



**ÉCOLOGIE VÉGÉTALE
ET MICROBIENNE**

Département Biologie,
Écologie, Évolution

Professeur M. CARNOL

Plan quinquennal de Recherches forestières 2019-2024

Subvention 01/07/2023-30/06/2024

Entre le Service public de Wallonie et l'Université de Liège

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

Action 0.5, Rapport d'activité final, août 2024

B. BOSMAN, S. RATCLIFFE et M. CARNOL

Responsable scientifique : Prof. Monique Carnol

Collaboratrice externe : Dr. Sophia Ratcliffe

Équipe de recherche : Bernard Bosman, scientifique

Assia Tahiri, technicienne

Table des matières

Table des matières.....	2
A. Fiche descriptive de l’action 0.5 « Étude à long terme de la biogéochimie des écosystèmes forestiers ».....	4
Préambule	4
A1. Justification et objectifs.....	4
A2. Méthode retenue.....	6
A3. Résultats attendus (par le COPIL initialement)	6
A4. Durée et coûts (acceptés par le COPIL initialement).....	6
A5. Calendrier 2023-2024 initial	6
A6. Personnel scientifique et technique si possible (ETP, Titre, H.mois effectif, H.mois effectif cumulé Plan 5al 2019-2024 et source de financement – càd volet du plan et ou subvention intégrée en cours de période 2019-2024)	7
A7. Documents et/ou outils (livrables) à produire (volet ACRVF) - Support DNF et/ou DEMNA (Volet actions de recherche d’intérêt publiques suivies par le DNF et le DEMNA)	7
B. Rapport de l’action de recherche.....	8
B1. Synthèse des activités de recherche du Laboratoire d’écologie végétale et microbienne (2020-2024).....	8
B2. Introduction/contexte	10
B3. Matériel et méthodes	11
B3.1. Évolution à long terme des concentrations et flux en éléments minéraux, et en carbone organique dans deux bassins versants forestiers	11
B3.2 Qualité/santé des sols forestiers	18
B4. Résultats et discussion.....	23
B4.1. Évolution à long terme de la pollution acide et azotée dans deux bassins versants forestiers.....	23
B4.2. Évolution à long terme de l’équilibre nutritionnel de deux bassins versants forestiers	44
B4.3. Indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers sous hêtre et épicéa en Wallonie.....	50
B4.4. Effet de la diversification des essences forestières sur la santé des sols.....	57
B5. Mise à niveau des sites dans le cadre de la directive NEC 2016/2284	62
B6. Valoriser et disséminer les résultats des recherches.....	63
B7. ETP réel au jour de la présentation (justification en cas de modification)	64

B8. Documents et/ou outils (livrables) produits et à produire modifiés le cas échéant et raisons	64
B9. Collaborations diverses (tous niveaux confondus).....	64
B10. Activités de communication et de publications (déclinées par type – scientif., vulgarisation, conférences scientifiques, international, autres)	65
B11. Perspectives et proposition de calendrier 2020-2024.....	65
B12. Autres références éventuellement citées (bibliographie utilisée le cas échéant).	65

A. Fiche descriptive de l'action 0.5 « Étude à long terme de la biogéochimie des écosystèmes forestiers »

Préambule

Cette action résulte de l'intégration d'une subvention de recherche annuelle préexistante au sein du volet 1 (thématiques d'intérêt) du Plan quinquennal. Ainsi, les recherches 2019-2020 étaient suivies par la Direction de la Recherche et du Développement du Département du Développement, de la Ruralité et des Cours d'Eau et du Bien-être animal du SPW Agriculture, Ressources naturelles et Environnement (« Étude à long terme de la biogéochimie des écosystèmes forestiers (2019) – D65-1405 »). Ces recherches 2019-20 ont été clôturées et le rapport final approuvé (Bosman et al., 2020).

Le présent rapport concerne les activités de recherche du Laboratoire d'écologie végétale et microbienne, ULiège, intégrées depuis juillet 2020 dans l'action 0.5 du Plan quinquennal de recherches forestières 2019-24 (thème 1 « Évaluation des risques et gestion des forêts dans le cadre des changements globaux »; axes stratégiques 1 et 2 « Maintenir et améliorer la capacité d'adaptation et la résilience des écosystèmes forestiers face aux changements globaux », « Disposer des données scientifiques régulièrement mises à jour permettant de fournir des informations à l'ensemble de la filière forêt-bois »). Le présent rapport présente la synthèse recherches réalisées pour les 4 subventions entre 2020 et 2024.

A1. Justification et objectifs

L'Action 0.5 porte sur l'étude de l'effet d'actions sylvicoles (p.ex. choix des essences, diversification des essences) sur la santé des sols et sur l'évolution à long terme de la pollution acide et azotée, de l'équilibre nutritionnel, et de la biogéochimie de deux bassins versants forestiers (La Robinette et Waroneu, Haute Ardenne). La recherche scientifique sur la biologie et la biogéochimie des sols forestiers permet de combler des lacunes de connaissances importantes qui sont essentielles pour comprendre la résistance des écosystèmes forestiers face aux changements globaux. De même, les études à long terme sont indispensables pour comprendre l'évolution passée et future, ainsi que pour répondre aux obligations de rapportage dans le cadre de directives européennes.

Échelle : locale et régionale – long terme

- Une partie des sites de mesures concernés par le projet ont été sélectionnés par l'AWAC dans le cadre de la mise en place d'un réseau de sites de surveillance représentatifs des écosystèmes (eaux de surface, habitats naturels non forestiers ou semi-naturels et écosystèmes forestiers) imposée par la directive NEC (Art. 9 et annexe V de la directive NEC 2016/2284).
- La base de données constituée au cours des subventions successives sur plus de 30 ans est un outil exceptionnel pour investiguer des processus lents (conséquences des changements climatiques, conséquences d'un changement des essences forestières, effets à long terme d'un amendement, effets chroniques de la pollution) et une source d'information unique pour la Wallonie. Les données sont utilisées dans le cadre du calcul de charges critiques en

polluants acidifiants et eutrophisants (Convention sur la pollution atmosphérique transfrontière à longue distance -PATLD ; directive EU 2001/81/CE abrogé par la directive 2016/2284 du 1/7/2018).

- La recherche à long terme sur les écosystèmes (LTER) est une composante essentielle des efforts mondiaux visant à mieux comprendre les écosystèmes et l'environnement sur lesquels nous dépendons (LTER-Europe, <http://www.lter-europe.net/>). Les sites concernés par ce projet font partie de LTER-Europe (DEIMS.ID: <https://deims.org/450ecc48-b748-49da-8b33-7955854bda78>; DEIMS.ID: <https://deims.org/eb9a51f2-bed4-4c6a-8269-49b180708e2a>), au sein duquel un projet ESFRI infrastructure (« Integrated European Long-Term Ecosystem, Critical Zone & Socio-Ecological Research Infrastructure (eLTER RI) ») est développé.
- Les résultats des recherches sont également utilisés dans le cadre de l'État de l'environnement wallon (dépassement des charges critiques en polluants acidifiants et eutrophisants, qualité biologique des sols).

Cette subvention annuelle s'inscrit dans les principes du Décret du 15 juillet 2008 relatif au code forestier (C.F.), dans le cadre des objectifs opérationnels de gestion forestière (Plan opérationnel DNF 2014-2019, P.O.) et dans les missions du plan quinquennal de recherche forestière (P.Q.) un complément à l'Accord cadre de recherche forestière et au suivi pédologique de l'Inventaire permanent des ressources forestières de Wallonie en répondant à certaines attentes par le développement de connaissances au Laboratoire d'Écologie végétale et microbienne de l'Université de Liège dans les domaines suivants :

- le maintien et l'amélioration des ressources forestières et leur contribution au cycle du carbone (C.F.) ;
- le maintien de la santé et de la vitalité des écosystèmes forestiers (C.F.) ;
- le maintien, la conservation et l'amélioration de la diversité biologique dans les écosystèmes forestiers (C.F.) ;
- le maintien et l'amélioration des fonctions de protection dans la gestion des bois et forêts, notamment pour le sol et l'eau (C.F.) ;
- 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 (C.F.) ;
- le maintien et l'amélioration de la capacité d'adaptation des écosystèmes aux changements climatiques, en prenant en compte notamment la biodiversité et en veillant à augmenter la résilience des écosystèmes (... maintien de la qualité des sols ; ...l'étude de la dynamique de l'écosystème forestier) (art. 1 P.Q.) ;
- la limitation des risques prévisibles, tant au niveau de l'arbre que de l'écosystème ou des aspects économiques de la gestion forestière (... favoriser la diversité des peuplements, maintien de la fertilité des sols) (art. 2 P.Q.) ;
- le renforcement de la séquestration de carbone sur le long terme (mieux comprendre comment les écosystèmes forestiers et leur gestion contribuent à la séquestration de carbone à long terme) (art. 4 P.Q.) ;
- l'amélioration de la connaissance du patrimoine forestier (P.O.).

