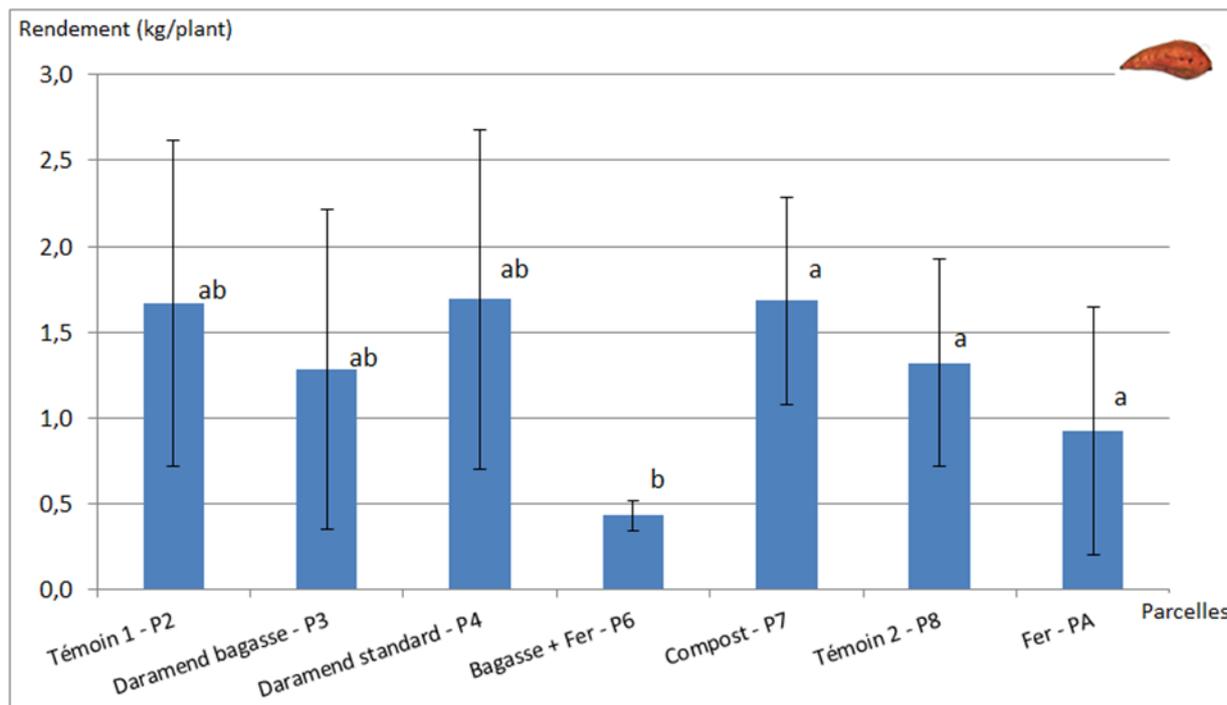


Illustration 57 : Rendement moyen commercialisable par plant de patate douce pour chacune des modalités étudiées.

Pour P7, la valeur élevée du rendement commercialisable par plant est la combinaison d'un nombre de tubercules plus élevé que dans d'autres modalités, mais avec des tubercules dont le poids moyen est plus faible, relation classique dans l'élaboration du rendement des cultures. P2, P4, P8 et PA montrent une bonne potentialité car, malgré un nombre moyen de tubercules plus faible que P7, le calibre moyen des tubercules est plus élevé. Ce phénomène d'équilibre source/puits n'est pas constaté pour P6, bagasse + FZV, dont le rendement reste 3 fois plus faible que les autres modalités (2 fois moins de tubercules et calibre 30 % plus faible).

Un pourcentage moyen de matière sèche de 25,4 % (écart type = 2,1)

Le pourcentage moyen de matière sèche dans les tubercules varie peu entre les parcelles (Tableau 48). Le taux moyen est de 25,4 %, le plus faible est de 24,9 % pour P6 et le plus fort de 26,6 % pour P8, mais aucune différence n'est statistiquement significative au niveau 5 % (test LSD).

Bilan agronomique patate douce

Le pourcentage d'enracinement des boutures, supérieur à 75 % dans toutes les modalités, a été satisfaisant. Par la suite, de fortes différences ont été observées visuellement. La végétation de la parcelle 7 (compost) était très développée. À l'inverse, le développement végétatif de la parcelle P6 (Bagasse + fer zéro valent) était très limité. Cependant, aucune parcelle ne présente un rendement significativement différent des 2 témoins. En effet, même le rendement faible de P6 (Fer+ bagasse) est statistiquement équivalent à celui du témoin 1 ($P = 0,1508$). P7 (compost) a produit beaucoup de feuillage et de nombreux tubercules mais cela n'a pas abouti à un rendement significativement supérieur aux témoins ($P = 0,8413$ par rapport au témoin 1, $P = 0,4207$ par rapport au témoin 2).

Bilan agronomique pour la patate douce :

- pas d'effet des traitements sur la reprise des boutures ;
- un développement végétatif plus faible pour P6 (Fer+ bagasse) ;
- un nombre de tubercules par plant supérieur pour P7 (compost) ;
- un rendement final équivalent pour les traitements du fait de la variabilité des différentes composantes de ce rendement ;
- une teneur en matière sèche comparable pour tous les traitements.

6.1.3. L'eau de pluie, d'irrigation et de la solution du sol

a) *Pluviométrie et irrigation*

Durant les 5 mois de culture (Tableau 49), 407 mm de pluie sont tombés sur la parcelle et 273 mm ont été apportés par irrigation (68 arrosages d'en moyenne 4 mm/arrosage). Au total, 680 mm d'eau ont donc été apportés sur la parcelle (pluie + irrigation). L'évapotranspiration potentielle (ETP) théorique de cette parcelle située à 71 m d'altitude est de 1 485 mm/an ($-0,7277 \times 71 + 1537,4$), soit 619 mm/5 mois (Ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie, 2012). L'eau apportée par irrigation a donc été suffisante pour maintenir la réserve utile du sol à un bon niveau sans pour autant générer de risque de fort lessivage ou ruissellement (aucun ruissellement n'a d'ailleurs été observé sur le terrain).

Mois	Pluviométrie (mm)	Irrigation (mm)
Février	146	45
Mars	59	89
Avril	66	81
Mai	56	53
Juin	82	7
Somme	407	273

Tableau 49 : Pluviométrie et quantité d'eau apportée par irrigation au cours de la période de culture.

La concentration moyenne en chlordécone dans l'eau d'irrigation (analyses faites au CAEC, Vert Pré) est de 4,98 µg/litre (écart type = 1,83, n = 5) (Tableau 50). Une forte hétérogénéité existe entre les échantillons, le « composite1 » du 12 février ayant une concentration en chlordécone deux fois plus élevée (8,22 µg/litre) que la moyenne des autres échantillons (4,17 µg/litre). Ceci peut s'expliquer par un épisode pluvieux de 60 mm le 07 février 2014, l'eau prélevée 5 jours plus tard étant chargée de matières en suspension avec un aspect « terreux », marron (Illustration 58). La concentration en chlordécone dans l'eau prélevée le 14 février 2014, directement dans la retenue collinaire au niveau de la crépine, est également élevée, 7,66 µg/litre. Sachant que la technique d'extraction (SPME) a été mise en œuvre sur des échantillons non filtrés, cette concentration reflète donc la somme de la chlordécone en solution dans l'eau et celle désorbée à partir des matières en suspension présentes dans l'échantillon.

Echantillon	Date de prélèvement		Concentration en chlordécone (µg/L)
Composite 1	12-févr.	14-févr.	8,22
Composite2	3-mars	13-mars	4,03
Composite3	28-mars	2-avr.	4,41
Composite4	10-avr.	14-avr.	4,44
Composite5	5-mai		3,81
	Moyenne (n=5)		4,98
	Ecart-type		1,83

Tableau 50 : Concentration en chlordécone dans l'eau d'irrigation.

Considérant 273 mm d'eau d'irrigation contenant en moyenne 4,98 µg de chlordécone/litre, 1,3 mg de chlordécone ont été apportés par m², soit 3,4 µg/kg de sol sec (horizon 0 - 40cm). Ceci représente moins de un pourcent de la teneur initiale en chlordécone dans le sol (800 µg/kg dans la parcelle témoin 1, P2). À l'échelle d'une culture de 5 mois, la quantité de chlordécone apportée par l'irrigation ne modifie donc pas de manière significative la teneur en chlordécone du sol. Cet apport non souhaité est susceptible de fournir aux plantes une masse de CLD facilement assimilable. Vu l'absence d'hétérogénéité spatiale visible des débits d'aspersion, cet apport a toutefois été semblable pour toutes les modalités.



Illustration 58 : Couleur de l'eau des échantillons d'eau d'irrigation « Composite 1 » et « Composite 5 ».

b) Concentration en chlordécone et produits de transformation dans les eaux de bougies poreuses (analyses faites au BRGM Orléans)

Vu le faible nombre d'échantillons analysés, seuls des tests statistiques non paramétriques sont applicables, dont le test de Wilcoxon utilisé ici avec le risque de première espèce alpha = 20 % pour améliorer la puissance du test.

Dans la parcelle témoin 1, la concentration moyenne (n = 3 dates) en chlordécone dans la solution du sol, 5,3 µg/L (Tableau 51), est jusqu'à 2,9 fois supérieure (différence statistiquement significative) aux valeurs obtenues dans les parcelles traitées. La concentration en CLD dans la modalité compost plus faible que dans les eaux du sol de la modalité témoin est cohérente avec les observations de laboratoire qui montrent qu'avec un ajout au sol de 5 % de matière organique, la concentration en chlordécone dans l'eau de percolation est divisée par 5 (Clostre *et al.*, 2014 b). Dans notre étude, avec un apport de 9,6 % de matière organique, la concentration en chlordécone dans la solution du sol est divisée par 7 par rapport à la parcelle témoin. La comparaison entre modalités traitées montre que la concentration moyenne en CLD dans les eaux du sol de P4 (Daramend standard) est statistiquement égale à celle de PA (FZV seul) et P7 (compost). Par contre la valeur en PA est significativement plus forte qu'en P7.

Dans les 2 parcelles où la diminution de la concentration en chlordécone dans les sols est la plus nette (cf. 5.8.2), Daramend standard (P4) et Fer zéro valent seul (PA), non seulement la concentration en CLD dans les eaux des bougies poreuses est plus faible que dans la parcelle témoin (différence statistiquement significative), mais il apparaît de la chlordécone -1 chlore (en position 5a) et de la chlordécone -3 chlores, produits de transformation spécifiques de l'ISCR, non présents dans les eaux des parcelles 2 (témoin) et 7 (compost).

Pour la chlordécone -1 chlore, la concentration moyenne dans la modalité Daramend standard (P4) n'est pas statistiquement différente de celle observée dans la parcelle avec le FZV grossier seul (PA). Par contre, pour la chlordécone - 3 chlores, la concentration moyenne dans la modalité FZV grossier seul (PA) est plus élevée (différence statistiquement significative) que dans la modalité Daramend standard (P4). Ceci confirme les mesures dans les sols, où l'efficacité du FZV seul pour atteindre des niveaux de déchloration de la CLD > 2 apparaît supérieure à celle du Daramend standard.

Pour la 5b-CLD, produit qui n'est pas formé par ISCR, toutes les modalités traitées sont inférieures au témoin et différentes entre elles, sauf P4 comparée à PA. Les bas niveaux de concentrations observés ne permettent toutefois pas d'ébaucher d'explication à cette observation.

Parcelle	n de valeurs	CLD	CLD-5BH	CLD-1CI	CLD-3CI	CLD-4CI	CLDOH
				(µg/litre)			
P2 - Témoin 1	3	5,3 ± 0,4	0,3 ± 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
P4 -Daramend standard	3	1,0 ± 0,6	0,2 ± 0,1	1,7 ± 0,6	0,1 ± 0,1	< 0,1	< 0,1
P7 - Compost	2	0,7 ± 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
PA - Fer seul	3	1,8 ± 0,4	0,2 ± 0,1	1,7 ± 0,4	0,4 ± 0,2	< 0,1	< 0,1

Tableau 51 : Concentration en chlordécone et produits de transformation quantifiables (étalons disponibles au Brgm ; CLD – 1 = 5a-hydroCLD) dans les eaux des bougies poreuses.

La concentration moyenne en chlordécone dans l'eau d'irrigation (4,98 µg/l) est équivalente à la concentration dans la solution du sol prélevée par bougie poreuse dans la parcelle témoin 1. En revanche, elle est nettement supérieure à la moyenne des concentrations des solutions du sol des trois parcelles traitées ISCR (P4, Daramend standard ; P7, compost ; PA, fer zéro valent seul), 1,2 µg/l. Il est donc possible que l'irrigation avec de l'eau plus contaminée que l'eau du sol des modalités traitées masque partiellement l'effet bénéfique de ces modalités de traitement sur le transfert de chlordécone vers les végétaux. En effet, une lame d'eau d'irrigation de 273 mm à une concentration moyenne de 4,98 µg/l représente une masse de CLD apportée de 1,3 mg par m². Cette masse est très faible par rapport à la masse de CLD, 20 mg, présente dans la tranche 0 - 40 cm d'1 m² de sol à une concentration après traitement de 0,5 mg/kg (valeur observée en P5, FZV seul), mais il faut s'intéresser au vecteur eau en particulier, pas à la masse totale de CLD qui inclut la fraction plus fortement adsorbée sur le sol. Sur 1 m² d'une profondeur de sol de 40 cm avec une teneur en eau du sol de 40 %, soit 160 litres d'eau, et une concentration moyenne en CLD de 1,2 µg/l dans l'eau du sol captée par les bougies poreuses des parcelles traitées (cf. Tableau 51), la masse de CLD présente dans l'eau de cet horizon serait (le conditionnel est de rigueur vu la somme des incertitudes derrière son calcul) d'environ 0,2 mg. Même en tenant compte de la dilution d'un facteur 2,5 des 273 mm d'eau d'irrigation par les 407 mm d'eau de pluie considérée comme non contaminée (aucune mesure n'est disponible), la concentration « moyenne » en CLD des eaux apportées aux parcelles serait aux alentours de 0,5 µg/l, soit 2,5 fois plus que celle estimée à partir des valeurs des bougies poreuses des modalités traitées. Cette notion de « moyenne » est toutefois à prendre ici avec la plus grande prudence. Certes la parcelle témoin et les végétaux qui ont été cultivés ont reçu les mêmes apports de CLD par l'irrigation que les parcelles traitées, mais cette contamination s'ajoutant à une présence de CLD dans les eaux du sol bien plus forte que dans les parcelles traitées, elle a probablement eu un impact moindre que dans les parcelles traitées. Il est donc possible que la contamination de l'eau d'irrigation a malheureusement interféré avec l'effet positif du traitement par ISCR en ce qui concerne le transfert de chlordécone vers les végétaux des parcelles traitées.

Il faut rappeler que les conditions de terrain ne permettaient pas le recours à une autre source d'eau non contaminée disponible en volume suffisant et adaptable à un système d'aspersion sous pression sur une superficie de près d'un hectare. Des cuves de camions de pompiers remplies d'eau de distribution traitée n'auraient p. ex. pas satisfait aux besoins. La solution aurait été d'installer un filtre à charbon actif sur la ligne d'amenée d'eau d'irrigation. Cette adaptation serait à mettre en place pour d'autres essais. Dans la perspective d'une mise en œuvre opérationnelle du procédé d'ISCR, il est toutefois très probable qu'un tel système ne pourrait être généralisé. Il faut donc prendre les conditions expérimentales du présent test comme non optimales d'un point de vue scientifique, mais totalement en phase avec la réalité de terrain.

La solution du sol traduit bien les effets attendus des différentes modalités :

- séquestration par P7 (matière organique) avec une diminution de la chlordécone dans la solution du sol et une absence de produits de transformation ;
- diminution de la concentration en chlordécone et déchloration partielle de la chlordécone pour P4 (Daramend standard) et PA (fer seul) avec apparition de produits de transformation.

6.1.4. Concentrations en chlordécone et produits de dégradation dans les organes végétaux

L'ensemble des résultats relatifs aux concentrations en chlordécone est présenté dans l'illustration 59. Le tableau 52 complète ces données par celles sur la 5b-CLD et le chlordécol et fournit les taux de transfert calculés sol - plantes.

