



Wallonie



**ÉCOLOGIE VÉGÉTALE ET
MICROBIENNE**

Département Biologie, Écologie, Évolution
Professeur M. CARNOL

**Subvention 2019-2020
Entre le Service public de Wallonie et l'Université de Liège**

(Dossier n° : D65-1405)

**ÉTUDE À LONG TERME DE LA BIOGÉOCHIMIE DES
ÉCOSYSTÈMES FORESTIERS**

Rapport final, mai 2020

B. BOSMAN, Q. VINCENT, S. RATCLIFFE et M. CARNOL

Collaboration technique :

A. Piret et A. TAHIRI

Table des matières

•	Résumé.....	3
1	Introduction.....	5
2	Matériel et Méthodes.....	8
2.1	Description des sites.....	8
2.2	Échantillonnage et analyse chimique des eaux	12
2.3	Mesure de la biomasse au sein des placettes.....	15
2.4	Analyse des sols (indicateurs biologiques)	16
2.5	Gestion des bases de données	21
3	Résultats et discussion	21
3.1	Mesures à long terme des concentrations et flux en éléments minéraux et en carbone organique dans deux bassins versants forestiers et évolution à long terme des dépôts acides et azotés.....	21
3.2	Mesures des indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers (échantillonnage de novembre 2019).....	27
3.3	Biomasse des arbres dans les placettes intensives de Waroneu.....	35
3.4	Gestion de la base de données.....	37
3.5	Historique des récoltes.....	44
3.6	Rapportage pour la directive NEC	48
4	Conclusions.....	49
	Bibliographie.....	51

Résumé

Depuis les années septante, le rôle des forêts a évolué d'une fonction principalement économique et productrice de bois vers une multifonctionnalité qui tient également compte des aspects écologiques, récréatifs, éducationnels et sociétaux. L'évolution des besoins de chacun et la prise en compte des services écosystémiques que les forêts peuvent nous fournir sont ainsi mis en avant. Parallèlement, le caractère non renouvelable des sols a été mis en évidence et des politiques ont été développées afin de préserver leur qualité.

Une gestion forestière plus 'durable' se développe en tenant compte des différentes fonctions de la forêt, ainsi que de l'influence des pressions anthropiques (exploitation, changements climatiques, pollution). La diversification des essences est apparue comme une option de gestion possible, afin de maintenir les services écosystémiques fournis par les forêts, d'augmenter la résistance et résilience aux stress. Pour mesurer l'impact de cette diversification, une bonne connaissance du fonctionnement de l'écosystème est indispensable. D'où le besoin d'outils de suivi et de diagnostic.

L'objectif général des recherches est d'étudier l'équilibre nutritionnel à long terme de deux bassins versants de ca. 80 ha, en mesurant les concentrations et les flux en éléments minéraux entrants (pluies, pluviollessivats) et sortants (solution du sol, exutoire), ainsi que d'évaluer la variabilité spatiale et temporelle de la qualité biologique des sols au sein de ces deux bassins versants. Les recherches concernent particulièrement l'effet des essences et des mesures de gestion sylvicole sur les activités microbiennes des sols et la biogéochimie de l'écosystème forestier.

Les concentrations et flux en éléments minéraux et en carbone organique dans les pluies, pluviollessivats, la solution du sol sont mesurés dans 15 placettes d'études intensives et à l'exutoire de deux bassins versants (La Robinette et Waroneu). En plus, la biomasse des arbres est mesurée bisannuellement et les sols sont analysés annuellement.

Ce rapport résulte d'une subvention entre le SPW et l'ULiège d'une durée de 12 mois.

Dans ce rapport nous présentons l'historique des mesures, la gestion de la base de données avec l'intégration des données avant et après 2014, les résultats de l'échantillonnage des sols de novembre 2019 pour les indicateurs biologiques, les mesures de biomasses des placettes du bassin versant de Waroneu, et des propositions d'installations et d'analyses complémentaires à mettre en place dans le cadre de la directive NEC.

Résultats

- Mesures à long terme des concentrations et flux en éléments minéraux et en carbone organique dans deux bassins versants forestiers et évolution à long terme des dépôts acides et azotés : Des graphiques montrant les concentrations pour les éléments majeurs dans les pluviollessivats des différentes placettes des deux bassins versants entre janvier 2013 et janvier 2018 ont été présentés.
- Mesures des indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers (échantillonnage de novembre 2019) : les analyses des indicateurs biologiques de la qualité des sols ont

été poursuivies en 2019. Nous constatons que la coupe des épicéas scolytés de la placette W05 de Waroneu a eu un impact négatif sur la biomasse microbienne (quantité des microorganismes), la minéralisation nette (activité des microorganismes) et le quotient microbien (qualité du substrat).

- Biomasse des arbres dans les placettes intensives de Waroneu : lors de l'inventaire 18 des 29 épicéas repris sur la placettes W05 de Waroneu avaient été abattus en urgence pour cause de dégâts dû aux scolytes.
- Gestion de la base de données : une méthodologie semi-automatique assurant une sauvegarde et un contrôle des données a été implémentée. Les données d'avant 2014 et celles entre 2014 et 2018 ont été agrégées en une seule base de donnée. La vérification de cette base de données est en cours, et des graphiques des concentrations, des calculs des budgets et les analyses statistiques pour les bassins versants intégrant les nouvelles placettes vont pouvoir être réalisés. La base de donnée ainsi pérennisée pourra être plus aisément exploitée, y compris par des tiers.
- Historique des récoltes : un article scientifique de forme 'data paper' est en cours de finalisation. Il reprendra l'historique de toutes les expériences, systèmes de récoltes et collecteurs installés dans les deux bassins versants de La Robinette et de Waroneu depuis le milieu des années 1980 jusqu'à maintenant, ainsi qu'une description détaillée de la base de données.
- Rapportage pour la directive NEC : le rapportage a été effectué comme prévu pour juillet 2019, nous attendons le retour d'information à son sujet. Nous avons réalisé un inventaire des données supplémentaires et des méthodes qu'il faudrait éventuellement implémenter ou modifier. Une complémentarité entre les demandes pour la directive NEC et le réseau eLTER existe entre autre pour des mesures de type météorologique et des mesures complémentaires lors des échantillonnages des sols. Il nous paraît important de pérenniser les bassins versants en tant qu'outils de mesures uniques au sein de la Wallonie et donc de veiller à nous adapter pour maintenir le plus haut standard possible pour la collecte et l'intégration de nos données.

1 Introduction

Nos forêts sont soumises à des stress dus à la pollution atmosphérique et aux changements globaux. Ainsi, les dépôts de polluants acides et azotés, combinés aux risques liés aux changements climatiques (réchauffement, sécheresses, pathogènes,...) constituent une menace pour les nombreux services écosystémiques fournis par les forêts. Ces services, indispensables au bien-être de l'homme, servent des fonctions écologiques (cfr services de régulation : climat, séquestration du carbone, qualité de l'eau, maladies,...), sociales (cfr. services culturels : éducationnel, bienfaits récréatifs) et économiques (cfr. services d'approvisionnement : nourriture, eau, bois,...). Le maintien de la santé des forêts, passe ainsi par l'adaptation de la gestion forestière aux conditions climatiques nouvelles et à l'augmentation de la résilience de l'écosystème face aux nombreux stress. Cette augmentation de résilience peut être atteinte par une augmentation/le maintien de différents composants qui déterminent la diversité, la qualité et la fertilité des écosystèmes forestiers. En particulier la biodiversité des espèces (y compris microbiennes) détermine la résilience de l'écosystème forestier aux conditions environnementales changeantes (Thompson et al., 2009).

Il apparaît donc indispensable de préserver la qualité des écosystèmes forestiers, tout en augmentant la biodiversité et en maintenant/augmentant la productivité forestière. Une prise de conscience des services écosystémiques (Carnol and Verheyen, 2010; Carnol et al., 2014) fournis par les forêts a mené à l'adoption du principe de développement durable des forêts dans le Code forestier de Wallonie. Y sont inscrits notamment les principes de multifonctionnalité (*'la coexistence harmonieuse de leurs fonctions économiques, écologiques et sociale'*), de protection des sols et de biodiversité (*'le maintien d'un équilibre entre les peuplements résineux et les peuplements feuillus, et la promotion d'une forêt mélangée et d'âges multiples, adaptée aux changements climatiques et capable d'en atténuer certains effets'*). Par ailleurs, l'accord-cadre de recherche forestière, le plan quinquennal de recherche forestière et la mise en place de "l'Observatoire pour la santé des forêts » témoignent d'une réelle volonté d'améliorer nos connaissances sur le fonctionnement de l'écosystème forestier wallon et de mettre en place des outils de surveillance.

Des programmes de surveillance et des recherches écosystémiques à long terme s'avèrent essentiels dans l'analyse des changements dans l'environnement. Ils permettent d'acquérir une compréhension détaillée des processus qui contrôlent le fonctionnement des écosystèmes et de démêler les changements dus aux facteurs naturels et anthropiques (Haase et al., 2016; Vanderbilt and Gaiser, 2017). Un programme de surveillance peut être utilisé à la fois pour évaluer, par exemple, l'impact d'instruments politiques dans la gestion sylvicole, et comme cadre de réalisation de projets de recherche à court-moyen terme (Lindenmayer and Likens, 2010a, 2010b).

Dans l'écosystème forestier, la nutrition des plantes, et par conséquent la productivité, dépend essentiellement des cycles biogéochimiques, qui peuvent être définis comme *'la circulation permanente des éléments minéraux entre compartiments de l'écosystème, les végétaux et les horizons des sols prospectés par les racines'* (Ranger et al., 1995). Les cycles

sont caractérisés par des relations réciproques plante-sol. Les (micro)-organismes du sol jouent un rôle essentiel dans les cycles biologiques, *via* leurs activités dans la décomposition de la matière organique, contrôlant ainsi la disponibilité en éléments nutritifs. Par ailleurs, la végétation influence les cycles biologiques *via* la restitution de la litière au sol (Carnol and Bazgir, 2013) et son influence sur les processus dans la rhizosphère (Augusto et al., 2002) par son impact sur les apports atmosphériques par les pluviollessivats. La qualité du sol et les processus (micro-)biologiques qui s’y déroulent apparaissent donc comme éléments clés pour le fonctionnement et la fertilité de l’écosystème forestier. La fertilité/qualité des sols est donc un indicateur clé pour la gestion durable de l’écosystème forestier (Nambiar, 1996), car elle est liée en grande partie à la productivité et à l’état de santé des arbres (suivie par l’Observatoire Wallon de la Santé des Forêts).

Ainsi, le Laboratoire d’écologie végétale et microbienne propose à ce niveau une recherche alliant une surveillance stratégique (‘Strategic monitoring’) de l’écosystème forestier (pollution acide et azotée, équilibre nutritionnel de l’écosystème, biogéochimie en bassin versant), permettant la détection de changements à long terme, avec une recherche scientifique liée à cette surveillance et axée principalement sur le fonctionnement biologique des sols forestiers (‘Research-related monitoring’), améliorant nos connaissances sur le fonctionnement global de l’écosystème et fournissant une base pour la prise de décisions stratégiques. Ces deux piliers (amélioration des connaissances et informations stratégiques) constituent avec un troisième (inventaire opérationnel-inventaire forestier national) la base du nouveau système de surveillance de la santé de la forêt en Suède (Wulff et al., 2011).

Nous étudions l’équilibre nutritionnel dans deux bassins versants forestiers avec un total de 15 placettes pour la collecte des pluies, pluviollessivats et solutions des sols en plus des deux exutoires et la qualité biologique du sol (Malchair et al., 2010 ; Krüger et al., 2017) dans 12 de ces placettes sélectionnées comme des couples sols – essences représentatifs de ces deux bassins versants. L’approche ‘bassins versants’ est particulièrement appropriée pour étudier la dynamique des éléments nutritifs dans un écosystème forestier. En effet, le calcul de budgets ‘entrées-sorties’ peut servir d’indicateur clé pour observer une variation dans les réserves en éléments nutritifs suite à un changement de la gestion forestière.

Alors que les paramètres biologiques sont actuellement reconnus comme mesures intégratives de la qualité du sol, plusieurs questions restent en suspens. Tout d’abord, l’absence d’un référentiel des valeurs de base rend l’interprétation des résultats difficile. De plus, la variabilité spatiale et saisonnière des paramètres, ainsi que la sensibilité de ceux-ci vis-à-vis des variations environnementales et des impacts anthropiques sont très peu connues. L’interprétation de ces paramètres biologiques requiert donc une étude plus approfondie de ces derniers afin d’identifier les indicateurs du fonctionnement biologique et de la qualité des sols forestiers et, de manière plus générale, des écosystèmes forestiers.

Depuis le début des études (1980-84, puis depuis 1986), une base de données avait été compilée par l’intermédiaire des logiciels dbase, puis SAS. La difficulté d’accès à la base *via* ce logiciel, sa méconnaissance par les jeunes scientifiques (qui apprennent R), et la succession du personnel scientifique engagé sur ces subventions annuelles, nous ont incités à revoir notre

système de gestion de la base de données. De plus, les données acquises depuis l'installation de nouvelles placettes (2013) étaient stockées séparément, avec une structure différente et sous un autre format (excel). Afin d'assurer la pérennité et la possibilité d'utilisation des données par des personnes extérieures, la création d'un système de référencement et l'homogénéisation de la base de données se sont ainsi avérés indispensables.

Objectifs

L'objectif général de la recherche est d'**étudier l'équilibre nutritionnel à long terme de deux bassins versants**, en mesurant les concentrations et les flux en éléments minéraux entrants (pluies, pluviolessivats) et sortants (solution du sol, exutoire), ainsi que d'**évaluer la variabilité spatiale et temporelle de la qualité biologique des sols** au sein de ces deux bassins versants. Les recherches concernent particulièrement l'effet des essences et des mesures de gestion sylvicole sur les activités microbiennes des sols et la biogéochimie de l'écosystème forestier.

L'approche se fait à plusieurs échelles. Les mesures au niveau de placettes d'études intensives permettent d'appréhender plus particulièrement les processus (micro)biologiques, alors que le suivi à long terme au niveau du bassin versant forestier intègre la variabilité spatiale et temporelle des processus et permet d'étudier l'impact global (étude des budgets en éléments nutritifs) des actions sylvicoles.

Lors des subventions précédentes, 15 placettes intensives ont été équipées ou rééquipées de dispositifs de collecte (90 collecteurs de pluviolessivats, 104 bougies poreuses) et les récoltes ont débutées en janvier 2013 pour les pluviolessivats et en janvier 2014 pour les bougies poreuses. Des mesures de la biomasse des arbres ont été réalisées dans les placettes d'étude intensive à Waroneu en 2013, 2015, 2017 et 2019 et à la Robinette en 2014, 2016 et 2018. Des échantillonnages de sol ont été réalisés en juin 2013, en janvier, mai et novembre 2014, en mai et décembre 2015, en novembre 2016, 2017, 2018 et 2019. Les mesures de l'évolution des concentrations et flux en éléments minéraux et en carbone organique dans les pluies, pluviolessivats, la solution du sol et l'exutoire de deux bassins versants ont été poursuivis.

Ce rapport résulte d'une subvention entre le SPW et l'ULiège d'une durée d'un an.

La structure du programme de recherche, dans la continuité des mesures commencées dans les subventions précédentes, est la suivante :

1. Réaliser des mesures à long terme sur les concentrations et flux en éléments minéraux, et en carbone organique dans deux bassins versants forestiers
2. Fournir des mesures à long terme sur les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers
3. Gérer et pérenniser les bases de données
4. Étudier l'évolution à long terme des dépôts acides et azotés
5. Rapportage dans le cadre de la directive NEC 2016/2284
6. Valoriser et disséminer les résultats des recherches

2 Matériel et Méthodes

2.1 Description des sites

Les bassins versants de La Robinette (https://data.lter-europe.net/deims/site/LTER_EU_BE_27) et de Waroneu (https://data.lter-europe.net/deims/site/LTER_EU_BE_17) sont localisés dans le forêt domaniale de l'Hertogenwald sur la commune de Baelen (Figure 1). Ils sont situés dans la région agricole de la 'Haute Ardenne' qui s'étend sur une superficie de 828 km² et qui est caractérisée par son altitude relativement haute, pour la Belgique, (400-700 m), ses températures relativement plus faibles, ses précipitations élevées, et son important couvert forestier (38,1 %) à faible productivité. Le substrat géologique des deux bassins versants appartient au "Massif de Stavelot", localisé sur un substrat rocheux du Cambrien-Ordovicien avec principalement des sols limono-caillouteux, consistants en quartzites, quartzo-phyllasses and phyllasses, couvert d'un sol brun acide (Buldgen, 1984). Le profil de sol est de type AC ou ABwC, et l'horizon B structural repose souvent sur un horizon à texture limoneuse, compact et dense, souvent gleyifié, appelé « fragipan » ("argile blanche"), à une profondeur de 40-80 cm (Timal et al., 2012), contrariant le drainage. Le sol est acide, de type moder à dysmoder et présente une faible saturation en bases (Buldgen, 1984; Ratcliffe et al., 2018).

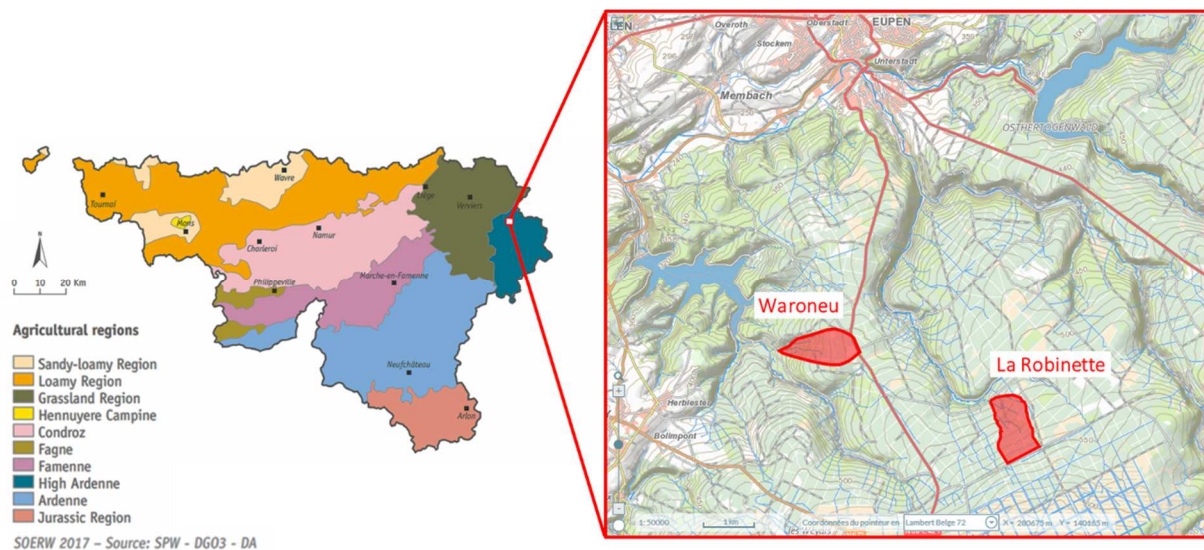


Figure 1: Localisation des bassins versants de La Robinette et de Waroneu parmi les régions agricoles de Wallonie.

Le bassin versant de la Robinette a une surface de 81 ha et se trouve à une altitude comprise entre 470 et 530 m dans le bassin de drainage de La Soor. La pluviosité moyenne est de 1300 mm par an et la température annuelle moyenne est de 7°C. Le bassin versant est suivi scientifiquement depuis 1980, avec une interruption entre 1984 et 1986. Initialement, La Robinette était entièrement couverte d'épicéas (*Picea abies* (L.) KARST.), mais après des

coupes d'éclaircie (de Mai à Décembre 1989; environ -10%) et des chablis (tempête de Février 1990; environ -10%), le couvert forestier était significativement réduit et fragilisé. En conséquence, une parcelle mixte de Sitkas (*Picea sitchensis* (Bong.) Carrière) - épicéas de 3.5 ha a été plantée en 1993 et 22 ha supplémentaires d'épicéas ont subi une coupe à blanc en 1996. En 1998, des aulnes (*Alnus glutinosa* (L.) GAERTN.), des chênes pédonculés (*Quercus robur* L.), des bouleaux (*Betula pendula* ROTH.), des saules (*Salix caprea* L.), des sapins nobles (*Abies procera* Rehd.) et des sorbiers (*Sorbus aucuparia* L.) ont été plantés en rangs alternés, espacés de 2.5 m dans 4 parcelles clôturées de 2 ha chacune. Des hêtres (*Fagus sylvatica* L.) ont aussi été plantés le long des chemins forestiers, ainsi que des aulnes, des sorbiers, des bouleaux et de chênes dispersés dans le bassins versants (avec des protections individuelles pour les protéger des dégâts du gibier). La clôture de la parcelle la plus au nord du bassin versant (celle de la placette R10) a été enlevée fin 2014 et les clôtures des deux parcelles centrales ont été enlevées en 2017. La clôture de la placette R07 est encore en place. Les régénérations naturelles d'épicéas ont produit une succession de fourrés à travers tout le bassin versant, avec des arbres de la même classe d'âge que les plantations de feuillus (Carnol and Bazgir, 2013) (Figure 2, Tableau 1).