A2. Méthode retenue

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

1. Récolte et analyse des pluies, des pluiolessivats, de l'eau du sol et des exutoires dans les bassins versants de La Robinette et Waroneu
2. Gestion d'une base de données
3. Analyser l'évolution à long terme des dépôts en substances acidifiantes et eutrophisantes dans deux bassins versants forestiers
4. Étude de l'évolution à long terme des flux entrées-sorties
5. Constitution et vérification d'une base de données sur les mesures réalisées au cours de 33 dernières années
6. Fournir des mesures sur les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers
7. Rapportage directive NEC UE n° 2016/2284
8. Mise à niveau des sites (NEC)
9. Valoriser et disséminer les résultats des recherches

A3. Résultats attendus (par le COPIL initialement)

Na

A4. Durée et coûts (acceptés par le COPIL initialement)

Une subvention de 14 MOIS, 3 subventions de 12 MOIS :

- du 1^{er} mai 2020 au 30 juin 2021 : 262500 euros
- du 1^{er} juillet 2021 au 30 juin 2022 : 224595 euros
- du 1^{er} juillet 2022 au 30 juin 2023 : 224910 euros
- du 1^{er} juillet 2023 au 30 juin 2024 : 224910 euros

A5. Calendrier 2023-2024 initial

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1. Récolte et analyse des pluies, des pluiolessivats, de l'eau du sol et des exutoires dans les bassins versants de La Robinette et Waroneu												
2. Gestion d'une base de données												
3. Analyser l'évolution à long terme des dépôts en substances acidifiantes et eutrophisantes dans deux bassins versants forestiers												
4. Étude de l'évolution à long terme des flux entrées-sorties												
5. Constitution et vérification d'une base de données sur les mesures réalisées au cours de 30 dernières années												
6. Fournir des mesures sur les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers												
7. Rapportage directive NEC UE n° 2016/2284												
8. Mise à niveau des sites (NEC)												
9. Valoriser et disséminer les résultats des recherches												

A6. Personnel scientifique et technique si possible (ETP, Titre, H.mois effectif, H.mois effectif cumulé Plan 5al 2019-2024 et source de financement – càd volet du plan et ou subvention intégrée en cours de période 2019-2024)

Nom	ETP	Titre	Financement (volet du plan)	H.mois effectif 23-24	H.mois effectif Cumulé 4 ans 2 mois (50 mois)
Bernard Bosman	100%	Lic.	Subvention intégrée, DEMNA	12	50
André Piret	50% (àpd 1/7/20), 100% Depuis 1/1/21 Pension àpd 1/10/2022	Technicien	Subvention intégrée, DEMNA	0	24
Assia Tahiri	100%, 80% depuis 1/9/2022	Technicienne	Subvention intégrée, DEMNA	9.6	45,6

Difficultés rencontrées : l'intégration de notre équipe dans le plan quinquennal vers la fin de la première année du plan a coïncidé avec la crise sanitaire, ce qui a considérablement freiné les recherches et interactions entre les équipes et l'administration. Une hausse salariale, non prévue au budget, n'a pas permis de remplacer un technicien admis à la retraite et d'engager un boursier doctorant. Dès lors, depuis septembre 2022, l'échantillonnage de terrain est réalisé par le scientifique financé sur la subvention avec l'aide d'un technicien ULiège, non financé sur le plan. Ce technicien participe également à la préparation des échantillons pour l'analyse et aux analyses chimiques (total 9 homme-mois).

A7. Documents et/ou outils (livrables) à produire (volet ACRVF) - Support DNF et/ou DEMNA (Volet actions de recherche d'intérêt publiques suivies par le DNF et le DEMNA)

- Publications
 - Revues à impact local (Forêt wallonne)
 - Revues internationales

- Rapportage NEC
- Si besoin : chapitres ‘État de l’environnement wallon’

En préparation :

- Forêt.Nature :
 - Évolutions des pollutions acides et azotés en forêt wallonne depuis 1991
 - Et le sol dans tout ça ?
- Science of the Total Environment:
 - Changements à long terme des tendances et de la saisonnalité des dépôts et pertes en substances acidifiantes et eutrophisantes dans l’écosystème forestier

B. Rapport de l’action de recherche

B1. Synthèse des activités de recherche du Laboratoire d’écologie végétale et microbienne (2020-2024)

Cette recherche s’inscrit dans le cadre du Plan quinquennal de recherches forestières 2019-2024 et le présent rapport concerne la synthèse des activités de recherche du Laboratoire d’écologie végétale et microbienne de l’ULiège, qui ont été intégrées depuis juillet 2020 dans l’action 0.5 de ce plan.

Les changements climatiques et la pollution atmosphérique exercent un stress important sur les écosystèmes forestiers, ce qui engendre une grande incertitude quant aux pratiques sylvicoles à adopter à l’avenir. Face à ces changements environnementaux, les sols et la biogéochimie des écosystèmes forestiers jouent un rôle crucial, car les processus qui s’y déroulent contribuent à la résilience des forêts, en régulant les cycles des éléments nutritifs et en soutenant la biodiversité. Alors que l’effet des essences forestières individuelles a été étudié principalement sur la chimie du sol, peu de connaissances ont été acquises sur l’effet des essences individuelles et en mélange sur les processus contrôlés par les organismes vivant dans les sols. À ce jour, il n’y a quasi pas de données sur les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers wallons. Par ailleurs, des études à long terme de la biogéochimie des écosystèmes forestiers sont essentielles pour comprendre la résilience des écosystèmes forestiers face aux changements globaux. Les objectifs de nos recherches étaient (1) d’analyser l’évolution à long terme de la pollution acide et azotée, et (2) de l’équilibre nutritionnel de deux bassins versants forestiers, (3) Fournir des mesures sur les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers, (4) d’étudier l’effet de la diversification des essences forestières sur la santé des sols. Globalement ces recherches permettent de fournir des connaissances pour maintenir et améliorer la résilience des écosystèmes forestiers dans le contexte des changements globaux et de fournir un appui à la décision pour la gestion des écosystèmes forestiers.

L’évolution à long terme de la pollution acide et azotée, ainsi que l’équilibre nutritionnel des écosystèmes ont été analysés dans deux bassins versants forestiers d’environ 80 hectares, situés en Haute Ardenne. Depuis 1991, des échantillons mensuels de pluies, de pluviollessivats, de la solution du sol et de l’eau à l’exutoire sont collectés et analysés pour les principaux cations, anions et le carbone organique. Les résultats montrent une diminution considérable des

dépôts de polluants acidifiants (S-SO₄) depuis 1991 (70 % de réduction dans les pluviollessivats sous épicéas). La diminution des dépôts d'azote minéral eutrophisant (N-NH₄ et N-NO₃) est moins marquée (40 % de réduction des N-NO₃ dans les pluviollessivats sous épicéas). Les dépôts d'azote actuels, calculés en fonction des espèces d'arbres présentes dans chaque bassin versant, s'élèvent à environ 10 kg par hectare et par an, en moyenne sur les cinq dernières années. Ce chiffre est environ deux fois inférieur à la charge critique estimée à la fin des années 1990, mais reste encore deux fois plus élevé que les recommandations actuelles pour la préservation des populations d'ectomycorhizes, essentielles à la nutrition des arbres.

En réponse à cette réduction des substances eutrophisantes et acidifiantes, la capacité à neutraliser les acides (ANC) et le pH ont augmenté dans les pluies, les pluviollessivats et les eaux des exutoires, avec un gain de 1,5 unité de pH. Cette baisse de l'acidité reflète une réduction de la pression sur l'écosystème, ce qui peut améliorer la disponibilité des nutriments et avoir un effet positif sur la biodiversité. Malgré ces diminutions des pollutions acidifiantes et eutrophisantes, les deux bassins versants continuent de perdre du calcium. De plus, les pertes nettes en sulfates, indiquent que les bassins versants sont encore en phase de récupération de l'acidité accumulée au siècle dernier.

L'analyse des tendances temporelles révèle des changements marqués dans la direction et dans l'intensité des évolutions depuis 2014, avec l'apparition de points de bascule où les variations de pH, d'ANC et de sulfates deviennent plus prononcées. Ces points de bascule reflètent des moments clés où les dynamiques des concentrations changent soudainement, potentiellement en raison de l'influence croissante des facteurs climatiques. Les fluctuations dans l'intensité des cycles de dessèchement et d'humidification pourraient ainsi modifier les processus de dégradation de la matière organique dans les sols.