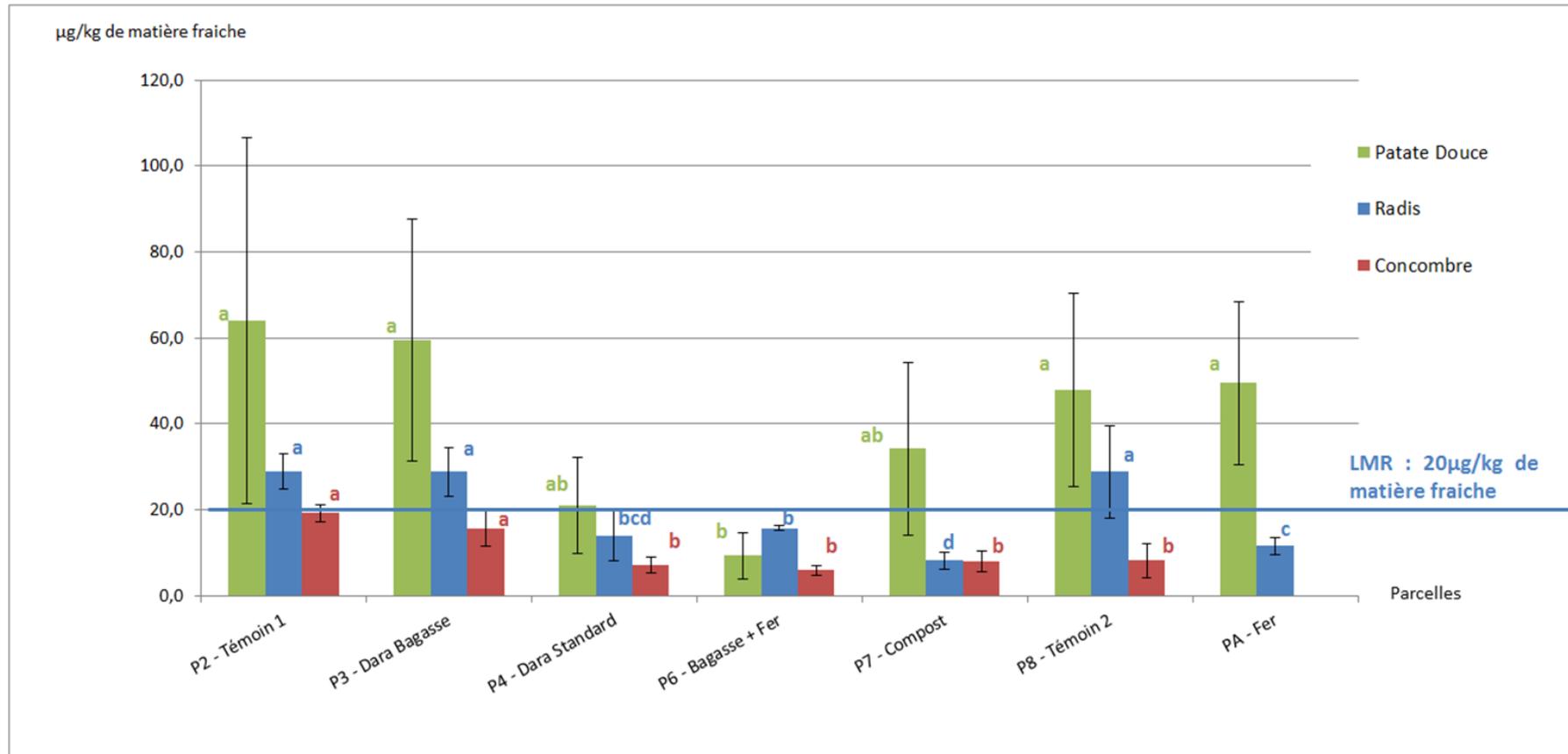


Illustration 59 : Concentrations en chlordécone (moyenne et écart-type, n = 5) dans les 3 cultures pour les 7 modalités étudiées.

a) Radis**Pour 4 des 5 modalités traitées, des concentrations moyennes en chlordécone inférieures à la Limite Maximale en Résidus (LMR) et aux témoins**

Les 50 échantillons de radis analysés contenaient tous de la chlordécone. La concentration en chlordécone la plus faible est de 5,6 µg/kg de matière fraîche pour un échantillon de la parcelle compost, la plus forte de 43,5 µg/kg pour un échantillon de la parcelle témoin 2.

Les radis de la parcelle témoin 1 ont une concentration moyenne en chlordécone significativement (niveau 1 %, test de Shapiro) plus élevée que la LMR. La concentration moyenne des radis du témoin 2 est > LMR mais cette différence n'est pas significative au niveau 5 % (test de Shapiro) à cause de la grande variabilité des valeurs (1 valeur aberrante à 43,5 mg/kg). Tous ces radis témoins ne sont pas commercialisables sur le plan réglementaire.

Les radis des parcelles 4 (Daramend standard), 6 (bagasse + FZV), 7 (compost) et A (FZV seul) ont, avec entre 11 et 16 µg/kg de matière fraîche, une concentration moyenne en chlordécone (n = 5) significativement inférieure aux 2 témoins (P < 0,05). Les concentrations moyennes des radis des parcelles 6, 7 et A sont également significativement inférieures (test de Shapiro à 0,1 %) à la LMR, 20 µg/kg de matière fraîche. C'est la grande variabilité des valeurs de la modalité P4, Daramend standard (n = 5 ; 1 outlier à 23,2 mg/kg ; sans cet outlier, la moyenne descend à 11,7 ± 3,0), qui rend la valeur moyenne non significativement plus faible que la LMR.

La moyenne la plus faible est obtenue sur la parcelle 7 avec 10,6 µg/kg, très significativement (niveau 0,1 %, test de Shapiro) plus basse que la LMR. Cet effet positif de la séquestration par le compost avait déjà été observé dans d'autres études (Woignier *et al.*, 2012, 2013 ; Clostre *et al.*, 2014 b) qui mettaient toutefois en œuvre un moindre pourcentage de compost (1 ou 5 %, contre 10 % ici).

Enfin, P3 (Daramend bagasse), avec une moyenne de 28,8 µg/kg n'est pas significativement différent des témoins (P = 0,7533 pour Témoin 1 et P = 1,0000 pour témoin 2) et est significativement plus élevé (niveau 1%, test de Shapiro) que la LMR. L'amendement appliqué sur cette modalité n'a pas eu d'effet sur le transfert de chlordécone vers les radis (Illustration 59, Tableau 52).

De très faibles traces de chlordécone 5b hydro dans certains radis de la parcelle témoin 1, P2

La chlordécone 5b Hydro a été détectée (limite de détection = 1 µg/kg de PF) seulement dans 2 des 5 échantillons de la parcelle témoin 1, avec des concentrations de 1,3 et 1,2 µg/kg de matière fraîche (la moyenne de 0,7 de l'illustration 46 a été calculée avec les 2 valeurs mesurées et 3 valeurs non quantifiées par le laboratoire d'analyse pour lesquelles la valeur a été prise égale à 1/3 de la limite de quantification).

Concernant le chlordécol (CLDOH), tous les résultats sont inférieurs à la limite de détection, 3,33 µg/kg.

Des transferts inférieurs au(x) témoin(s) dans la plupart des parcelles traitées

P7 (compost) est la seule parcelle (Tableau 52) ayant des taux de transfert significativement inférieurs (P=0,0079) aux 2 témoins. Les parcelles Fer zéro valent seul (PA), bagasse + FZV (P6), Daramend bagasse (P3) et Daramend standard (P4) ont des taux de transfert inférieurs à ceux du témoin 1 (P2), avec une valeur de P (test de Wilcoxon) de 0,0079 (significatif à 1 %) pour Fer zéro valent seul et bagasse + FZV, et de 0,0159 (significatif à 5 %) pour le Daramend bagasse et le Daramend standard. Ces 4 modalités n'ont par contre pas de

différence significative de taux de transfert par rapport à ceux mesurés dans le témoin 2. Pour les parcelles P4, P6 et PA, les moindres concentrations en chlordécone dans les radis par rapport aux témoins sont liées à une combinaison de 2 facteurs : la diminution de concentration en chlordécone dans le sol suite au traitement par ISCR, et un moindre transfert depuis le sol vers les radis.

Culture	Descripteur	Témoin 1 P2	Daramend bagasse P3	Daramend Standard P4	Bagasse + Fer P6	Compost P7	Témoin 2 P8	Fer seul PA
Radis	CLD_SOL_T0 (µg/kg)	820 ± 210	800 ± 140	1060 ± 410	830 ± 140	860	830	1500 ± 160
Concombre	Chlordécol_SOL_T0 (µg/kg)	90 ± 40	80 ± 10	90 ± 30	80 ± 10			100 ± 10
Patate douce	CLD 5b-hydro_SOL (µg/kg)	< 50	< 50	< 50	< 50	< 50	< 50	< 50
Radis	CLD_SOL (µg/kg)	725 ± 54	783 ± 43	624 ± 38	644 ± 45	794 ± 219	824 ± 139	522 ± 29
	CLD_VG (µg/kg)	28,9 ± 4,2	28,8 ± 5,8	14,0 ± 5,8	15,7 ± 0,6	8,1 ± 1,9	28,8 ± 10,7	11,5 ± 2,0
		<i>a</i>	<i>a</i>	<i>bcd</i>	<i>b</i>	<i>d</i>	<i>a</i>	<i>c</i>
	Chlordécol_VG (µg/kg)	<3,3	<3,3	<3,3	<3,3	<3,3	<3,3	<3,3
	CLD 5b-hydro_VG (µg/kg)	0,7 ± 0,5	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3
	TRANSFERT_Récolte	4,0 ± 0,5	3,7 ± 0,6	2,3 ± 1,1	2,4 ± 0,2	1,0 ± 0,3	3,7 ± 1,8	2,2 ± 0,4
		<i>a</i>	<i>ab</i>	<i>bc</i>	<i>c</i>	<i>d</i>	<i>abc</i>	<i>c</i>
	TRANSFERT_MS	81,4 ± 10,8	56,2 ± 8,7	44,6 ± 20,3	41,5 ± 2,4	18,9 ± 6,0	73,8 ± 36,3	46,0 ± 7,5
		<i>a</i>	<i>bc</i>	<i>cd</i>	<i>d</i>	<i>e</i>	<i>abc</i>	<i>cd</i>
	TRANSFERT_T0	3,5 ± 0,5	3,6 ± 0,7	1,3 ± 0,5	1,9 ± 0,1	0,9 ± 0,2	3,5 ± 1,3	0,8 ± 0,1
	<i>a</i>	<i>a</i>	<i>bc</i>	<i>b</i>	<i>cd</i>	<i>a</i>	<i>d</i>	
Concombre	CLD_SOL (µg/kg)	803 ± 76	611 ± 54	541 ± 114	624 ± 47	956 ± 138	775, ± 172	
	CLD_VG (µg/kg)	19,2 ± 2,0	15,7 ± 4,2	7,2 ± 1,9	5,8 ± 1,2	7,9 ± 2,4	8,1 ± 3,8	
		<i>a</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>b</i>	<i>b</i>	<i>b</i>	
	Chlordécol_VG (µg/kg)	7,6 ± 4,7	3,7 ± 3,0	2,0 ± 3,2	3,2 ± 2,2	5,1 ± 3,9	2,0 ± 1,6	
	CLD 5b-hydro_VG (µg/kg)	0,6 ± 0,6	1,4 ± 1,0	0,7 ± 0,6	0,4 ± 0,3	<0,2	0,5 ± 0,5	
	TRANSFERT_Récolte	2,4 ± 0,3	2,6 ± 1,0	1,4 ± 0,5	0,9 ± 0,2	0,8 ± 0,2	1,1 ± 0,6	
		<i>a</i>	<i>a</i>	<i>b</i>	<i>b</i>	<i>b</i>	<i>b</i>	
	TRANSFERT_MS	54,5 ± 4,1	67,5 ± 25,2	33,4 ± 14,4	21,4 ± 3,8	18,2 ± 5,9	29,6 ± 9,9	
		<i>ab</i>	<i>a</i>	<i>bc</i>	<i>c</i>	<i>c</i>	<i>c</i>	
	TRANSFERT_T0	2,3 ± 0,2	2,0 ± 0,5	0,7 ± 0,2	0,7 ± 0,1	0,9 ± 0,3	1,0 ± 0,5	
	<i>a</i>	<i>a</i>	<i>c</i>	<i>c</i>	<i>bc</i>	<i>b</i>		

CLD_SOL_T0 correspond à la concentration moyenne en chlordécone dans le sol avant l'application des amendements (en µg/kg de sol sec ; idem pour chlordécol et CLD 5b-hydro); CLD_SOL = concentration moyenne en CLD dans le sol à la récolte (µg/kg de sol sec); CLD_VG = concentration en CLD dans les végétaux (en µg/kg de matière fraîche); Chlordécol_VG = concentration en chlordécol dans les végétaux (µg/kg de matière fraîche); CLD 5b-hydro_VG = concentration en chlordécone 5b-hydro (µg/kg de matière fraîche); TRANSFERT_Récolte = CLD_VG/CLD_SOLx100 ; TRANSFERT_MS=CLD_VG/% MS/CLD_SOLx10000 ; TRANSFERT_T0=CLD_VG/CLD_SOL_T0x100 ; les lettres permettent d'identifier les groupes significativement différents à 5% (test de Wilcoxon).

Tableau 52 : Concentrations en chlordécone, CLD 5b-hydro et chlordécol dans les sols, les radis et les concombres, et taux de transfert sol-plantes de la chlordécone calculés pour chaque modalité avec différentes valeurs de référence dans le sol (à la récolte ou à T0). Pour un même paramètre descripteur, les résultats affectés d'une ou plus des mêmes lettres a, b, c, d ou e ne sont pas significativement différentes entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon). Les chiffres en gras indiquent le meilleur résultat pour le descripteur concerné.

Le taux de transfert moyen des modalités témoins de la présente étude est supérieur de 38 % au taux du témoin de l'étude de Clostre *et al.*, 2014 b. Par contre, 4 des 5 modalités traitées dans la présente étude ont un taux inférieur ou égal à celui du témoin de l'étude de Clostre *et al.*, 2014 b. Il n'est pas possible sur base des données disponibles d'expliquer de manière univoque les différences de taux de transfert observées entre études. Pour les valeurs observées ici plus élevées que dans les travaux de Clostre *et al.*, on peut émettre l'hypothèse que l'irrigation régulière pratiquée ici ait contribué à accroître le transfert vers les végétaux par rapport aux autres études réalisées pour la plupart en conditions réelles chez des exploitants non équipés de système d'irrigation. Pour les valeurs plus faibles que celles de la littérature, aucune hypothèse explicative ne peut actuellement être avancée.

Lien entre taux de transfert et concentrations maximales dans les sols conseillées pour les cultures

Pour les radis de notre étude, le taux de transfert moyen mesuré à la récolte le plus élevé est de 4,0 (témoin 1) et le taux maximum mesuré pour 1 échantillon est de 6,2 (parcelle témoin 2). Par ailleurs, la concentration maximale en chlordécone dans le sol conseillée pour la culture du radis est de 100 µg/kg (Cabidoche et Jannoyer-Lesueur, 2012). Dans un sol contaminé à 100 µg/kg, la teneur dans des radis qui auraient le même taux de transfert que celui mesuré ici serait entre 4 et 6,2 µg/kg de matière fraîche, soit une valeur de 5 à 3,2 fois inférieure à la LMR. La concentration maximale dans le sol proposée pour cultiver des radis destinés à la consommation humaine semble donc très conservatrice et protectrice.

Pas d'effet de la date de récolte sur la concentration en chlordécone (P = 0,065)

Deux récoltes de radis ont eu lieu à des dates différentes sur les parcelles 3, 6 et 7, qui avaient atteint un stade commercialisable avant les parcelles P4 et PA pour lesquelles une seule récolte a été effectuée. P7 (compost) a été récolté une première fois le 20 février puis une seconde fois le 27 février 2014. P3 et P6 (Daramend Bagasse, Fer+ Bagasse) ont été récoltées le 27 février et le 06 mars 2014.

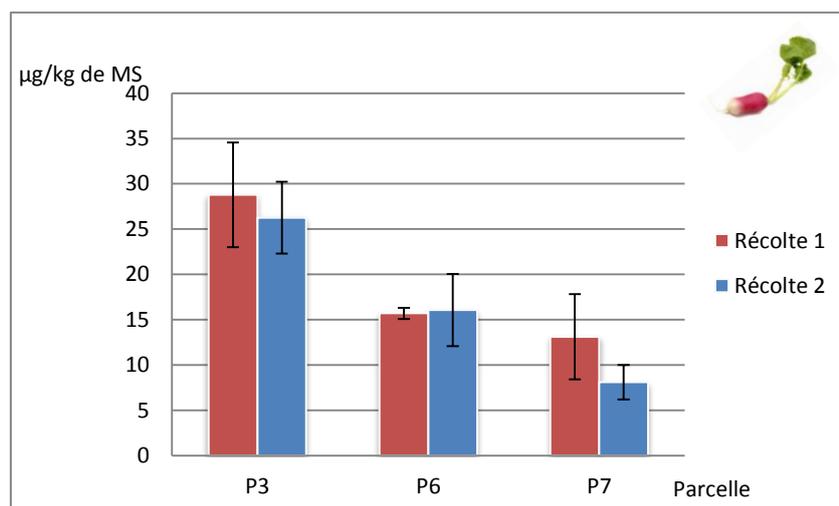


Illustration 60 : Effet de la durée de culture (récolte 2 = 7 jours de plus que récolte 1) sur la concentration en chlordécone dans les radis (moyenne et écart-type, n = 5).

Pour les parcelles 3 et 6 (Daramend Bagasse, Bagasse + FZV), une variation d'une semaine de la durée de culture (Illustration 60) n'influence pas le niveau de contamination des radis (pas de différence significative au niveau 5 %, test de Wilcoxon). Il n'y a donc pas de phénomène de dilution de la chlordécone lors du grossissement du radis dans ces modalités. Le poids moyen des radis de la parcelle 3 (Daramend Bagasse) est multiplié par 1,9 en une semaine (par 1,5 pour P6, Tableau 53) alors que la concentration moyenne en chlordécone entre les 2 dates est équivalente.