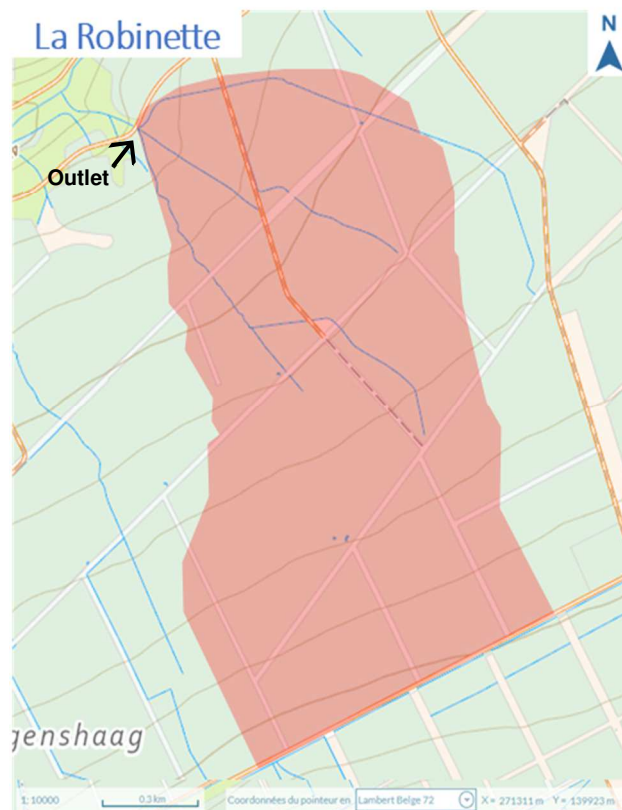


Figure 2: Bassin versant de La Robinette (source: WalOnMap, 02/2019)

Années	1981*	1991	2011
Régénération d'épicéas en mélange avec plantations de feuillus (1998)	0	0	29.8
Régénération d'épicéas (1998)			36.6
Epicéas adultes	99	85	14
Plantation mixte sitkas/épicéas	0		4.1
Plantations de feuillus (1998)	0		10.5
Découvert	1	15	5

* âges: > 90 a: 31%, 70-90 a: 15%, 40-60 a: 47%, 0-40 a: 6%

Tableau 1: Évolution du couvert forestier (%) du bassin versant de La Robinette estimé en 1981 (Buldgen, 1984; Hambuckers and Piret, 1991), en 1994 sur base de photographies infrarouges de 1991 (Anonymous, 1994), et en 2011 sur base des carnets de triages du DNF en combinaison avec des cartes digitales (831/120, 831/50; brigade de Verviers) (Debruxelles et al., 2012a)

Le bassin versant de Waroneu a une surface de 83 ha et se trouve à une altitude comprise entre 310 et 430 m dans le bassin de drainage de La Gileppe (Figure 3). Le pluviosité moyenne annuelle est d'environ 1200 mm. Les concentrations et les flux en éléments minéraux sont suivis dans les principaux compartiment du bassin versant de Waroneu depuis 1980. A cette époque, 39% de la surface du bassin versant était couverte de feuillus (hêtres, *Fagus sylvatica* L., chênes sessiles, *Quercus petraea* (Matt.) Liebl., and bouleaux, *Betula pendula* ROTH.) et 60% par des épicéas (*Picea abies* (L.) KARST.). En 2011, ces proportions avaient changé et il restait 37% d'épicéas, 45% de feuillus et 17% de découverts (tableau 2) (Debruxelles et al., 2012b). En 1992, Waroneu a été amendé avec 3 T/ha de dolomite et 200 kg/ha sulfate de potassium.

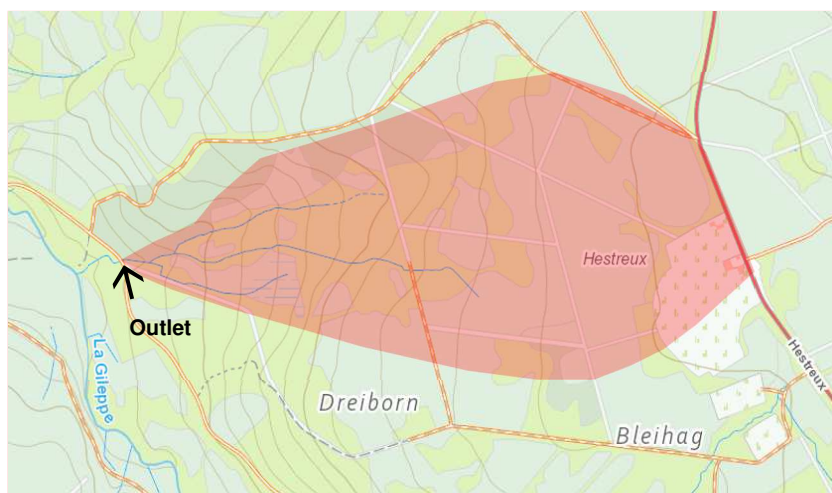


Figure 3 : Bassin versant de Waroneu (source: WalOnMap, 02/2019)

Années	1981	1991	2011
Epicéas		50	37**
Autres conifères (<i>Douglas fir, Abies grandis</i>)	60*	1	1
Feuillus ^v	39	35	45***
Découvert	1	14	17

Note: prairies et clairières sont comprises dans 'découverts';

^v*Fagus sylvatica, Quercus robur, Betula pendula*

*/**/**: en % de la surface couverte par arbres de classes d'âge :

* épicéas 70-90 y: 23%, épicéas 40-60y :68%, 10-30y: 7%, douglas 20-30y: 2%;

** 48-113 y: 25%; 1-26 y: 13%;

***126-151 y: 43%, 1-34 y: 3%.

Tableau 2: Evolution du couvert forestier (%) à Waroneu estimé en 1980 (Buldgen, 1984; Hambuckers and Piret, 1991), en 1994 sur base de photographies infrarouges de 1991 (Anonymous, 1994), et en 2011 sur base des carnets de triages du DNF en combinaison avec des cartes digitales (831/120, 831/50; brigade de Verviers) (Debruxelles et al., 2012a)

Par ailleurs, plusieurs expériences visant à mesurer l'impact de différentes pratiques de gestion et d'exploitation forestières sur le cycle des éléments minéraux ont été menées sur les deux bassins versants :

- **Amendement.** En 1992, le bassin versant de Waroneu a été amendé (dolomie et sulfate de potassium ; 3t/ha de dolomite 55/40 et 200kg/ha de K₂SO₄). Le risque d'une augmentation de la nitrification par une augmentation du pH du sol faisait craindre une altération de la qualité de l'eau à l'exutoire (augmentation des concentrations en nitrates). Aucun effet majeur de l'amendement sur les concentrations en nitrates des eaux en aval n'a été détecté (Carnol, 1996).
- **Coupe à blanc.** Fin 1996, 22 ha de pessière ont été abattus à la Robinette. En effet, suite aux coupes d'éclaircie et aux chablis, la couverture végétale à la Robinette était réduite à 45% et la majorité des arbres restants étaient déstabilisés. L'opportunité s'offrait donc d'effectuer l'exploitation du bois, la base de données et la connaissance écosystémique du bassin versant acquises lors de plus de 15 ans de recherches constituant une situation idéale pour une étude de référence. La coupe à blanc a engendré une exportation accrue d'éléments nutritifs du bassin versant, suite notamment à une augmentation des flux en eau à l'exutoire (Carnol and Guillaume, 2005 ; Guillaume and Carnol, 2005) .
- En 1998, un **programme de reboisement** en accord avec les nouvelles pratiques forestières débuta à la Robinette. Des feuillus, choisis selon le "Guide de boisement" et le "Fichier

écologique des essences", furent plantés à grand écartement, avec protection individuelle afin de développer des semenciers dans le bassin versant. Des feuillus (ainsi que des sapins nobles) furent aussi plantés dans 4 parcelles clôturées de 2 ha (Carnol and Bosman, 1999).

2.2 Échantillonnage et analyse chimique des eaux

Dispositifs d'échantillonnage à long terme

Certaines « anciennes » installations ont été conservées et sont constituées de :

- Pluies à découvert (récolte mensuelle) :
 - une station de collecte des pluies (à découvert) dans chaque bassin versant, chacune constituée de 3 pluviomètres avec 5 collecteurs de 10 cm de diamètre placés en ligne et espacés d'un mètre ; récolte mensuelle. A partir de janvier 2015, 3 pluviomètres supplémentaires (pour un total de 6) ont été ajoutés dans les 2 placettes à découvert dans chaque bassin versant. En hiver, les 6 pluviomètres sont remplacés par 6 seaux de 5 litres et de 330 cm² de surface pour collecter la neige.
- Pluiolessivats (récolte mensuelle) :
 - 6 pluviomètres (x 5 collecteurs de 10 cm de diamètres) dans une station 'Intensive' (RI) en bordure du bassin versant de La Robinette, suivie depuis 1990, récolte mensuelle. En hiver, les 6 pluviomètres sont remplacés par 6 seaux de 5 litres et de 330 cm² de surface pour collecter la neige.
- Exutoires (Robinette et Waroneu) :
 - Échantillonnage journalier à l'aide d'un échantillonneur automatique et mesure du débit en continu. Les analyses chimiques sont réalisées sur les échantillons semi-mensuels (2 échantillons/mois) reconstitués à partir des échantillons journaliers et sur base des volumes d'eau quotidiens.

Échantillonnage dans les placettes sols-végétation (12 placettes)

Afin d'étudier l'impact des essences et du type de sol, six placettes ont été choisies dans chaque bassin versant en fonction de la végétation et du type de sol (Debruxelles et al., 2012a). Les 12 placettes d'échantillonnage font 18 m de rayon pour le suivi de la biomasse (Inventaire Permanent des Ressources Forestières de Wallonie). Pour l'installation des pluviomètres, des bougies poreuses, des résines échangeuses d'ions (de 2014 à 2016) et les prélèvements de sol, un carré de 30 m de côté (divisé en 9 sous-carrés), conformément au protocole du projet européen FunDivEurope, a été superposé à ce cercle (Figure 4).

Schéma d'une parcelle

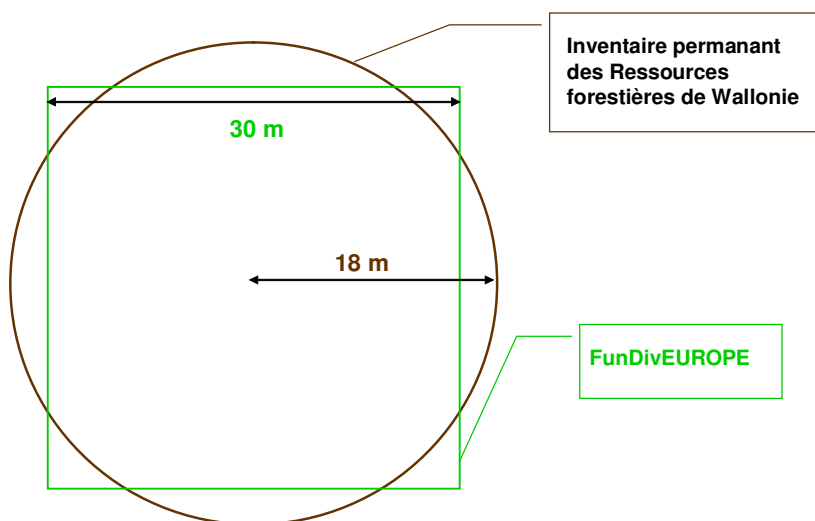


Figure 4: schéma d'une parcelle d'échantillonnage.

La disposition des placettes au sein des deux bassins versants est représentée dans les figures 5 et 6.

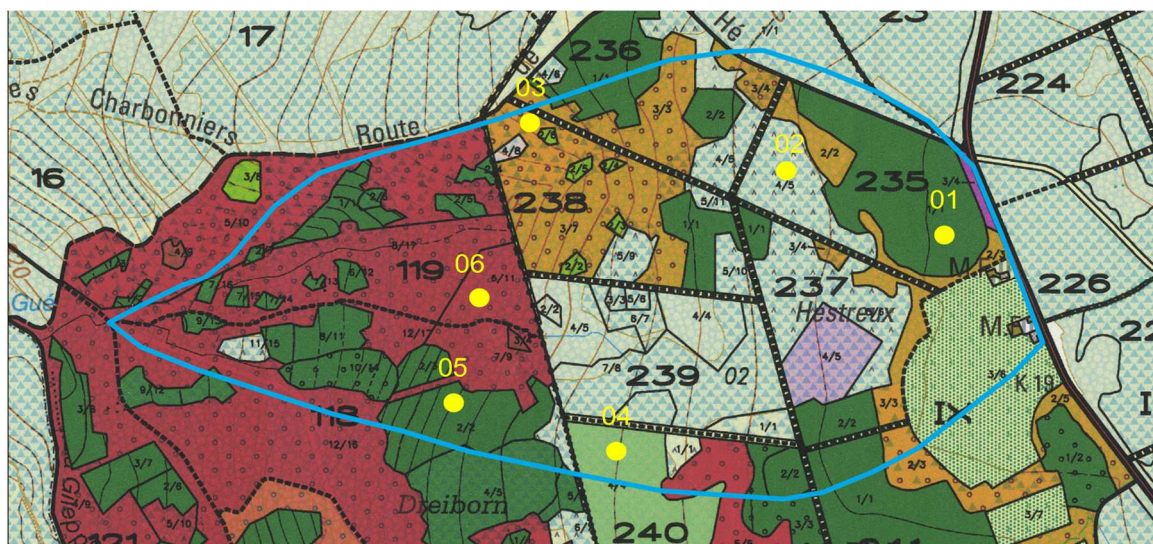


Figure 5 : disposition des 6 placettes du bassin versant de Waroneu ;

- 01 : épicéas adultes sur sol hydromorphe,
- 02 : découvert sol hydromorphe,
- 03 : chênes sur sol brun acide,
- 04 : épicéas jeunes sur sol hydromorphe,
- 05 : épicéas adultes sur sol brun acide,
- 06 : hêtres sur sol brun acide en pente.

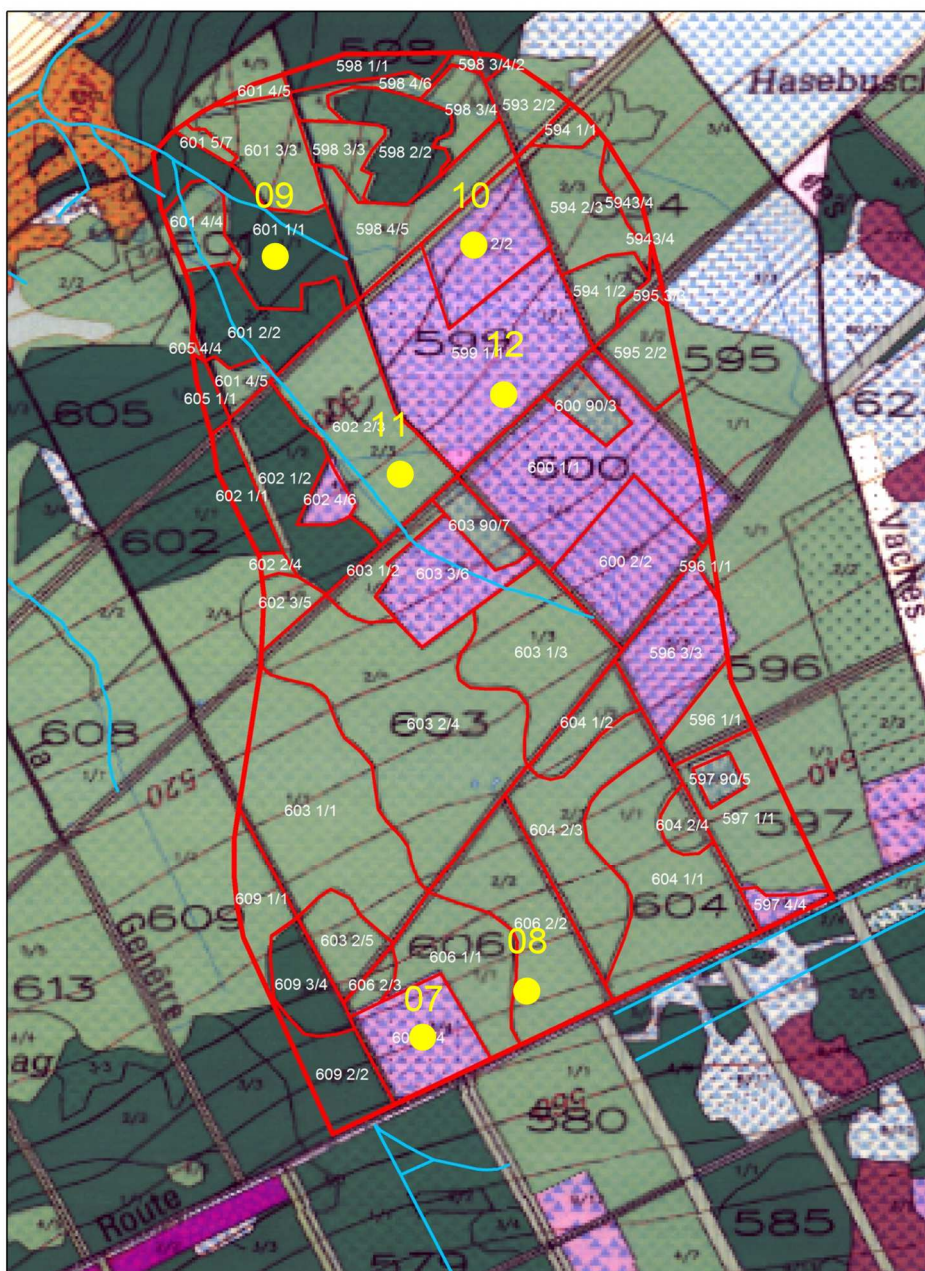


Figure 6: disposition des 6 placettes du bassin versant de la Robinette ;

- 07 : parcelle 1 essences en mélange sur sol hydromorphe,
- 08 : épicéas jeunes sur sol hydromorphe,
- 09 : épicéas adultes sur sol brun acide,
- 10 : parcelle 4 essences en mélange sur sol brun acide,
- 11 : mélange épicéas de sitkas / épicéas sur sol hydromorphe,
- 12 : découvert sur sol hydromorphe

Chaque placette d'échantillonnage est équipée de :

1. 6 pluviomètres, chacun constitué de 5 collecteurs de 10 centimètres de diamètre, sont installés de manière aléatoire stratifiée au sein de la placette afin de récolter les pluviolésivats. Chacun des 5 collecteurs d'un pluviomètre est relié à une bouteille de récolte individuelle de 2 litres (enterrée). Pour chacun des 6 pluviomètres, un échantillon

réunissant le volume des 5 collecteurs est constitué mensuellement. Premier relevé : janvier 2013. En hiver, les 6 pluviomètres sont remplacés par 6 seaux de 5 litres et de 330 cm² de surface pour collecter la neige.

2. 8 bougies poreuses en téflon (PRENART soil water sampler, Danemark), chacune, reliée à une bouteille en verre fumé dans lequel une dépression de -65kPa est appliquée sont réparties de manière aléatoire stratifiée (une seule bougie par sous carré de 10*10 m) au sein de la placette. Toutes les deux semaines les bouteilles sont dépressurisées. La récolte des échantillons de la solution du sol est mensuelle. Premier relevé : septembre 2013

Analyse chimique des eaux

Dans les échantillons d'eau (pluies, pluviolessivats, solution du sol, eau à l'exutoire), l'acidité et la conductivité sont mesurée à l'aide d'un pH-mètre – conductimètre et, après filtration, les cations sont dosés par spectrométrie d'émission atomique (ICP-AES) à torche axiale (Varian-Vista et depuis mars 2019 Agilent 5100 dual-view), l'ammonium et les phosphates par méthode colorimétrique au moyen d'un auto-analyseur (Bran & Luebbe), les anions (nitrates, sulfates, chlorures) par HPLC (High Performance Liquid Chromatography, Hitachi) et le carbone organique dissous par un analyseur de carbone (LABTOC TOC Analyser et depuis janvier 2018 un Analytik Jena Multi N/C 3100 TOC/TN Analyser).

2.3 Mesure de la biomasse au sein des placettes

La quatrième mesure de la biomasse des arbres du bassin versant de Waroneu a été effectuée en décembre 2019. La circonférence à 1.3 m (mètre ruban), la hauteur totale (Nikon Laser Forestry Pro), la distance par rapport au centre de la placette, l'azimut et l'essence sont relevés. L'échantillonnage suit la méthodologie de celui de L'inventaire Permanent des Ressources Forestières de Wallonie (Lecomte H., 2003) en utilisant quatre placettes circulaires concentriques :

- une placette de 18 m de rayon (la plus grande, surface de 10 ares) où tous les arbres vivants de la futaie dont la circonférence à 1,3 m est supérieure ou égale à 120 cm sont mesurés;
- une placette de 9 m de rayon (surface de 2,5 ares) comportant tous les arbres moyens, c'est-à-dire tous les bois dont la circonférence à 1,3 m est comprise entre 70 et 119 cm ;
- une placette de 4,5 m de rayon (surface de 0,635 ares) comportant les tiges résineuses et feuillues dont la circonférence à 1,5 m est comprise entre 20 cm (seuil d'inventaire) et 69 cm ; cette placette est également destinée à l'échantillonnage des brins du taillis (en taillis comme en taillis sous futaie) ;
- une placette de 2,25 m de rayon (surface de 0,16 ares) dont l'objectif est la description de la régénération naturelle des peuplements (brins n'ayant pas atteint le seuil de mesure).

Le volume total aérien d'un arbre (hormis le feuillage) est calculé à partir des équations de Valle (Valle et al., 2006).

La quantité de carbone stockée dans les arbres vivants est calculée à partir des équations issues de Latte (Latte et al., 2013) :

- (1) Carbone aérien = $VTOT * WD * 0,5$
- (2) Carbone souterrain = carbone aérien * BEF2
- (3) Carbone total = $VTOT * WD * (1 + BEF2) * 0,5$

où :

- VTOT est le volume aérien total de biomasse ligneuse issue du bois (m^3), calculé pour les arbres entiers à partir de la circonférence à 1,3 m et de la hauteur totale selon (Vallet et al., 2006);
- WD est l'infra-densité en t/m^3 (Wagenführ and Schreiber, 1985) cité par (Latte et al., 2013);
- BEF2 est un coefficient de forme utilisé afin d'estimer la biomasse souterraine (Vande Walle et al., 2005);
- le facteur 0,5 permet de passer de la biomasse à la masse de carbone (Vande Walle et al., 2005).

2.4 Analyse des sols (indicateurs biologiques)

Pour chacune des 12 placettes de 30 m de côté des deux bassins versants, un échantillon de sol est prélevé, dans 6 (choisis au hasard) des 9 sous-carrés de $10 * 10$ m (soit un total de 72 échantillons). Une structure carrée de $0,25 * 0,25$ m est utilisée pour délimiter le point d'échantillonnage. La litière non fragmentée et les branches sont retirées. Puis l'ensemble de l'horizon organique (O) est prélevé à l'aide d'une palette métallique dans toute la surface de la structure carrée.