Les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers ont été mesurés dans l'horizon organique et organo-minéral de 30 sites sous hêtre ou épicéa, majoritairement dans les Ardennes. Les sols ont été analysés pour la biomasse microbienne, la respiration potentielle, la minéralisation nette de l'azote, l'indice de potentiel métabolique des micro-organismes du sol, le quotient métabolique (rapport entre respiration potentielle et C microbien), le quotient microbien (rapport entre C microbien et C organique total) et le carbone labile. Les sols sous épicéas et hêtres présentent des différences notables en fonction des variables de qualité du sol. Le pH est plus élevé sous hêtre, tandis que le contenu en carbone, tant total que labile, est plus important sous épicéa. En ce qui concerne la microbiologie du sol, on observe une biomasse microbienne plus abondante sous épicéa, ainsi qu'un potentiel de respiration plus élevé. De plus, le rapport entre la biomasse microbienne carbonée (MBC) et azotée (MBN), qui reflète la proportion entre champignons et bactéries dans la population des micro-organismes, indique une présence accrue de champignons sous les épicéas. À partir de cet échantillonnage, nous avons établi une première ébauche de gammes de valeurs pour les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers, qui devra être affinée par des mesures supplémentaires, à la fois spatiales et temporelles.

L'effet de la diversification des essences forestières sur la santé des sols a été étudiée dans une plantation expérimentale d'essences en mélange. Les sols ont été échantillonnés sous hêtre, chêne, mélèze et douglas en monoculture, les mélanges de deux espèces et le mélange de trois espèces (chêne, hêtre, douglas uniquement) au site de Gouverneurs à Gedinne (FORBIO) et analysés pour les indicateurs biologiques de la qualité des sols cités ci-dessus. L'analyse

préliminaire des données n'a relevé aucune différence significative pour les indicateurs mesurés entre les sols des quatre espèces et des couples d'espèces d'arbres. La grande variabilité des données et la jeunesse des plantations pourraient expliquer cette absence de d'effet. Néanmoins, en comparant les 4 essences en monoculture, on observe que les sols sous hêtre sont associés à un pH plus élevé et à une meilleure activité microbienne ; que les sols sous mélèze et douglas ont une teneur en carbone plus élevée avec proportionnellement plus de champignons ; et que les sols sous chêne présentent une grande variabilité, avec une biomasse microbienne potentiellement plus élevée. Globalement, les résultats soulignent que la teneur en carbone, le pH et l'activité microbienne sont des facteurs clés influencés par les espèces d'arbres.

Les recherches menées ont également permis la remise en conformité des installations de récolte de terrain, d'actualiser et de vérifier l'ensemble de la base de données, et de répondre au rapportage européen obligatoire (directive NEC 2016/2284) (juillet 2019, juillet 2023). La base de données, compilée, vérifiée intégralement et mise à jour avec les données acquises de 1990 à fin 2023, comporte actuellement 1.879.920 entrées. Ces entrées comprennent 26 données analytiques par échantillon.

B2. Introduction/contexte

Nos forêts, en plus de leur contribution cruciale à la régulation du climat, abritent une biodiversité importante, offrent des ressources renouvelables et fournissent des services écosystémiques essentiels (Gamfeldt et al., 2013). Face aux défis environnementaux contemporains, tels que les changements climatiques et la pollution atmosphérique, la préservation et la gestion durable des écosystèmes forestiers revêtent d'une importance capitale. Les recherches forestières s'orientent par conséquent vers des études qui visent non seulement la production de bois, mais également la compréhension du fonctionnement de l'écosystème forestier dans son ensemble, afin que les choix sylvicoles permettent d'optimiser sa résilience face aux perturbations et de maintenir sa qualité et sa santé à long terme.

À ce titre, l'étude des sols a longtemps été négligée, et les connaissances en la matière restent très lacunaires. Pourtant, cette ressource non renouvelable joue un rôle essentiel dans la fourniture de nutriments, la régulation de l'eau et le stockage du carbone (Directorate-General for Research and Innovation (European Commission) et al., 2020). De plus, les pratiques sylvicoles peuvent exercer une influence significative sur les sols. La santé des sols forestiers est cruciale non seulement pour maintenir la biodiversité et la production de bois, mais aussi pour réguler les cycles biogéochimiques et préserver la qualité de l'eau.

D'autre part, vu la durée des révolutions forestières et l'évolution lente de certains paramètres, une approche d'étude à long terme des écosystèmes forestiers est un outil reconnu important pour suivre les changements graduels dans les écosystèmes forestiers, d'identifier les tendances émergentes, et de détecter les signaux d'alerte précoces. Ces études de suivi à long terme fournissent des informations sur la dynamique des peuplements forestiers qui ne peuvent pas être obtenues à partir des inventaires forestiers ou de petites parcelles temporaires (Haase et al., 2016).

C'est dans ce contexte que s'inscrit le présent projet de recherche qui vise à étudier la qualité des sols dans les écosystèmes forestiers wallons et de déterminer l'évolution à long

terme des polluants atmosphériques, des eaux à l'exutoire d'un bassin versants, comme indicateur du fonctionnement de l'écosystème forestier et de son équilibre nutritionnel.

B3. Matériel et méthodes

B3.1. Évolution à long terme des concentrations et flux en éléments minéraux, et en carbone organique dans deux bassins versants forestiers

Sites d'études et échantillonnage

Les recherches sont effectuées dans deux bassins versants, d'environ 80 ha chacun) forestiers situés dans l'Hertogenwald (Ardenne occidentale) ; Waroneu, https://data.lter-europe.net/deims/site/LTER_EU_BE_17 et La Robinette, https://data.lter-europe.net/deims/site/LTER_EU_BE_27) (Ratcliffe et al., 2018) ; Fig 1)). Ces écosystèmes, initialement peuplés majoritairement de conifères (Robinette : 99%, Waroneu : 60% ; (Buldgen, 1984)) ont subi diverses actions de gestion sylvicole : amendement (Waroneu, 1992), coupe à blanc (Robinette 22 ha, 1996), reboisement avec des parcelles de mélange de feuillus (Robinette, 1998). Depuis 2013, douze placettes d'étude intensives (6 par bassin versant) ont été établies sur base des unités végétation-sol prédominantes (fig 2, fig 3) et une placette sous épicéas installée auparavant (depuis 1990) à La Robinette a été maintenue.

Les eaux à l'exutoire des deux bassins versants sont récoltées quotidiennement depuis 1990 à l'aide d'un échantillonneur automatique et le débit est mesuré en continu. Les analyses chimiques sont réalisées sur des échantillons semi-mensuels (2 échantillons/mois) reconstitués à partir des échantillons journaliers et sur base des masses d'eau journalières.

La pluie à découvert (1 placette à Waroneu, 1 placette à La Robinette) et les pluviollessivats (13 placettes d'études intensives) sont récoltés au moyen de 6 stations pluviométriques (« pluviomètre ») dans chaque placette. Ces stations pluviométriques sont constituées de 5 entonnoirs chacune ("funnel shaped raingauges", (Rodda and Smith, 1986). Un entonnoir protégé par un morceau de tissu synthétique à large maille est fixé sur un piquet de bois de 40 cm de haut, et raccordé par un tuyau à une bouteille de PVC glissée dans le sol, le tuyau et la bouteille sont extérieurement peints en noir afin d'éviter le développement d'algues. Lors des récoltes, les contenus des 5 entonnoirs d'une même station sont réunis afin de constituer un seul échantillon. En hiver, les stations pluviométriques sont remplacées par des seaux permettant la récolte des précipitations sous forme de neige (Likens and Bormann, 1995). Les échantillons sont récoltés une fois par mois.

La solution du sol est extraite à l'aide d'une bougie poreuse en téflon (PRENART soil water sampler, Danemark) reliée à un récipient en verre fumé dans lequel une dépression de -65 kPa (-650 mbar) est appliquée. La bouteille est dépressurisée tous les 15 jours et la solution du sol est récoltée mensuellement. Huit bougies poreuses sont installées dans chacune des 13 placettes d'études intensives.

Tableau 1 : récapitulatif des mesures réalisées.

Mesures	Localisation	Répétitions	Fréquence	Données depuis
Exutoires	Waroneu La Robinette	1 par bassin versant	Journalier, agrégé à semi-mensuel	1990
Pluies à découvert	2 placettes ; 1 à Waroneu 1 à La Robinette	6 répétitions par bassin versant	Mensuel	1990
Pluiolessivats	13 placettes ; 6 à Waroneu 7 à La Robinette	6 répétitions par placette	Mensuel	RI (Robinette épicéas) et W01 (Waroneu épicéas) depuis 1990 ; les autres depuis 2013
Solution du sol	13 placettes ; 6 à Waroneu 7 à La Robinette	8 répétitions par placette	Mensuel	Depuis 2013
Données météorologiques	La Robinette (zone à découvert)			Depuis mars 2022