Parcelles	Dates de récolte		
	20-févr-14	27-févr-14	06-mars-14
P3 - Daramend Bagasse		3,5	6,7
P6 - Bagasse + Fer		3,6	5,3
P7 - Matière Organique	6,9	14,4	

Tableau 53 : Poids moyen des radis analysés (en grammes frais/radis) $n = 5$.

Pour la parcelle 7 (compost), la différence entre les 2 récoltes est plus marquée, la concentration en chlordécone passant de 13,1 à 8,1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ en une semaine. Cependant, la forte variabilité des valeurs de la première récolte (écart type = 4,7) ne permet pas d'établir une différence significative ($P = 0,055$) qui indiquerait un effet dilution (une dilution pourrait être due au fait que le grossissement provient d'assimilats issus de la sève brute qui ne sont pas contaminés ; si le radis croit très vite, il pourrait y avoir dilution).

Bilan du transfert de chlordécone vers les radis

Les résultats sur les parcelles témoins confirment les résultats obtenus dans des conditions similaires (Cabidoche et Lesueur-Jannoyer, 2012). Tous les radis cultivés sur des sols contaminés non traités sont contaminés au-delà de la LMR. Les taux de transfert mesurés sur nos parcelles témoins sont toutefois 1,3 à 2 fois supérieurs aux taux calculés dans d'autres travaux (Cabidoche et Lesueur-Jannoyer, 2012 ; Clostre *et al.*, 2014 b). Concernant l'effet séquestration de la matière organique apportée par du compost, la diminution de 64 % du taux de transfert mesurée ici suite à un apport de 9,6% de matière organique est cohérente avec l'étude de Clostre *et al.* (2014 b) où le taux de transfert était diminué de 32 % avec un apport de 5 % de matière organique.

Enfin, les taux de transfert t_0 des parcelles P4, P6, P7 et PA (Daramend standard, bagasse+fer, compost et Fer zéro valent seul) sont significativement inférieurs à ceux des parcelles témoins (Tableau 52).

- des teneurs en CLD en dessous de la LMR pour les radis issus des traitements P4, P6, P7 et PA (Daramend standard, bagasse+fer, compost et Fer zéro valent seul) alors que les témoins sont $>$ LMR ;
- aucune détection de chlordécol, et seulement des traces de chlordécone 5b hydro dans certains radis de la parcelle témoin ;
- par rapport aux témoins, des taux de transfert significativement réduits pour le traitement P7 (compost) quelle que soit la concentration dans le sol prise comme référence, et un transfert moindre pour P4, P6 et PA (Daramend standard, bagasse+fer et Fer zéro valent seul) par rapport à la concentration en CLD dans le sol avant le traitement.

b) Concombre

Des fruits conformes à la réglementation dans toutes les modalités

Les concombres de toutes les parcelles, y compris les témoins, ont une concentration moyenne en chlordécone inférieure à la LMR. En effet, la moyenne la plus élevée est de 19,2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ pour le témoin P2. P3 a une moyenne de 15,7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (Tableau 52). Ces 2 parcelles forment statistiquement un groupe qui les différencie des autres parcelles.

Toutes les autres parcelles (4, 6, 7 et 8) forment un second groupe homogène avec des concentrations moyennes comprises entre 5 et 10 µg/kg. Sur ces parcelles, aucun échantillon ne dépasse la LMR, la valeur maximale mesurée est de 11,7 µg/kg. La concentration minimale est de 0,7 µg/kg pour un échantillon de la P8, parcelle témoin, la concentration maximale de 22,3 µg/kg pour un échantillon de la P3, parcelle Daramend bagasse.

La différence entre les 2 témoins est marquante et significative (résultat du test de Dunnett : $(Pr(> |t|)) = 0,000141$; $|t|$ est la valeur absolue de la statistique du test « *t* »). En effet, il y a 2,3 fois plus de chlordécone dans P8 (témoin 2) que dans P2 (témoin 1). Aucun élément ne nous permet pour l'instant d'expliquer cet écart entre les concombres récoltés sur les 2 parcelles témoins.

Les taux de transfert calculés sont compris entre 0,8 pour la parcelle compost et 2,6 pour la parcelle Daramend bagasse (Tableau 52). Ces taux permettent de regrouper les différentes modalités en 2 groupes identiques à ceux observés pour la teneur en chlordécone, P2 et P3 formant un groupe distinct des parcelles P4, P6, P7 et P8.

Si aucun traitement ne permet de produire des fruits dont les concentrations en CLD soient inférieures à celles des concombres des 2 parcelles témoins, 4 modalités (3 ISCR + le compost) donnent toutefois des fruits qui sont à la fois $< LMR$ et < 1 des 2 témoins. Ce sont les teneurs en CLD étonnamment faibles des concombres du témoin 2 qui empêchent de tirer une conclusion plus positive sur l'effet des traitements. En effet, pour un sol de même type (nitisol) et de même niveau de contamination en CLD (910 µg/kg) que celui du témoin 2, une étude en plein champ donne des concombres avec une concentration moyenne en CLD de 19 µg/kg (Clostre *et al.*, 2014 b). Vu les teneurs en CLD du sol témoin 2 de la présente étude (775 µg/kg), on se serait donc attendu à des valeurs proches de 20 µg/kg dans les concombres de ce témoin. La valeur moyenne mesurée beaucoup plus faible, 8,1 µg/kg, demeure inexpliquée.

Présence de chlordécol et 5b-hydro chlordécone dans des concombres

Le chlordécol a été quantifié dans 47 % des échantillons analysés (17 échantillons sur 36). La valeur maximum (13,0 µg/kg) a été mesurée sur la parcelle témoin 1 (P2) dont la concentration moyenne est de 7,6 µg/kg. Les concombres de la seconde parcelle témoin, P8, ont une concentration moyenne en chlordécol beaucoup plus faible, 2,0 µg/kg. Les autres parcelles (P3, P4, P6, P7) ont des moyennes comprises entre 2 et 3,7 µg/kg. Les seules différences significatives statistiquement (test de Wilcoxon) sont entre le témoin 1 et le témoin 2 d'une part, et entre le témoin 1 et la modalité Daramend standard d'autre part.

La chlordécone 5b-hydro a été détectée dans 44,4 % des échantillons (16 échantillons sur 36), mais dans aucun échantillon de la parcelle compost (P7). Les valeurs quantifiées sont très faibles : la concentration maximale est de 2,5 µg/kg dans un échantillon de la parcelle 3. Les seules différences significatives statistiquement (test de Wilcoxon) sont entre la modalité Daramend bagasse et la modalité compost d'une part, et entre la modalité Daramend standard et la modalité compost d'autre part.

Bilan du transfert de chlordécone vers les concombres

La quantification de chlordécone dans tous les concombres de la présente étude est un résultat conforme à l'observation selon laquelle des concombres cultivés sur des nitisols contenant entre 1,4 et 3,9 µg/kg de chlordécone (teneurs plus élevées qu'ici mais du même ordre de grandeur) sont tous contaminés (Clostre *et al.*, 2014 c). Aucune des parcelles n'a de concentration en chlordécone dans les concombres inférieure aux 2 témoins, mais 4 modalités ont des teneurs inférieures à 1 des 2 témoins. La valeur très faible observée dans

le témoin 2 est inexplicée mais est responsable de l'absence de différence entre ce témoin et les parcelles traitées.

Les taux de transfert moyens calculés sur la parcelle témoin 1 (2,4) et la parcelle Daramend bagasse (2,6) sont plus de 2 fois supérieurs aux taux calculés dans une autre étude de terrain (Clostre *et al.*, 2014). Or, avec un apport de 5 % de matière organique sous forme de compost (Clostre *et al.*, 2014 b), le transfert est diminué de 38 %. Cette diminution du transfert n'est pas observée dans le cas des apports de bagasse. La diminution du taux de transfert de la CLD vers les concombres suite à l'ajout de matière organique semble donc dépendre notamment de la nature de la source de carbone. Enfin, si l'on s'intéresse au « TRANSFERT_T0 », les parcelles Daramend standard et bagasse + FZV sont significativement plus faibles que les 2 témoins (Tableau 52).

Pour le nitisol de la présente étude, les taux de transfert des 2 sols témoins diffèrent entre eux de 90 % (0,024/0,011). Le taux de transfert mesuré dans le témoin 2 est particulièrement bas, inférieur même à celui observé après séquestration par 5 % de compost ajouté à un nitisol relativement peu contaminé (910 µg/kg ; Clostre *et al.*, 2014) et inférieur au taux mesuré dans un nitisol fortement contaminé (4 300 µg/kg ; Clostre *et al.*, 2014 a). Sur ferralsol (Clostre *et al.*, 2014 c ; Clostre *et al.*, 2015), les transferts mesurés sont 2,5 à 5 fois plus faibles que ceux mesurés par la même équipe sur nitisols (Clostre *et al.*, 2014 b). Un effet « sol » semble donc exister en ce qui concerne les taux de transfert vers les concombres.

Par rapport au taux de transfert moyen (0,016) des travaux de Clostre sur nitisols non traités (Clostre *et al.*, 2014 b et c), le taux de transfert moyen (0,014) des modalités traitées de la présente étude est légèrement inférieur en valeur absolue mais en fait très comparable vu les variabilités mesurées. De fortes différences apparaissent toutefois entre les modalités traitées de la présente étude, le transfert dans la modalité Daramend bagasse étant par exemple 3 fois plus fort que celui dans la modalité bagasse + fer zéro valent.

Aucune donnée disponible actuellement ne permet d'expliquer de manière univoque les différences des taux de transfert du concombre au sein d'une même étude, ni même entre études puisque c'est la même équipe (CIRAD) qui a fait les suivis agronomiques et les calculs de toutes les études disponibles.

Lien entre taux de transfert et concentrations maximales dans les sols conseillées pour les cultures

Pour les concombres, le taux de transfert moyen mesuré à la récolte le plus élevé est de 2,6 (Daramend bagasse) et le taux maximum mesuré pour 1 échantillon est de 4,3 (parcelle Daramend bagasse). Les taux de transfert mesurés lors de la présente étude sont donc plus importants que ceux ayant servi à l'établissement des valeurs « seuils » par Cabidoche et Jannoyer (2012). La concentration maximale en chlordécone dans le sol conseillée pour le concombre est de 1 000 µg/kg (Clostre et Lesueur-Jannoyer, 2012). Dans un sol contaminé à 1 000 µg/kg, la teneur dans des concombres qui auraient le même taux de transfert que ceux mesurés ici serait donc entre 26 et 43 µg/kg de matière fraîche, soit entre 30 et 215 % de plus que la LMR. Sur base des résultats obtenus ici, il pourrait s'avérer judicieux de réévaluer à la baisse la concentration maximale en chlordécone dans le sol au-delà de laquelle la culture de concombres serait déconseillée.

- des concentrations moyennes en CLD dans les fruits inférieures à la LMR pour tous les traitements et les deux parcelles témoins ;
- des concentrations moyennes en CLD comprises entre 5 et 10 µg/kg MF pour les traitements P4, P6, P7 et P8 (Daramend, Fer + bagasse, compost et témoin 2) ;
- près de la moitié des échantillons de concombre contiennent du chlordécol (CLDOH), avec les valeurs les plus élevées pour les fruits issus du témoin 1 ;
- pas de CLD 5b hydro dans les fruits issus du traitement compost (P7), de très faibles valeurs mesurées pour les autres traitements et les parcelles témoins ;
- des taux de transfert réduits par rapport aux témoins pour P4 et P6 (Daramend standard et Fer + bagasse), proches de celui du traitement P7 (compost)

c) Patate douce

Des tubercules conformes à la réglementation dans une seule modalité traitée et des concentrations moyennes très variables au sein d'une même parcelle et entre les parcelles

Les 35 échantillons de patates douces analysés contenaient de la chlordécone, la valeur la plus faible est de 3,8 µg/kg sur la parcelle P6 (Bagasse + fer), la plus forte étant de 112,3 µg/kg dans un échantillon de la parcelle témoin P2 (Figure 56, Tableau 54).

Culture	Descripteur	Témoin 1 P2	Daramend bagasse P3	Daramend Standard P4	Bagasse + Fer P6	Compost P7	Témoin 2 P8	Fer seul PA
Radis	CLD_SOL_T0 (µg/kg)	820 ± 210	800 ± 140	1060 ± 410	830 ± 140	860	830	1500 ± 160
Concombre	Chlordécol_SOL_T0 (µg/kg)	90 ± 40	80 ± 10	90 ± 30	80 ± 10			100 ± 10
Patate douce	CLD 5b-hydro_SOL (µg/kg)	< 50	< 50	< 50	< 50	< 50	< 50	< 50
Patate douce	CLD_SOL (µg/kg)	960 ± 227	953 ± 56	806 ± 69	669 ± 75	991 ± 117	788 ± 103	567 ± 122
	CLD_VG (µg/kg)	64,0 ± 42,7 <i>a</i>	59,5 ± 28,0 <i>a</i>	21,0 ± 11,3 <i>ab</i>	9,2 ± 5,3 <i>b</i>	34,2 ± 20,2 <i>ab</i>	47,9 ± 22,6 <i>a</i>	49,4 ± 19,0 <i>a</i>
	Chlordécol_VG (µg/kg)	<0,9	<0,9	<0,9	<0,9	<0,9	<0,9	<0,9
	CLD 5b-hydro_VG (µg/kg)	<0,2	<0,2	<0,2	<0,2	0,4 ± 0,4	<0,2	<0,2
	TRANSFERT_Récolte	6,6 ± 4,5 <i>ab</i>	6,3 ± 2,9 <i>ab</i>	2,7 ± 1,6 <i>bc</i>	1,4 ± 0,7 <i>c</i>	3,5 ± 2,1 <i>abc</i>	6,1 ± 2,9 <i>ab</i>	9,3 ± 4,3 <i>a</i>
	TRANSFERT_MS	25,4 ± 17,2 <i>a</i>	24,6 ± 9,9 <i>a</i>	10,5 ± 5,8 <i>ab</i>	5,7 ± 3,4 <i>b</i>	14,0 ± 7,8 <i>ab</i>	23,7 ± 12,4 <i>a</i>	35,3 ± 15,4 <i>a</i>
	TRANSFERT_T0	7,8 ± 5,2 <i>a</i>	7,4 ± 3,5 <i>a</i>	2,0 ± 1,1 <i>bc</i>	1,1 ± 0,6 <i>c</i>	4,0 ± 2,3 <i>abc</i>	5,8 ± 2,7 <i>ab</i>	3,3 ± 1,3 <i>abc</i>

CLD_SOL_T0 correspond à la concentration moyenne en chlordécone dans le sol avant l'application des amendements (en µg/kg de sol sec ; idem pour chlordécol et CLD 5b-hydro); CLD_SOL = concentration moyenne en CLD dans le sol à la récolte (µg/kg de sol sec); CLD_VG = concentration en CLD dans les végétaux (en µg/kg de matière fraîche); Chlordécol_VG = concentration en chlordécol dans les végétaux (µg/kg de matière fraîche); CLD 5b-hydro_VG = concentration en chlordécone 5b-hydro (µg/kg de matière fraîche); TRANSFERT_Récolte = CLD_VG/CLD_SOLx100; TRANSFERT_MS=CLD_VG/% MS/CLD_SOLx10000; TRANSFERT_T0=CLD_VG/CLD_SOL_T0x100; les lettres permettent d'identifier les groupes significativement différents à 5% (test de Wilcoxon).

Tableau 54 : Concentrations en chlordécone, CLD 5b-hydro et chlordécol dans les sols et les patates douces, et taux de transfert sol-plantes de la chlordécone calculés pour chaque modalité avec différentes valeurs de référence dans le sol (à la récolte ou à T0). Pour un même paramètre descripteur, les résultats affectés d'une ou plus des mêmes lettres a, b, c, d ou e ne sont pas significativement différents entre elles au niveau 5 % (test de Wilcoxon). Les chiffres en gras indiquent le meilleur résultat pour le descripteur concerné.

La concentration moyenne ($n = 5$) la plus faible, observée dans la parcelle P6 (bagasse + FZV), est de $9,2 \mu\text{g/kg}$ de matière fraîche (écart type = $5,3$), valeur inférieure à la LMR ($20 \mu\text{g/kg}$) et significativement plus faible (test de Dunnett : $\text{Pr}(>|t|) = < 0,001$) que celle des 2 témoins, P2 ($64,0 \mu\text{g/kg}$) et P8 ($47,9 \mu\text{g/kg}$ de MF). C'est également dans cette parcelle P6 que la variabilité est la plus faible, tous les échantillons se situant entre $3,8$ et $17,9 \mu\text{g/kg}$, valeur inférieure à la LMR. Ces valeurs faibles pourraient résulter de la faible croissance (cf. section 6.1.2 c) et des flux de sève plus limités sur P6. Cependant, pour cette culture, il n'y a pas d'effet significatif du rendement sur le transfert de chlordécone dans les patates ($P = 0,35$).