La première campagne d'échantillonnage des sols à la Robinette et à Waroneu s'est déroulée le 10 et le 11 juin 2013. Au vu de l'hiver long, cet échantillonnage est considéré comme représentatif des conditions 'printanières'. Profitant de l'hiver clément, nous avons choisi d'échantillonner à la Robinette et à Waroneu le 10 janvier 2014. Le troisième prélèvement s'est déroulé le 23 mai 2014 et le quatrième le 25 novembre 2014. Lors de l'échantillonnage du 25 novembre 2014, des analyses supplémentaires ont été réalisées ; des mesures de nitrification potentielle, des extractions à l'eau chaude et eau froide des formes d'azote et du carbone (évaluation de carbone labile) et un dosage des éléments échangeables. Un cinquième échantillonnage a été effectué le 11 mai 2015, un sixième échantillonnage le 10 décembre 2015 et un septième le 28 novembre 2016 (Ratcliffe et al., 2018), un huitième échantillonnage le 7 novembre 2017, un neuvième le 5 novembre 2018 (avec dosage des éléments échangeables en plus des bio indicateurs) et le dixième le 7 novembre 2019.

La capacité au champ (WHC) :

La capacité au champ a été mesurée par une méthode volumétrique (WHC, Haines-funnel system, Jenkinson and Powlson, 1976) dans laquelle 30 g du sol frais sont saturés (ajout de 50 ml d'eau) pendant 30 min.

La teneur en eau et en matière organique du sol :

Comme nos résultats analytiques sont exprimés par rapport au poids sec du sol, il est indispensable de connaître la teneur en eau du sol. Environ cinq grammes de sol frais sont pesés dans un creuset qui est ensuite placé dans un four à 105°C pendant au moins trois heures. L'humidité du sol est calculée à l'aide de l'équation :

$$E\% = ((\text{poids frais} - \text{poids sec}) / \text{poids frais}) * 100$$

La perte au feu (LOI – « loss on ignition ») donne une indication de la quantité de matière organique du sol perdue après calcination à 550°C. Les échantillons, après séchage à 105°C, sont placés au four à mouffles à 550°C pendant une nuit. La teneur en matière organique est calculée à l'aide de l'équation :

$$\text{LOI}\% = ((\text{poids sec (105°C)} - \text{poids sec (550°C)}) / \text{poids sec (105°C)}) * 100$$

Une estimation du carbone organique total (Corg) est obtenue en divisant la perte au feu (LOI) par 1.72.

La minéralisation nette de l'azote (Nmin) :

Cette méthode mesure la minéralisation nette de l'azote (production d'azote minéral) à humidité et température constantes. La minéralisation nette est mesurée par la production de NH_4^+ et NO_3^- pendant la durée de l'incubation (28 jours à 20°C). Le contenu en N- NO_3^- et N- NH_4^+ est analysé par colorimétrie avec un auto-analyseur (Auto-Analyzer 3, Bran + Luebbe, Allemagne) après extraction du sol avec une solution de KCl à 1M.

La minéralisation nette est évaluée en calculant la différence entre les valeurs d'azote minéral dans le sol après et avant l'incubation. Le résultat est exprimé en $\text{mg N kg}^{-1} \text{ sol sec jour}^{-1}$.

La nitrification relative est le rapport N-NO_3^- après incubation / (N-NH_4^+ après incubation + N-NO_3^- après incubation) * 100. Elle est exprimée en pourcent.

La respiration potentielle (C-CO2) :

La mesure de la respiration est un indice de l'activité des organismes hétérotrophes. Ces derniers ont besoin d'un apport de matière organique comme source d'énergie et de carbone pour leur métabolisme. Le produit de leur métabolisme est le CO_2 et sa production reflète leur degré d'activité.

La respiration potentielle est mesurée par la production de CO_2 au cours d'une incubation de 3h à 15°C. La vitesse de production de CO_2 (exprimée en $\mu\text{g de C-CO}_2 \text{ g}^{-1} \text{ de sol sec h}^{-1}$) est calculée à partir de la régression linéaire des concentrations en C- CO_2 en fonction du temps.

La biomasse microbienne (Cmic) :

La fumigation au chloroforme tue les micro-organismes et provoque la libération des constituants microbiens. Pour estimer la taille de la biomasse microbienne du sol on soustrait le contenu des extraits avant fumigation (teneur en C et en N du sol) des extraits après la fumigation (teneur en C et N du sol + C et N en provenance de la lyse des cellules).

Chaque échantillon de sol est réparti en deux aliquotes ; l'un est directement soumis à une extraction au K_2SO_4 0,5M, l'autre est incubé pendant trois jours et fumigé avec du chloroforme sans éthanol avant d'être également soumis à l'extraction.

La biomasse microbienne (C_{mic}) est déterminée en soustrayant le contenu en carbone organique (mesuré avec analyseur de carbone organique total par infrarouge, Analytika Jena multi N/C 3100) des extraits des échantillons fumigés de celui des non fumigés. Cette valeur indique la quantité en carbone libérée lors de la lyse des micro-organismes. Elle est ensuite divisée par un facteur de correction ($k_{EC} = 0,45$) (Beck et al., 1997) qui dépend des propriétés du sol. La valeur du facteur de conversion représente la fraction de carbone microbien libérée lors de l'incubation sous chloroforme. Elle est nécessaire pour convertir la quantité de carbone mesurée en biomasse microbienne. C_{mic} est exprimé en $mg\ C\ kg^{-1}\ sol\ sec$.

La teneur en azote dans la biomasse microbienne (N_{mic}) est déterminée en soustrayant le contenu en azote organique (mesuré avec analyseur d'azote organique total, Analytika Jena multi N/C 3100) des extraits des échantillons fumigés de celui des non fumigés. Cette valeur est ensuite multipliée par un facteur de correction ($k_{EN} = 0,54$; Brookes et al., 1985) qui dépend des propriétés du sol et qui représente la fraction d'azote microbien libérée lors de l'incubation. Elle est exprimée en $mg\ N-N_{tot}\ kg^{-1}\ sol\ sec$.

Le quotient métabolique (qCO_2) :

Un moyen de mesurer l'activité microbienne et la vitesse du turnover du carbone est le quotient métabolique. Ce quotient permet une comparaison directe de l'efficacité de l'utilisation des substrats par les micro-organismes dans différents sols. Il représente le rapport entre la quantité de C- CO_2 produite par la respiration du sol et la quantité de C_{mic} contenue dans celui-ci. Une grande efficacité à utiliser le substrat est donnée par une valeur faible du qCO_2 . Le quotient métabolique du CO_2 est exprimé en $\mu g\ C-CO_2\ g^{-1}\ C_{mic}^{-1}\ h^{-1}$ (Knoepp et al., 2000).

Le quotient microbien (q_{mic}) :

Le quotient microbien est le rapport entre la quantité de carbone microbien et la quantité de carbone total du sol. Il rend compte de la qualité de la matière organique du sol et des changements de processus dans les sols. Il permet de comparer plusieurs sols ou de suivre leurs évolutions au cours du temps.

L'indice de potentiel métabolique des bactéries du sol (diversité fonctionnelle des bactéries) :

L'indice de potentiel métabolique des bactéries du sol (précédemment appelé diversité fonctionnelle ou métabolique) peut être définie comme le nombre de substrats utilisable par la communauté bactérienne et la vitesse à laquelle ces substrats sont utilisés. Cet indice serait plus

important que la diversité génétique ou structurelle pour la stabilité à long terme des écosystèmes et peut donc être employée comme indicateur de la qualité du sol. L'indice de potentiel métabolique peut être étudié par l'analyse des profils physiologiques via les profils d'utilisation de sources uniques de carbone. Cette méthode fournit des informations sur les fonctions métaboliques du sol dans leur ensemble plutôt que sur une fonction spécifique. Elle implique une inoculation d'un extrait de bactéries du sol sur une microplaque 'Biolog Ecoplate' (contenant 31 sources de carbone (table 1), des nutriments ainsi qu'un indicateur coloré) suivie d'une incubation. L'activité bactérienne est détectée par le développement d'une coloration violette indiquant la réduction de l'indicateur (sel de tétrazolium) contenu dans la microplaque. Cette méthode donne des indications sur l'activité des bactéries cultivables et non celle des champignons qui ne peuvent pas réduire l'indicateur coloré.

<i>Groupe biochimique</i>	<i>Substrat</i>	<i>Code sur la plaque</i>
Acides aminés (n = 6)	L-Arginine	A4
	L-Asparagine	B4
	Acide Glycyl-L-Glutamique	F4
	L-Phénylalanine	C4
	L-Sérine	D4
	L-Thréonine	E4
Carbohydrates (n = 10)	D-Cellobiose	G1
	i-Erythritol	C2
	Acide D-Galactonique γ - Lactone	A3
	N-Acétyle-D-Glucosamine	E2
	Glucose-1-Phosphate	G2
	β - Méthyl-D-Glucoside	A2
	D, L- α -Glycérol Phosphate	H2
	α - D-Lactose	H1
	D-Mannitol	D2
	D-Xylose	B2
Acides carboxyliques (n = 9)	Acide γ - Hydroxybutyrique	E3
	Acide α - Ketobutyrique	G3
	Acide D- Galacturonique	B3
	Acide D- Glucosaminique	F2
	Acide Itaconique	F3
	Acide D-Malique	H3
	Acide Pyruvique Méthyl Ester	B1
	Acide 2- Hydroxy Benzoïque	C3
	Acide 4- Hydroxy Benzoïque	D3
Amines (n = 2)	Phényléthylamine	G4
	Putrescine	H4
Polymères (n = 4)	α - Cyclodextrine	E1
	Glycogène	F1
	Tween 40	C1
	Tween 80	D1

Table 3 : Liste des 31 substrats présents dans les microplaques de type 'Biolog Ecoplate'.

La mise au point de la méthode d'extraction des bactéries du sol et de l'ensemencement des plaques 'Biolog' a été discutée dans une subvention précédente (Bosman et Carnol, 2012) Cette méthode se résume par :

- extraction des bactéries du sol par une agitation à l'aide d'un 'vortex' pendant 1 minute dans une solution de cholate de sodium à 0,1%, ensemencement des boîtes de Pétri

contenant un milieu R2A agar avec 100 µl de dilutions 10^{-2} , 10^{-3} et 10^{-4} de la solution d'extraction, après 48 h d'incubation à 20°C comptage des colonies à la dilution appropriée.

- inoculation des 'Biolog Ecoplate' avec 100 µl de la solution d'extraction obtenue comme précédemment à la dilution calculée pour obtenir une concentration de 1500 CFU pour 100 µl, incuber les microplaques pendant 72 h à 20°C avant de lire les puits positifs.

La lecture des puits positifs se fait visuellement ; dès qu'un puits se colore en violet il est noté comme positif. L'indice de potentiel métabolique des bactéries du sol (diversité fonctionnelle), exprimé en pourcentage, est calculé en sommant le nombre de puits positifs divisé par le nombre de puits total (31), le tout multiplié par 100.

Depuis novembre 2017, nous avons réalisé des mesures de l'absorbance à 590 nm de tous les puits à l'aide d'un spectrophotomètre. Cette mesure supplémentaire permet de mesurer l'intensité de la coloration violette de manière précise. Nous avons ainsi pu calculer deux indices supplémentaires pour chaque échantillon :

- 1) l'AWCD (average well-color development) déterminé comme suit : $AWCD = \sum DO_i / 31$ où DO_i est la valeur de la densité optique de tous les puits, pour un échantillon de sol donné, moins la densité optique du blanc.
- 2) l'indice de diversité de Shannon H déterminé comme suit : $H = -\sum p_i (\ln p_i)$ où p_i est le ratio de l'activité de chaque substrat (la densité optique) et la somme des activités des 31 substrats.

Analyses statistiques :

Pour étudier l'effet des placettes intensives sur ces indices biologiques, une ANOVA à un critère (« placettes ») a été appliquée dans les deux bassins versants pour chaque échantillonnage (Statistica 10). Des tests 'post-hoc' de Duncan ont été réalisés pour déterminer les différences significatives ($p < 0.05$) entre placettes.

2.5 Gestion des bases de données

Nous avons créé un inventaire de tous les collecteurs utilisés depuis le début des études sur base des noms des échantillons (depuis 1979). Les modifications, au cours du temps, de la couverture végétale ont nécessité la création de nouvelles variables (par exemple le type d'essence) et l'ajout des coordonnées GPS. La création d'un document reprenant l'historique des récoltes et la cartographie des collecteurs a été réalisé afin de fournir des métadonnées les plus exhaustives possibles pour les utilisateurs. Ce travail se concrétise sous la forme d'un 'data paper'. Le 'data paper' est une publication qui décrit un jeu de données scientifiques brutes, notamment à l'aide d'informations précises, appelées métadonnées. Les données décrites sont accessibles par un lien pérenne (DOI) où elles sont correctement formatées. Le 'data paper' est publié sous la forme d'un article examiné par les pairs dans une revue scientifique à comité de lecture international, comme un article scientifique classique. Cela permet d'assurer que les données soient compréhensibles par tous (homogénéité et descriptions claire des variables etc.) pour des usages sur le long terme. Les détails de cette mise à jour de la base de données est décrit dans la section 'résultats'.

3 Résultats et discussion

3.1 Mesures à long terme des concentrations et flux en éléments minéraux et en carbone organique dans deux bassins versants forestiers et évolution à long terme des dépôts acides et azotés

Les mesures à long terme ont été poursuivies comme décrit dans la section Matériel et Méthodes. En particulier, les exutoires de La Robinette et de Waroneu ont été remis en état (érosion des berges et accumulation de sédiments en aval des exutoires) ; la clôture de la parcelle R07 de la Robinette a été réparée et rehaussée (avec l'aide et l'accord du DNF) ; les installations de la parcelle W05 de Waroneu ont dû être démontées puis réinstallées pour permettre la coupe de la majorité des épicéas qui étaient scolytés. La classification de cette parcelle sera modifié dans la base de données (couvert → découvert), mais nous avons choisi de maintenir les mesures, car elles seront représentatives de l'effet de l'évolution du couvert forestier du bassin versant.

Vu le temps considérable investi dans la pérennisation de la base de données, et vu que le travail est encore en cours de finalisation, nous avons décidé de ne pas réaliser des analyses statistiques poussées. Nous présentons par conséquent ici les graphiques des concentrations des pluviollessivats dans les placettes installées en 2013.

Calcium

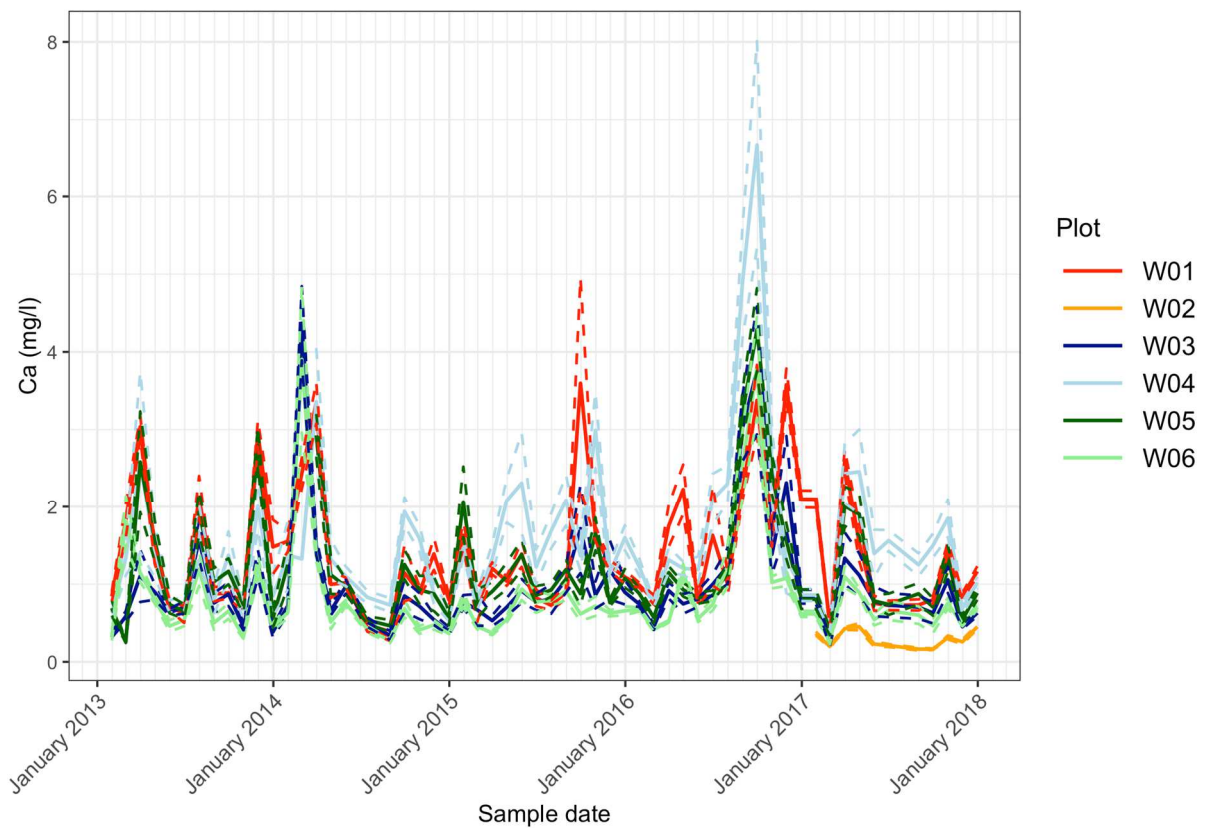
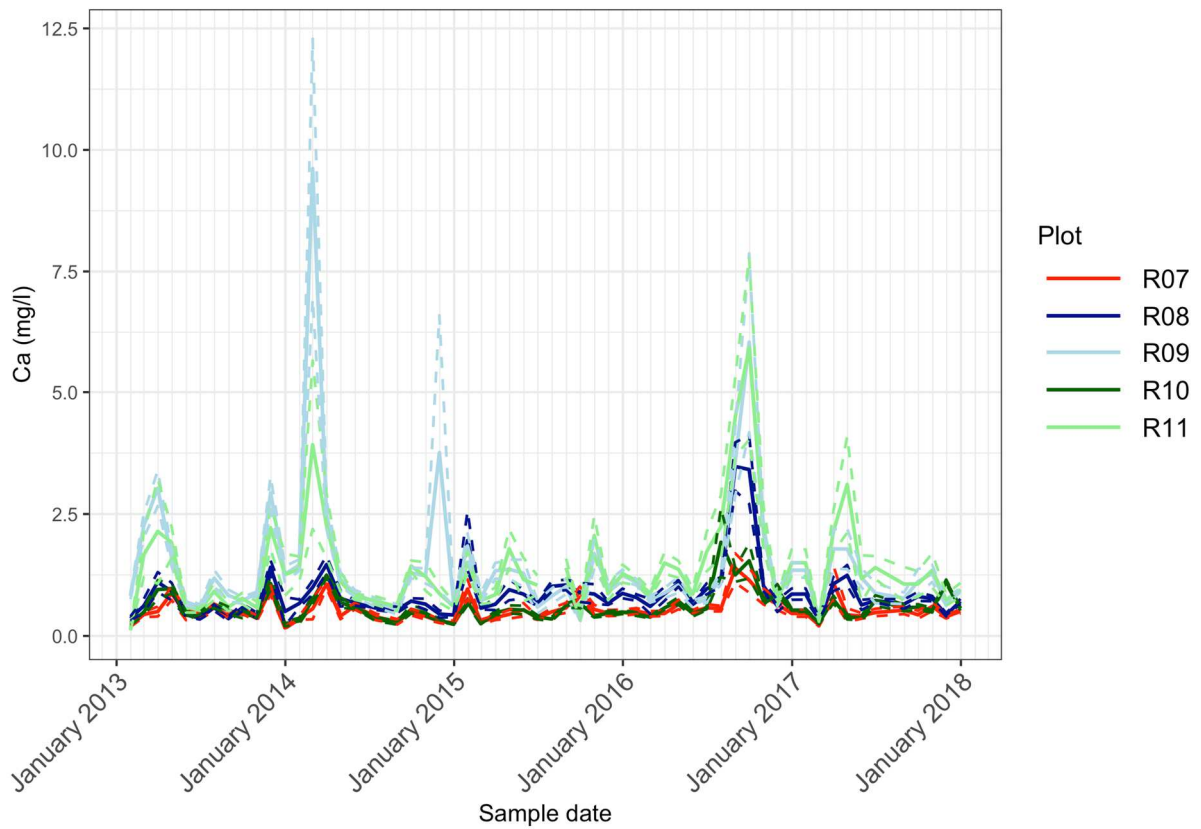


Figure 7 et 8 : moyennes pondérées par les volumes (ligne pleine) et erreurs types (ligne pointillée) (n=6) des concentrations en calcium ($\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$) dans les pluviolissivats de La Robinette et de Waroneu entre janvier 2013 et janvier 2018 dans les différentes placettes.