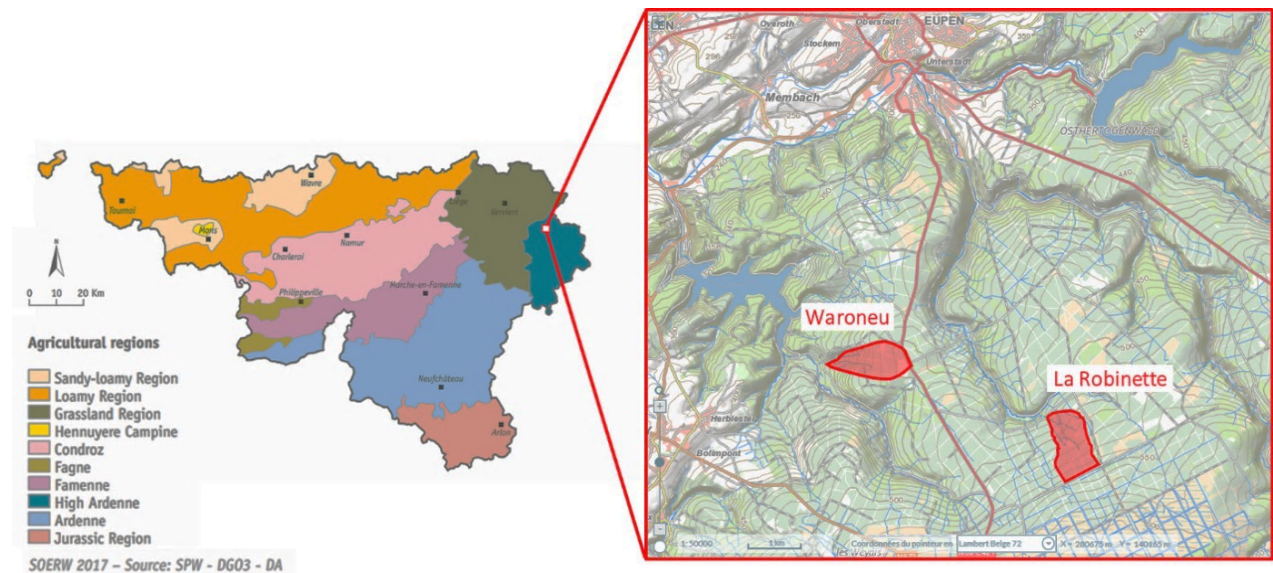


Fig. 1 : localisation des bassins versants de La Robinette et de Waroneu parmi les régions agricoles de Wallonie.

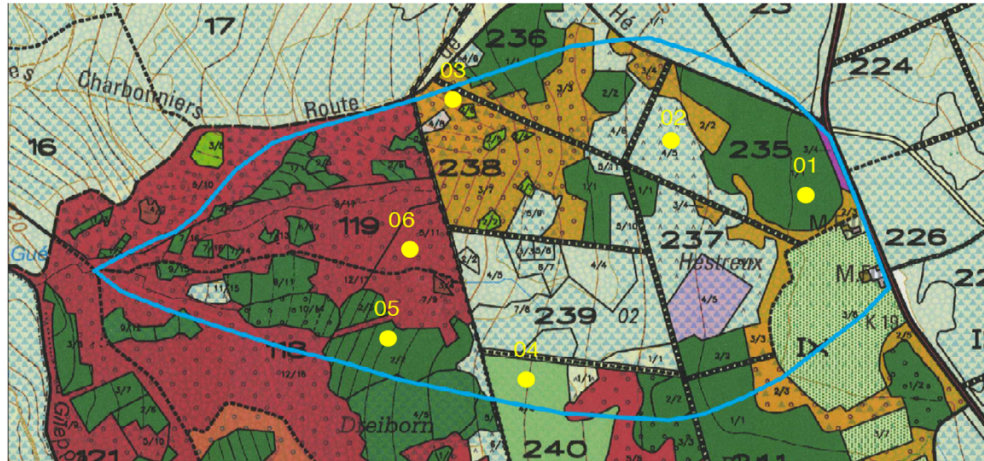


Fig. 2 : disposition des 6 placettes du bassin versant de Waroneu ;
 01 : épicéas adultes (1906) sur sol hydromorphe, désinstallée en 2022,
 02 : essences en mélange sur sol hydromorphe ; entre 2013 et 2017 à découvert,
 03 : chênes (1885) sur sol brun acide,
 04 : épicéas jeunes (1995) sur sol hydromorphe,
 05 : épicéas adultes (1935) sur sol brun acide ; désinstallée en 2020,
 06 : hêtres (1860) sur sol brun acide en pente.

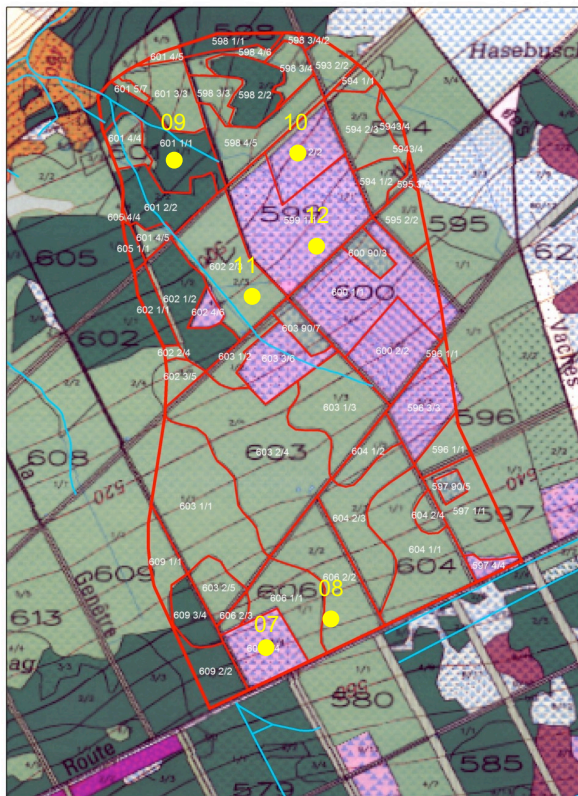


Fig. 3 : disposition des 6 placettes du bassin versant de la Robinette ;
 07 : parcelle 1, essences en mélange sur sol hydromorphe (1999),
 08 : épicéas (1998) sur sol hydromorphe,
 09 : épicéas adultes (1930) sur sol brun acide,
 10 : parcelle 4, essences en mélange sur sol brun acide (1999),
 11 : mélange épicéas de sitka / épicéas (1985) sur sol hydromorphe,
 12 : découvert sur sol hydromorphe

Au cours de la période de subvention 2020-2024, divers travaux logistiques de terrain ont été entrepris : vérification et remplacement des installation de collecte, installation de sondes de température du sol (Waroneu : W03, Robinette : R07 et R10) et de l'eau (exutoire de La Robinette), installation d'une station météo automatique (NEC 2016/2284), rétablissement des exutoires après les pluies diluviennes de mi-juillet 2021, démontage des placettes à Waroneu W05 (mise à blanc car scolyté, 2020) et W01 (mise à blanc, 2022), installation de clôtures électriques Robinette R11 et Waroneu R03.

Analyses chimiques

Dans les échantillons d'eau (pluies, pluviolessivats, solution du sol, eau à l'exutoire), l'acidité est mesurée à l'aide d'un pH-mètre et, après filtration (MN 615), les cations sont dosés par spectrométrie d'émission atomique (ICP-AES : Varian Vista à torche axiale depuis 1998 ; Agilent, 5100 depuis 2018), l'ammonium et les phosphates par méthode colorimétrique au moyen d'un auto-analyseur (Bran et Luebbe), les anions (nitrates, sulfates, chlorures) par HPLC (High Performance Liquid Chromatography Merck Hitachi L6200 et UV detector L4000), le carbone organique dissous et l'azote total par un analyseur de carbone (LABTOC TOC Analyser ; Analytikjena Multi N/C 3100 TOC/TN Analyser depuis 2018).

Traitement des données et analyses statistiques

La base de données, compilée, vérifiée intégralement et mise à jour avec les données acquises de 1990 à fin 2023, comporte actuellement 1.879.920 entrées. Ces entrées comprennent 26 données analytiques par échantillon, à savoir : volume d'eau récoltée, pH, conductivité, les concentrations en carbone organique dissous, N total, Al, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P total, Pb, Si, Cl, N-NO₃, S-SO₄, P-PO₄ et N-NH₄.

Gestion des valeurs manquantes et des extrêmes

Les valeurs manquantes isolées ont été comblées en utilisant la moyenne des mesures de part et d'autre de la valeur manquante (“https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2020/ICP_Manual_part11_2016_Soil_Solution_version_2016-2.pdf,” n.d.) (*Missing Value Imputation by Weighted Moving Average (na_ma)* ; *imputeTS* R package). La relation linéaire entre les volumes d'eau aux exutoires des deux bassins versants a été utilisée pour calculer les volumes manquants. La relation a été estimée séparément pour chaque année. Lorsque plusieurs valeurs manquantes se suivaient, aucune interpolation n'a été réalisée. Cette situation n'a pas été rencontrée pour les éléments et les années concernées pour les calculs des budgets. Toutes les analyses ont été réalisées avec la base de données dans laquelle les valeurs manquantes isolées avaient été comblées. Pour chaque élément, la moyenne pondérée par le volume et l'écart-type ont été calculés à partir des répétitions dans chaque parcelle de précipitations et de pluviolessivats et à chaque moment d'échantillonnage ($\frac{\sum(\text{volume} \cdot \text{concentration})_i}{\sum(\text{volume})_i}$; *i* : répétition) (“https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2020/ICP_Manual_part11_2016_Soil_Solution_version_2016-2.pdf,” n.d.). Aucune agrégation des concentrations de solutés dans le ruissellement (exutoire) n'a été effectuée, puisqu'il n'y avait qu'un seul échantillon. Le pH moyen a été déterminée à partir de la concentration en H⁺. Le flux de chaque élément dans les précipitations, les pluviolessivats et

le ruissellement a été calculé en kg par hectare, pour chaque collecteur individuellement, en se basant sur le volume d'eau dans l'échantillon et la surface du collecteur. Pour le ruissellement, le collecteur de surface est la surface du bassin versant.