Avec une moyenne de $21,0 \mu\text{g/kg}$ (écart type = $11,3$), la parcelle 4 (Daramend standard) se situe au niveau de la LMR (certains tubercules des modalités Daramend standard et compost sont $< \text{LMR}$) et montre une contamination moyenne 2,3 à 3 fois plus faible que celles des parcelles témoins. Cependant, la très forte variabilité des résultats dans les parcelles témoins rend non significative (test de Dunnett : $\text{Pr}(>|t|) = 0,1060$) les différences entre la parcelle 4 traitée et les 2 témoins. Les patates des 3 autres parcelles (P3, P7 et PA) ont des concentrations moyennes en chlordécone comprises entre 30 et $60 \mu\text{g/kg}$, valeurs proches et non significativement différentes entre elles ni par rapport aux 2 témoins. Les traitements appliqués à ces parcelles n'ont pas limité le transfert de chlordécone depuis le sol vers les tubercules de patates douces.

Bien que l'ensemble des résultats sur patates douces montre une très forte variabilité entre échantillons d'une même modalité, un effet sur les teneurs en CLD des patates douces semble pouvoir être obtenu par le traitement d'ISCR avec le mélange bagasse + FZV (modalité P6). On pourrait toutefois se demander si c'est bien l'effet bénéfique de l'ISCR sur le transfert qui engendre les valeurs $< \text{LMR}$, ou si c'est un effet de dilution ou autre. Sachant que en P6 i) le rendement n'est pas significativement différent des 2 témoins, ii) le nombre de tubercules est le plus faible de toutes les modalités mais la différence n'est pas significative par rapport aux 2 témoins, et iii) le calibre moyen est le plus faible de toutes les modalités, le plus probable est qu'il y a bien un effet du traitement sur le transfert. Pour la patate douce, l'absence d'effet net du compost ajouté à 10% en poids sec par rapport au sol ne peut être expliquée à ce jour.

L'étude des taux de transfert donne exactement la même tendance que les valeurs de concentration. Avec un taux de transfert de $1,4$, seule la parcelle bagasse + FZV est significativement différente des 2 témoins (test de Dunnett : $\text{Pr}(>|t|) = < 0,001$). Les taux de transfert des autres parcelles, compris entre $2,7$ et $9,3$, ne sont pas significativement différents des 2 témoins ($6,6$ et $6,1$; Tableau 54).

Lien entre taux de transfert et concentrations maximales dans les sols conseillées pour les cultures

Pour les patates douces, le taux de transfert moyen mesuré à la récolte le plus élevé est de $9,3$ (FZV seul) et le taux maximum mesuré pour 1 échantillon est de $13,6$ (parcelle témoin 1). Sachant que la concentration maximale en chlordécone dans le sol conseillée pour cette culture est de $100 \mu\text{g/kg}$ (Cabidoche et Jannoyer-Lesueur, 2012), dans un tel sol la teneur dans des patates qui auraient le même taux de transfert que celui mesuré ici serait donc entre $9,3$ et $13,6 \mu\text{g/kg}$ de matière fraîche, soit entre 2 fois et $1/3$ de moins que la LMR. La valeur à ne pas dépasser dans le sol, $100 \mu\text{g/kg}$, proposée pour la culture des patates douces protège donc le consommateur même avec un taux de transfert aussi élevé que celui mesuré ici.

Absence de Chlordécol, et des traces de Chlordécone 5b-hydro sur 1 seul échantillon

Aucun des 35 échantillons de patates douces ne présente de trace de chlordécol (limite de détection, LD = 0,86 µg/kg frais). La chlordécone 5b hydro n'a été quantifiée (1,1 µg/kg, LQ = 0,50 µg/kg frais) que dans un seul échantillon de patates provenant de la parcelle 7 compost (la valeur donnée dans le Tableau 54 correspond à la moyenne de cette valeur et des 4 autres où la molécule n'a pas été détectée et sa concentration prise comme égale à 1/3 de la LQ)

Bilan du transfert de chlordécone du sol vers les patates douces

Dans des conditions de terrain avec des sols 2 à 3 fois plus contaminés (ferralsol à 1,6 mg/kg et nitisol à 2,5 mg/kg), Clostre *et al.* (2015) observent également que 100 % des patates douces sont contaminées. Cependant, les taux de transfert moyens mesurés dans leurs essais sont 3 fois inférieurs aux taux mesurés sur les parcelles témoins de nos essais. L'irrigation quotidienne effectuée dans la présente étude a donc probablement optimisé les conditions de transfert, d'autant que cette eau était elle-même contaminée par la chlordécone (cf. 6.1.3 a).

La majorité (6 sur 7) des taux de transfert à la récolte mesurés dans la présente étude sont plus élevés que ceux mesurés sur nitisol et ferralsol par Clostre *et al.* (Clostre *et al.*, 2015), d'au moins un facteur 2 et jusqu'à un facteur 5,5 (FZV seul, présente étude / nitisol de Clostre *et al.*, 2015). Les taux de transfert mesurés ici varient eux-mêmes beaucoup entre modalités, jusque d'un facteur 6,6 (FZV seul / bagasse + FZV).

Si l'on considère la variable « TRANSFERT_T₀ », seule la parcelle P6 (Bagasse + fer) est significativement différente des 2 témoins (test de Dunnett : Pr(> |t|) = 0,00002).

- des teneurs moyennes en CLD dans les tubercules de patate douce très supérieures à la LMR pour les traitements témoins ;
- une teneur en CLD très réduite pour le traitement P6 (Fer+ bagasse) et très en dessous de la LMR ;
- pas de chlordécol dans les tubercules et de la 5b-hydroCLD dans 1 seul échantillon ;
- un taux de transfert réduit pour le traitement P6 (Fer+ bagasse).

Une présentation très synthétique des résultats des principaux paramètres étudiés sur toutes les cultures cultivées sur toutes les modalités traitées est donnée au tableau 55.

Critère d'évaluation	Culture	P3 Daramend Bagasse	P4 Daramend Standard	P6 Bagasse + Fer	P7 Compost	PA FZV
Implantation de la culture	Radis	0	0	0	0	0
	Concombre	0	0	0	0	-
	Patates Douces	0	0	0	0	0
Rendement	Radis	-	0	-	+	0
	Concombre	0	0	0	+	-
	Patates Douces	0	0	0	0	0
Conc. en CLD par rapport à la LMR	Radis [Ⓜ]	0	-	-	-	-
	Concombre [Ⓜ]	0	0	0	0	pas de récolte
	Patates Douces [Ⓜ]	0	0	-	0	0
Transfert_T0 de chlordécone	Radis [Ⓜ]	0	-	-	-	-
	Concombre [Ⓜ]	0	-	-	0	pas de récolte
	Patates Douces [Ⓜ]	0	0	-	0	0

Légende : **0** : non significativement différent d'au moins 1 des 2 témoins au risque de 5 %
+ : significativement supérieur aux 2 témoins au risque de 5 %
- : significativement inférieur aux 2 témoins au risque de 5 %.
Bleu = effet positif ; rouge= effet négatif.

Transfert_T0 : concentration en CLD dans le végétal (µg/kg poids frais) /
 concentration en CLD dans le sol avant le traitement

Tableau 55 : Bilan global des 4 modalités d'ISCR et de la modalité de séquestration par ajout de compost au regard des critères agronomiques (implantation et rendement) et sanitaires (concentrations en CLD et transfert sol – plantes) suivis lors de l'essai en plein champ de la parcelle de nitisol.

En prenant en compte uniquement les modalités traitées par ISCR (l'ajout de compost ne constitue pas un cas d'ISCR), 10 résultats sont significativement meilleurs que dans les 2 parcelles témoins alors que seulement 4 résultats sont significativement moins bons que dans les 2 parcelles témoins. Ces 4 cas sont du domaine agronomique. Pour retrouver des rendements agronomiques aussi bons que dans les témoins, des solutions très probablement efficaces sont connues. Le manque de réussite de l'implantation des concombres dans la modalité FZV seul semble plus conjoncturelle que structurelle (cf. réussite pour la parcelle de sol alluvionnaire étudié en serre pour son volant agronomique).

Pour les questions sanitaires, des résultats significativement meilleurs que dans les 2 parcelles témoins sont obtenus dans 10 cas sur 22, avec un succès particulièrement bon pour le radis. Des résultats positifs sont également obtenus pour le concombre et la patate douce. Ces différences entre cultures illustrent la diversité de mécanismes impliqués dans l'assimilation de la chlordécone.

La séquestration de la CLD par ajout massif de compost donne également de très bons résultats, tant agronomiques que sanitaires. La durabilité de ces effets positifs n'est toutefois pas encore démontrée.

6.2. PARCELLE DE SOL ALLUVIONNAIRE

Les essais sur sol traité (Daramend standard et Fer Zéro Valent seul, FZV) et sol témoin menés sous serre au CAEC ont donné lieu à une série de mesures de biomasses mises en relation avec les critères réglementaires de commercialisation, et à des mesures de chlordécone et certains de ses dérivés dans les organes récoltés.

6.2.1. Effet agronomique des modalités de traitement

Deux cultures ont été menées, radis et concombres, la durée de culture de la patate douce n'étant pas compatible avec diverses contraintes pratiques qui impactaient cette dernière partie de l'étude.

a) Radis

Les résultats obtenus pour les 4 paramètres mesurés (Tableau 56) ne montrent pas de différence significative entre les modalités témoin et Daramend bagasse. Cette absence d'effet négatif du traitement avec le Daramend avait également été observée en plein champ dans la parcelle de nitisol. Les radis de taille commercialisable de la modalité FZV sont par contre en nombre et en masse, dans une moindre mesure, plus faibles que dans les deux autres modalités ; la culture en plein champ sur nitisol n'avait pas montré cet effet.

Parcelle	Nombre de radis commercialisables	Nombre de radis non commercialisables	Biomasse radis commercialisables	Poids unitaire radis commercialisable
Témoin	23 ± 9	42 ± 5	98 ± 42	4,3 ± 0,4
Daramend std.	20 ± 8	51 ± 25	100 ± 55	4,8 ± 1,3
FZV grossier	12 ± 4	61 ± 15	39 ± 26	3,2 ± 1,2

Tableau 56 : Résultats agronomiques (moyenne ± écart-type, n = 4) de la culture de radis menée sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.

b) Concombres

Contrairement à l'essai en plein champ, aucune mortalité n'a été observée sur la modalité FZV. Un contrôle encore meilleur de l'irrigation est l'hypothèse retenue pour expliquer ce succès.

Les poids et longueurs unitaires des fruits récoltés ne diffèrent pas entre modalités (Tableau 57) et sont remarquablement analogues à ceux obtenus en plein champ sur nitisol (cf. 6.1.2 b).

Modalité	Poids unitaire (g)	Longueur unitaire (cm)
Témoin	393 ± 114	16 ± 2
Daramend	416 ± 75	16 ± 2
FZV grossier	364 ± 86	16 ± 1

Tableau 57 : Résultats agronomiques (moyenne ± écart-type, n = 20) de la culture de concombres menée sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.

c) Culture de bananiers en plein champ suite au traitement

Moins d'un mois après la fin du traitement, le propriétaire a repiqué des bananiers sur toutes les modalités de la parcelle. Cinq mois après le repiquage, le développement comparatif des plants de la modalité témoin et de la modalité FZV est visible à l'illustration 61. Aucun effet négatif du traitement n'est observé à ce stade. Les données de rendement de récolte ne seront malheureusement pas disponibles.



Illustration 61 : État de développement des bananiers cinq mois après leur repiquage dans la modalité traitée par le fer zéro valent (photo de droite) et dans la modalité témoin (photo de gauche).

6.2.2. L'eau d'irrigation

Dans les deux échantillons d'eau prélevés le 23 et 27 octobre 2014 la CLD était $< 0,1 \mu\text{g/L}$ et aucun des 5 produits de transformation pour lesquels des étalons analytiques sont disponibles n'a pu être quantifié. L'examen des aires relatives de pics révèle des traces de 5b-CLD, mais aucune trace détectable des 13 autres produits de transformation déchlorés connus (Tableau 58). Aucune influence de l'irrigation sur les concentrations en CLD des végétaux n'est donc à craindre.

	Substance (NCi : non clairement identifié)														
	CLD	5b-H-CLD	5a-H-CLD	5a,6-CLD	-2 Cl	-4 Cl	-3 Cl	NCi 4	-4Cl	-5 Cl (a)	-5Cl (b)	-6Cl	-7Cl	-7Cl ?	NCi 5
23/10	1,2	0,2	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$
27/10	0,6	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$	$< 0,1$

Tableau 58 : Aires de pic relatives de la CLD et ses dérivés dans les échantillons d'eau utilisée au CAEC pour l'irrigation en serre des radis et concombres.

6.2.3. Concentration en chlordécone et produits de dégradation dans les organes végétaux

Les analyses confiées au Laboratoire Départemental de la Drôme portaient sur 2 molécules, la chlordécone (CLD) et son dérivé monohydraté/monodéchloré en position 5b, la 5b-monohydroCLD.

a) Radis

La chute des concentrations en CLD est tout à fait spectaculaire, les radis récoltés sur les deux modalités traitées contenant environ 10 fois moins de CLD que ceux provenant du sol témoin non traité (Tableau 59). La différence entre les radis récoltés dans les 2 modalités de traitement n'est pas significative.

Tous les radis de sols traités sont très en-dessous de la limite réglementaire de $20 \mu\text{g/kg}$ de poids frais. Le même succès avait été obtenu en plein champ sur nitisol mais il est d'autant plus remarquable ici que le sol avant traitement de décontamination est nettement plus contaminé que celui de la parcelle de nitisol. Dans la gamme de valeurs étudiées ici, la concentration initiale du sol en CLD ne semble donc pas être un facteur limitant à l'effet positif de l'ISCR sur les teneurs en CLD des radis.

Les teneurs en 5b-CLD n'atteignent jamais le seuil de quantification.

Modalité	Chlordécone ($\mu\text{g/kg}$ poids frais)	5b-H-CLD ($\mu\text{g/kg}$ poids frais)
Témoin	$42,9 \pm 4,5$	$< 0,5$
Daramend std.	$3,6 \pm 1,7$	$< 0,5$
FZV grossier	$4,3 \pm 1,6$	$< 0,5$

Tableau 59 : Concentrations en chlordécone et 5b-H-CLD (moyenne \pm écart-type, $n = 4$ échantillons composites regroupant chacun 25 individus pour les radis) mesurées par le LDA 26 dans les radis cultivés en serre sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.

b) concombres

Tout comme pour le radis, un effet positif des deux modalités de traitement est mis en évidence (Tableau 60). Cet effet n'est toutefois significatif par rapport au témoin que pour le traitement avec le Daramend standard. Pour le traitement avec le FZV, la valeur moyenne est inférieure au témoin, mais pas de manière statistiquement significative à cause d'une valeur extrême sans laquelle la moyenne et l'écart-type deviennent $1,1 \pm 0,4$.

Cet effet positif mais limité a également été observé pour le nitisol en plein champ. Le fait que les valeurs des concombres récoltés à partir du sol témoin soient très peu contaminés, 8 fois moins que la LMR, ne permet pas d'atteindre un effet aussi net que celui observé pour les radis.

Les teneurs en 5b-CLD n'atteignent jamais le seuil de quantification.

Modalité	Chlordécone ($\mu\text{g}/\text{kg}$ poids frais)	5b-H-CLD ($\mu\text{g}/\text{kg}$ poids frais)
Témoin	$2,6 \pm 1,3$	$< 0,5$
Daramend std.	$0,8 \pm 0,4$	$< 0,5$
FZV grossier	$1,6 \pm 1,2$	$< 0,5$

Tableau 60 : Concentrations en chlordécone et 5b-H-CLD (moyenne \pm écart-type, $n = 4$ échantillons composites regroupant chacun 4 individus pour les concombres) mesurées par le LDA 26 dans les concombres cultivés en serre sur les 3 modalités du sol alluvionnaire après traitement par ISCR.

7. Aspects économiques de l'ISCR et de la séquestration par ajout de compost

Le coût total du traitement par ISCR ou par séquestration par ajout de compost peut se décomposer en deux éléments bien distincts, la fourniture des amendements à la parcelle, et la mise en œuvre du procédé lui-même avec les phases d'application des amendements à la surface du sol, l'incorporation en profondeur, la compaction et l'irrigation.

7.1. COÛT DES AMENDEMENTS

Le coût total des amendements correspond au coût de la matière première rendue au port de Fort-de-France puis à la parcelle, auquel s'ajoutent les droits et taxes appliqués à ces produits.

7.1.1. Fer Zéro Valent et Daramend rendus à la parcelle

Les quelques tonnes de fer zéro valent (FZV) commandées ne justifiaient pas aux yeux des fournisseurs un effort financier significatif. Le fournisseur des Daramend (à l'époque FMC corporation, USA) a par contre consenti un effort très significatif sur le tarif, comptant sur un effet de démonstration de la valeur de ses amendements commerciaux. Pour 3,6 ou 2,7 tonnes, le FZV « grossier » a été acheté à 0,6 €/kg, le FZV « fin » (MH 300 en sacs de 25 kg) à 4,2 € HT/kg pour 2 tonnes, et les Daramend à 0,6 €/kg pour 20 tonnes.