Potassium

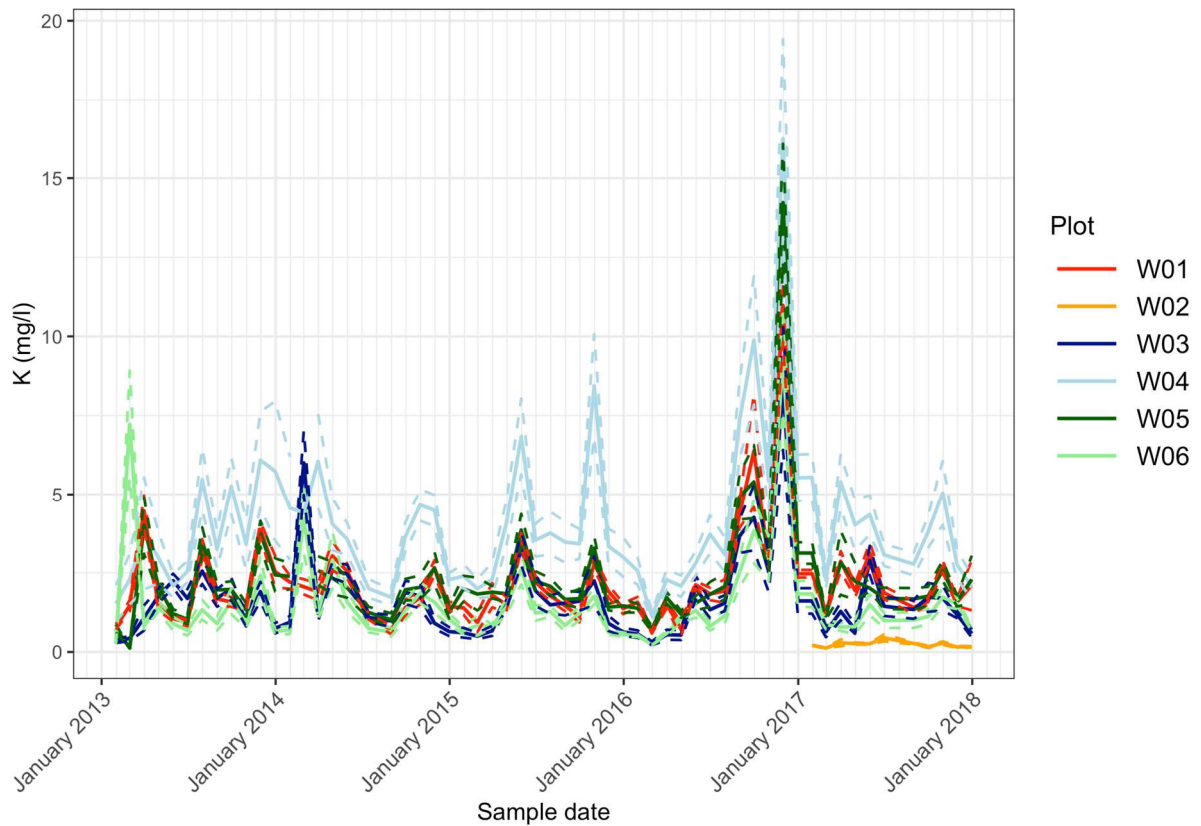
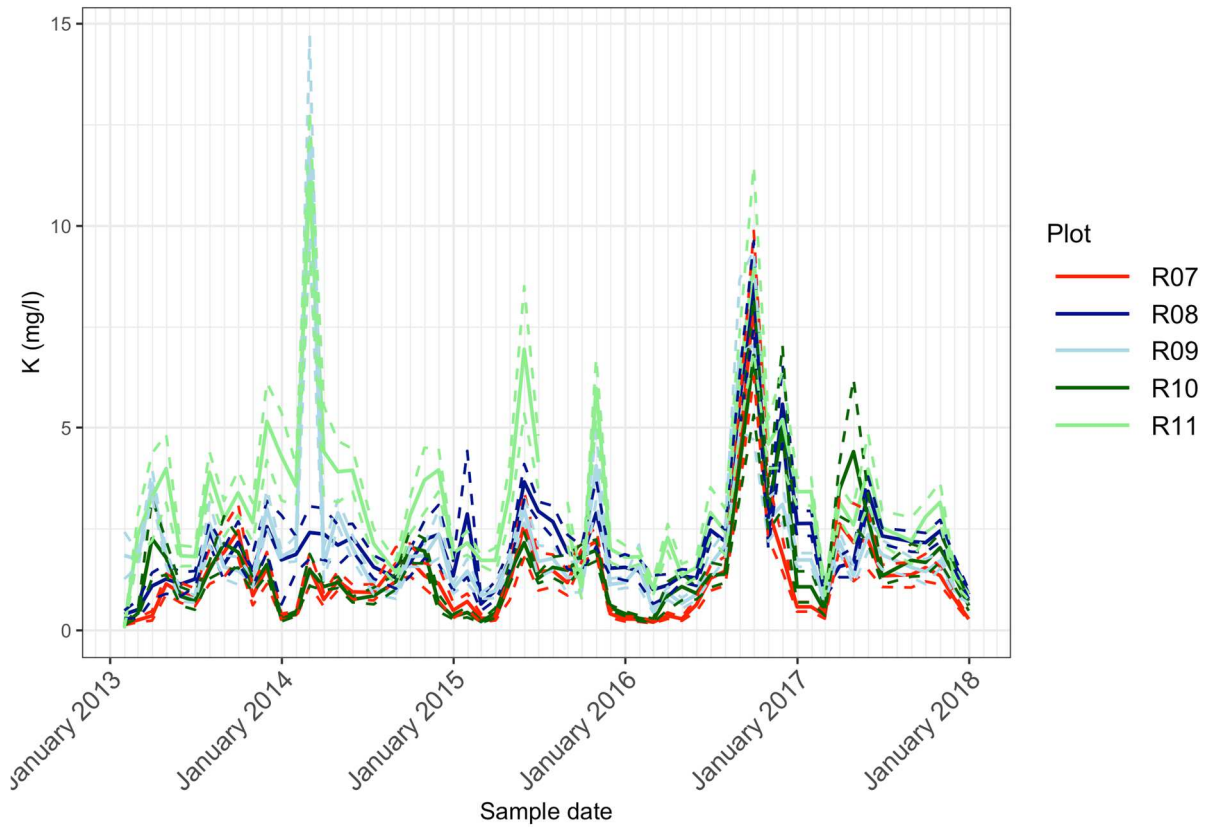


Figure 9 et 10 : moyennes pondérées par les volumes (ligne pleine) et erreurs types (ligne pointillée) (n=6) des concentrations en potassium (mg.l^{-1}) dans les pluviollessivats de La Robinette et de Waroneu entre janvier 2013 et janvier 2018 dans les différentes placettes.

Magnésium

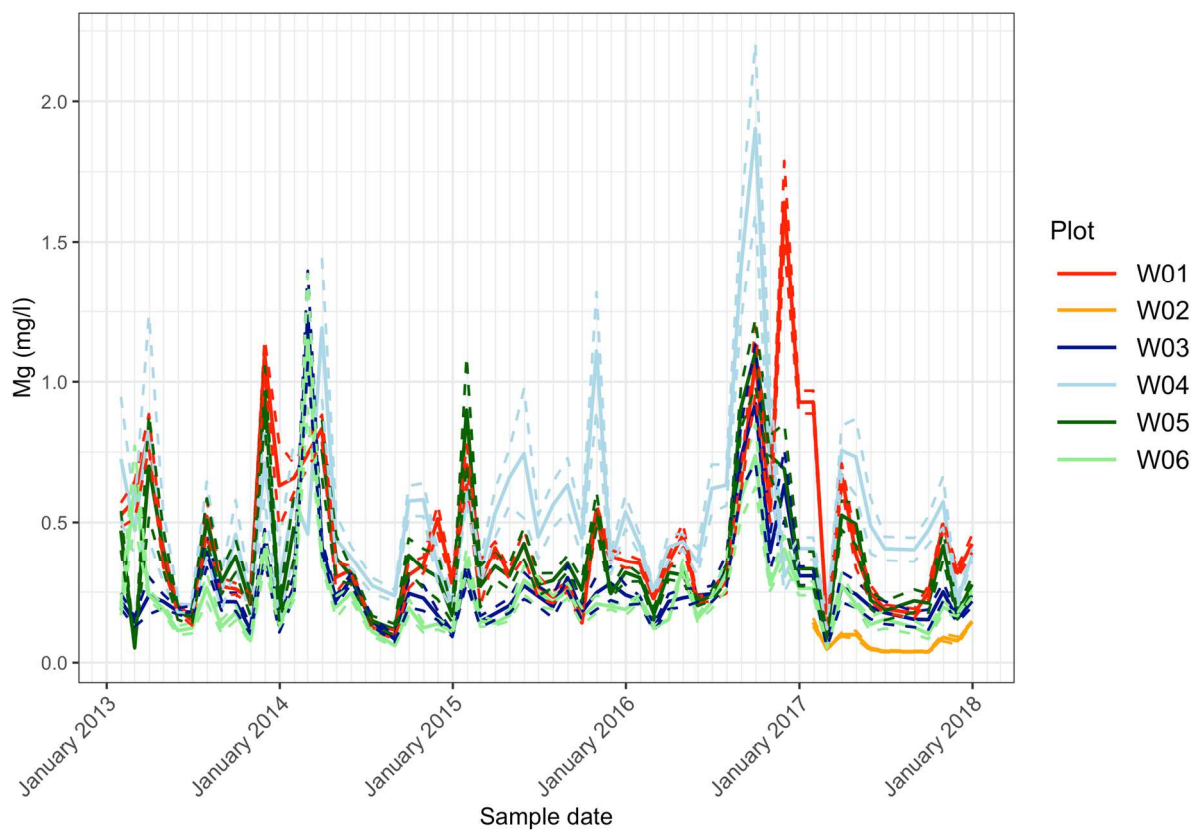
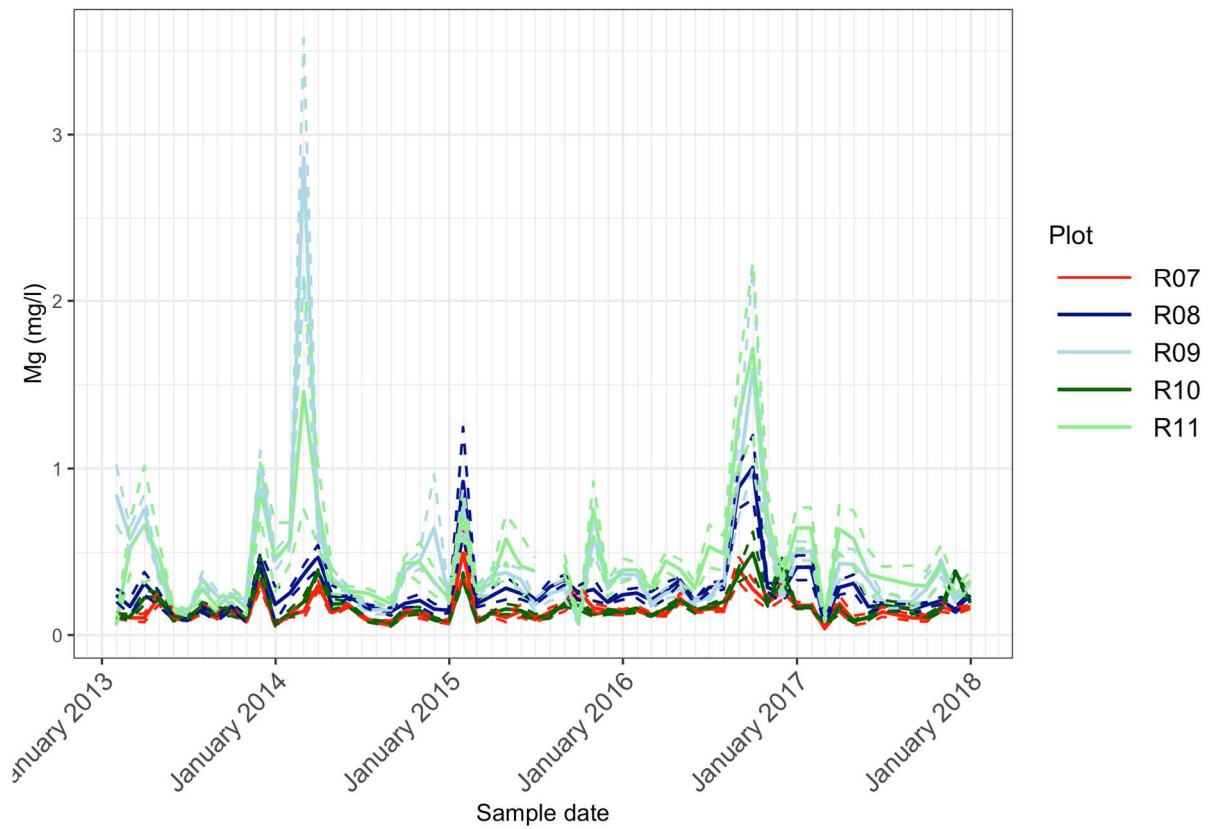


Figure 11 et 12 : moyennes pondérées par les volumes (ligne pleine) et erreurs types (ligne pointillée) ($n=6$) des concentrations en magnésium (mg.l^{-1}) dans les pluviocessivats de La Robinette et de Waroneu entre janvier 2013 et janvier 2018 dans les différentes placettes.

Ammonium

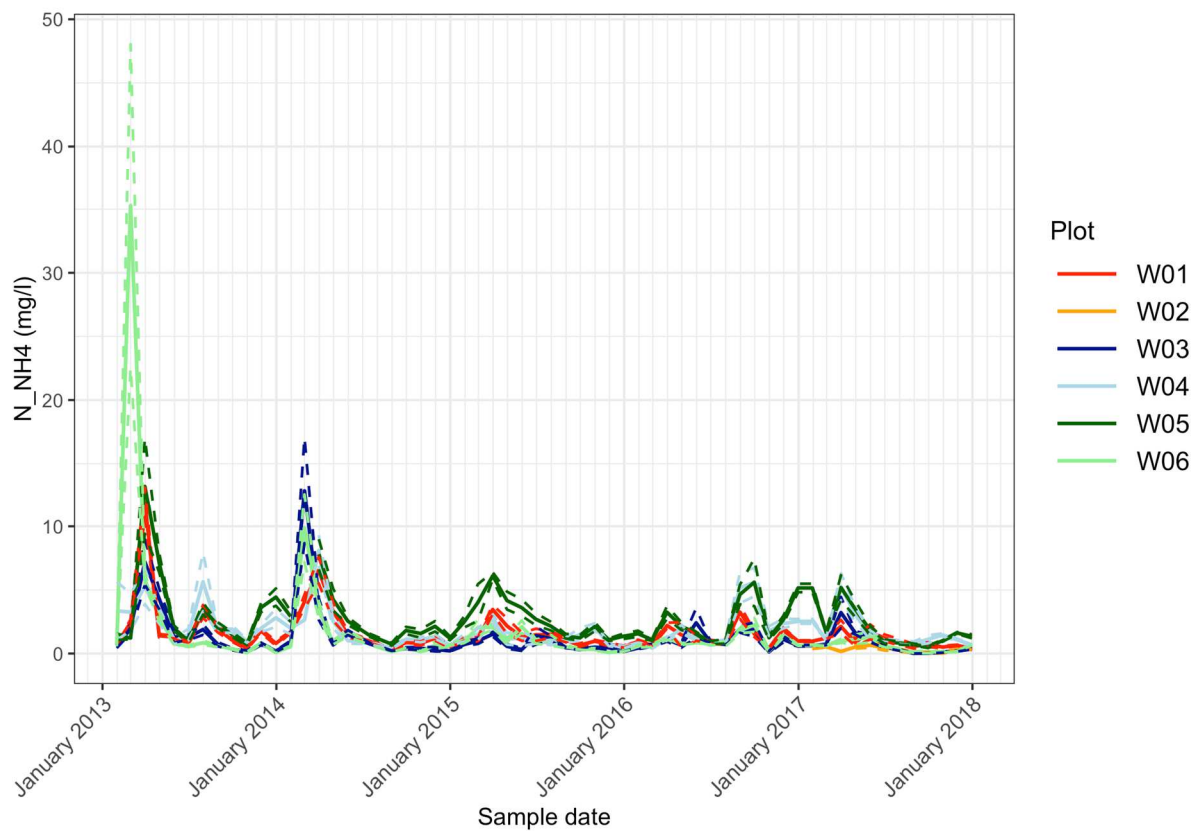
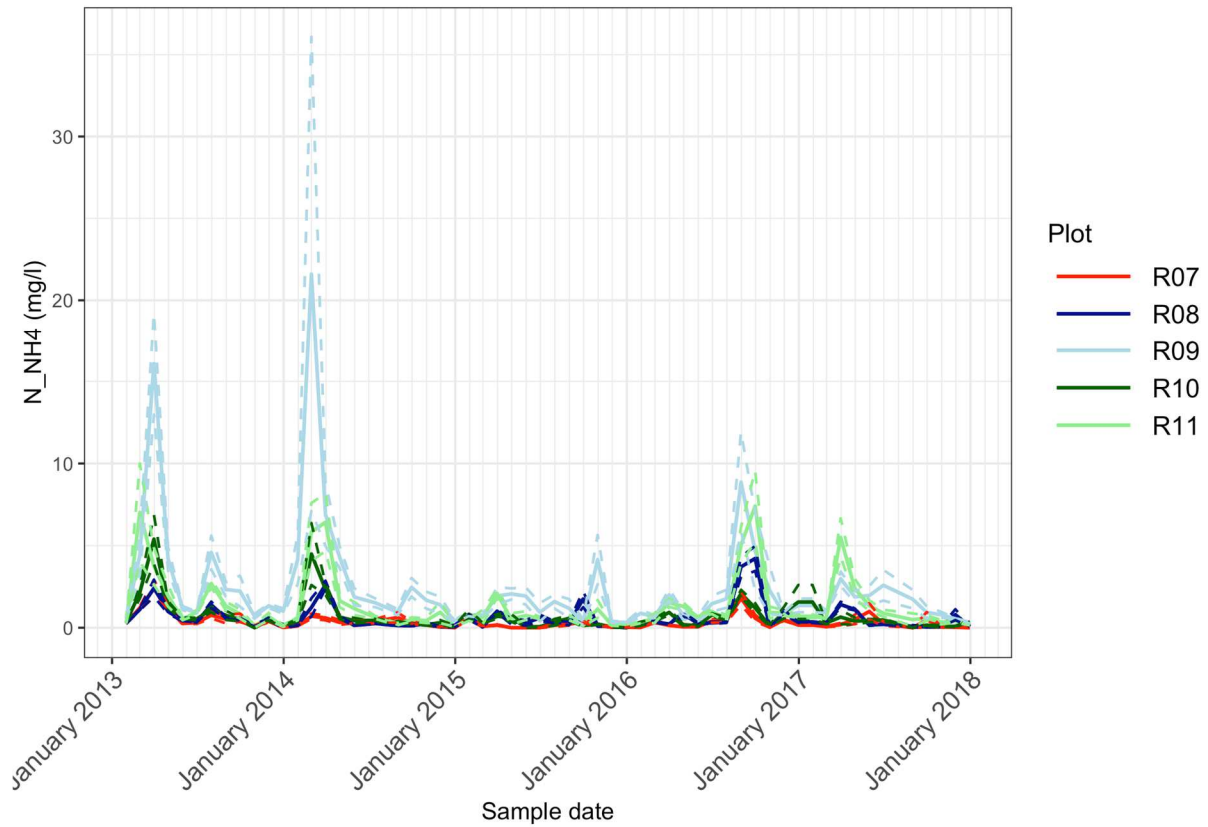


Figure 13 et 14 : moyennes pondérées par les volumes (ligne pleine) et erreurs types (ligne pointillée) (n=6) des concentrations en ammonium (mg.l⁻¹) dans les pluviessivats de La Robinette et de Waroneu entre janvier 2013 et janvier 2018 dans les différentes placettes.

Nitrates

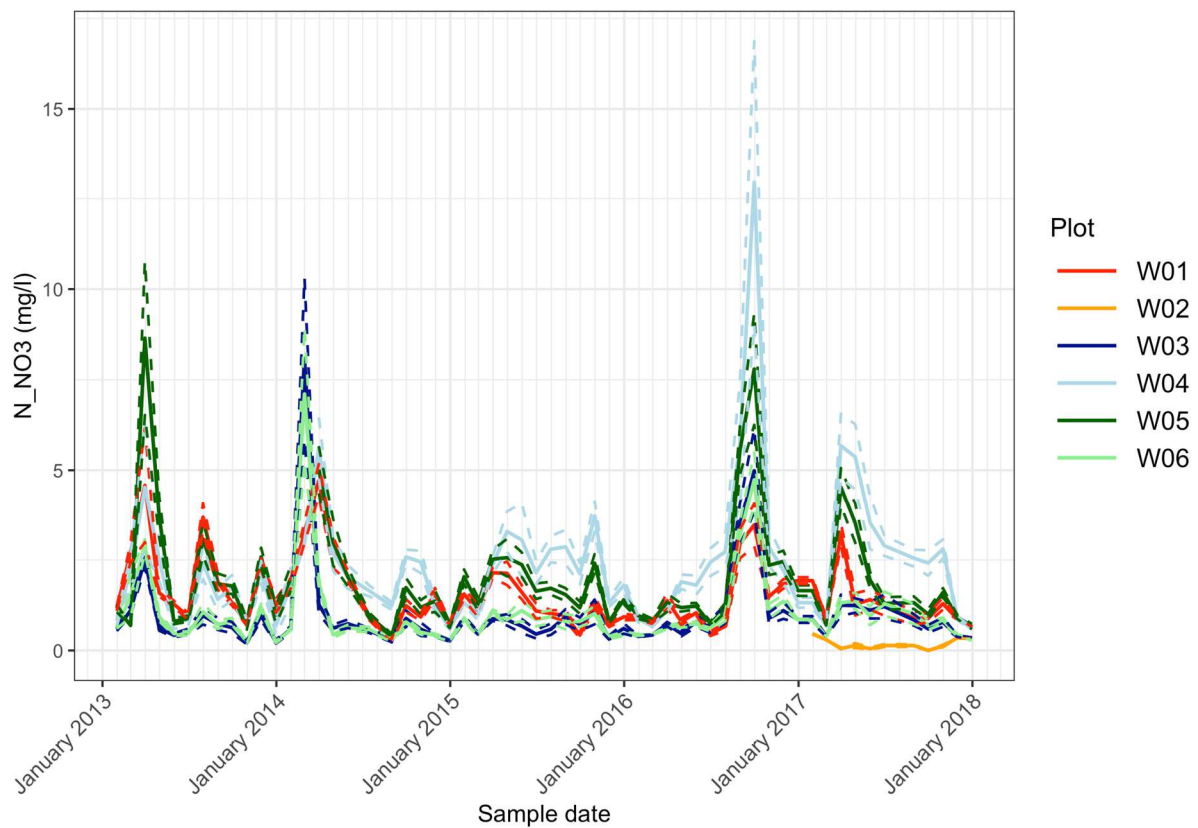
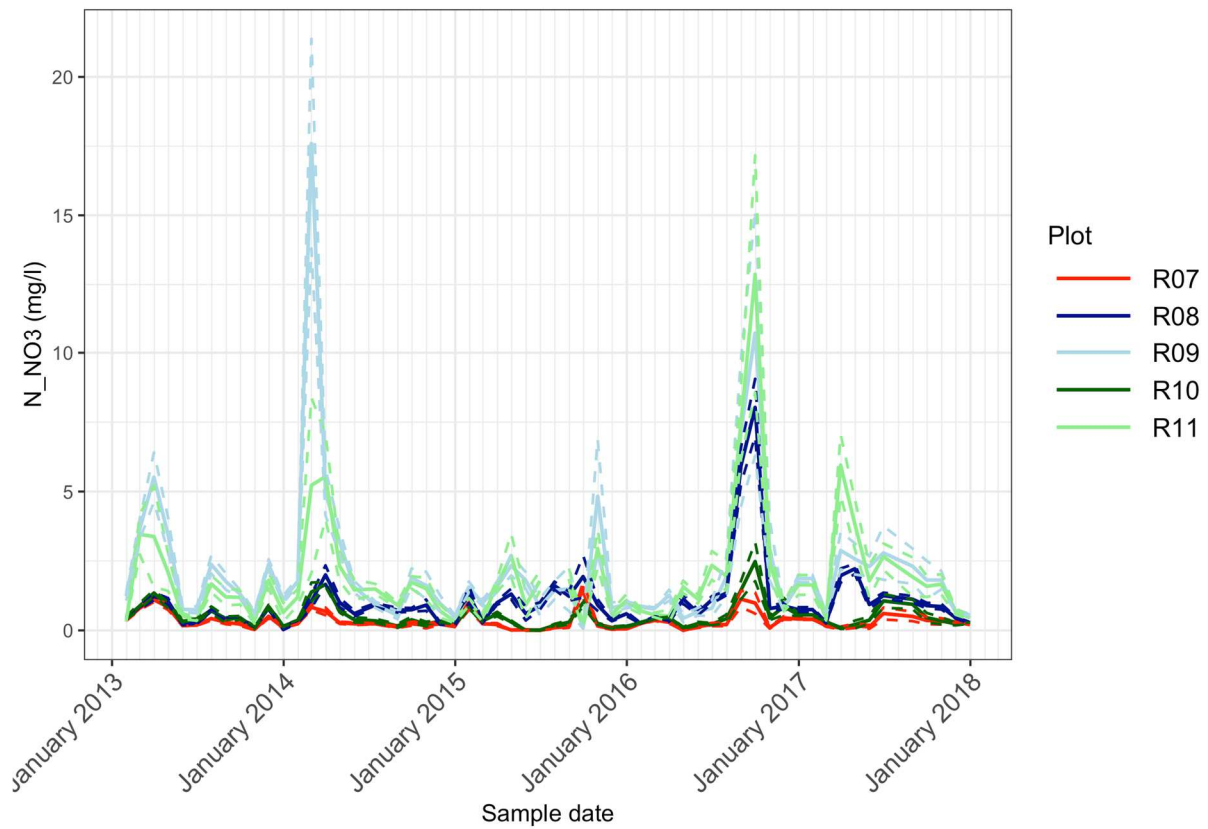