La présence de valeurs extrêmes, définies comme une valeur supérieure au troisième quartile plus trois fois l'intervalle interquartile, c'est-à-dire, les bornes extérieures dans un diagramme en boîte (sensu Tukey 1977) a été estimée (*tsoutliers* ; *forecast* R package). Ces valeurs extrêmes ont fixé le nombre maximal de valeurs extrêmes utilisées par le modèle RBEAST lors des calculs de tendances.

Calculs

La capacité de neutralisation des acides (ANC) est largement utilisée comme mesure de l'état acide des eaux douces et comme indication des conditions biologiques (Vuorenmaa et al., 2018). Elle a été calculée dans chaque échantillon à partir des concentrations exprimées en mol_e l⁻¹, comme la différence entre la somme des cations basiques (Mg, Ca, K, Na) et la somme des anions acides (S-SO₄, Cl et N-NO₃).

Le ratio des cations basiques (Bc: somme de Ca, Mg et K) à Al a été calculé pour chaque échantillon. Les concentrations (moyennes pondérées par le volume) en moles par litre sont multipliées par la valence (mol_e l⁻¹).

L'azote organique dissous (DON) a été estimé comme N_{tot} moins la somme des moyennes pondérées par le volume de N-NH₄ et N-NO₃ dans chaque échantillon. Les valeurs de DON où la proportion de DON par rapport à N_{tot} était inférieure à -0,1 ont été définies comme NA (Izquieta-Rojano et al., 2016).

L'azote inorganique dissous a été calculé comme la somme de N-NH₄ et N-NO₃.

Les flux en éléments ont été calculés entre 2013 (installations des nouvelles placettes) et 2023. Les éléments pris en compte sont : le calcium, le magnésium, le potassium, l'azote dans les nitrates, l'azote dans l'ammonium, le carbone organique dissous et le soufre dans les sulfates. Afin de calculer les entrées dans les bassins versants, Les valeurs des flux annuels des pluviollessivats calculées pour chaque placette ont été pondérées en fonction de la surface des différents types de peuplements dans les bassins versants (Tableau 2) pour estimer le total des flux entrants à l'échelle du bassin.

Robinette		Waroneu	
Placettes	Facteurs de pondération	Placettes	Facteurs de pondération
R07 : mixte feuillus	0,045	W01 : épicéas	0,131 (2023 =>0)
R08 : régénération épicéas	0,723	W02 : mixte	0,081
R09 : épicéas	0,021	W03 : chênes	0,311
R10 : mixte feuillus	0,04	W04 : épicéas	0,079
R11 : sitkas et épicéas	0,037	W05 : épicéas	0,04 (2020 =>0)
R12 : semi ouvert	0,087	W06 : hêtres	0,311
RI : épicéas	0,018	Découvert	0,045 (2020 =>0,085 ; 2023 =>0,211)
Découvert	0,041		

Tableau 2 : Facteurs de pondération utilisés pour les placettes de la Robinette et de Waroneu

Les flux en éléments minéraux dans les pluies, les pluviolessivats et à l'exutoire sont calculés à partir des valeurs des concentrations et des volumes d'eau sur la période considérée et rapportés à la surface du bassin versant.

- Entrées (kg/ha/mois) : facteur de pondération * concentration * volume récolté / surface des pluviomètres
- Sorties (kg/ha/15jours) : Concentration * volume total pour la période de mesure / surface du bassin versant
- La somme annuelle (année civile) des flux est ensuite calculée en additionnant les valeurs des flux mensuels ou semi mensuels (exutoires).
- Les flux nets correspondent à la soustraction entre les 'entrées' (pluviolessivats) et les 'sorties' (exutoires). Un flux net négatif pour un élément donné signifie que l'écosystème s'appauvrit en cet élément.

Les flux en cations basiques (calcium, magnésium et potassium) dans les pluviolessivats sont influencées par la récrétion foliaire, résultante des interactions entre la pluie incidente et la canopée. Ces récrétions enrichissent les pluviolessivats, alors qu'il ne s'agit pas d'un apport d'éléments externes à l'écosystème. Il est dès lors suggéré de calculer les entrées en soustrayant la quantité d'élément issue de processus de récrétion. De Schrijver et al. (2004) et Kruszyk (2013) proposent une méthode pour calculer la proportion de cations récrétés qui repose sur deux hypothèses :

1. Le sodium est considéré comme un élément inerte au sein de la canopée, c'est-à-dire qu'il n'y a aucune récrétion ou adsorption de sodium lors du passage de la pluie à travers la canopée
2. Les particules contenant du potassium, calcium et magnésium ont la même vitesse de dépôt que le sodium (De Schrijver et al., 2004) expriment la vitesse du dépôt par le facteur DDF (Dry Deposition Factor)

$$DDF = (TF - BD)_{Na} / BD_{Na}$$

Où

TF : flux en sodium calculé sur base des concentrations et du volume des pluvioléssivats (keq/ha.an).

BD : flux en sodium calculé sur base des concentrations et du volume de la pluie à découvert (keq/ha.an).

Les flux de dépôt sec en potassium, magnésium et calcium sont alors calculés de la façon suivante :

$$DD_x = DDF * BD_x$$

Où

x = calcium, magnésium ou potassium

DD_x : flux de dépôts secs de x (keq/ha.an)

BD_x : flux de x dans les pluies à découvert (keq/ha.an)

Ce qui permet de calculer le lessivage des cations basiques (CL) de la canopée :

$$CL_x = TF_x - DD_x - BD_x$$

Où

CL_x : lessivage de x de la canopée (keq/ha.an)

TF_x : flux de x calculé sur base des concentrations et du volume des pluvioléssivats (en keq/ha.an)

DD_x : flux de dépôt sec de x (en keq/ha.an)

BD_x : flux de x dans les pluies à découvert (keq/ha.an)

Le flux entrants corrigés pour la récréation foliaire ont été calculés pour chaque bassin versant en soustrayant le lessivage annuel calculé pour le Ca, K et Mg (recalculé en kg ha⁻¹an⁻¹) des flux de pluvioléssivats pour chaque élément, respectivement.

Analyses statistiques

L'objectif de ces analyses est de (1) déterminer et de quantifier les tendances monotones significatives à long terme des solutés dans les précipitations, les pluvioléssivats et le ruissellement dans les séries chronologiques de 1992 à 2023, y compris des tendances des données de chaque mois au cours des années et (2) déterminer les tendances non linéaires et identifier le moment et l'ampleur des points de changement qui pourraient être attribués à des changements des conditions climatiques ou à d'autres causes.

La présence d'une tendance au cours du temps dans les séries temporelles a été estimée avec le test de Kendall saisonnier (package EnvStat de R), qui détermine la présence de tendances monotones (unidirectionnelles) au travers des saisons individuelles (moments

d'échantillonnage) et les additionne pour donner une tendance globale au fil du temps sur l'ensemble de la série. Ce test a été sélectionné car les fonctions d'autocorrélation entre les données et le test de Friedman indiquaient une saisonnalité significative pour la grande majorité des solutés analysés. Il est important de noter que le terme 'saison' est utilisé dans ces statistiques pour indiquer la fréquence de l'échantillonnage (mensuel ou semi-mensuel), et ne représente pas les 4 saisons météorologiques. La méthode exécute un test non paramétrique pour une tendance monotone au sein de chaque saison basée sur la statistique tau de Kendall et calcule un intervalle de confiance pour la pente sur toutes les saisons. L'ampleur (pente) de toute tendance a été déterminée en utilisant la méthode de pente de Sen. L'estimation globale de τ est la moyenne pondérée des τ saisonniers.