Le coût du transport des amendements importés en Martinique par bateau et livrés à la parcelle a été de 0,66 €/kg pour les 3,6 tonnes de FZV « grossier » (30 % < 50 µm) et 0,83 €/kg pour la 2^e livraison de 2,7 tonnes, 1,11 €/kg pour les 2 tonnes de FZV de granulométrie « fine » (98 % < 50 µm), et de 0,14 €/kg pour les 20 tonnes de Daramend.

Les droits et taxes appliqués lors du dédouanement ont représenté de 0,06 à 0,44 €/kg (soit de 4 à 14 % du coût total) de matière première livrée à la parcelle.

Le prix de revient final des amendements ISCR rendus à la parcelle est détaillé au tableau 61.

Amendement	Prix d'achat (€/kg) et % du prix final	Frais de transport jusqu'à la parcelle (€/kg) et % du prix final	Droits et taxes (€/kg) et % du prix final	Prix final (€/kg)
FZV « grossier » 3 600 kg	0,6 / 43	0,66 / 47	0,15 / 11	1,41
FZV « grossier » 2 700 kg	0,6 / 40	0,83 / 56	0,06 / 4	1,49
FZV « fin » 2 050 kg	4,2 / 73	1,11 / 19	0,44 / 8	5,75
Daramend 20 000 kg	0,6 / 70	0,14 / 16	0,12 / 14	0,86

Tableau 61 : Éléments financiers relatifs aux divers amendements testés.

Le traitement d'une superficie de 100 m² sur 30 cm de profondeur avec du FZV « grossier » à une dose de 4 % par rapport au poids sec de sol de densité = 1 nécessite donc 1 200 kg de FZV. Sur base des chiffres du tableau 61, le **coût de la matière première** telle que le FZV importé de Pologne par lot de 3,6 T et livré à la parcelle s'élève donc à **17 €/m²**.

7.1.2. Compost Végéthumus rendu à la parcelle

Le compost utilisé étant commercialisé en Martinique, les frais de transport et d'octroi de mer sont inclus dans le prix de vente local. Pour un produit équivalent au Végéthumus livré à la parcelle, le distributeur SCIC Martinique fournit un tarif à jour 2016 de 660 €/T. Avec le dosage de 10T/ha utilisé ici et en prenant la même densité du sol et la même profondeur d'incorporation que celles utilisées pour les calculs relatifs au FZV, il faut 3T/100 m², soit **20 €/m²**.

7.2. COÛT DE L'APPLICATION ET DE L'INCORPORATION DES AMENDEMENTS SUIVIES DE COMPACTION ET IRRIGATIONS

7.2.1. ISCR

Pour l'application manuelle (d'autres procédés pourraient être mis au point) du FZV sur 100 m², 4 personnes ont été mobilisées pendant 2 h. Cette durée résulte en bonne partie du conditionnement initial en fûts de 300 kg nécessitant le remplissage intermédiaire d'une multitude de seaux de 10 L manipulés à la main pour le remplissage, la pesée et l'épandage. Une durée plus longue est nécessaire pour la modalité bagasse + FZV qui implique en fait l'application de 2 amendements séparés (le mélange bagasse + FZV pourrait être effectué avant l'application pour n'avoir qu'un amendement à appliquer, mais cette approche n'a pas pu être mise au point dans le cadre de la présente étude). A contrario, l'application des Daramend conditionnés en big bags soulevés par un engin mécanique est beaucoup plus rapide, de même que l'application de compost à partir de sacs de 25 kg. Il faut noter que, pour optimiser l'homogénéité du traitement, l'application s'accompagne d'une phase d'étalement à la surface et d'homogénéisation manuelle de la couche appliquée.

L'incorporation par passages répétés de motoculteur et rotobêche, puis la légère compaction, durent environ 1 h pour 100 m².

Le coût du poste « irrigation » n'a pu être chiffré précisément dans cette étude car la configuration à adopter varie selon que la parcelle est équipée ou pas d'un dispositif d'irrigation déjà en place. Pour les parcelles qui seraient à traiter en contexte bananier encore en production, les dispositifs d'irrigation sont a priori disponibles sans surcoût. Seuls seraient à prendre en charge les frais de combustible alimentant les pompes de prélèvements et d'irrigation. Vu la durée limitée des phases d'irrigation, quelques heures par jour, ce poste de dépense ne représente probablement que quelques dizaines d'euros pour 100 m² et est donc considéré négligeable par rapport aux autres.

Les coûts horaires de main d'œuvre intérimaire de niveau « manœuvre » employée par le BRGM Martinique a été de 20 €/h. La mise à disposition par le CIRAD du gros tracteur avec rotobêche pour les labours d'incorporation a été facturée à 45 €/h, gasoil compris, + 22 €/h de tractoriste, soit 67 €/h.

Pour une superficie de 100 m² traitée par du FZV sur 30 cm de profondeur, il faut donc :

- 4 heures de manœuvre pour l'application en surface (en comptant sur une division par 2 du temps d'application grâce à un conditionnement initial plus approprié) : 4 x 20 €/h = 80 € ;

- 2 heures (2 x 0,5 heure de trajet + 1 heure de travail) de tractoriste pour l'incorporation en profondeur et la compaction : 2 x 22 €/h = 44 € ;
- 2 heures (2 x 0,5 heure de trajet + 1 heure de travail) de tracteur et rotobèche pour l'incorporation en profondeur et la compaction : 2 x 45 €/h = 90 € ;

soit **2,1 €/m² pour les coûts de mise en œuvre** du procédé d'ISCR.

7.2.2. Séquestration par ajout de compost

Les coûts de main d'œuvre et d'amenée, utilisation et repli des engins pour l'incorporation sont les mêmes que pour le FZV, soit environ 2,1 €/m². Le besoin de maintenir une forte teneur en eau par compaction et irrigation ne s'applique pas à la séquestration par compost, mais ce poste de dépenses est négligeable par rapport aux autres.

7.3. COÛT GLOBAL ET PERSPECTIVES D'ÉVOLUTION

Dans le contexte de **l'étude prospective réalisée ici, le coût global est estimé à 19 €/m² pour l'ISCR avec 4% de FZV « grossier » et à 22 €/ m² pour la séquestration par ajout de 10 % de compost Végéhumus.**

Une mise en œuvre à plus grande échelle du procédé entraînerait une baisse du coût à la tonne (- 25 % ?) facturé par les fournisseurs d'amendements. Par ailleurs, des accords entre les différents acteurs publics impliqués permettraient probablement de baisser le niveau des droits et taxes (ramenés à 5 % du prix final ?), voire d'en exonérer totalement les amendements importés. Les coûts au m² de mise en œuvre des procédés à la parcelle seraient évidemment diminués par un saut d'échelle, les temps d'amenée et repli des engins étant identiques pour 100 m² ou 10 ha. Les modalités d'application peuvent également être optimisées avec une baisse induite du coût de la main d'œuvre. Une baisse de 25 % du coût de mise en œuvre semble réaliste. Les coûts de transport depuis le fournisseur jusqu'à la parcelle semblent par contre difficilement révisables à la baisse.

L'évolution à la baisse du coût de traitement peut donc être envisagée dans une fourchette de - 25 à - 30 % sur la composante « matière première » et de - 25 % sur les frais de mise en œuvre du traitement. Une baisse du coût total de 50 % peut donc être envisagée.

Sur base de ces différentes hypothèses, **le coût minimum résultant des modalités de mises en œuvre testées ici mais appliquées à l'échelle de la dizaine d'hectares devrait donc être aux alentours de 17 €/m² pour l'ISCR avec le 4 % de FZV Lövink, et à 19 €/ m² pour la séquestration par ajout de 10 % de compost Végéhumus.**

Il est clair qu'un procédé basé sur des matières premières locales, y compris des matières premières secondaires, serait nettement moins coûteux. À l'heure actuelle, de telles ressources n'ont toutefois pas été identifiées.

Dès le début des travaux réalisés dans le cadre de cette convention avec le MEDDE, l'hypothèse de traiter l'ensemble des superficies où la chlordécone est présente dans les sols avait été exclue. Les calculs effectués ci-dessus confirment le besoin économique de cibler les zones (alimentation des captages d'eau souterraine, élevages dulcaquicoles ou terrestres...) où la démarche de décontamination serait effectuée.

Une réelle approche économique devrait toutefois inclure le chiffrage d'un plus grand nombre de paramètres, notamment les coûts évités grâce à la mise en œuvre du procédé. Ce volet reste à traiter.

8. Conclusions et perspectives

Les résultats physico-chimiques obtenus en plein champ sont très encourageants. Dans le nitisol étudié, l'ajout de 4 % (par rapport au poids sec de sol) de fer zéro valent (FZV), suivi d'une compaction du sol augmentant de 10 % la densité sèche apparente sur l'horizon 0 - 20 cm et d'une irrigation cohérente avec les pluviométries en période humide, permet de faire diminuer en 24 jours la concentration initiale en chlordécone (CLD ; $0,7 \pm 0,3$ mg/kg ; 1^{ère} parcelle d'étude) de 45 % avec le FZV de granulométrie « grossière » ($30 \% < 50 \mu\text{m}$) et de 63 % avec le FZV « fin » ($98 \% < 50 \mu\text{m}$). Après 94 j, la diminution de concentration en CLD est de 54 % avec le FZV « grossier » et de 69 % avec le FZV « fin ». Dans la seconde parcelle de nitisol étudiée, la concentration initiale en CLD ($1,35 \pm 0,13$ mg/kg) est diminuée en 21 j de 53 % avec le FZV « grossier » et de 52 % avec le FZV « fin », et après 37 j, de 74 % avec le FZV « grossier » et de 62 % avec le FZV « fin ». Le succès est de même ampleur pour l'essai mené sur un sol alluvionnaire dont la concentration initiale en CLD, $1,9 \pm 0,3$ mg/kg, est baissée de 61 % en 27 jours suite à un apport de 4,3 % de FZV.

Les concentrations auxquelles est présent dans les sols le principal produit de transformation de la CLD, la CLD mono-déchloré en position 5a (5a-hydroCLD), atteste de la difficulté à minéraliser la CLD ou à en attaquer même partiellement le squelette carboné. Il serait en effet surprenant qu'une minéralisation ou une ouverture du squelette carboné partielles ou importantes (deux mécanismes qui engendreraient la formation de composés non recherchés ici) s'accompagne de la présence observée de la 5a-hydroCLD à hauteur de 16 à 67 % de la teneur en CLD résiduelle. Il n'est toutefois pas totalement exclu qu'une partie de la CLD soit en partie minéralisée, mais aucune preuve de ce mécanisme ne peut être donnée à partir des résultats de terrain disponibles. L'absence d'étalons analytiques pour plusieurs des produits formés (CLD - 2, - 3 ou - 4 Cl) rend impossible l'établissement de bilans de masse. En effet, la réponse dans le détecteur de spectrométrie de masse est spécifique de chaque produit. L'aire du pic d'un produit pour lequel on ne dispose pas de droite d'étalonnage ne peut donc être utilisée, même à des fins semi-quantitatives, pour en calculer la concentration à partir d'une droite d'étalonnage d'un produit très proche. La disponibilité d'un plus grand nombre d'étalons analytiques de produits déchlorés de la CLD et des expérimentations de laboratoire mettant en œuvre de la CLD -¹⁴C permettraient d'apporter des réponses sur la question de la minéralisation éventuelle de la CLD.

Les résultats obtenus pour le volet agronomique de l'étude sont eux-aussi encourageants.

L'implantation des cultures a été très largement réussie, hormis la mortalité des concombres repiqués en plein champ dans la parcelle de nitisol traitée par le FZV. L'essai mené en serre sur un sol alluvionnaire traité par le FZV n'a pas montré de mortalité des concombres. Il est donc possible de supprimer l'effet négatif du FZV sur la reprise des boutures de concombre, en observant une période de repos de 3 à 4 mois entre la fin de l'ISCR et l'implantation des cultures de concombre, et en maîtrisant au mieux l'irrigation.

Les pertes de rendement suite aux traitements d'ISCR en plein champ sont assez limitées. La cause des pertes est très probablement liée à un déficit azoté suite à l'apport de certaines matières organiques particulièrement carbonées (bagasse). L'apport d'azote minéral ou l'implantation d'une culture intermédiaire de légumineuse permettrait probablement d'atténuer l'ampleur de ces pertes. La moindre qualité des racines de radis observée pour certaines modalités traitées par ISCR n'en rend pas la consommation impossible. L'ajout de compost a un effet très positif sur le rendement des radis et concombres, mais pas des patates douces.

Pour le volet sanitaire de l'étude, des résultats encourageants sont également observés

Pour les taux de transfert sol-plantes, les équipes de M. Lesueur-Jannoyer et de T. Woignier (Woignier *et al.*, 2012, 2013 ; Clostre *et al.*, 2014 b et c) consacrent l'essentiel de la discussion de leurs résultats sur les taux de transfert de la CLD calculés au moment de la récolte. Les taux de transfert de la CLD ainsi calculés pour les radis ou patates douces sont ici généralement supérieurs à ceux rapportés dans la littérature, alors que pour les concombres ils sont inférieurs aux données bibliographiques. Les taux de transfert de la CLD sont toutefois très variables selon les modalités de traitement. Dans la mesure où le travail mené ici modifie considérablement les concentrations dans le sol après traitement, il est également intéressant de considérer les taux de transfert de la CLD calculés par rapport aux concentrations dans le sol avant traitement.

Dans le nitisol, seul le traitement avec le mélange bagasse + FZV a un effet significatif de réduction des taux de transfert T_0 sur les 3 cultures. Vu que des problèmes de croissance ont été observés sur cette parcelle, il serait intéressant d'évaluer à nouveau cette modalité de traitement en augmentant l'apport d'engrais sur les radis et les patates douces pour confirmer la réduction du transfert dans une situation de pleine croissance. Les traitements « compost, P7 » et « Fer zéro valent seul, PA » ont eu un effet positif très marqué sur les radis en divisant le taux de transfert T_0 par rapport à la moyenne des deux témoins d'un facteur 4,4 pour PA et 3,9 pour P7, sans effet agronomique négatif. Cet effet ne se retrouve pas sur la culture de concombres et de patates douces alors que les concentrations en chlordécone dans la solution du sol sont très inférieures à la concentration dans la solution de la parcelle témoin 1. La concentration en chlordécone dans la solution du sol ne semble donc pas représenter un facteur explicatif du niveau de contamination des concombres et des patates. Aucun élément ne nous permet pour l'instant d'expliquer pourquoi l'apport massif de FZV ou de matière organique n'a pas eu d'effet significatif sur le transfert de chlordécone vers les concombres et les patates douces. Le traitement « Daramend standard » (P4) a eu, par rapport aux témoins, un effet de diminution significative du transfert T_0 de chlordécone pour les concombres (effet encore plus net que le compost et le FZV seul) et pour les radis (effet un peu moins fort que le compost et le FZV seul). Le traitement « Daramend bagasse » (P3) n'a eu, par rapport aux témoins, aucun effet sur le transfert T_0 de chlordécone pour aucune des 3 cultures.

Au-delà de considérations mécanistiques impliquant le calcul de taux de transfert, un critère très direct d'évaluation de l'effet des divers traitements en lien avec les enjeux sanitaires touchant les consommateurs est celui des concentrations en CLD dans les organes végétaux consommés.

Pour les radis, les traitements appliqués ont permis de diminuer les teneurs absorbées en deçà de la limite maximale de résidus (LMR) dans les parcelles de nitisol traitées en plein champ par ISCR avec ajout de Daramend standard, d'un mélange de bagasse locale avec du FZV ou de FZV seul, ainsi que la modalité où la CLD est séquestrée par ajout de 10 % de compost. Pour ce dernier traitement, la critique pourrait être faite que cette dose d'application est 10 fois supérieure à celle conseillée par le producteur. Toutefois, des résultats positifs ayant été obtenus par ailleurs avec des doses de 5 % (Woignier *et al.*, 2012, 2013) voire 1 % (Clostre *et al.*, 2014 b), des doses de compost de 10 % ne sont donc pas forcément nécessaires. Par contre, la question de la durabilité de l'effet du compost ajouté est posée par les développeurs mêmes de cette approche (Woignier *et al.*, 2013). Cet effet résulte d'un phénomène de sorption de la CLD sur la matière organique d'une part, et d'autre part, d'un phénomène physique de fermeture de la porosité, diminuant ainsi la diffusion du polluant. Tous deux réduisent la biodisponibilité de la CLD pour les plantes. Le phénomène chimique de sorption a toutes raisons de s'amenuiser au fur et à mesure de la minéralisation, rapide sous climat tropical, du compost ajouté. Quant à l'effet physique de fermeture de la porosité (Woignier *et al.*, 2013), il se manifeste pour les andosols mais pas pour les nitisols. *A contrario*, vu que la régénération de CLD dans le sol après qu'elle ait été transformée par l'ISCR peut être totalement exclue, la durabilité de l'effet positif de l'ISCR

est donc certaine. Le fait que la mise en œuvre d'amendements de type ISCR à des teneurs entre 6 et 2,8 % aboutisse à faire passer les radis sous la barre des LMR montre le potentiel de l'ISCR. Des apports inférieurs à 2,8 % (FZV seul) seraient peut-être suffisants mais de tels essais n'ont pu être menés dans le cadre de la présente étude. L'essai d'ISCR mené en plein champ sur un sol alluvionnaire, suivi de cultures en serre, confirme la possibilité de produire des radis aux concentrations en CLD très inférieures à la LMR et aux concentrations des radis cultivés sur le même sol mais non traité.