Figure 15 et 16 : moyennes pondérées par les volumes (ligne pleine) et erreurs types (ligne pointillée) (n=6) des concentrations en nitrates (mg.l^{-1}) dans les pluiolessivats de La Robinette et de Waroneu entre janvier 2013 et janvier 2018 dans les différentes placettes.

L'ensemble des figures 7 à 16 montrent que les concentrations en Ca^{2+} , K^+ , Mg^{2+} , N-NH_4^+ et N-NO_3^- sont différentes suivant les placettes et entre les deux bassins versants. Pour le Ca^{2+} , K^+ , Mg^{2+} , les concentrations les plus élevées sont observées dans les deux bassins versants au début de l'année 2014 et à la fin de l'année 2016; pour l'ammonium et les nitrates nous observons, en plus, des concentrations élevées en début d'année 2013. Dans le bassin versant de La Robinette les concentrations en Ca et Mg, ammonium et nitrates sont plus importantes sous les épicéas adultes (R09) et sous les sitkas en mélange (R11) ; à Waroneu, les différences entre les concentrations des éléments dans les pluviollessivats au sein des placettes sont plus faibles probablement parce que l'âge et la taille des arbres est plus homogènes.

3.2 Mesures des indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers (échantillonnage de novembre 2019)

La biomasse microbienne (carbone microbien)

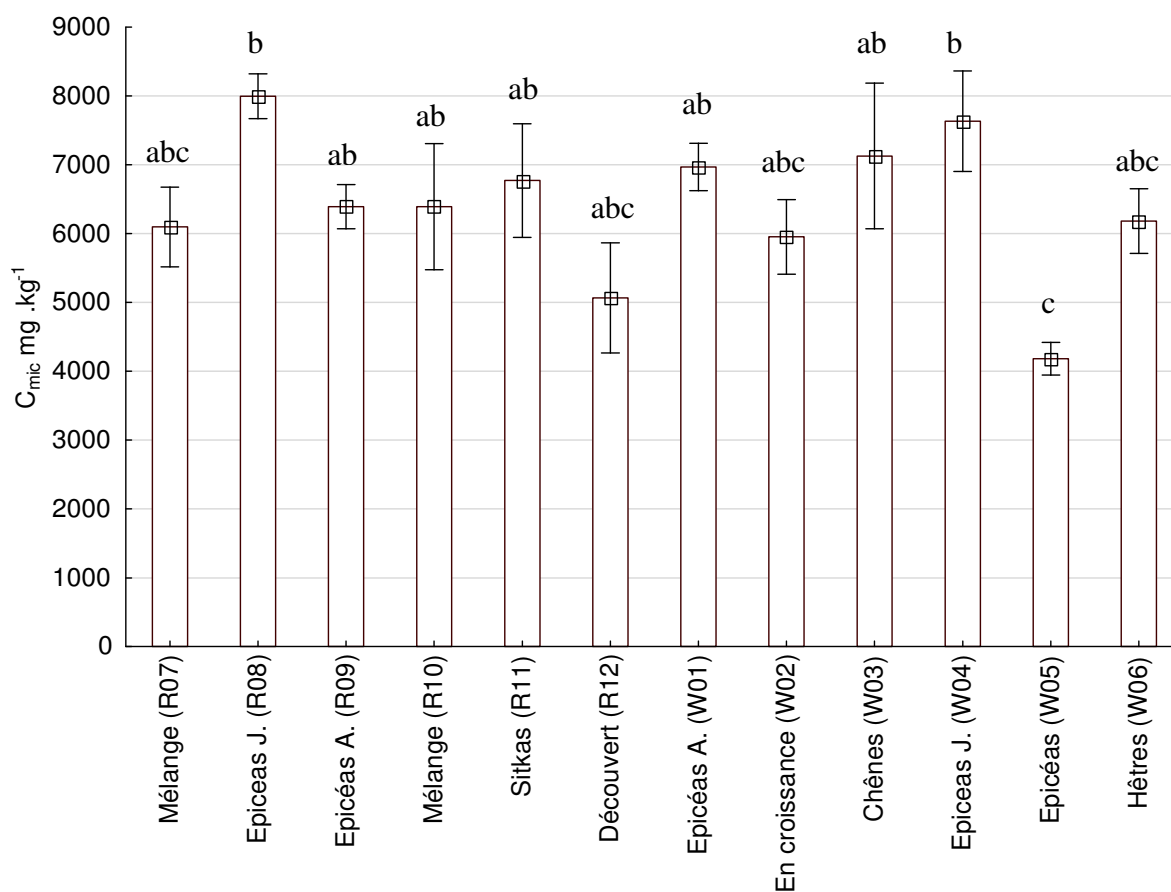


Figure 17 : moyenne et erreur type (n=6) de la biomasse microbienne en mg kg⁻¹ pour les différentes placettes (numéros de placettes précédés par R pour La Robinette et par W pour Waroneu ; 'mélange R07' : parcelle 1 plantée avec 7 essences sur sol hydromorphe ; 'épicéas J. R08' : épicéas jeunes sur sol hydromorphe ; 'épicéas A. R09' : épicéas adultes

sur sols brun acide ; 'mélange R10' : parcelle 4 plantée avec 7 essences sur sol brun acide ; 'sitkas R11' : mélange de sitkas/ épicéas communs sur sol hydromorphe ; 'découvert R12' : découvert sur sol hydromorphe ; 'épicéas A. W01' : épicéas adultes sur sol hydromorphe ; 'En croissance W02' : jeunes plantation en mélange sur sol hydromorphe ; 'chênes W03' : chênes adultes sur sol brun acide ; 'épicéas J. W04' : épicéas jeunes sur sol hydromorphe ; 'épicéas W05' : épicéas adultes sur sol brun acide ; 'hêtres W06' : hêtres adultes sur sol brun acide. Des lettres différentes montrent des différences significatives ($p < 0.05$) entre les sols des placettes.

En novembre 2019 (fig. 17), la biomasse microbienne est significativement plus élevée dans les placettes R08 (épicéas jeunes de La Robinette, 7996 mg de C kg⁻¹) et W04 (épicéas jeunes de Waroneu, 7635 mg de C kg⁻¹). Les valeurs les plus faibles sont observées dans la placette W05 (épicéas adultes sur sol brun acide, 4182 mg de C kg⁻¹) de Waroneu.

En novembre 2018 aussi, les biomasses microbiennes les plus élevées étaient observées dans la placette R08 (épicéas jeunes, 7505 mg de C kg⁻¹) de La Robinette, par contre les plus faibles avait été mesurées dans la placette de hêtres (W06) de Waroneu (3157 mg de C kg⁻¹).

La valeur maximale de biomasse microbienne mesurée fut celle de la placette W03 (chênes de Waroneu) lors de l'échantillonnage de juin 2013 : 10552 mg de C kg⁻¹. La valeur minimale est de 1899 mg de C kg⁻¹ pour la placette W02 (découvert) relevée lors de l'échantillonnage de novembre 2016.

Le quotient microbien (qmic)

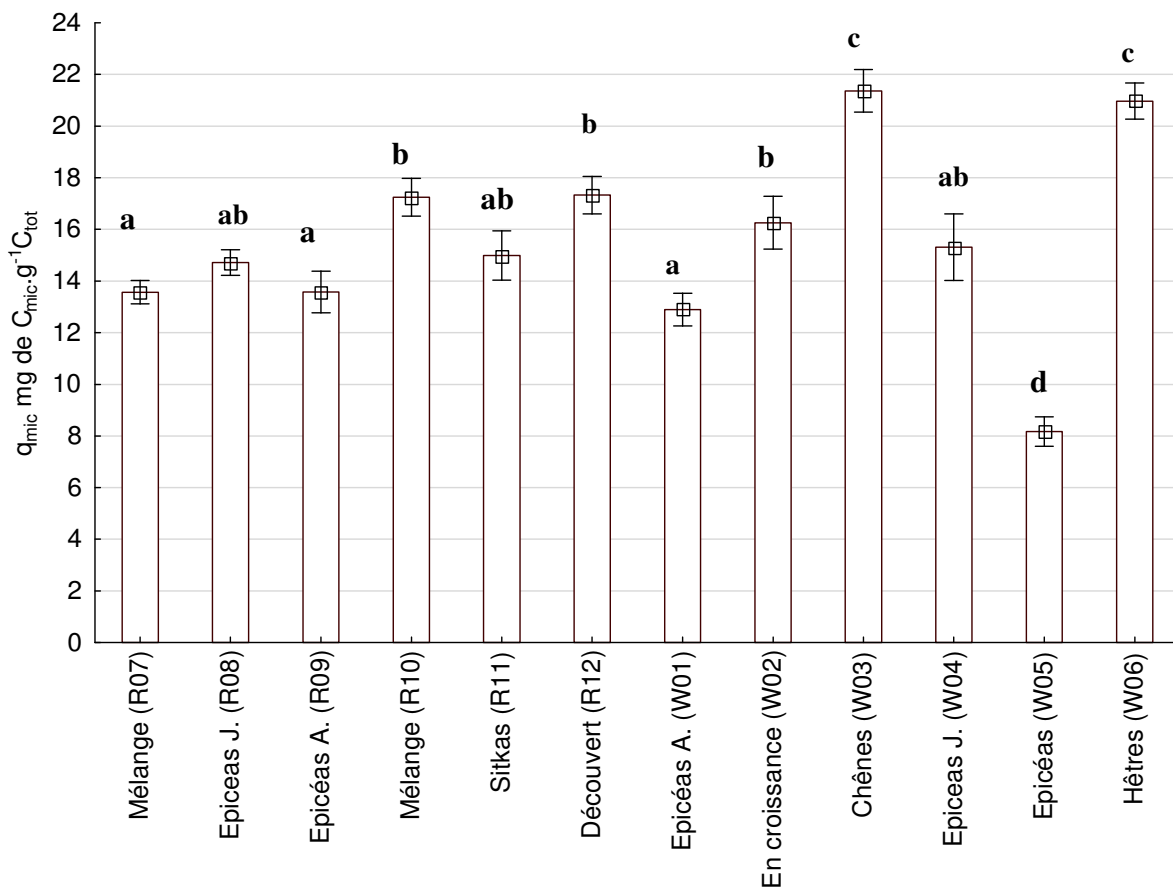


Figure 18: moyenne et erreur type (n=6) du quotient microbien en mg C_{mic} g⁻¹ C_{total} pour les différentes placettes (numéros de placettes précédés par R pour La Robinette et par W pour Waroneu) ; ‘mélange R07’ : parcelle 1 plantée avec 7 essences sur sol hydromorphe ; ‘épiceas J. R08’ : épiceas jeunes sur sol hydromorphe ; ‘épiceas A. R09’ : épiceas adultes sur sols brun acide ; ‘mélange R10’ : parcelle 4 plantée avec 7 essences sur sol brun acide ; ‘sitkas R11’ : mélange de sitkas/ épiceas communs sur sol hydromorphe ; ‘découvert R12’ : découvert sur sol hydromorphe ; ‘épiceas A. W01’ : épiceas adultes sur sol hydromorphe ; ‘En croissance W02’ : jeunes plantation en mélange sur sol hydromorphe ; ‘chênes W03’ : chênes adultes sur sol brun acide ; ‘épiceas J. W04’ : épiceas jeunes sur sol hydromorphe ; ‘épiceas W05’ : épiceas adultes sur sol brun acide ; ‘hêtres W06’ : hêtres adultes sur sol brun acide. Des lettres différentes montrent des différences significatives (p < 0.05) entre les sols des placettes.

Le quotient microbien est le rapport entre la biomasse microbienne et la quantité de carbone total. En novembre 2019 (Fig. 18), il est plus élevé dans les placettes W03 et W06 (chênes et hêtres de Waroneu) avec respectivement 21,4 et 21 mg g⁻¹. Par contre, le quotient microbien est plus faible dans la placette W05 de Waroneu (8,2 mg g⁻¹), où la majorité des arbres a été abattue.

En novembre 2018, les q_{mic} étaient plus élevés dans la parcelle R12 découvert de La Robinette (19,4 mg g⁻¹) et plus faibles sous les épiceas adultes (W01 et W05) de Waroneu (respectivement 8,9 et 7,2 mg g⁻¹).

La gamme des valeurs des quotients microbiens mesurés pour les 10 échantillonnages s’étend de 6,2 mg g⁻¹ (W01, épiceas adultes de Waroneu en mai 2014) à 25,6 mg g⁻¹ (W03, hêtres de Waroneu en juin 2013).

Dans les sols forestiers les valeurs de q_{mic} sont généralement comprises entre 3 à 70 mg g⁻¹ (Anderson et Domsch, 1989). Le q_{mic} est un indicateur de la disponibilité du substrat pour les micro-organismes. Un quotient microbien plus élevé signifie que les substrats carbonés

présents dans le sol sont de meilleure qualité ou présents en plus grande quantité ; ils permettent ainsi le maintien d'une population de micro-organismes plus importante.

Le quotient métabolique (qCO₂)

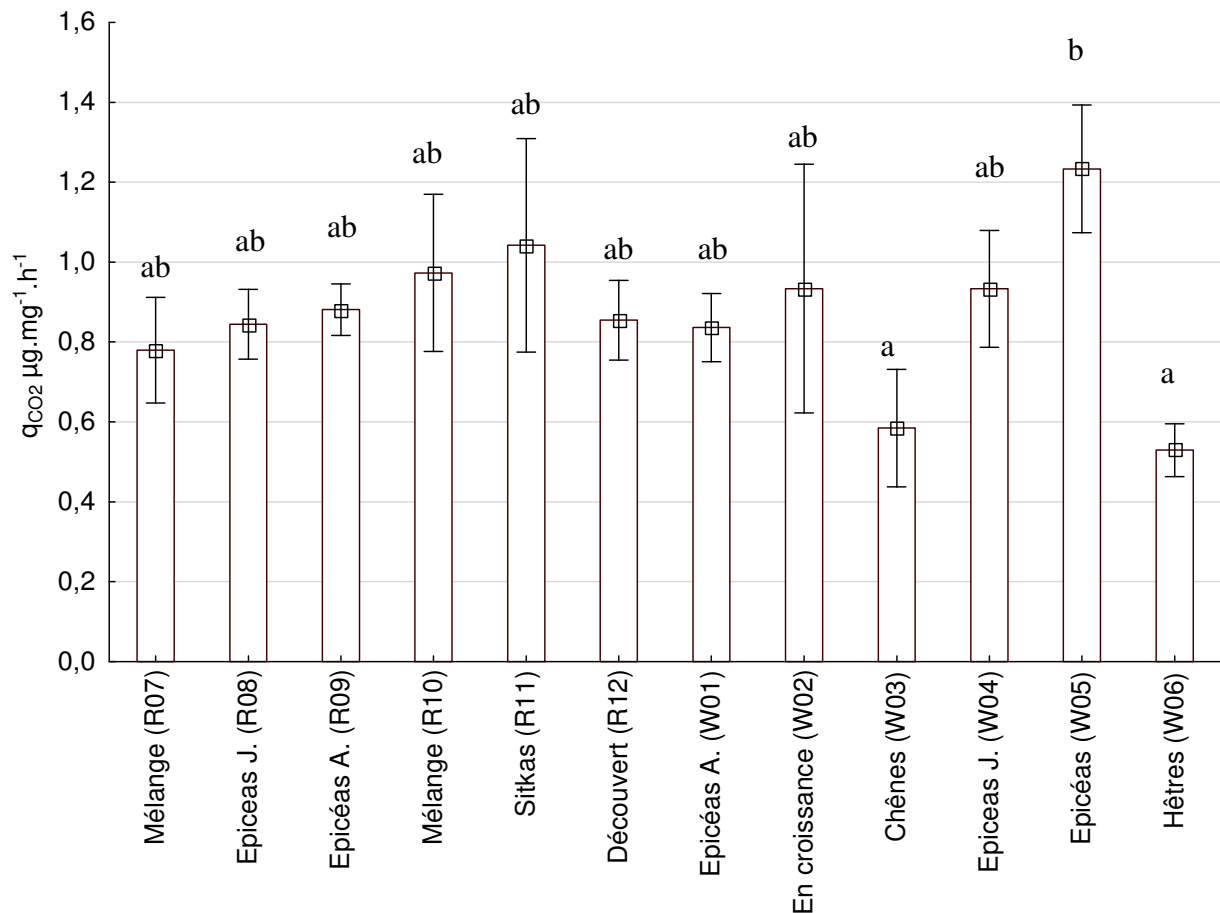


Figure 19 : moyenne et erreur type (n=6) du quotient métabolique en µg de CO₂ mg⁻¹ de C_{mic} h⁻¹ pour les différentes placettes (numéros de placettes précédés par R pour La Robinette et par W pour Waroneu) ; ‘mélange R07’ : parcelle 1 plantée avec 7 essences sur sol hydromorphe ; ‘épiceas J. R08’ : épiceas jeunes sur sol hydromorphe ; ‘épiceas A. R09’ : épiceas adultes sur sols brun acide ; ‘mélange R10’ : parcelle 4 plantée avec 7 essences sur sol brun acide ; ‘sitkas R11’ : mélange de sitkas/ épiceas communs sur sol hydromorphe ; ‘découvert R12’ : découvert sur sol hydromorphe ; ‘épiceas A. W01’ : épiceas adultes sur sol hydromorphe ; ‘En croissance W02’ : jeunes plantation en mélange sur sol hydromorphe ; ‘chênes W03’ : chênes adultes sur sol brun acide ; ‘épiceas J. W04’ : épiceas jeunes sur sol hydromorphe ; ‘épiceas W05’ : épiceas adultes sur sol brun acide ; ‘hêtres W06’ : hêtres adultes sur sol brun acide. Des lettres différentes montrent des différences significatives (p < 0.05) entre les sols des placettes.

Le quotient métabolique est le rapport entre la respiration du sol et la biomasse microbienne. En novembre 2019 (Fig. 9), le quotient métabolique est compris entre 0,52 µg mg⁻¹ h⁻¹ (W06, hêtres de Waroneu) et 1,23 µg g⁻¹ h⁻¹ (W05, épiceas adultes de Waroneu).

Le quotient métabolique est un indicateur de l'état physiologique des populations microbiennes. Des valeurs élevées de qCO₂ traduisent une efficacité métabolique moindre. Les valeurs de qCO₂ de notre revue de littérature (Bosman et Carnol., 2012) s'étendaient entre 0,3 et 4,4 µg g⁻¹ h⁻¹.