L'analyse de points de rupture dans les tendances et la composante saisonnière des séries temporelles individuelles de concentration des solutés (1992 à 2023) dans les précipitations, les pluviollessivats et le ruissellement dans les deux bassins versants a été réalisée avec une méthodologie bayésienne de détection de points de changement et de décomposition des séries temporelles (BEAST) (package Rbeast de R). BEAST permet d'intégrer des valeurs manquantes et des valeurs aberrantes dans le modèle. Les détails sur BEAST sont rapportés dans Zhao et al. (2019). Selon l'échelle de probabilité des événements du GIEC, nous avons identifié des points de changement de tendance et saisonniers qui étaient : a) probables (66-100%) ; b) très probables (90-100%) ; et c) presque certains (99-100%). Dans la discussion, nous nous focaliserons sur les points de rupture avec une probabilité > 90

B3.2 Qualité/santé des sols forestiers

Sites d'études et échantillonnage

Les indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers ont été mesurés dans l'horizon organique et organo-minéral de 30 sites sous hêtre et épicéa, majoritairement dans les Ardennes. Les sols ont été échantillonnés entre le 6 et le 19 novembre 2020 dans trente placettes, 25 de l'Inventaire Permanent Forestier de la Région Wallonne et 5 placettes du réseau ICP-Forest (5) (Fig. 4, tableau 3). Ces 30 placettes représentent 10 hêtraies et pessières chacune dans des classes de risque nutritionnel 1 'risque très faible', 3 'risque modéré' et 5 'risque très fort' établis sur base de l'analyse en Mg et P de l'horizon 0-20 cm (Joussemet et al., 2023). Dans chaque placette, deux échantillons composites, un de l'horizon organique et un de l'horizon organo-minéral (0-10 cm, Ah/B), issus de 6 carottages avec une tarière de 8 cm de diamètre ont été prélevés (le premier au centre de la placette, ensuite à 2 m du centre vers le Nord, puis 4 m vers l'Est, 6 m vers le Sud, 8 m vers l'Ouest et enfin 10 m vers le Nord). Les échantillons ont été tamisés à 4 mm sur un tamis stérilisé. Pour les mesures nécessitant une incubation (respiration potentielle, minéralisation nette de l'azote, potentiel métabolique), le sol a été ajusté à 60% de la capacité au champs (WHC, voir ci-dessous). Les autres analyses ($\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$ et pH_{KCl} , biomasse microbienne en C/N/P, carbone soluble, cations échangeables, teneur en matière organique) ont été réalisées sur les sols frais.

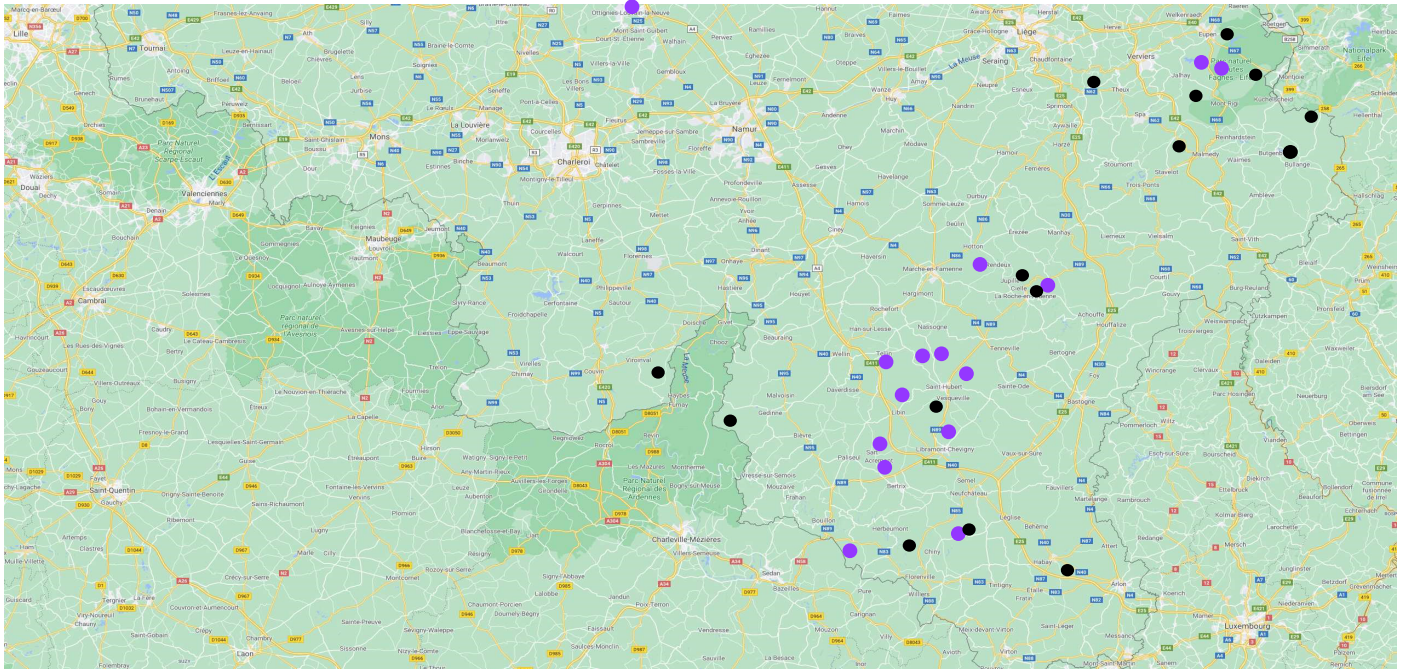


Fig. 4 : situation géographique des 30 sites échantillonnés en novembre 2020 ; les points mauves sont les sites sous hêtre, les noirs sous épicéa.

Num. éch.	CAROIGN	CARONPL	Réseau	Espèce	Triage	Classe Typologique	Sigle pédologique	Risque Mg / P
1	6812	234	IPRFW	Epicéa	Anlier	12	Gbbfi0_1	Très faible
2	6734	138	IPRFW	Epicéa	Epioux Sud	12	Gbbfi2	Très faible
3			ICP-Forests	Epicéa	Boquillons	12	Gbbz	Très faible
4	6812	34	IPRFW	Hêtre	Suxy	12	Gbbfi0_1	Très faible
5			ICP-Forests	Epicéa	Willerzie	14	Gbbfi0_1	Modéré
6	4278	138	IPRFW	Epicéa	Louveigné	19_20	Gbbr2	Elevé
7	5056	102	IPRFW	Epicéa	Stavelot	14	Gbbf2(q)	Modéré
8	5012	142	IPRFW	Epicéa	Jalhay	21	Gbbr2	Modéré
9	4356	234	IPRFW	Hêtre	Herto MF	21	Gbbr5	Modéré
10	4356	154	IPRFW	Hêtre	Herto Gileppe	14	Gbbf4	Modéré
11	5078	166	IPRFW	Epicéa	Tannheck	12	Gbbfi2	Très faible
12	5034	270	IPRFW	Epicéa	Dickelt	12	Gbbfi0_1	Très faible
13	4378	58	IPRFW	Epicéa	Alt-Hatlich	21	Gbbr2	Modéré
14	4356	262	IPRFW	Epicéa	Eupen	20	Gbbrb4	Elevé
15	5556	298	IPRFW	Epicéa	Bérismenil	19_20	Gbbr0_1	Elevé
16			ICP-Forests	Epicéa	La Roche	20_21	Gbbr2	Modéré
17	5556	30	IPRFW	Hêtre	Rendeux	17_18	Gbbr2	Modéré

18	5578	58	IPRFW	Hêtre	Bérismenil	19	Gbbr2	Elevé
19	5978	310	ICP-Forests	Hêtre	Rouge-Ponce	19	Gbbr0_1	Elevé
20	5978	222	IPRFW	Hêtre	Mormont 1	19	Gbfr2	Elevé
21	5978	142	IPRFW	Hêtre	Mormont 2	18	uGbbr2	Elevé
22			ICP-Forests	Hêtre	Wavre	7	(x)Lba	Modéré
23	5856	194	IPRFW	Epicéa	Marebwais	15	Ghx0_1	Elevé
24	6434	274	IPRFW	Hêtre	Bras	14	Gbbfi0_1	Modéré
25	6434	102	IPRFW	Hêtre	Libin Haut	13	Gbbfi2	Très faible
26	6478	22	IPRFW	Hêtre	Jehonville	12	Gbb0_1	Très faible
27	6478	30	IPRFW	Hêtre	Jehonville	12	Gbbfi2	Très faible
28	6712	218	IPRFW	Hêtre	Quatre Chemins	12_13	Gbbfi0_1	Très faible
29			ICP-Forests	Hêtre	Tellin	19	Gdbr0_1	Elevé
30	6434	206	IPRFW	Epicéa	Vesqueville	20	Gbbr0_1	Elevé

Tableau 3 : Sites échantillonnés pour l'analyse des indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers, numéros de carreaux IGN (CAROING), numéros des placettes (CARONPL), réseau (IPRFW : placettes du réseau de l'Inventaire Permanent des Ressources Forestières de Wallonie, ICP-Forests : placettes du réseau 'International Co-operative Programme on Assessment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests'), le lieu du triage, le nom du cantonnement, l'essence dominante sur le site, le numéro de la classe typologique (Ponette et al., 2018), le sigle pédologique, le type d'humus et la classe de risque nutritionnel (Ponette et al., 2020).