Pour la patate douce, seule la modalité ISCR avec le mélange bagasse + FZV permet la production de tubercules dont les concentrations en CLD sont < LMR. Malgré diverses spécificités agronomiques de la production de cette modalité, un lien de causalité direct entre le traitement ISCR et la baisse de concentrations en CLD des tubercules semble pouvoir être établi.

Pour les concombres, si aucun traitement appliqué au nitisol en plein champ ne permet de produire des fruits dont les concentrations en CLD soient inférieures à celles des concombres des deux parcelles témoins, 4 modalités (3 ISCR + le compost) donnent toutefois des fruits qui sont à la fois inférieurs à la LMR et inférieurs à un des deux témoins. Pour les concombres récoltés sous serre à partir du sol alluvionnaire, un effet positif est obtenu pour la modalité d'ISCR basée sur le Daramend standard.

Au-delà de l'objectif d'évaluation du procédé d'ISCR, les données acquises ici peuvent également enrichir la base de données utilisées dans l'approche consistant à proposer des concentrations maximales dans les sols au-delà desquelles certaines cultures sont déconseillées. Sur base des résultats obtenus, la concentration maximale dans le sol proposée pour cultiver des radis destinés à la consommation humaine semble très conservatrice et protectrice. Sur cette même base, il pourrait s'avérer judicieux de réévaluer à la baisse la concentration maximale en chlordécone dans le sol au-delà de laquelle la culture de concombres serait déconseillée. Quant à la valeur à ne pas dépasser dans le sol pour la culture des patates douces, 100 µg/kg, elle protège le consommateur même avec les taux de transfert élevés de la présente étude.

Sur base des résultats acquis, un certain nombre de perspectives s'ouvrent pour des travaux complémentaires.

La formation en concentrations significatives, jusqu'à 0,23 mg/kg de sol sec, de la 5a-hydroCLD (CLD – 1 Cl) pose évidemment la question du devenir (étape intermédiaire avant des déchloration plus avancées de la CLD ? entraînement en profondeur par les eaux d'infiltration ?), de l'écotoxicité, de la toxicité, et de la bio-accumulation de ce produit. Ces questions devront être étudiées dans le cadre de futurs projets en lien notamment avec la communauté des (éco)toxicologues et autres acteurs du monde de la santé humaine. Elles méritent également d'être étudiées pour les principaux autres produits de transformation quantifiés dans les sols, en priorité la 5a,6-CLD et une tri-hydroCLD.

Les deux seuls produits de transformation de la CLD analysés dans les végétaux (la 5b-hydroCLD et le chlordécol) ne sont pas formés par ISCR. La question du transfert dans les plantes des produits dérivés de la CLD formés par ISCR reste donc à étudier. Il est en effet probable que les mono-, di- et tri-hydroCLD formés par l'ISCR (pour ne parler que des principaux produits formés) soient en partie biodisponibles et se retrouvent donc dans les végétaux. Cette question n'a pu être traitée ici faute d'étalons analytiques disponibles dans le laboratoire prestataire, mais il est évident qu'elle mérite d'être étudiée pour mieux juger des effets positifs des traitements ISCR en ce qui concerne le transfert depuis le sol vers les plantes.

Le rôle joué par la microbiologie dans les résultats obtenus par ISCR mériterait également d'être étudié, en partant de la molécule mère mais aussi des produits déchlorés formés très rapidement par les mécanismes physico-chimiques. En effet, il n'est pas exclu que les déchlorations partielles observées permettent une biodégradation plus efficace que celle s'attaquant à la molécule mère.

Pour permettre la réalisation des travaux évoqués ci-dessus, il faut disposer d'étalons analytiques en molécules froide et marquée des principaux produits de transformation de la CLD. L'obtention en masse et pureté suffisantes de ces étalons peut constituer un projet en tant que tel, dont la réalisation pourrait être confiée à des acteurs économiques du monde des PME.

Quant à l'optimisation du procédé, plusieurs pistes peuvent être évoquées.

Pour améliorer l'efficacité, il faudrait augmenter la fraction de la chlordécone soumise à l'interaction avec les amendements ajoutés. Il est possible également que l'efficacité de ces amendements puisse être améliorée. L'ajout de souches ou consortia de micro-organismes sera envisageable une fois la preuve apportée de l'efficacité de cette voie de dégradation dans des conditions proches de la réalité du terrain.

Pour réduire le coût, il faudrait trouver des amendements moins coûteux que ceux utilisés ici, la mise en œuvre des amendements n'étant qu'une partie minime du coût de traitement.

Les chemins à suivre pour atteindre ces divers objectifs ne sont toutefois pas encore tracés.

9. Remerciements

Pour la partie relative au transfert sol - plantes, les remerciements s'adressent en premier lieu au producteur, chez qui nous avons pu réaliser cet essai, pour son intérêt et sa patience, et aux techniciens du Cirad, Luc Milome et Joël Daniel pour leurs interventions diverses.

10. Bibliographie

Belghit, H.; Colas, C.; Bristeau, S.; Mouvet, C.; Maunit, B. - Liquid chromatography – high-resolution mass spectrometry for identifying aqueous chlordecone-hydrate dechlorinated transformation products formed by reaction with zero-valent iron. *Int. J. Env. Anal. Chem.* 2015, 95(2), 93–105. DOI 10.1080/03067319.2014.994615.

Belghit, H. - Développements analytiques et mécanismes physico-chimiques impliqués dans la réduction *in situ* de la chlordécone dans les sols antillais. Thèse de Doctorat, Université d'Orléans, 18 décembre 2014.

Bristeau S., Amalric L., Mouvet C. (2014) - Validation of chlordecone analysis for native and remediated French West Indies soils with high organic matter content. *Anal Bioanal Chem.* Feb; 406(4):1073-80. doi: 10.1007/s00216-013-7160-2. Epub 2013 Jul 9.

Cabidoche Y.M., Jannoyer-Lesueur M. (2012) - Contamination of harvested organs in root crops grown on chlordecone-polluted soils. *Pedosphere*, 22 (4): 562-571.

CEE-ONU. 1988. Normes CEE-ONU concernant les fruits et légumes frais (ECE/AGRI/55/REV.3). Norme concernant radis (FFV-43).

Centre du riz pour l'Afrique (ADRAO), 2006. Toxicité ferreuse dans les systèmes à base riz d'Afrique de l'ouest. Cotonou, Bénin. 196 pp. Téléchargé le 6 janvier 2016. http://www.africaricecenter.org/publications/Iron%20Toxicity_French_Final.pdf.

Chambre d'Agriculture Martinique. 2007. Fiche technique RADIS.

Clostre F., Lesueur-Jannoyer M. (2012) - Transfert de la chlordécone du sol vers les produits cultivés. Document de synthèse Cirad : 19 p.

Clostre F., Letourmy P., Thuriès L., Lesueur Jannoyer M. (2014a) - Effect of home food processing on chlordecone (organochlorine) content in vegetables. *Science of the total environment*, 490: 1044-1050.

Clostre F., Woignier T., Rangon L., Fernandes P., Soler A., Lesueur Jannoyer M. (2014 b) - Field validation of chlordecone soil sequestration by organic matter addition. *Journal of Soils and Sediments*, 14 (1): 23-33.

Clostre F., Letourmy P., Turpin B., Carles C., Lesueur Jannoyer M. (2014 c) - Soil type and growing conditions influence uptake and translocation of organochlorine (chlordecone) by cucurbitaceae species. *Water, Air and Soil Pollution*, 225 (ID 2153): 11 p.

Clostre F., Letourmy P., Lesueur Jannoyer M. (2015) - Organochlorine (chlordecone) uptake by root vegetables. *Chemosphere* 118: 96-102.

Colmet-Daage F, Lagache P, Crécy Jd, Gautheyrou J, Gautheyrou M, Lannoy Md (1965) - Caractéristiques de quelques groupes de sols dérivés de roches volcaniques aux Antilles françaises (Characteristics of a few soil groups resulting from volcanic rocks in the French West Indies). *Cah ORSTOM Ser Pedol III* 3 (2):91-121.

Colmet-Daage, F. (1969) - Légende-Carte des sols des Antilles à 1/20 000-Guadeloupe-Martinique, ORSTOM, Centre des Antilles, bureau des sols.

Dallaire, R.; Muckle, G.; Rouget, F.; Kadhel, P.; Bataille, H.; Guldner L. et al. - Cognitive, visual, and motor development of 7-month-old Guadeloupean infants exposed to chlordecone. *Environ. Res.* 2012, 118, 79–85. AFNOR. (2003). Norme NF ISO 11271. Détermination du potentiel d'oxydoréduction. AFNOR. 13 p.

Devault D. A., Laplanche C., Pascaline H., Bristeau S., Mouvet C. & Macarie H. (2015) - Natural transformation of chlordecone into 5b-hydrochlordecone in French West Indies soils: statistical evidence for investigating long-term persistence of organic pollutants. *Environ Sci Pollut Res.*, DOI 10.1007/s11356-015-4865-0.

Dictor M.C., Mercier A., Lereau L., Amalric L., Bristeau S., Mouvet C., avec la collaboration de **Auger P., Béchu E., Breeze D., Touzelet S., Tris H. et Henry B.** (2011) - Décontamination de sols pollués par la chlordécone. Validation de procédés de dépollution physico-chimique et biologique, étude des produits de dégradation et amélioration de la sensibilité analytique pour la chlordécone dans les sols. Rapport final. BRGM/RP-59481-FR, 201 p., 70 fig., 42 tabl., 6 ann.

Dolfing J., Novak I., Archelas A., Macarie H. (2012) - Gibbs free energy of formation of chlordecone and potential degradation products: implications for remediation strategies and environmental fate. *Environmental Science & Technology*, 46, 8313-8139.

Dubroeuq D, Geissert D, Quantin P. (1998) - Weathering and soil forming processes under semi-arid conditions in two Mexican volcanic ash soils. *Geoderma* 86:99-122. doi:10.1016/s0016-7061(98)00033-0.

Dubuisson C., Héraud F., Leblanc JC., Gallotti S., Flamand C., Blateau A., Quenel P., Volatier JL. (2007) - Impact of subsistence production on the management options to reduce the food exposure of the Martinican population to Chlordecone. *Regul Toxicol Pharmacol.* 2007 Oct;49(1):5-16. Epub 2007 May 6.

Felipe de Mendiburu. (2014) - agricolae: Statistical Procedures for Agricultural Research. R package version 1.2-1. <http://CRAN.R-project.org/package=agricolae>.

Kadhel, P.; Monfort, C.; Costet, N.; Rouget, F.; Thomé, J. P.; Multigner, L.; Cordier, S. Chlordecone exposure, length of gestation and risk of preterm birth. *Am. J. Epidemiol.* 2014, 179 (5), 536–544.

Ministère de l'écologie, du développement durable et de l'énergie. (2012) - Hydrologie souterraine. Ressources souterraines dans les DOM. RP-61483-FR VOLUME 8.

Mohammadi Torkashvand A., Radmehr S and Nadian H. (2008) - Investigation of compost production from cane organic wastes with the different treatment of urea and pH by using trichoderma fungi *Biotechnology* 7 (4): 739-744.

Mouvet C., Bristeau S. (2012) - Décontamination de sols pollués par la chlordécone. Métabolites et écotoxicité générés par le procédé d'In-Situ Chemical Reduction – Daramend®. Rapport final. BRGM/RP-61414-FR. 58 p., 33 fig., 13 tabl.

Multigner, L.; Ndong, J. R.; Giusti, A.; Romana, M.; Delacroix-Maillard, H.; Cordier, S.; Jégou, B. et al. - Chlordecone exposure and risk of prostate cancer. *J. Clin. Oncol.* (2010). 28 (21), 3457-3462.

Onodera Y, Iwasaki T, Chatterjee A, Ebina T, Satoh T, Suzuki T, Mimura H (2001) - Bactericidal allophanic materials prepared from allophane soil: I. Preparation and characterization of silver/phosphorus–silver loaded allophanic specimens. *Appl. Clay Sci.* 18 (3–4):123-134.

R Core Team. (2014) -. R: A language and environment for statistical computing. R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria. URL <http://www.R-project.org/>.

Silva A., Varanda, E., Primavesi A. (2005) - Effect of the inherent variation in the mineral concentration of alfalfa cultivars on aphid populations. *Bragantia* [online]. 2005, vol.64, n.2 [cited 2014-12-04], pp. 233-239.

Soler A., Lebrun M., Labrousse Y., Woignier T. (2014) - Solid-phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry for quantitative determination of chlordecone in water, plant and soil samples. *Fruits*, 69 (4) : 325-339.

Torsten Hothorn, Frank Bretz and Peter Westfall. (2008) - Simultaneous Inference in General Parametric Models. *Biometrical Journal* 50(3), 346-363.

Wickham H. (2009) - ggplot2: elegant graphics for data analysis. Springer New York.

Woignier, T., Fernandes, P., Lesueur-Jannoyer, M., Soler, A. (2012) - Sequestration of chlordecone in the porous structure of an andosol and effects of added organic matter: an alternative to decontamination. *European journal of soil science*, 63 (5): 717-723.

Woignier, T., Fernandes, P., Soler, A., Clostre, F., Carles, C., Rangon, L., Lesueur-Jannoyer, M. (2013) - Soil microstructure and organic matter: Keys for chlordecone sequestration. *Journal of Hazardous Materials*, 262: 357–364. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2013.08.070.

11. Annexes

11.1. SPECTRES RAYONS X ET IR

11.1.1. Fiches ASTM de composés Halloysite et Silice

Name and formula

Reference code:	00-002-0088
Mineral name:	Halloysite
Compound name:	Aluminum Silicate Hydrate
PDF index name:	Aluminum Silicate Hydrate
Empirical formula:	$\text{Al}_2\text{H}_4\text{O}_9\text{Si}_2$
Chemical formula:	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Crystallographic parameters

Measured density (g/cm ³):	2.55
--	------

Status, subfiles and quality

Status:	Marked as deleted by ICDD
Subfiles:	Inorganic Mineral
Quality:	Blank (B)

References

Primary reference:	Angleur, Liege., <i>Z. Kristallogr.</i> , 90 , 36, (1935)
Optical data:	Alexander. et al., <i>Am. Mineral.</i> , 28 , 1, (1943)

Peak list

No. h k l d [Å] 2Theta[deg] I [%]

1			7.50000	11.790	100.0
2			5.00000	17.725	40.0
3			4.44000	19.982	100.0
4			3.63000	24.503	70.0
5			2.81000	31.820	40.0
6			2.60000	34.467	70.0
7			2.23000	40.416	20.0
8			2.05000	44.142	40.0
9			1.83000	49.787	40.0
10			1.70000	53.888	60.0
11			1.49000	62.260	80.0
12			1.38000	67.861	20.0
13			1.35000	69.583	20.0
14			1.29000	73.330	60.0
15			1.24000	76.809	60.0
16			1.11000	87.889	20.0
17			1.02000	98.085	40.0
18			0.97300	104.685	40.0
19			0.89100	119.659	20.0
20			0.85500	128.563	40.0
21			0.83900	133.305	40.0

Name and formula

Reference code:	00-002-0230
Mineral name:	Halloysite
Compound name:	Aluminum Silicate Hydrate
PDF index name:	Aluminum Silicate Hydrate
Chemical formula:	$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot xH_2O$

Crystallographic parameters

Measured density (g/cm³): 2.14

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD

Subfiles: Inorganic

Mineral

Quality: Blank (B)

Comments

Color: Colorless

Creation Date: 01/01/1970

Modification Date: 01/01/1970

Deleted Or Rejected By: Delete: Berry parcel of March 5, 1958. Color: Colorless. Optical Data: B=1.490. Sample Source or Locality: Specimen from Galmei Grube, Tarnowitz, Upper Silesia. Reference reports monoclinic.

References

Primary reference: Nagelschmidt., *Z. Kristallogr.*, **87**, 131, (1934)

Optical data: Alexander et al., *Am. Mineral.*, **28**, 1, (1943)

Peak list

No. h k l d [Å] 2Theta[deg] I [%]

1 7.43000 11.902 60.0

2 4.44000 19.982 100.0

3 3.61000 24.641 80.0

4 3.57000 24.921 80.0

5 2.36000 38.101 80.0

6	2.23000	40.416	20.0
7	2.01000	45.068	40.0
8	1.71000	53.547	80.0
9	1.49000	62.260	100.0
10	1.29000	73.330	60.0
11	1.24000	76.809	60.0

Name and formula

Reference code:	01-088-2487
Mineral name:	Quartz low
Compound name:	Silicon Oxide
ICSD name:	Silicon Oxide
Empirical formula:	O ₂ Si
Chemical formula:	SiO ₂

Crystallographic parameters

Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P3221
Space group number:	154
a (Å):	4.9300
b (Å):	4.9300
c (Å):	5.3850
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Calculated density (g/cm ³):	2.64
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	113.35

Z: 3.00

RIR: 3.00

Status, subfiles and quality

Status: Diffraction data collected at non ambient pressure

Subfiles: Alloy, metal or intermetallic

Inorganic

Mineral

Modelled additional pattern

Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 041672

Creation Date: 01/01/1970

Modification Date: 01/01/1970

ICSD Collection Code: 041672

ICSD SG: P3221S IT is: 154 SG short form: P3221. Calculated Pattern Original Remarks: REM THE. Calculated Pattern Original Remarks: REM M PDF 46-1045. Calculated Pattern Original Remarks: REM M Calculated with pseudo-potential total-energy method. Calculated Pattern Original Remarks: REM M Experimental cell: 4.916, 5.4054. Test from ICSD: No R value given. Test from ICSD: At least one TF missing. Calculated Pattern Original Remarks: REM PRE Mentioned.