La minéralisation nette de l'azote

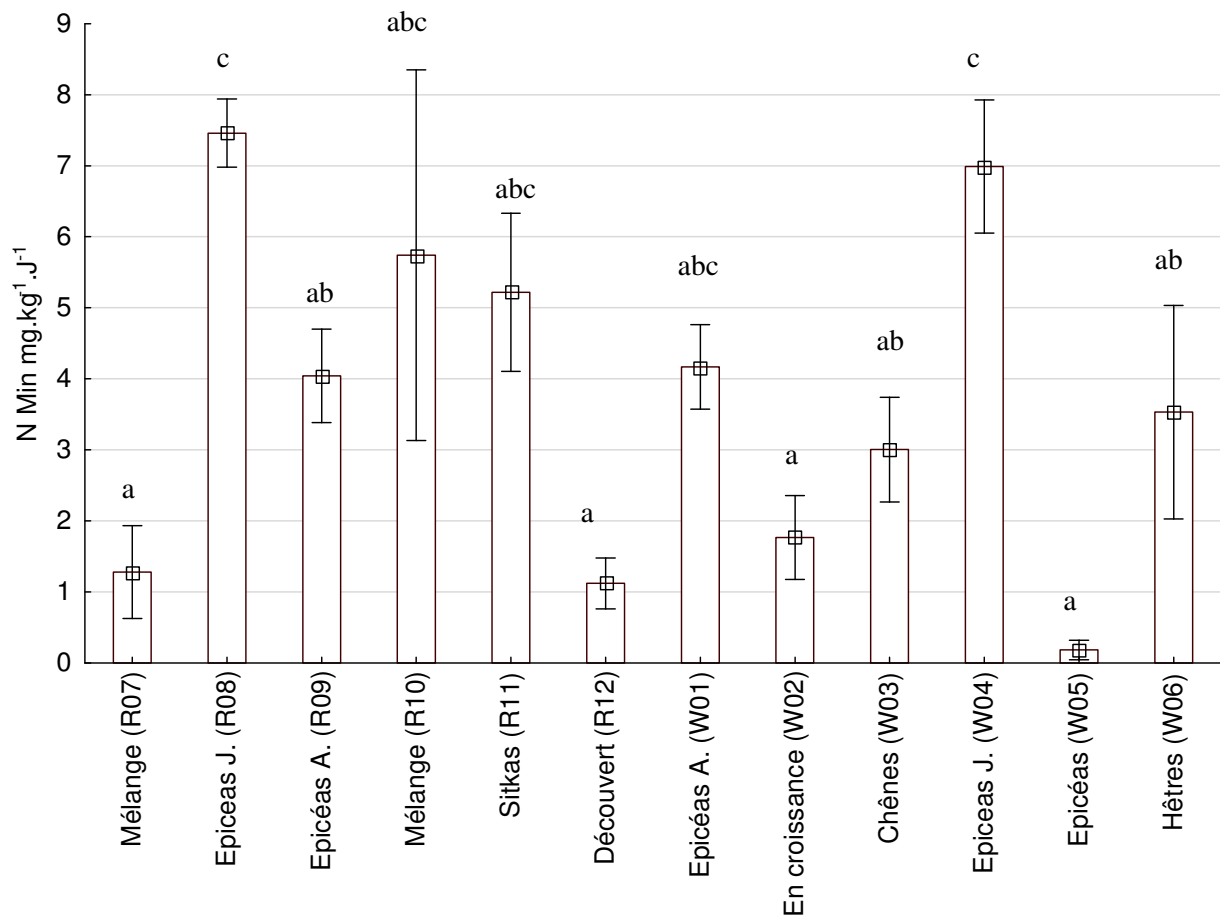


Figure 20: moyenne et erreur type (n=6) de la quantité nette d'azote minéralisée lors d'une incubation de 28 jours en $\text{mg kg}^{-1} \text{j}^{-1}$ de sol sec pour les différentes placettes (numéros de placettes précédés par R La Robinette et par W Waroneu) ; 'mélange R07' : parcelle 1 plantée avec 7 essences sur sol hydromorphe ; 'épicéas J. R08' : épicéas jeunes sur sol hydromorphe ; 'épicéas A. R09' : épicéas adultes sur sols brun acide ; 'mélange R10' : parcelle 4 plantée avec 7 essences sur sol brun acide ; 'sitkas R11' : mélange de sitkas/ épicéas communs sur sol hydromorphe ; 'découvert R12' : découvert sur sol hydromorphe ; 'épicéas A. W01' : épicéas adultes sur sol hydromorphe ; 'En croissance W02' : jeunes plantation en mélange sur sol hydromorphe ; 'chênes W03' : chênes adultes sur sol brun acide ; 'épicéas J. W04' : épicéas jeunes sur sol hydromorphe ; 'épicéas W05' : épicéas adultes sur sol brun acide ; 'hêtres W06' : hêtres adultes sur sol brun acide. Des lettres différentes montrent des différences significatives ($p < 0.05$) entre les sols des placettes.

En novembre 2019 (Fig. 20), la minéralisation nette de l'azote est comprise entre $0,2 \text{ mg N kg}^{-1} \text{j}^{-1}$ (W05, épicéas de Waroneu) et $7,5 \text{ mg N kg}^{-1} \text{j}^{-1}$ (R08, épicéas jeunes de La Robinette). Les deux parcelles d'épicéas jeunes (R08 et W04) présentent des minéralisations nettes significativement plus élevées.

En 2018 (Fig. 6), la minéralisation nette de l'azote est comprise entre $4,7 \text{ mg N kg}^{-1} \text{j}^{-1}$ (W02, découvert de Waroneu) et $8,5 \text{ mg N kg}^{-1} \text{j}^{-1}$ (R10, mélange de La Robinette).

La valeur maximale de minéralisation nette de l'azote mesurée fut celle de la parcelle R08 (épicéas jeunes de La Robinette) lors de l'échantillonnage de janvier 2014 : $20,2 \text{ mg N kg}^{-1} \text{j}^{-1}$. La valeur minimale fut de $0,2 \text{ mg N kg}^{-1} \text{j}^{-1}$ pour la parcelle W05 (épicéas de Waroneu) en novembre 2019.

Pour les deux derniers échantillonnages de novembre 2017 et 2018 on n'observe pas de différence significative entre les valeurs mesurées dans les différentes parcelles, alors que lors

des 7 échantillonnages précédents la minéralisation nette de l'azote avait été reconnue comme un indicateur biologique discriminant.

La nitrification relative

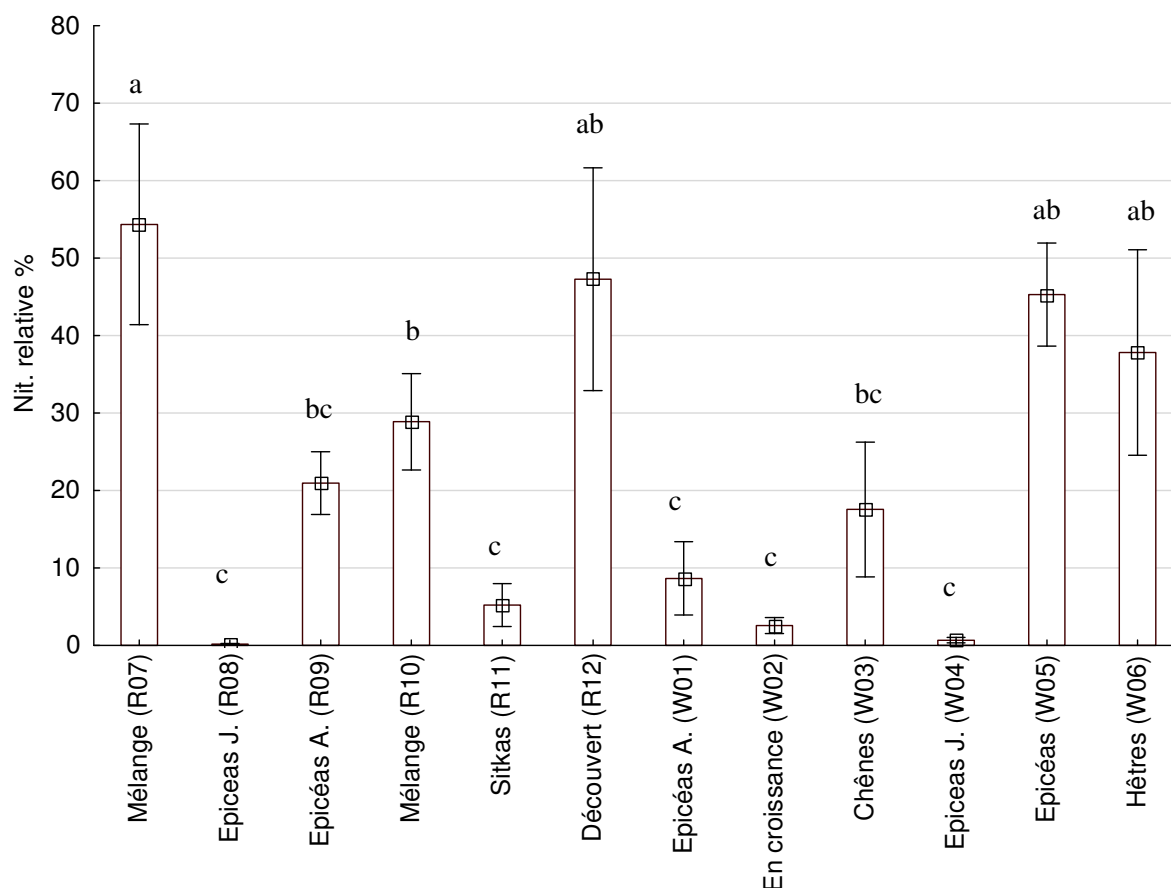


Figure 21: moyenne et erreur type (n=6) de la nitrification relative (rapport entre la quantité de nitrates minéralisés et la quantité nette d'azote minéralisée lors d'une incubation de 28 jours) en % pour les différentes placettes (numéros de placettes précédés par R pour La Robinette et par W Waroneu) ; 'mélange R07' : parcelle 1 plantée avec 7 essences sur sol hydromorphe ; 'épiceas J. R08' : épiceas jeunes sur sol hydromorphe ; 'épiceas A. R09' : épiceas adultes sur sols brun acide ; 'mélange R10' : parcelle 4 plantée avec 7 essences sur sol brun acide ; 'sitkas R11' : mélange de sitkas/épiceas communs sur sol hydromorphe ; 'découvert R12' : découvert sur sol hydromorphe ; 'épiceas A. W01' : épiceas adultes sur sol hydromorphe ; 'En croissance W02' : jeunes plantation en mélange sur sol hydromorphe ; 'chênes W03' : chênes adultes sur sol brun acide ; 'épiceas J. W04' : épiceas jeunes sur sol hydromorphe ; 'épiceas W05' : épiceas adultes sur sol brun acide ; 'hêtres W06' : hêtres adultes sur sol brun acide. Des lettres différentes montrent des différences significatives ($p < 0.05$) entre les sols des placettes.

En novembre 2019 (Fig. 11), les valeurs de la nitrification relative sont inférieures à 1% sous les épiceas jeunes (R08 et W04) et la valeur maximale mesurée est de 54,3 % pour la parcelle R10, mélange de La Robinette.

Lors des échantillonnages précédents les valeurs de la nitrification relative étaient généralement très faibles dans les sols sous les épiceas jeunes (R08 et W04) et significativement plus élevées dans les sols sous les hêtres de Waroneu (W06) et les essences en mélange de La Robinette (R07 et R10).

Tendances :

Nous avons calculé, à titre indicatif, une moyenne des valeurs de carbone total (C_{tot}), de biomasse microbienne (C_{mic}), du quotient microbien (q_{mic}) et de la minéralisation nette (N_{min}) pour les 5 derniers échantillonnages (table 4). Globalement, les valeurs moyennes de ces 4 paramètres restent semblables pour les 5 dernières années, seule la minéralisation nette est plus faible lors du dernier échantillonnage. Alors que nous avons connus des successions d'hivers plus tardifs et éléments favorables au maintien et à l'activité des micro-organismes, la teneur en carbone total (en %) de l'horizon organique que nous échantillonnons est restée constante. Cependant, nous allons modifier le protocole de nos prochains échantillonnages de sols et nous mesurerons systématiquement les épaisseurs et les densités des horizons organiques. Nous pourrions ainsi tenter d'appréhender l'impact du changement climatique via l'activité des microorganismes sur la formation, le maintien ou la diminution de l'horizon organique dans nos parcelles forestières.

	C_{tot} (%)	C_{mic} (mg de C kg ⁻¹)	q_{mic} (mg g ⁻¹)	N_{min} (mg N kg ⁻¹ j ⁻¹)
Nov. 2019	42.7 ± 11.4	6397 ± 1776	15.5 ± 3.9	3.7 ± 3.3
Nov. 2018	41.2 ± 11.1	4928 ± 1511	12.4 ± 3.9	6.9 ± 2.7
Nov. 2017	40.6 ± 12.5	5070 ± 1415	13.3 ± 3.9	6.1 ± 2.9
Déc. 2016	39.9 ± 11.5	4594 ± 1677	11.8 ± 3.7	5.9 ± 3.2
Déc. 2015	41.2 ± 11.4	4391 ± 1370	11.0 ± 2.9	12.3 ± 3.0

Table 4 : moyennes et erreurs types (n=72) du carbone total en %, de la biomasse microbienne en mg kg⁻¹, du quotient microbien exprimé en mg de C g⁻¹ de C_{total} et de la minéralisation nette exprimée en mg kg⁻¹ j⁻¹ de sol sec pour les 5 derniers échantillonnages de sols des 12 placettes.

Avant l'échantillonnage de novembre 2019, plus de la moitié des épicéas (18 sur les 29 présents en 2017) de la parcelle W05 de Waroneu ont été coupés car scolytés. Nous constatons sur cette parcelle que la biomasse microbienne, le quotient microbien et la minéralisation nette sont significativement plus faibles que dans les autres parcelles, ce qui n'était pas le cas en novembre 2018. On peut supposer que la disparition des arbres a eu un impact direct sur l'activité et la quantité des micro-organismes via une diminution des apports en nutriments par les exsudats racinaires et les dépôts de litières. En 2018, nous avons montré que les indicateurs biologiques choisis pouvaient rendre compte de différences entre les sols des différentes parcelles même si celles-ci étaient proches géographiquement et pédologiquement (Ratcliffe et al., 2018). Les variations observées pour quelques indicateurs dans la parcelle W05 entre les deux derniers échantillonnages témoignent de la sensibilité des indicateurs de la qualité des sols choisis pour rendre compte d'évènements se produisant sur une même parcelle.

3.3 Biomasse des arbres dans les placettes intensives de Waroneu

- En 2019

Placette	Caractérisation	Nombre d'arbres mesurés	G (m ² /ha)	Biomasse aérienne (m ³)	Carbone aérien + souterrain (t)	Carbone à l'hectare (t/ha)
W01	Epicéas adultes sur sol hydromorphe	19	39.5	60.9	14.3	140.2
W03	Chênes sur sol brun acide	14	30.3	39.9	13.9	136.2
W04	Jeunes épicéas sur sol hydromorphe	30	43.7	10.0	1.7	66.8
W05	Epicéas adultes sur sol brun acide	11	17.8	25.4	5.9	58.3
W06	Hêtres sur sol brun acide	11	23.6	56.4	19.7	193.2

Table 5 : caractéristiques dendrométriques et évaluation de la biomasse des arbres dans les différentes placettes à Waroneu

- En 2017

Placette	Caractérisation	Nombre d'arbres mesurés	G (m ² /ha)	Biomasse aérienne (m ³)	Carbone aérien + souterrain (t)	Carbone à l'hectare (t/ha)
W01	Epicéas adultes sur sol hydromorphe	19	38.7	55.6	13	127.8
W03	Chênes sur sol brun acide	15	30.8	39.8	13.8	135.9
W04	Jeunes épicéas sur sol hydromorphe	32	41.3	7.7	1.3	52.4
W05	Epicéas adultes sur sol brun acide	29	43.3	58.2	13.6	133.9
W06	Hêtres sur sol brun acide	11	26.5	52.8	18.4	180.8

Table 6 : caractéristiques dendrométriques et évaluation de la biomasse des arbres dans les différentes placettes à Waroneu

Le fait le plus marquant de cet inventaire des du bassin versant de Waroneu est la coupe de 18 des 29 épicéas (plantés en 1935) de la parcelle W05 durant l'été 2019. Cette coupe a été réalisée en urgence pour tenter d'enrayer la propagation des scolytes.

3.4 Gestion de la base de données

a) Étapes de la création de la base de données

La première étape consistait à identifier les variables signalétiques, c'est-à-dire les variables donnant des informations relatives à l'échantillon, notamment le type de collecteur. Des informations sont affectées à chaque collecteur, comme le début et la fin de la collecte, le type de collecteur et d'échantillon collecté, les points GPS, le volume récolté, la surface du collecteur, le site sur lequel se trouve le collecteur *etc.*

La deuxième étape consistait à compiler les données existantes. Une première base de données sur SAS existait, compilant les variables analytiques de 1979 à 2013. Les données de 2014 à 2017 ont donc été ajoutées à la 1^{ère} base de données. Ensuite, pour chaque échantillon, un identifiant unique a été créé rassemblant 3 informations : le nom du collecteur, la date de prélèvement et le type de collecteur. Actuellement, l'identifiant unique est automatiquement créé dans un nouveau canevas (voir paragraphe « Présentation des canevas » dans la partie « c) Nouvelle procédure d'importation des données dans la base de données 'CatchWal' »).

La troisième étape portait sur la validation des données. L'examen visuel de la base de données, la réalisation de graphiques et de statistiques descriptives a permis de corriger certaines erreurs (fautes de frappe, erreurs de format de date, etc.). Une vérification mathématique (valeurs extrêmes) se fera lors de l'analyse des données.

b) La base de données 'CatchWal' et les métadonnées

La base de données compilée, nommée 'CatchWal', comptabilise actuellement plus de 1,2 millions de données, dont 541203 données analytiques pour 30148 échantillons (18436 pour La Robinette et 11712 pour Waroneu). Elle contient les données des échantillons prélevés de fin 1979 à fin 2017. Ces échantillons sont des pluies, des pluviollessivats, des solutions du sol ou de l'eau des exutoires des bassins versants. Ces échantillons sont prélevés par l'intermédiaire d'entonnoirs, de lysimètres insérés dans les couches organiques ou minérales du sol, de bougies poreuses, ou d'échantillonneurs automatiques. La conductivité, le pH, les teneurs en phosphore total, en phosphate, en carbone organique, en azote total, en nitrate, en ammonium, en chlorures, en sulfates, en aluminium, en cations majeurs et métaux lourds ont été mesurées. Les métadonnées sont présentées dans le tableau 7.

Tableau 7: Métadonnées de la base de données 'CatchWal'

Name of variable	Description	Unity	Variable codes	Description of variable codes
id_sample	identity of sample	/		
start_date	start of sampling period	/		
end_date	end of sampling period	/		
name_collector	name of the collector (ex. WP1.1, WP1.2 etc.)	/		
name_plot	name of sample plot (ex. WP1). A sample plot is a small area with one or several collectors.	/		
collector	type of collector	/	deposition_funnel lysimeter_organic lysimeter_mineral suction_cup automatic_sampler gutter	deposition funnel (bucket in winter) zero tension lysimeter (organic horizon) zero tension lysimeter (organic + 10cm mineral horizon) suction cup (Prenart) collector for outlet samples gutter
sample_type	type of sample	/	soil_solution outlet rainfall throughfall	soil solution outlet bulk rainfall deposition bulk throughfall deposition
latitude_plot	latitude of the plot (decimal degrees)			
longitude_plot	longitude of the plot (decimal degrees)			
volume	volume of the sample	ml		
surface_collector	sum of surface of funnels or buckets for deposition funnels collectors.	cm ²		
tree_species	tree species in the sampling plot	/	alder birch	<i>Alnus sp.</i> <i>Betula sp.</i>

Cd	cadmium concentration	mg/l
Co	cobalt concentration	mg/l
Cr	chromium concentration	mg/l
Cu	copper concentration	mg/l
Fe	iron concentration	mg/l
K	potassium concentration	mg/l
Mg	magnesium concentration	mg/l
Mn	manganese concentration	mg/l
Na	sodium concentration	mg/l
Ni	nickel concentration	mg/l
Ptot	phosphorus total concentration	mg/l
Pb	lead concentration	mg/l
Si	silicium concentration	mg/l
Zn	zinc concentration	mg/l
Cl	chloride concentration	mg/l
N_NO3	nitrogen concentration of nitrate	mg/l
S_SO4	sulfur concentration of sulfate	mg/l
P_PO4	phosphorus concentration of phosphate	mg/l
N_NH4	nitrogen concentration of ammonium	mg/L
remarks	any information	/

c) Nouvelle procédure d'importation des données dans la base de données 'CatchWal'

Les futures données mesurées à partir de janvier 2020 devront être mise en forme pour être importées directement dans la base de données CatchWal. Il est à noter que les données de 2018 et 2019 ne sont pas encore dans la base de données CatchWal actuelle, car des vérifications sont encore en cours. Ces deux fichiers (2018 et 2019) seront donc importés dans CatchWal de façon manuelle car ils ne sont pas actuellement dans le format définitif.

Pour les échantillons mesurés à partir de 2020, des canevas ont été créés pour les données issues des appareils de mesures (avec les mesures de pH, conductivité et volume) et également pour la mise des données dans une base de données mensuelle. Lorsque les 12 fichiers mensuels sont créés, ils sont automatiquement compilés grâce au logiciel R pour obtenir une base de données annuelle, mise en forme pour être directement intégrée dans la base de données CatchWal grâce au logiciel R. Cette base de données mise à jour est envoyée sur un serveur de l'Université de Liège, en cours de construction (www.bassins-versants.uliege.be) pour assurer la pérennité des données et faciliter son accès (avec mot de passe) (Fig. 22). Tous les fichiers sont en format « .csv » pour assurer leur pérennité. Des phases de tests des canevas ont été réalisées en octobre, novembre et décembre 2019 et les étapes pour la nouvelle procédure sont détaillées dans un guide situé dans un fichier partagé au sein du laboratoire.