L'effet de la diversification des essences forestières sur la santé des sols a été étudié dans une plantation expérimentale d'essences en mélange au site de Gouverneurs à Gedinne (49°59'N 4°59'E ; FORBIO) (Verheyen et al., 2013). Cette plantation expérimentale a été réalisée au printemps 2010, dans une pessière de 1920, coupé à blanc en 2005, et localisé sur un Cambisol. En octobre 2022, les sols ont été échantillonnés sous hêtre, chêne, mélèze et douglas en monoculture, et sous mélange de deux espèces. Nous avons ainsi testé 10 combinaisons avec 6 répétitions pour chaque combinaison, pour un total de 60 échantillons: 4 monocultures : hêtre, chêne, douglas, mélèze ; 6 combinaisons de 2 essences : hêtre x chêne, hêtre x douglas, hêtre x mélèze, chêne x douglas, chêne x mélèze, douglas x mélèze. Une combinaison de 3 essences a été échantillonnée, mais n'est pas considérée dans ce rapport (hêtre x chêne x douglas). Le pool de 4 espèces dans notre plan d'échantillonnage nous permettra de 1) étudier les feuillus et conifères présentant un intérêt économique et écologique, avec une espèce en commun avec l'échantillonnage réalisé à travers la Wallonie (le hêtre) ; 2) étudier l'effet des essences en monoculture et mélangé à une autre espèce sur les indicateurs de la qualité du sol. Pour cet échantillonnage, nous avons considéré chacune des petites parcelles de 3 x 3 arbres (chaque arbre est distant de 1,5 m) comme une unité expérimentale. Pour les monocultures, nous avons prélevé 3 sous-échantillons distants de 50 cm au centre d'une parcelle, chacun pris sur une surface de 25 cm de côté, pour en faire un échantillon composite. Nous avons répété cette opération dans six parcelles choisies au hasard (dont les 9 arbres étaient tous vivants). Pour les mélanges de 2 espèces, nous avons prélevé de la même manière à l'intersection de deux parcelles des essences concernées. Pour le mélange des trois essences

(hêtres x chênes x douglas), nous avons prélevé au centre de 4 parcelles ; une essence était donc présente 2 fois parmi ces 4 parcelles (maximum deux fois pour les 6 échantillons). Pour chaque échantillon nous avons retiré délicatement la litière fraîche et échantillonné l'horizon organique. La hauteur de cette couche était variable et a été mesurée pour chaque échantillon (1-3 cm). Les échantillons ont été tamisés à 4 mm sur un tamis stérilisé. Pour les mesures nécessitant une incubation (respiration potentielle, minéralisation nette de l'azote, potentiel métabolique), le sol a été ajusté à 60% de la capacité au champs (WHC, voir ci-dessous). Les autres analyses ($\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$ et pH_{KCl} , biomasse microbienne en C/N/P, carbone soluble, cations échangeables, teneur en matière organique) ont été réalisées sur les sols frais. Les échantillons ont été stockés à 4°C jusqu'à analyse.

Analyses physico-chimiques et paramètres microbiologiques

La capacité au champ (WHC) a été mesurée par une méthode volumétrique (Jenkinson and Powlson, 1976) dans laquelle 25 g du sol frais sont saturés par ajout de 50 ml d'eau pendant 30 min.

La teneur en eau et en matière organique du sol. Le taux d'humidité gravimétrique a été déterminé par la différence de poids de 5 g de sol frais séchés à 105°C pendant minimum 3 heures. Tous les résultats sont exprimés par rapport au poids sec du sol. La matière organique du sol (MOS) a été déterminée, sur des échantillons séchés au four, par perte au feu à 450°C pendant une nuit, et la quantité totale de carbone organique a été calculée comme étant égale à 58 % de la MOS.

pH du sol. Le $\text{pH}_{\text{CaCl}_2}$ a été mesuré avec un pH-mètre (HANNA INSTRUMENTS HI 2550 pH/ORP) dans une solution de 20 ml de sol frais portée à 100 ml avec du CaCl_2 0.1M. Après 30 minutes, la sonde en verre a été agitée dans la solution lors de la prise de mesure (International Organization for standardization, 1994). Le pH_{KCl} a été mesuré dans 80 ml de KCl 0,1M avec 15 g de sol frais (ISO 10390.) Le mélange a ensuite été agité 1h à 180 rpm et laissé au repos 30 minutes avant que le pH ait été pris avec un pH-mètre (HANNA INSTRUMENTS HI 2550 pH/ORP) en tournant légèrement la sonde en suspension dans la solution.

La minéralisation nette de l'azote (Nmin) et nitrification relative. La minéralisation nette mesure par la production d'azote minéral (N-NH_4^+ et N-NO_3^-) de sols à 60% de la WHC pendant 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 (15 g de sol frais agité pendant 1 heure à 180 rpm). La minéralisation nette est 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 de N-NO_3^- produits / $\text{Nmin} * 100$. Elle est exprimée en pourcent.

La respiration potentielle (C-CO₂). La respiration potentielle est mesurée par la production de CO_2 au cours d'une incubation de 3h de 20 g de sol frais à 20°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-CO₂ en fonction du temps.

La biomasse microbienne (C_{mic} , N_{mic}). La biomasse microbienne du sol en carbone et en azote (MBC et MBN, mg kg^{-1}) a été déterminée par la méthode de fumigation au chloroforme suivie de l'extraction au K_2SO_4 0,5 M des sols fumigés et non fumigés (Brookes et al., 1985) (Vance et al., 1987). Les fumigations ont été effectuées pendant trois jours dans des dessiccateurs sous vide avec du chloroforme sans alcool. Après filtration (Whatman n° 42), le carbone et l'azote organique dissous dans les extraits fumigés et non fumigés ont été mesurés avec un analyseur de carbone et d'azote organique total (TOC Analytik Jena multi N/C 3100). MBC et MBN ont été calculés en divisant la différence de l'extrait total entre les échantillons fumigés et non fumigés par un facteur de conversion de 0,45 pour la biomasse en carbone (Sparling et al., 1990) et de 0,54 pour la biomasse en azote (Brookes et al., 1985).

Le quotient métabolique ($q\text{CO}_2$) et le quotient microbien (q_{mic}). Le quotient métabolique ($q\text{CO}_2$, $\mu\text{g mg}^{-1} \text{h}^{-1}$) représente la quantité de CO_2 -C respiré par unité de biomasse microbienne du sol et a été calculé en divisant la respiration potentielle (PR) par la biomasse microbienne (MBC) (Anderson and Domsch, 1990). Le quotient microbien (q_{mic} : MBC/Corg) représente la disponibilité du carbone du sol et a été calculé en divisant la biomasse microbienne du sol (MBC) par le carbone organique (Corg).

Le carbone et l'azote labiles. Le contenu du sol en C et N labile a été mesuré après extraction à l'eau froide de 5 g de sol frais par 30 ml d'eau distillée pendant 30 minutes (Ghani et al., 2003) suivi d'une centrifugation du mélange pendant 10 minutes à 4000 rpm et filtration sur disque 0.45 μ . Pour l'extraction à l'eau chaude, la phase solide a ensuite été remise en solution avec 30 ml d'eau distillée et agitée 30 minutes à 120 rpm avant d'être incubée une nuit à 80°C et d'être à nouveau agitée 10 minutes (120 rpm), centrifugée 10 minutes (4000 rpm) et filtrée sur disque. Les filtrats de l'extraction d'eau froide et d'eau chaude ont été analysés avec un analyseur TOC Analytik Jena multi N/C 3100.

L'indice de potentiel métabolique des micro-organismes du sol (MSIR : multiple substrat induced respiration). Le protocole de MicroRespTM a été utilisé. Cette méthode de colorimétrie permet de mesurer la production de CO_2 de plusieurs échantillons de sol simultanément en réponse à l'ajout d'un substrat carboné (Campbell et al., 2003). Nous avons sélectionné comme substrats carbonés deux sucres (D(+) Glucose, D(+) Galactose), deux acides aminés (acide 4-aminobutyrique, L-Alanine), deux acides carboxyliques (acide citrique ; acide α -cétoglutarique) et du N-Acetyl D-Glucosamine. Le CO_2 émis lors de la respiration des micro-organismes acidifie le gel d'une plaque de détection provoquant un changement de couleur proportionnel à la quantité de CO_2 dégagée. La densité optique à 570 nm est mesurée pour chaque puits avec un spectrophotomètre SynergyMx (Biotek) afin de déterminer cette quantité de CO_2 émise.

Cations échangeables. Les cations échangeables ont été extraits au BaCl_2 avec 4 g de sol frais et 40 ml d'une solution de BaCl_2 à 0.1 M, agités pendant 2h à 120 rpm et centrifugés 10 minutes à 4000 rpm (Hendershot and Duquette, 1986). Les extraits ont ensuite été filtrés avec des filtres Whatman 42, préalablement rincés avec 20 ml de BaCl_2 . Les extraits filtrés ont été acidifiés à 1% avec de l'acide nitrique 'suprapur', avant analyse par spectrométrie d'émission atomique avec une ICP (5110 ICP-OES Agilent Technologies). La somme des bases échangeables représente la somme pour le Ca^{2+} , Mg^{2+} et K^+ (cmolc kg^{-1}) (Ketterings et al., 2014).