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*

Structure: Tse, J.S., Klug, D.D., Allan, D.C., *Phys. Rev. B: Condens. Matter*, **51**, 16392, (1995)

Peak list

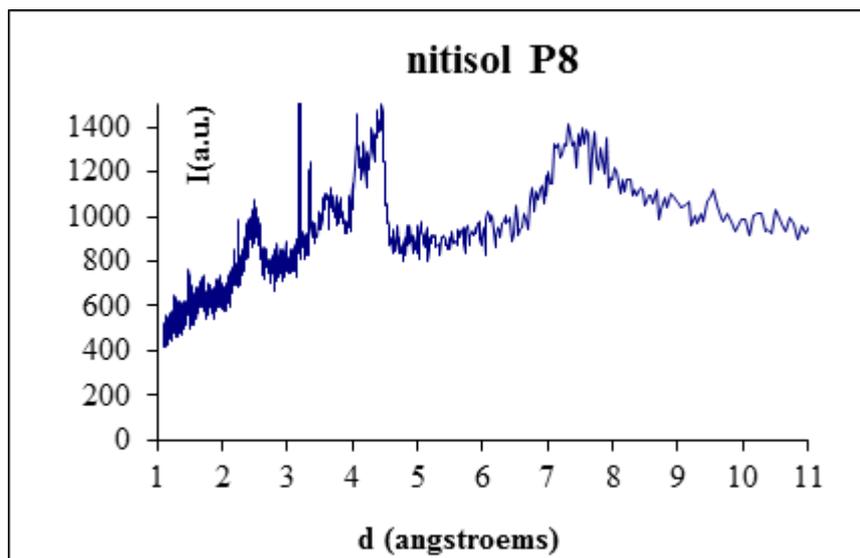
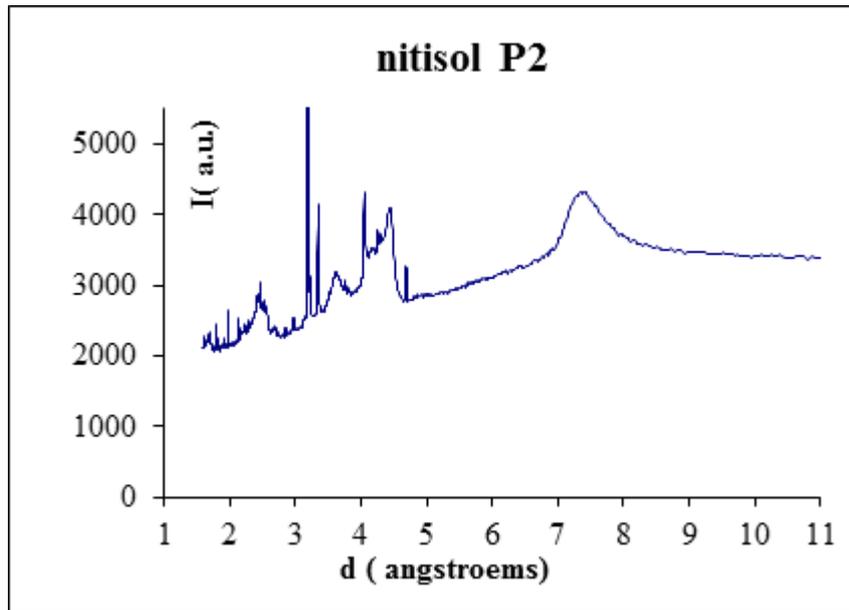
No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
-----	---	---	---	-------	-------------	-------

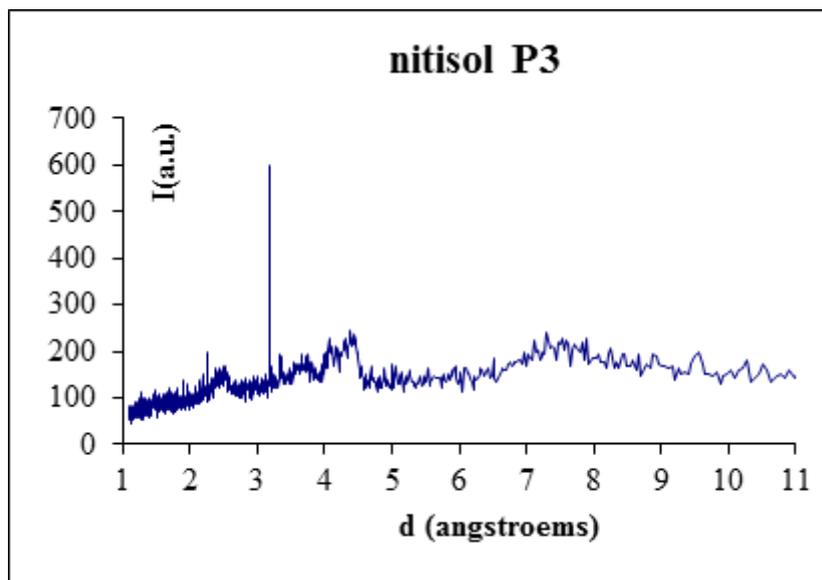
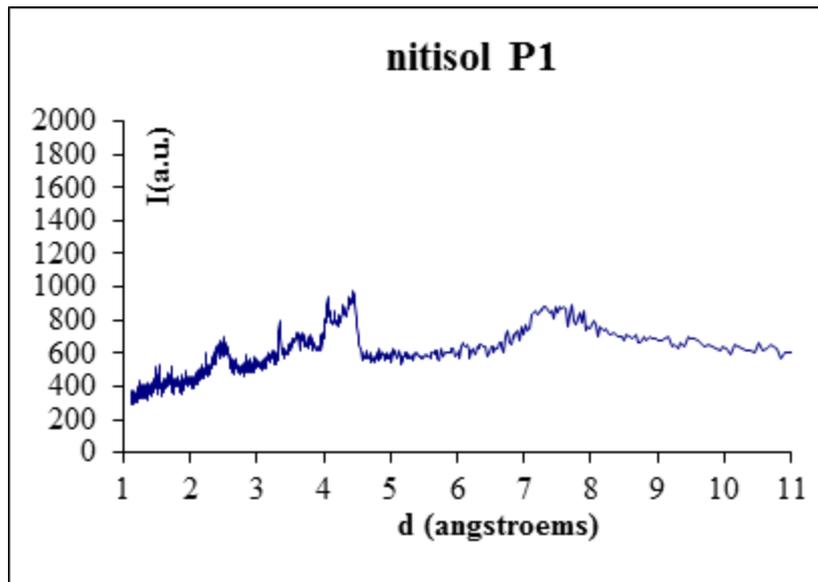
1	1	0	0	4.26951	20.788	21.2
---	---	---	---	---------	--------	------

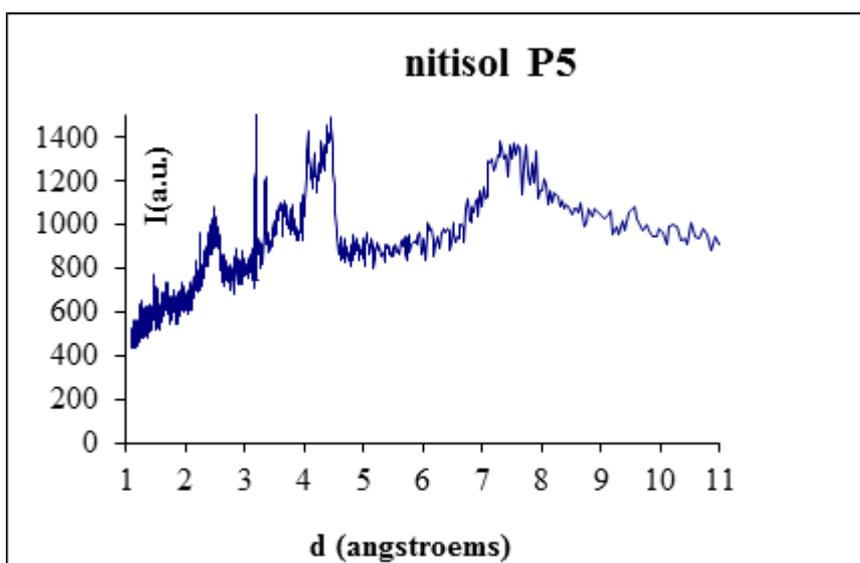
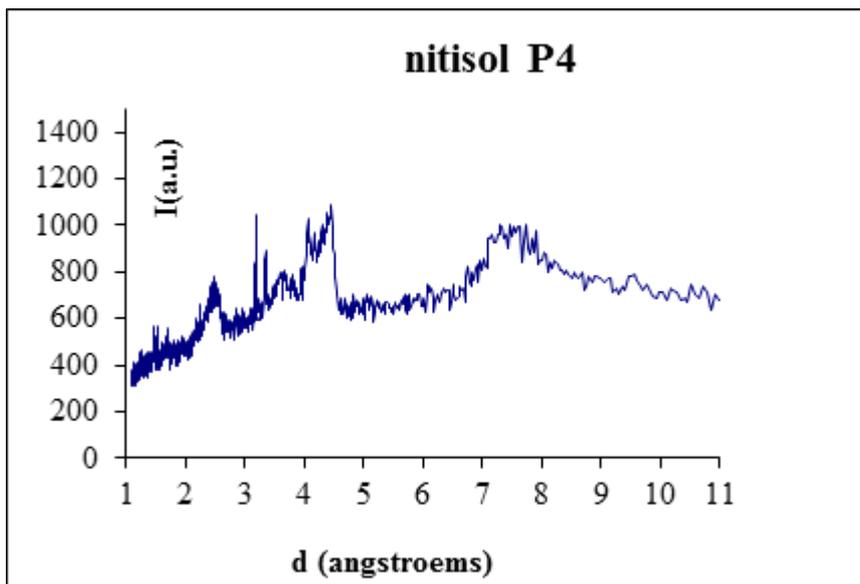
2	0	1	1	3.34556	26.623	100.0
---	---	---	---	---------	--------	-------

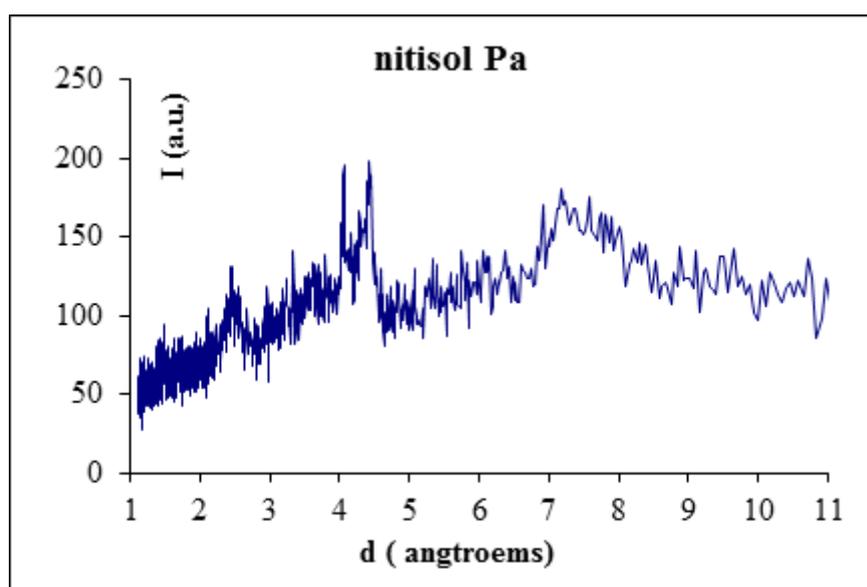
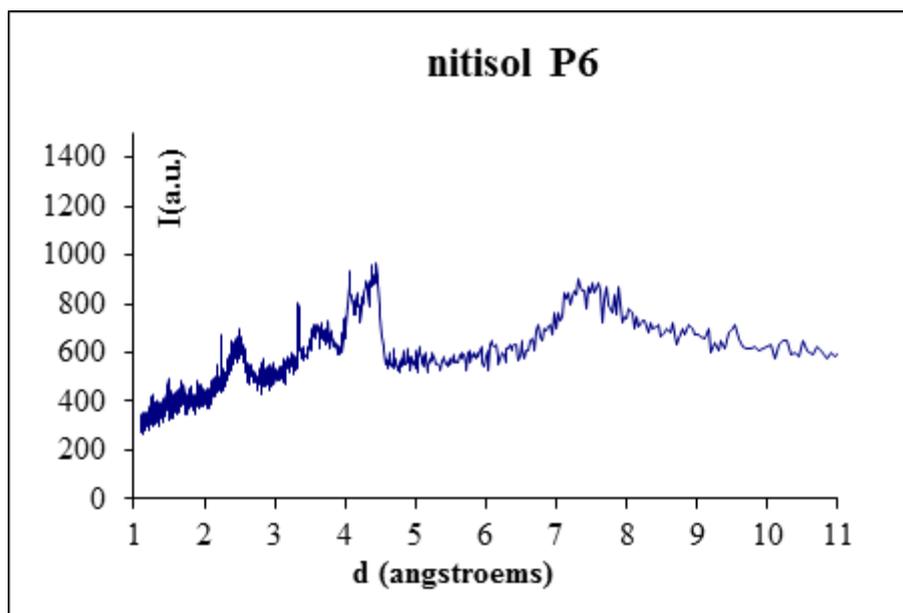
3	1	1	0	2.46500	36.419	7.4
4	1	0	2	2.27745	39.538	7.2
5	1	1	-1	2.24134	40.202	3.1
6	2	0	0	2.13475	42.303	4.9
7	2	0	1	1.98450	45.680	2.7
8	1	1	-2	1.81814	50.134	10.4
9	0	0	3	1.79500	50.826	0.4
10	0	2	2	1.67278	54.838	3.3
11	0	1	3	1.65471	55.488	1.4
12	1	2	0	1.61372	57.024	0.2
13	2	1	-1	1.54581	59.777	7.7
14	1	1	-3	1.45104	64.127	1.4
15	3	0	0	1.42317	65.538	0.3
16	1	2	2	1.38416	67.630	4.4
17	0	3	1	1.37593	68.089	4.0
18	2	0	3	1.37387	68.206	5.7
19	1	0	4	1.28393	73.733	1.7
20	3	0	2	1.25822	75.500	2.1
21	2	2	0	1.23250	77.363	1.0
22	1	2	-3	1.20006	79.865	2.2
23	1	3	0	1.18415	81.160	2.1
24	1	1	-4	1.18152	81.379	2.5
25	3	1	-1	1.15652	83.526	1.1
26	2	0	4	1.13872	85.135	0.2
27	2	2	-2	1.12067	86.842	0.1
28	3	0	3	1.11519	87.377	0.2