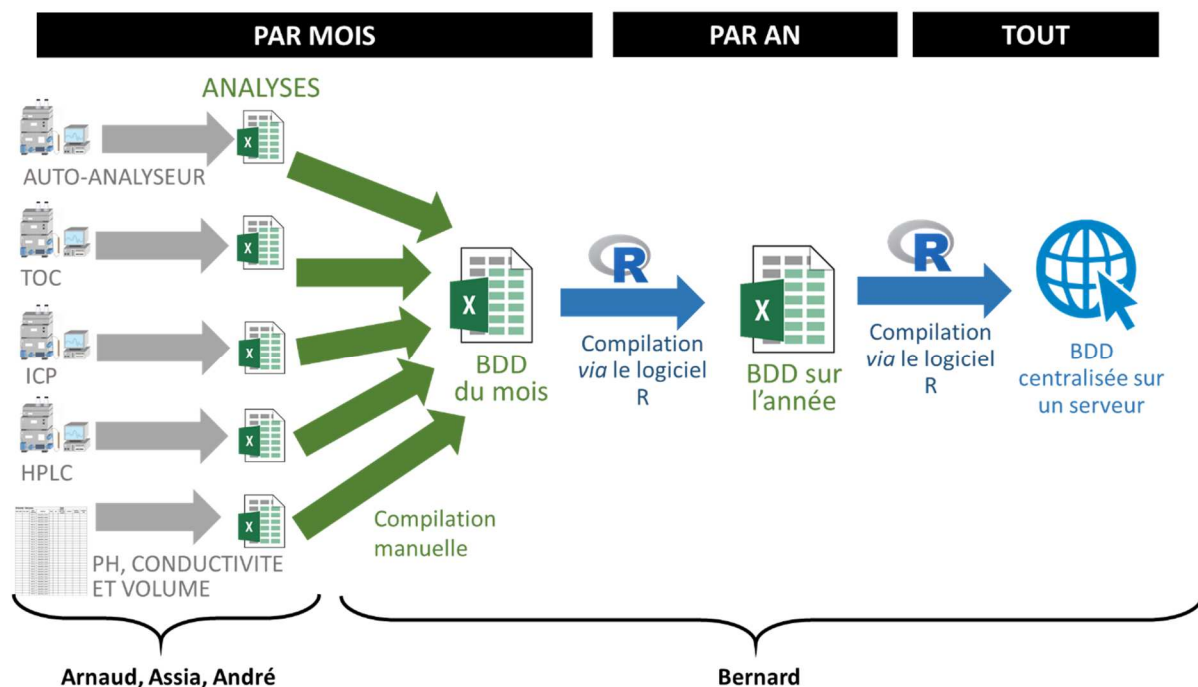


Figure 22 : Étapes pour l'importation des données dans la base de données 'CatchWal'.

○ Présentation des canevas :

Les canevas ont pour but d'automatiser la mise en forme des mesures des appareils afin d'être importable directement dans la base de données, afin d'éviter les erreurs d'inattention (du type copier-coller par exemple) et de gagner du temps. Une vérification humaine est réalisée lors de la compilation manuelle pour le fichier mensuel.

Dans la procédure, le premier canevas à remplir est le canevas nommé « CANEVAS_PH, CONDUCTIVITE ET VOLUME » qui renseigne sur les échantillons qui ont été prélevés, ainsi que les mesures de pH, conductivité et les volumes mesurés. Dans ce canevas, un identifiant pour chaque échantillon est automatiquement créé. Ensuite, ce sont les canevas des appareils de mesures qui sont à remplir. Ils sont constitués de la même façon, c'est à dire avec 4 onglets principaux : un guide, deux entrées et une sortie. L'onglet 'guide' explique les étapes à suivre dans le canevas. Un des onglets 'entrée' correspond à l'entrée des données des appareils de mesures et l'autre onglet correspond à l'entrée des noms des échantillons qui ont été analysés. Le dernier onglet 'sortie', qui crée automatiquement les données mises en forme pour une intégration dans la base de données mensuelle. Voici un exemple ci-dessous avec les analyses ICP (Fig. 23). Les autres onglets sont des étapes de calcul et d'automatisation pour la mise en forme des données.

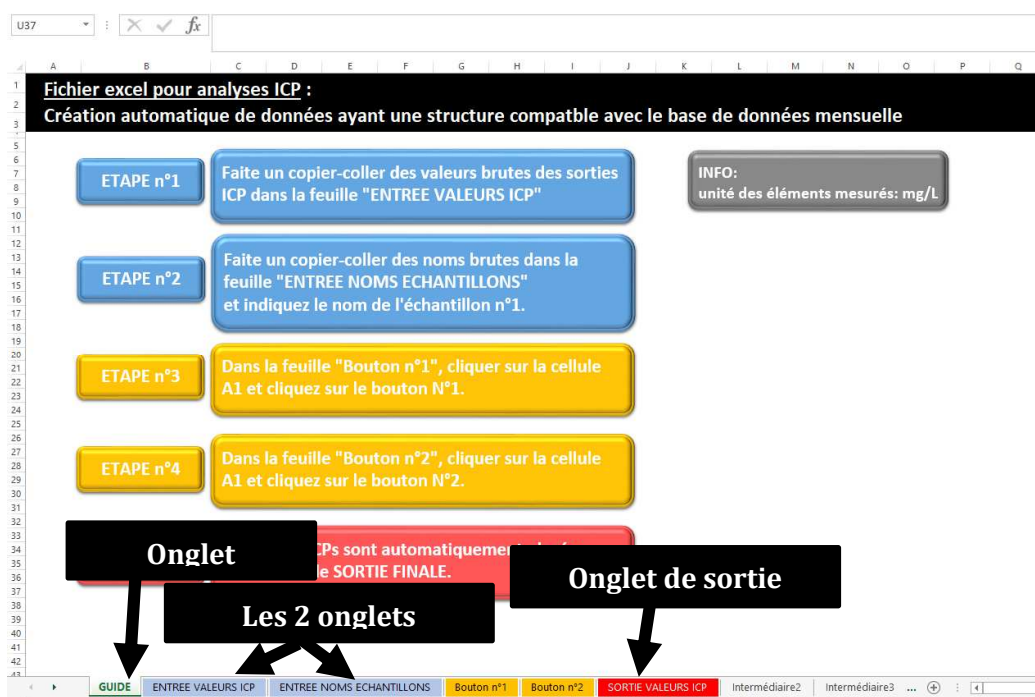


Figure 23 : Canevas pour les analyses de l'ICP.

○ Présentation de l'arborescence de stockage des fichiers :

Les fichiers de travail sont stockés dans un DOX (serveur sécurisé ULiège) accessible par le personnel du Laboratoire d'écologie microbienne et végétale. L'arborescence de ce DOX est présenté ci-dessous (Fig. 24). Le dossier « 01_CANEVAS », comporte les fichiers modèles, c'est à dire les canevas pour la mise en forme des données issues des instruments de mesures (HPLC, TOC, ICP et auto-analyseur), des mesures du type 'volumes, pH et conductivité', et le modèle mensuel. Le dossier « 02_ANALYSES », contient les canevas complétés pour chaque appareil de mesure, rangés selon l'année (sous dossier) et le mois (sous-sous dossier). Dans le dossier « 03_BASE DE DONNEES » se trouvent les bases de données par année (sous dossier). Pour chaque année, il y a 12 fichiers correspondant à chaque mois et un 13ème fichier qui compile tous les mois, formant ainsi une base de données annuelle. Enfin, la base de données centralisée actualisée et nommée 'CatchWal_1979_yyyy' avec 'yyyy' correspondant à la dernière année présente dans la base est présente dans ce dossier.

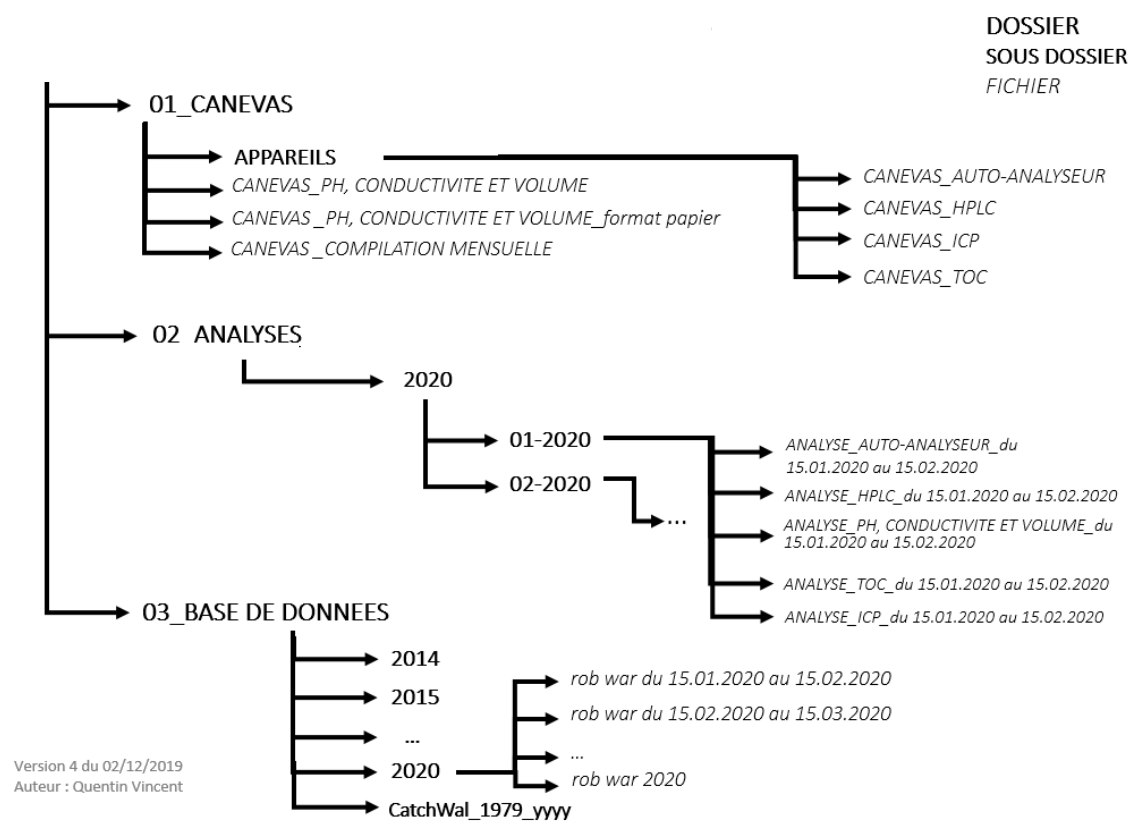


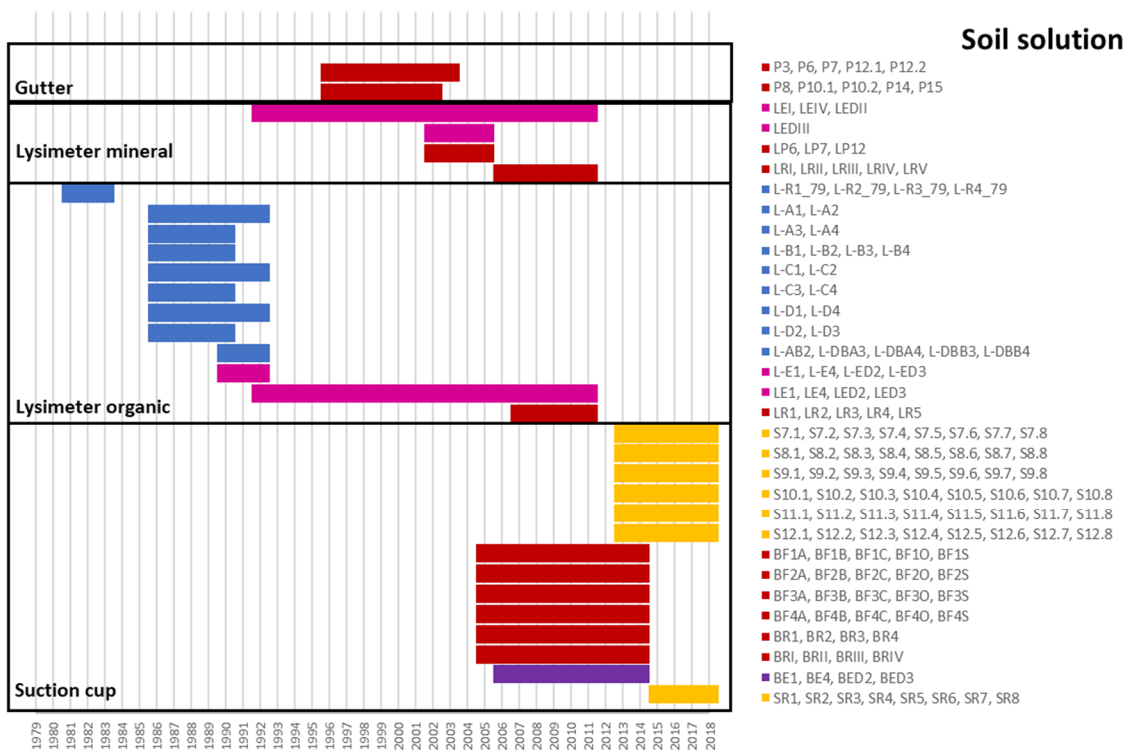
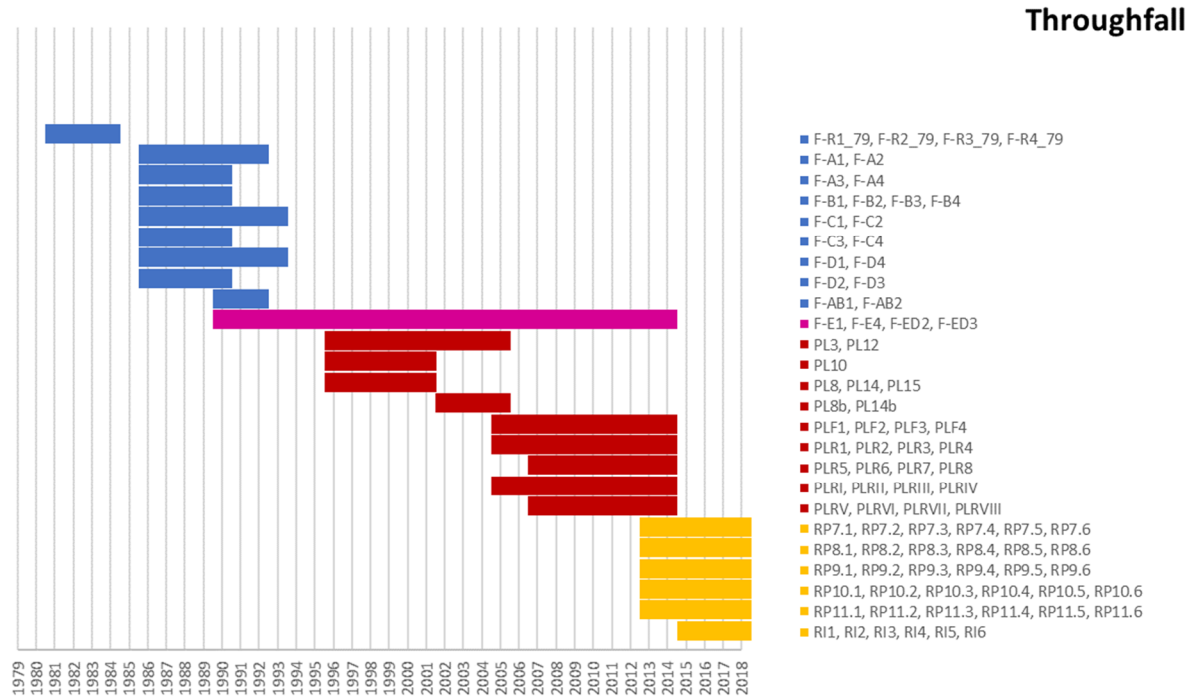
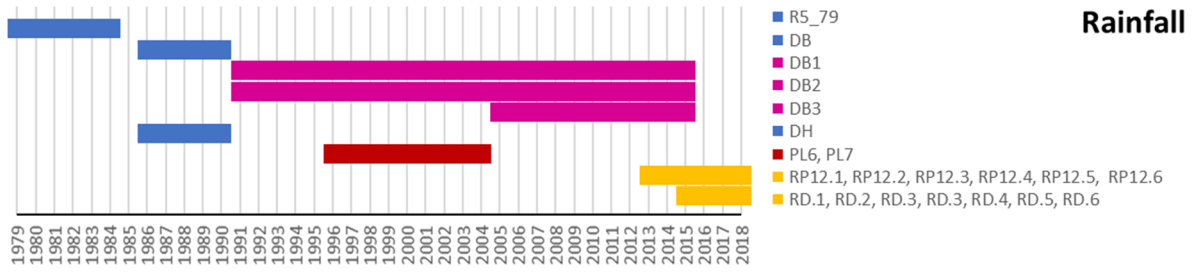
Fig. 24 : Arborescence de stockage des fichiers dans le DOX.

3.5. Historique des récoltes



Figure 25 : Plan de situation des bassins versants.

Un historique complet des collecteurs, leur localisation et des mesures effectuées depuis 1979 a été réalisé. La description détaillée des études et des données sera disponible dans le ‘data-paper’. Le résumé des collecteurs et des périodes de collecte se trouvent dans la Fig. 26 (La Robinette) et 27 (Waroneu).



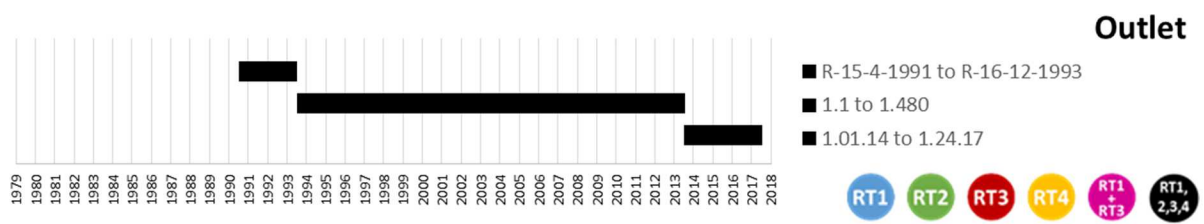


Figure 26: Périodes d'échantillonnages des différents collecteurs de pluies (rainfall), de pluviollessivats (throughfall), de solutions du sol (soil solution) et de l'exutoire (outlet) du bassin versant de La Robinette. RT=Research Topic (sujet de recherche).

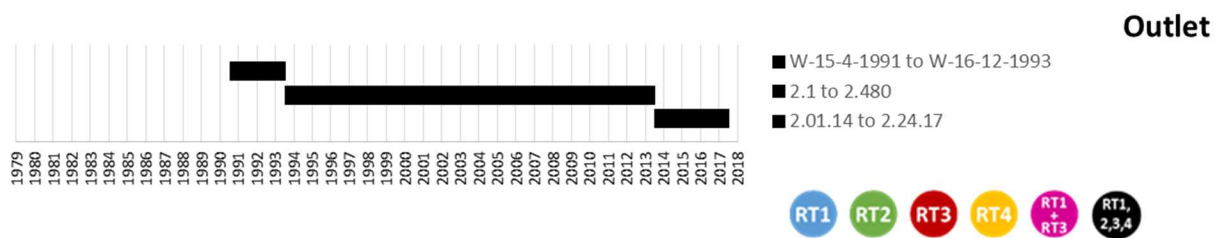
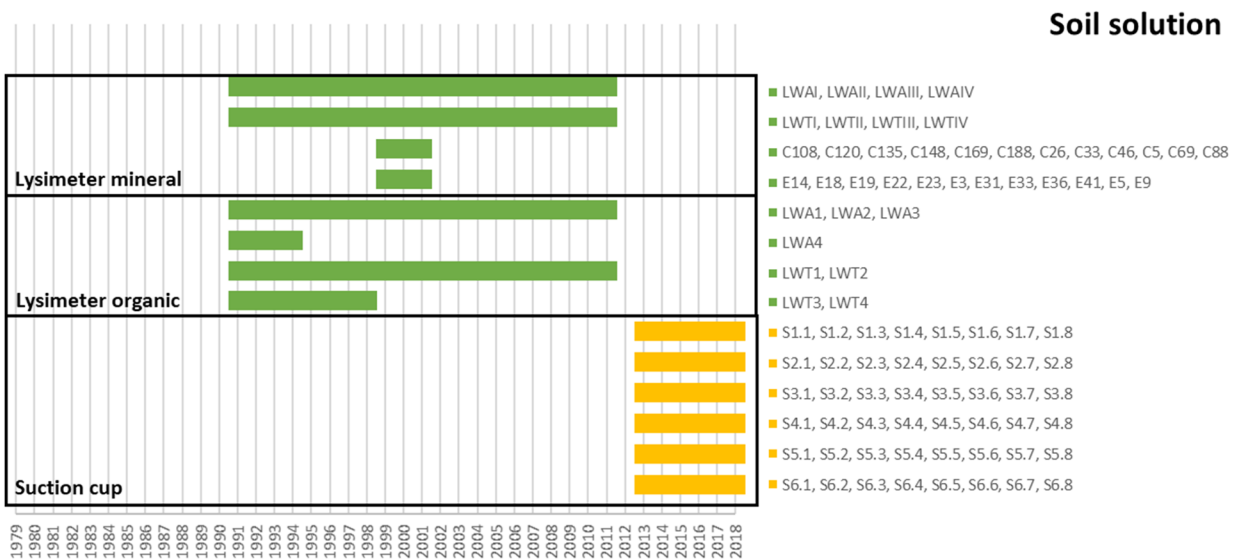
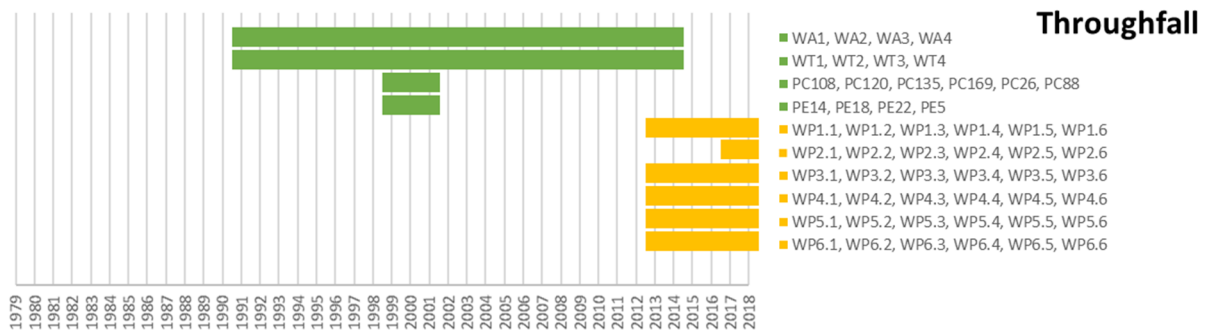
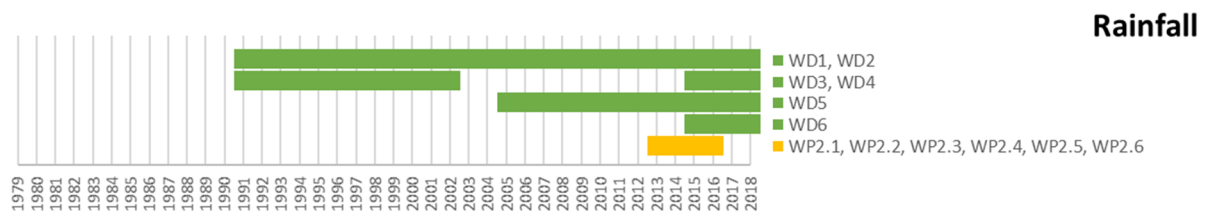


Figure 27: Périodes d'échantillonnages des différents collecteurs de pluies (raifall), de pluviolessivats (throughfall), de solutions du sol (soil solution) et de l'exutoire (outlet) du bassin versant de Waroneu. RT=Research Topic (sujet de recherche).

3.6 Rapportage pour la directive NEC

L'exutoire de la Robinette a été sélectionné comme une des sources de données pour les écosystèmes d'eau douce (« Fresh water ecosystem »). Pour cette partie du monitoring les données mensuelles de l'année 2017 pour les concentrations des éléments majeurs, des nitrates, ammonium, azote total, phosphates, sulfates, DOC, pH et conductivités ont été fournies, ainsi que les volumes moyens de précipitations et d'écoulement à l'exutoire.

La placette W03 (chênes de 1885) de Waroneu et les placettes de La Robinette R07 (essences en mélange de 1998), R08 (épicéas de 1998), R09 (épicéas de 1905) et RD (pluies à découvert) ont été sélectionnées pour le rapportage des écosystèmes terrestres. Pour ces placettes pour la partie « Vegetation and soil » des données sur les essences d'arbres, leurs âges, leurs tailles, le type de sol et d'humus et les profondeurs des horizons ont été fournies. Pour la partie « Terrestrial ecosystem soil » des données sur les éléments échangeables, le pH et la carbone total ont été fournies. Pour la partie « Terrestrial ecosystem liquid » les données mensuelles de l'année 2017 pour les concentrations des éléments majeurs, des nitrates, ammonium, azote total, phosphates, sulfates, DOC, pH et conductivités ont été fournies.

Des mesures complémentaires à celles déjà effectuées sont souhaitées, envisagées et discutées. Suite au premier rapportage en juillet 2019, une évaluation des données au niveau européen devait être effectuée avec des recommandations et des protocoles harmonisés. La crise du covid-19 a entraîné des retards et nous n'avons pas encore reçu de recommandations ou d'avis. Néanmoins, nous avons déjà effectué un inventaire des données supplémentaires qu'il faudrait fournir en 2023 sur base des tableaux de l'article 9 de la directive NEC ; nous présentons ces mesures ci-dessous, réparties selon la classification des différents 'écosystèmes' selon la directive NEC. Les méthodes pour la collecte des échantillons ont été, en grande partie, basées sur les protocoles développés pour le programme 'ICP Forest'. Nous serons particulièrement attentifs à adapter, si nécessaire et sans nuire à la continuité de nos données, nos protocoles. Ces éventuelles adaptations techniques pourront être discutées et commentées lors des réunions techniques du plan quinquennal. Les deux bassins versants sont également repris dans le réseau LTER-Europe et les installations, mesures complémentaires sont aussi intéressantes pour une intégration plus complète dans ce réseau.

- Une station météo : (à La Robinette en priorité pour NEC, mais certains appareils devraient être installés aussi à Waroneu): mesures des précipitations, de la température de l'air et du sol, de l'humidité relative, de la vitesse et direction du vent, et de la radiation du soleil.
- « Vegetation and soil » : description détaillée de la végétation au sol dans les parcelles sélectionnées ; description et analyse des profils de sols ; mesures des hauteurs des horizons des sols ; mesure de la température dans l'horizon organique (ou 10 cm de profondeur).
- « Terrestrial ecosystem soil » : analyses du contenu en éléments des feuilles et de la litière (quantités et concentrations) ; analyses des sols à différentes profondeurs (N_{tot} , C/N, pH_{CaCl_2} , acidité d'échange, Fe_{ox} et Al_{ox}).

- « Terrestrial ecosystem liquid » : mesure de l' A_{labile} dans la solution du sol ; mesure du régime d'humidité des sols (une solution envisagée pourrait être l'utilisation d'une sonde 'CRS' pour Cosmic Ray Sensor' qui permet de mesurer en continu l'humidité du sol dans un rayon d'environ 300 m et jusqu'à une profondeur de 40-60cm).
- « Fresh water ecosystem » (exutoire Robinette) : mesure de la température moyenne et température de l'eau au moment de l'échantillonnage.
- Qualité de l'air : la station RD (à découvert de La Robinette), vu son isolement de sources de pollution de l'air, pourrait recevoir des systèmes autonomes intégratifs pour piéger différents polluants.

Ces différentes options, orientations des efforts d'échantillonnages pourront être discutées lors de la réunion du comité de pilotage du plan quinquennal et avec l'AWAC.

4 Conclusions

- Mesures à long terme des concentrations et flux en éléments minéraux et en carbone organique dans deux bassins versants forestiers et évolution à long terme des dépôts acides et azotés : Les graphiques des concentrations pour les éléments majeurs dans les pluviollessivats des placettes des deux bassins versants entre janvier 2013 et janvier 2018 montrent des différences entre les deux bassins versants et entre les essences, illustrant la pertinence de ces installations pour le calcul des futurs budgets au sein des bassins versants.
- Mesures des indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers (échantillonnage de novembre 2019) : les analyses des indicateurs biologiques de la qualité des sols ont été poursuivies en 2019. Nous constatons que la coupe des épicéas scolytés de la placette W05 de Waroneu a eu un impact négatif sur la biomasse microbienne (quantité des microorganismes), la minéralisation nette (activité des microorganismes) et le quotient microbien (qualité du substrat).
- Biomasse des arbres dans les placettes intensives de Waroneu : lors de l'inventaire 18 des 29 épicéas repris sur la placettes W05 de Waroneu avaient été abattus en urgence pour cause de dégâts dû aux scolytes.
- Gestion de la base de données : une méthodologie semi-automatique assurant une sauvegarde et un contrôle des données a été implémentée. Les données d'avant 2014 et celles entre 2014 et 2018 ont été agrégées en une seule base de donnée. La vérification de cette base de données est en cours, et des graphiques des concentrations, des calculs des budgets pour les bassins versants intégrant les nouvelles placettes vont pouvoir être réalisés. La base de donnée ainsi pérennisée pourra être plus aisément exploitée, y compris par des tiers.
- Historique des récoltes : un article scientifique de forme 'data paper' est en cours de finalisation. Il reprendra l'historique de toutes les expériences, systèmes de récoltes et collecteurs installés dans les deux bassins versants de La Robinette et de Waroneu

depuis le milieu des années 1980 jusqu'à maintenant, ainsi qu'une description détaillée de la base de données.

- Rapportage pour la directive NEC : le rapportage a été effectué comme prévu pour juillet 2019, nous attendons le retour d'information à son sujet. Nous avons réalisé un inventaire des données supplémentaires et des méthodes qu'il faudrait éventuellement implémenter ou modifier. Une complémentarité entre les demandes pour la directive NEC et le réseau ELTER existe entre autre pour des mesures de type météorologique et des mesures complémentaires lors des échantillonnages des sols. Il nous paraît important de pérenniser les bassins versants en tant qu'outils de mesures uniques au sein de la région wallonne et donc de veiller à nous adapter pour maintenir le plus haut standard possible pour la collecte et l'intégration de nos données.

Bibliographie

- Abbate, C., Ascher, J., Pietramellara, G., Ambrosoli, R., Gennari, M., 2005. Analysis of bacterial communities in the rhizosphere of transgenic rolABC citrange Troyer: Preliminary studies. *Fresenius Environmental Bulletin*, 14(10): 867-872.
- Aragon Y., *Séries temporelles avec R : Méthodes et cas*, Springer Fachmedien, Wiesbaden, 2011.
- Augusto, Laurent, Jacques Ranger, Dan Binkley, et Andreas Rothe. « Impact of several common tree species of European temperate forests on soil fertility ». *Annals of Forest Science* 59, n° 3 (2002): 21. doi:10.1051/forest:2002020.
- Augusto, L., Ranger, J., Binkley, D., Rothe, A., 2002. Impact of several common tree species of European temperate forests on soil fertility. *Annals of Forest Science*, 59(3): 233-253.
- Bazgir, M., « Nutrient fluxes and soil microbial processes ». Thèse, Université Liège, 2011. <http://hdl.handle.net/2268/95322>.
- Beck, T., R. G. Joergensen, E. Kandeler, F. Makeschin, E. Nuss, H. R. Oberholzer, et S. Scheu. « An inter-laboratory comparison of ten different ways of measuring soil microbial biomass C ». *Soil Biology and Biochemistry* 29, n° 7 (juillet 1997): 1023-32. doi:10.1016/S0038-0717(97)00030-8.
- Benjamini Y. et Y. Hochberg, *Controlling the false discovery rate: A practical and powerful approach to multiple testing*, *Journal of the Royal Statistical Society* **57(1)** (1995), 289-300.
- Bosman, B. et Carnol, M. « Rapport de recherche de la subvention entre le Service Public de Wallonie et l'Université de Liège: Indicateurs biologiques ds sols forestiers ». Université de Liège, février 2012. <http://hdl.handle.net/2268/117896>.
- Bosman, B., Klenkenberg, S., et Carnol, M. « Rapport de recherche de la subvention entre le Service Public de Wallonie et l'Université de Liège: Etude à long terme de la biogéochimie des écosystèmes forestiers (2017-2018/1) ». Université de Liège, avril 2018. <http://hdl.handle.net/2268/225247>.
- Brookes, P. C. « The Use of Microbial Parameters in Monitoring Soil Pollution by Heavy Metals ». *Biology and Fertility of Soils* 19, n° 4 (mars 1995): 269-79. doi:10.1007/BF00336094.
- Buldgen, P. « Etude écosystémique de deux bassins versants boisés en Haute-Ardenne ». Thèse, Université Liège, 1984.
- Carnol M, 1996. "Etude comparée de paramètres écosystémiques et de l'évolution phytosanitaire de peuplements situés dans des couples de bassins versants". Convention entre la région Wallonne et l'Université de Liège. Rapport final, Mars 1996. Laboratoire d'Ecologie Végétale et Microbienne. Université de Liège. Liège
- Carnol M, Bosman B, 1999. "Stabilisation de l'écosystème forestier: effets du reboisement du bassin versant de la Robinette sur les flux en éléments minéraux". Convention entre la région Wallonne et l'Université de Liège. Rapport final, Mars 1999. Laboratoire d'Ecologie Végétale et Microbienne. Université de Liège. Liège
- Carnol M, Guillaume P, 2005. "Effets des mesures de gestion sur la stabilité de l'écosystème forestier: reboisement extensif après mise à blanc. Rapport final. Convention entre la Région Wallonne et l'Université de Liège". Mars 2005. Université de Liège. Liège
- Carnol, M., et Bazgir, M., « *Nutrient return to the forest floor through litter and throughfall under 7 forest species after conversion from Norway spruce* ». *Forest Ecology and*

- Management 309, (2013): 0378-1127. <http://hdl.handle.net/2268/147954>Carnol, Monique, Lander Baeten, Etienne Branquart, Jean-Claude Grégoire, André Heughebaert, Bart Muys, Quentin Ponette, et Kris Verheyen. « Ecosystem Services of Mixed Species Forest Stands and Monocultures: Comparing Practitioners' and Scientists' Perceptions with Formal Scientific Knowledge ». *Forestry* 87, n° 5 (12 janvier 2014): 639-53. doi:10.1093/forestry/cpu024.
- Cleveland W.S et S.J. Devlin, *Locally weighted regression : An approach to regression analysis by local fitting*, Journal of the American Statistical Association **83(403)** (1988), 596-610.
- Curtin, D., C. E. Wright, M. H. Beare, et F. M. McCallum. « Hot Water-Extractable Nitrogen as an Indicator of Soil Nitrogen Availability ». *Soil Science Society of America Journal* 70, n° 5 (2006): 1512. doi:10.2136/sssaj2005.0338.
- De Schrijver, A., L. Nachtergale, J. Staelens, S. Luysaert, et L. De Keersmaeker. « Comparison of throughfall and soil solution chemistry between a high-density Corsican pine stand and a naturally regenerated silver birch stand ». *Environmental Pollution* 131, n° 1 (septembre 2004): 93-105. doi:10.1016/j.envpol.2004.01.019.
- Debruxelles, Jérôme, Bernard Bosman, Aurélie Violette, et Monique Carnol. « Rapport de recherche de la subvention entre le Service Public de Wallonie et l'Université de Liège: Impact des essences et des mesures de gestion sylvicole sur les activités microbiennes et la biogéochimie des écosystèmes forestiers ». Université de Liège, 25 octobre 2013. <http://orbi.ulg.ac.be/handle/2268/157981>.
- Debruxelles, Jérôme, André Piret, et Monique Carnol. « Rapport de recherche de la convention entre le Service Public de Wallonie et l'Université de Liège: Effets des mesures de gestion sur la fertilité des sols forestiers et le cycle de l'eau ». Université de Liège, 20 mars 2012. <http://orbi.ulg.ac.be/handle/2268/117886>.
- De Schrijver, A., Nachtergale, L., Staelens, J., Luysaert, S., De Keersmaeker, L., 2004. Comparison of throughfall and soil solution chemistry between a high-density Corsican pine stand and a naturally regenerated silver birch stand. *Environmental Pollution*, 131(1): 93-105.
- Dulière, J-F.,Carnol, M., Dalem, S., Remacle, J., et Malaisse, F., « *Impact of dolomite lime on the ground vegetation and on potential net N transformations in Norway spruce (Picea Abies (L.) Karst.) and sessile oak (Quercus Petraea (Matt.) Lieb.) stands in the Belgian Ardenne* ». *Annals of Forest Science*: 56 (1999): 361-370
- Guillaume P, Carnol M, 2005."Effets des mesures de gestion sur la stabilité de l'écosystème forestier: reboisement extensif après mise à blanc". Convention entre la région Wallonne et l'Université de Liège. Rapport final, Mars 2005. Laboratoire d'Ecologie Végétale et Microbienne. Université de Liège. Liège
- Guillaume, P. Carnol, M., « Rapport de recherche de la convention entre le Service Public de Wallonie et l'Université de Liège: Effets des mesures de gestion sur la fertilité des sols forestiers et le cycle de l'eau. Rapport final ». Université de Liège, mais 2008. <http://hdl.handle.net/2268/25094>.
- Guillaume P, Carnol M, 2009."Effets des mesures de gestion sur la fertilité des sols forestiers et le cycle de l'eau. Rapport final, juin 2009". Université de Liège. Liège
- Hambucker, A.,Thèse de doctorat: *Etude de l'évolution au cours d'une décennie des transferts d'éléments minéraux dans un écosystème forestier*, Univerité de Liège, 1993. <http://hdl.handle.net/2268/175967>.

- Hart, Stephen C., John M. Stark, Eric A. Davidson, et Mary K. Firestone. « Nitrogen Mineralization, Immobilization, and Nitrification ». *Methods of Soil Analysis: Part 2— Microbiological and Biochemical Properties* sssabookseries, n° methodssoilan2 (janvier 1994): 985-1018. doi:10.2136/sssabookser5.2.c42.
- Helsel D.R. et R.M. Hirsch, *Statistical methods in water resources*, 2002, U.S. Geological Survey, Techniques of Water Resources Investigations, Book 4, Chapter A3.
- Hendershot, William H., et Martin Duquette. « A Simple Barium Chloride Method for Determining Cation Exchange Capacity and Exchangeable Cations¹ ». *Soil Science Society of America Journal* 50, n° 3 (1986): 605. doi:10.2136/sssaj1986.03615995005000030013x.
- Hirsch R.M., *Statistical methods and sampling design for estimating step trends in surface-water quality*, Water Resources Bulletin **24** (1988), 493-503.
- Hirsch R.M. et E.J. Gilroy, *Detectability of step trends in the rate of atmospheric deposition of sulfate*, Water Resources Bulletin **21(5)** (1985), 773-784.
- Hirsch R.M. et J.R. Slack, *A nonparametric trend test for seasonal data with serial dependence*, Water Resources Research **20(6)** (1984), 727-732.
- Hirsch R.M., J.R. Slack, et R.A. Smith, *Techniques of trend analysis for monthly water quality data*, Water Resources Research **18(1)** (1982), 107-121.
- Hubert M. et E. Vandervieren, *An adjusted boxplot for skewed distributions*, Computational Statistics and Data Analysis **52(12)** (2008), 5186-5201.
- Hurvich C.M., J.S. Simonoff, et C.-L. Tsai, *Smoothing parameter selection in nonparametric regression using an improved Akaike information criterion*, Journal of the Royal Statistical Society **60(2)** (1998), 271-293
- Huang, Zhiqun, Zhihong Xu, Chengrong Chen, et Sue Boyd. « Changes in soil carbon during the establishment of a hardwood plantation in subtropical Australia ». *Forest Ecology and Management* 254, n° 1 (15 janvier 2008): 46-55. doi:10.1016/j.foreco.2007.07.021.
- D.S. Jenkinson, D.S. Powlson, *The effects of biocidal treatments on metabolism in soil: V. A method for measuring soil biomass*. Soil Biol. Biochem., 8 (1976), pp. 209-21
- Keuskamp A., Dingemans B., Lehtinen T., Sarneel J., et Hefting M. « Tea Bag Index: a novel approach to collect uniform decomposition data across ecosystems ». *Method in Ecology and Evolution* (July 2013). doi:10.1111/2041-210X.12097
- Knoepp, Jennifer D, David C Coleman, D. A Crossley Jr., et James S Clark. « Biological indices of soil quality: an ecosystem case study of their use ». *Forest Ecology and Management* 138, n° 1–3 (1 novembre 2000): 357-68. doi:10.1016/S0378-1127(00)00424-2.
- Kruszyk, Robert. « Changes in the Physical Properties of Precipitation in Pine Stands in the Area with A Low Degree of Air Pollution (Western Pomerania) ». *Quaestiones Geographicae* 32, n° 3 (2013): 27–37. doi:10.2478/quageo-2013-0017.
- Latte, Nicolas, Gilles Colinet, Adeline Fayolle, Philippe Lejeune, Jacques Hébert, Hugues Claessens, et Sébastien Bauwens. « Description of a New Procedure to Estimate the Carbon Stocks of All Forest Pools and Impact Assessment of Methodological Choices on the Estimates ». *European Journal of Forest Research* 132, n° 4 (8 juin 2013): 565-77. doi:10.1007/s10342-013-0701-6.
- Lecomte, H, P Florquin, J-P Morimont, et M Thirion. « La forêt wallonne, état de la ressource à la fin du 20ème siècle », 2003.
- Lopez B. et A. Leynet, *Evaluation des tendances d'évolution des concentrations en polluants dans les eaux souterraines – Revue des méthodes statistiques existantes et recommandations pour la mise en œuvre de la DCE*, BRGM/RP-59515-FR, 2011.

- Malchair, Sandrine, Henri Halen, Marylène Moutier, et Monique Carnol. « Appréciation des indicateurs biologiques comme outils d'évaluation de la qualité des sols-rapport final de la convention ULg-SPW ». non diffusé, 19 novembre 2010. <http://orbi.ulg.ac.be/handle/2268/76044>.
- Mann H.B., *Nonparametric tests against trend*, *Econometrica* **13(3)** (1945), 245-259.
- Pettitt A.N., *A non-parametric approach to the change point problem*, *Journal of the Royal Statistical Society* **28** (1979), 126-135.
- Sen P.K., *Estimates of the regression coefficient based on Kendall's tau*, *Journal of the American Statistical Association* **63(324)** (1968), 1379-1389.
- Ranger, Jacques. « Effets prévisibles de l'intensification de la production et des récoltes sur la fertilité des sols de forêt. Le cycle biologique en forêt », 1984. <http://documents.irevues.inist.fr/handle/2042/21722>.
- Ratcliffe, S. Bosman, B. et Carnol, M., 2018. *Spatial and temporal variability of biological indicators of soil quality in two forest catchments in Belgium*. *Applied Soil Ecology*, 126: 148-159.
- Sparling, G, et Maja Vojvodić-Vuković La Schipper. « Hot-water-soluble C as a simple measure of labile soil organic matter: The relationship with microbial biomass C ». *Soil biology & biochemistry* 30, n° 10 (1998): 1469-72.
- Tukey J.W., *Exploratory data analysis*, Broché, 1977.
- van Belle G. et J.P. Hughes, *Nonparametric tests for trend in water quality*, *Water Resources Research* **20(1)** (1984), 127-136.
- Vallet, Patrick, Jean-François Dhôte, Gilles Le Moguédec, Michel Ravart, et Gêrôme Pignard. « Development of total aboveground volume equations for seven important forest tree species in France ». *Forest Ecology and Management* 229, n° 1-3 (1 juillet 2006): 98-110. doi:10.1016/j.foreco.2006.03.013.
- Walle, Inge Vande, Nancy Van Camp, Dominique Perrin, Raoul Lemeur, Kris Verheyen, Bas Van Wesemael, et Eric Laitat. « Growing stock-based assessment of the carbon stock in the Belgian forest biomass ». *Annals of Forest Science* 62, n° 8 (2005): 12. doi:10.1051/forest:2005076.
- Yue S., P. Pilon, B. Phinney, et G. Cavadias, *The influence of autocorrelation on the ability to detect trend in hydrological series*, *Hydrological Processes* **16(9)** (2002), 1807-1829.
- Zhang, S.Q, F.D Zhang, et X.M Liu. « Determination and analysis on main harmful composition in excrement of scale livestock and poultry feedlots-- 《Plant Nutrition and Fertilizing Science》 2005年06期 »,2005. http://en.cnki.com.cn/Article_en/CJFDTTotal-ZWYF200506018.htm.