11.1.2. Diffractogrammes RX des parcelles étudiées

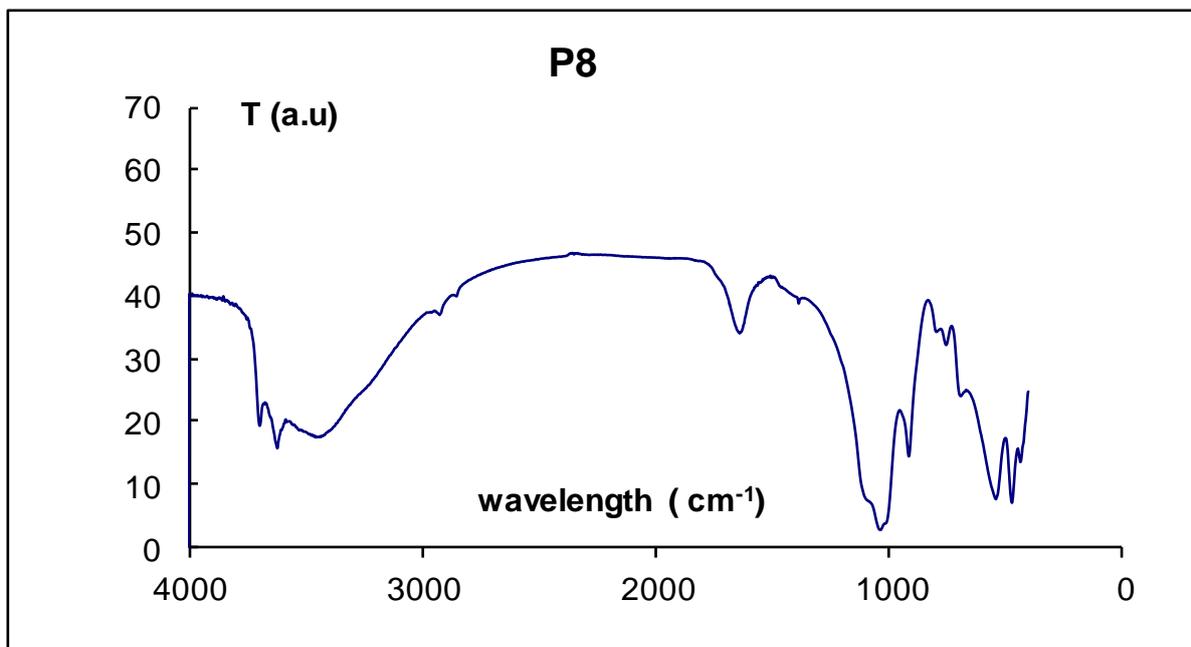
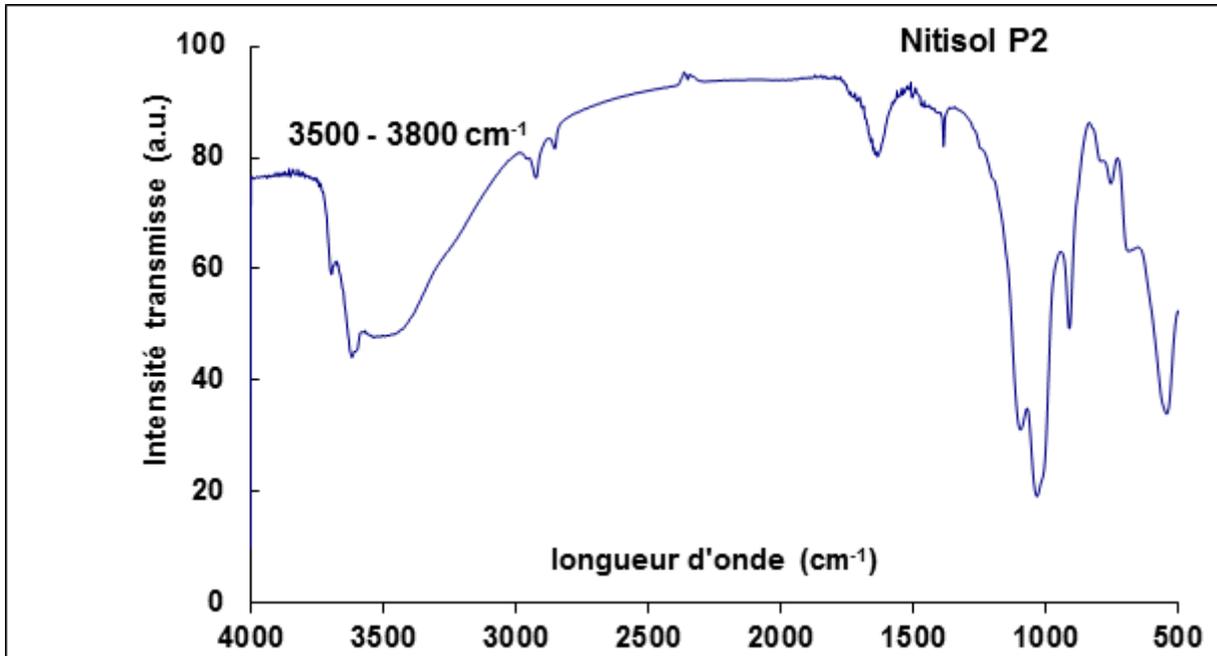


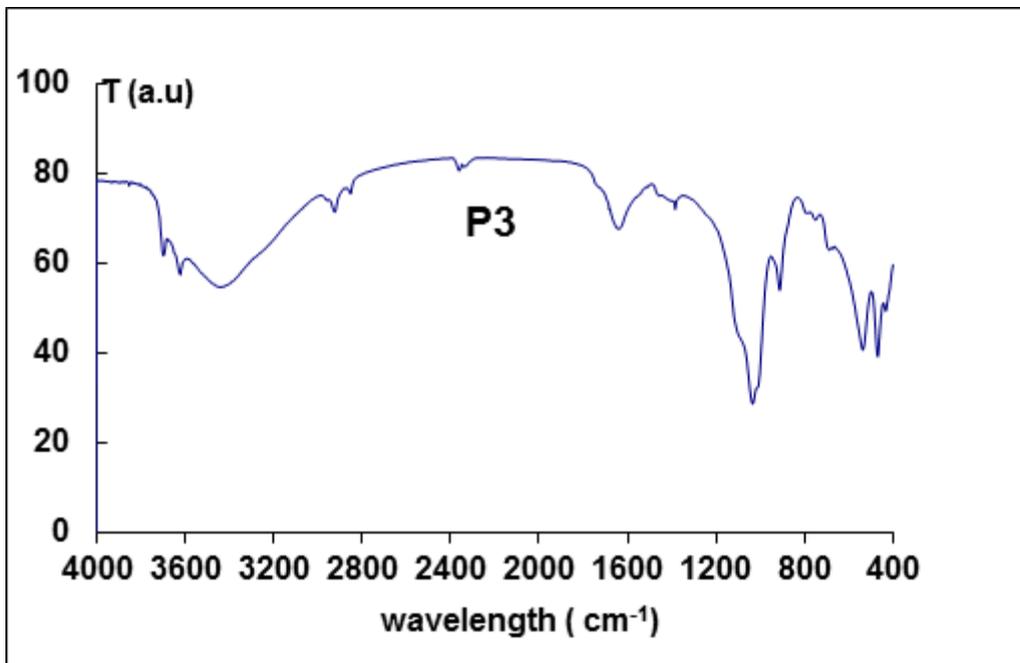
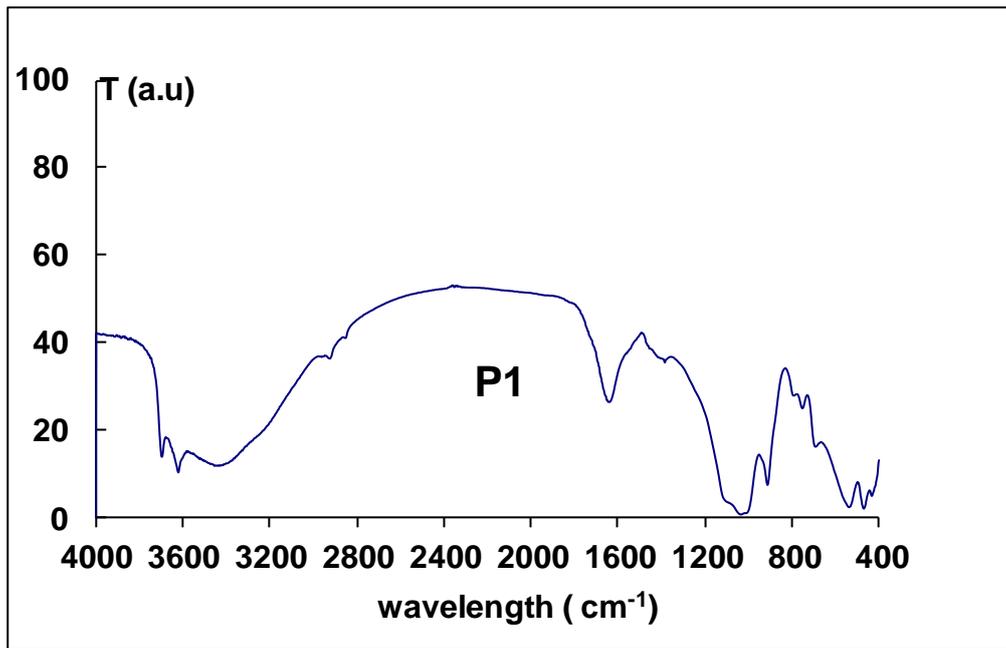


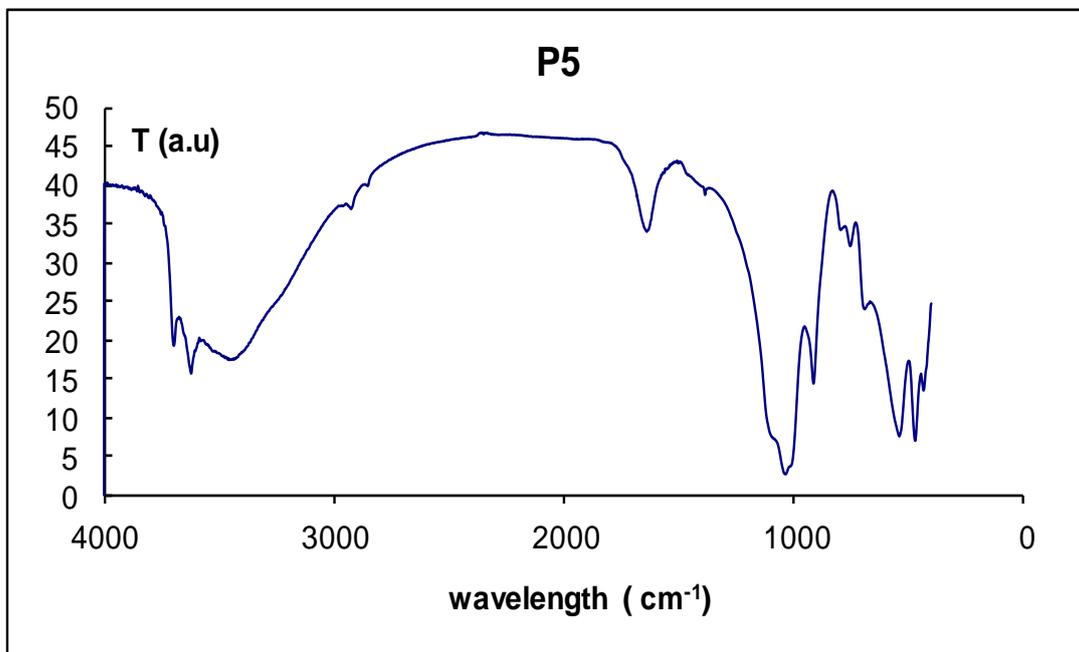
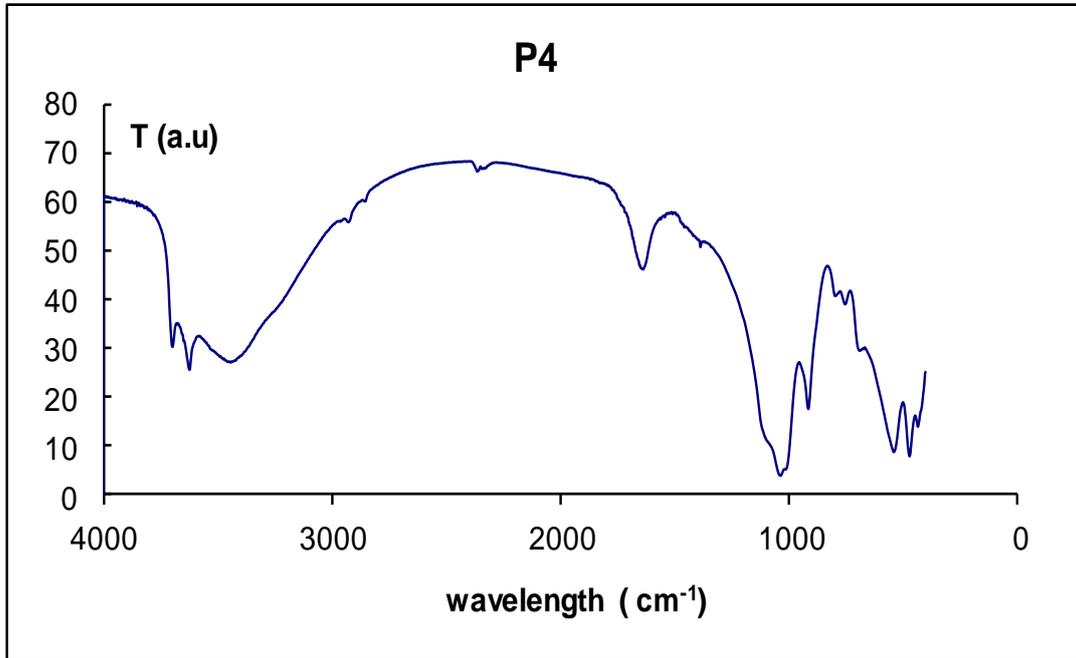


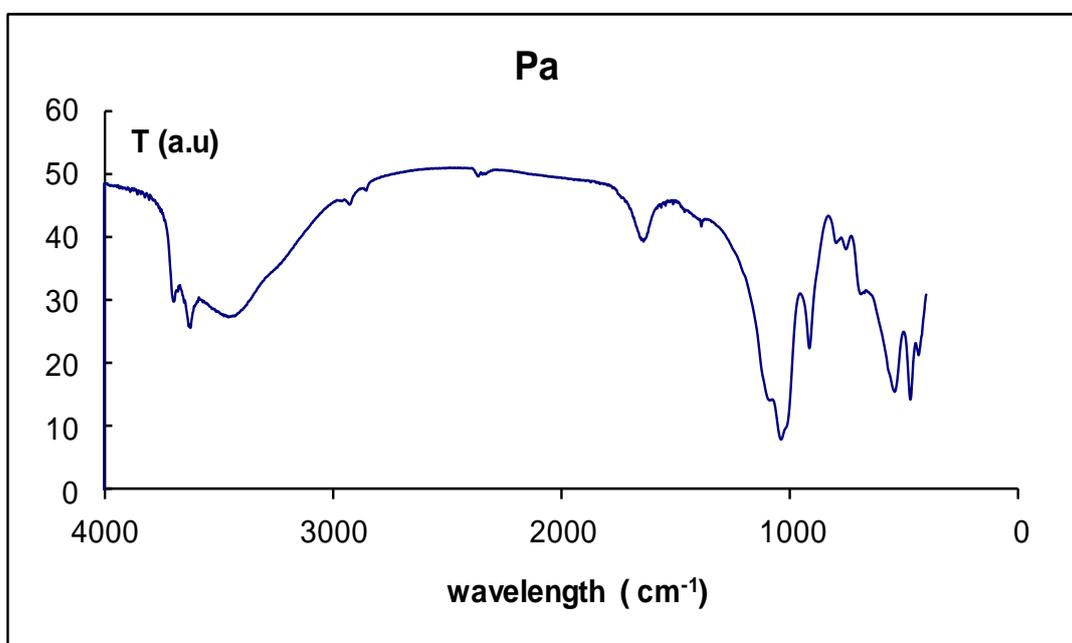
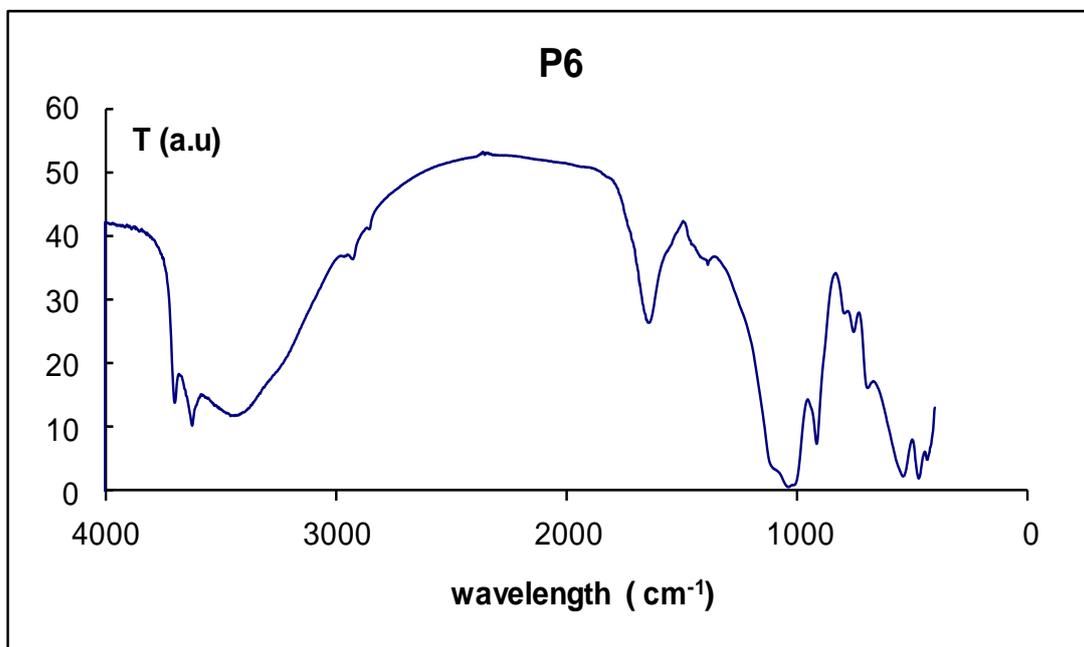


11.1.3. Spectres Infrarouges des parcelles étudiées











Centre scientifique et technique
Direction Eau, Environnement et Écotechnologies
3, avenue Claude-Guillemin
BP 36009 – 45060 Orléans Cedex 2 – France – Tél. : 02 38 64 34 34
www.brgm.fr