Analyses statistiques

Les effets des espèces (hêtre vs épicéa) et des horizons (organique vs minéral) sur les indicateurs biologiques des sols ont été analysés avec une ANOVA 2 sur les résultats des 30 placettes échantillonnées. Comme l'interaction 'espèces / horizons' était significative pour la majorité des indicateurs biologiques, nous avons séparé les analyses et réalisé des T-tests pour étudier les différences entre les deux essences dans chacun des deux horizons séparément.

Les gammes de référence des bio-indicateurs pour les sols forestiers ont été calculées à partir des données de l'échantillonnage de novembre 2020. Pour chaque indicateur une distribution des valeurs a été calculée à partir de la médiane et de la racine carrée des variances.

Afin d'identifier les variables clés qui distinguent les sols sous chaque espèce d'arbre et de mettre en lumière les interactions complexes entre les différents indicateurs de qualité du sol, en révélant les relations entre certaines variables, une analyse en composantes principales (ACP) des indicateurs de qualité des sols dans l'horizon organique sous les deux essences (épicéa et hêtre) en fonction de 26 variables de qualité des sols, incluant des paramètres chimiques (Ctot, Nlab), microbiologiques (Cmic, Nmic, qCO₂), et physico-chimiques (pHCaCl₂, bases échangeables) a été réalisée.

Pour la diversification des essences, les analyses préliminaires ont porté sur les effets des espèces (4 essences et 6 couples d'essences) sur les indicateurs biologiques des sols par une ANOVA sur les résultats des 60 échantillons (6 répétitions / essences ou couples d'essences).

Afin d'identifier les variables importantes pour différencier les sols sous les 4 essences mono-spécifiques, soit un total de 24 échantillons, une analyse en composantes principales (ACP) des indicateurs de qualité des sols sous les quatre essences d'arbres (hêtre, mélèze, douglas, chêne) en fonction de 12 paramètres de qualité des sols, tels que le carbone total (Ctot), le carbone labile (Clab), la capacité d'échange cationique (ECEC), ainsi que des indicateurs microbiens (Cmic, Nmic, qCO₂) a été réalisée.

B4. Résultats et discussion

B4.1. Évolution à long terme de la pollution acide et azotée dans deux bassins versants forestiers

Pour les volumes, il n'y a pas de tendance significative entre 1992 et 2023, ni de points de rupture dans les tendances et dans la saisonnalité (Fig. 5, 6). Ces résultats nous permettent d'interpréter les résultats des concentrations des différents éléments sans considérer d'éventuels effets de dilution ou de concentration dus à l'évolution des volumes.

En ce qui concerne les substances acidifiantes, nous observons des tendances positives significatives pour la capacité à neutraliser les acides (ANC) et le pH dans les deux bassins versants. Ces tendances sont du même ordre de grandeur pour les pluies à découvert, les pluviolessivats et l'exutoire (ANC : 0,05-0,02 mol_c l⁻¹ y⁻¹; pH : 0,033-0,048 y⁻¹; Fig. 7, 11). Ces augmentations monotones sont associées à des ruptures dans les séries des exutoires, souvent au même moment dans les deux bassins. Les concentrations en sulfates diminuent

significativement, de façon plus importante dans les pluviollessivats ($-0,1 \text{ mg l}^{-1} \text{ y}^{-1}$), suivi des exutoires ($-0,06 \text{ mg l}^{-1} \text{ y}^{-1}$) et des pluies à découvert ($-0,03 \text{ mg l}^{-1} \text{ y}^{-1}$) (Fig. 9). Depuis 2014, on observe plusieurs points de rupture, uniquement aux exutoires, indiquant un ralentissement de l'augmentation de l'ANC et du pH (Fig. 8, 12). Pour les sulfates, les points de rupture aux exutoires (Fig. 10) pourraient être expliqués par une augmentation temporaire des concentrations lors de la reprise des pluies après une sécheresse importante (Vuorenmaa et al., 2018). Ces points de ruptures, observés depuis 2014, indiqueraient l'importance croissante de facteurs climatiques pour expliquer les variations des concentrations en éléments acidifiants dans les eaux des exutoires. Les changements d'intensité des cycles de dessèchement et d'humidification entraînent des changements dans les processus de la dégradation de la matière organique des sols des bassins versants.

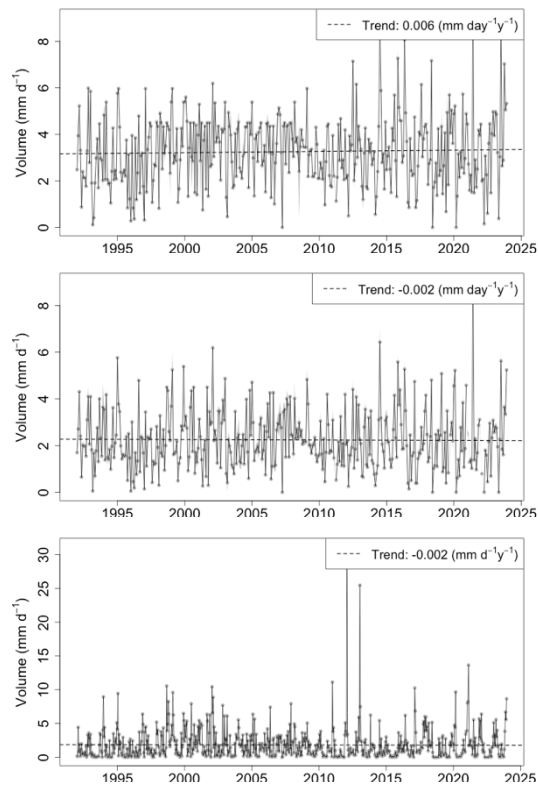
Les substances eutrophisantes, nitrates et ammonium diminuent également significativement au cours de l'étude, surtout dans les pluviollessivats et dans les pluies à découvert (Fig. 13, 15). Notons que les concentrations en ammonium sont très faibles et qu'il n'y a pas de tendance significative à l'exutoire de Le Robinette.

La diminution de l'acidité dans les eaux a des implications écologiques significatives. Cette hausse du pH témoigne d'une amélioration des conditions chimiques, réduisant le stress acide sur les écosystèmes aquatiques et terrestres. En milieu forestier, une diminution de l'acidité des sols et des eaux favorise une meilleure disponibilité des nutriments essentiels pour la végétation, notamment le calcium et le magnésium, souvent lessivés en conditions acides. De plus, cette réduction d'acidité pourrait avoir des effets bénéfiques sur la biodiversité aquatique, en augmentant la survie et la reproduction d'espèces sensibles à des conditions acides, comme certains poissons (truites farios présentes maintenant quelques centaines de mètres en aval de l'exutoire de Waroneu) et invertébrés.

Cependant, il est important de surveiller de près ces évolutions, car une augmentation rapide de l'alcalinité pourrait aussi perturber les équilibres établis dans les écosystèmes, notamment en modifiant la dynamique des éléments nutritifs et des métaux lourds qui, sous certaines conditions, pourraient redevenir plus mobiles et disponibles pour l'absorption par les organismes.

Les cations calcium, magnésium et potassium diminuent significativement dans les pluies à découvert et les pluviollessivats (à l'exception du potassium dans les pluviollessivats de La Robinette), avec des diminutions plus importantes dans les pluviollessivats. En ce qui concerne les exutoires, les concentrations en magnésium diminuent significativement à Waroneu et celles de potassium dans les deux bassins versants. Par contre, les concentrations en calcium augmentent significativement aux exutoires des deux bassins versants. Cependant un point de rupture en 2019/2020 indique une diminution des concentrations depuis cette période (Fig. 17 à 22).

Robinette



Waroneu

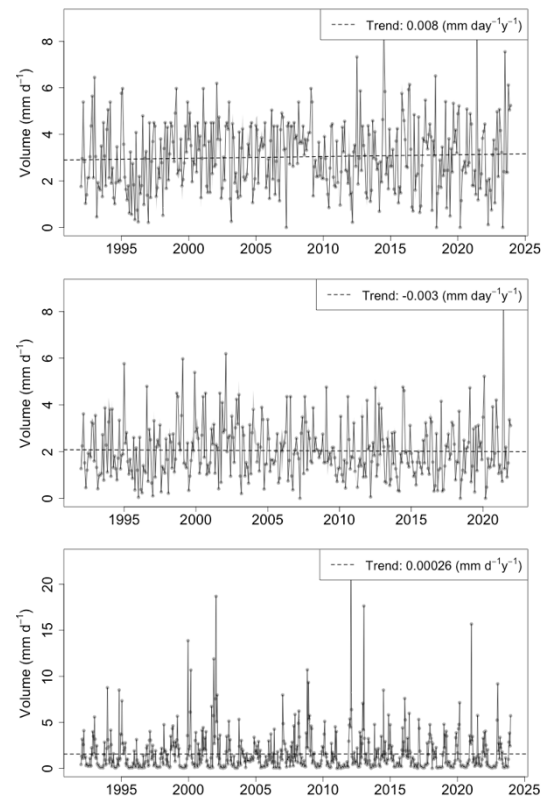
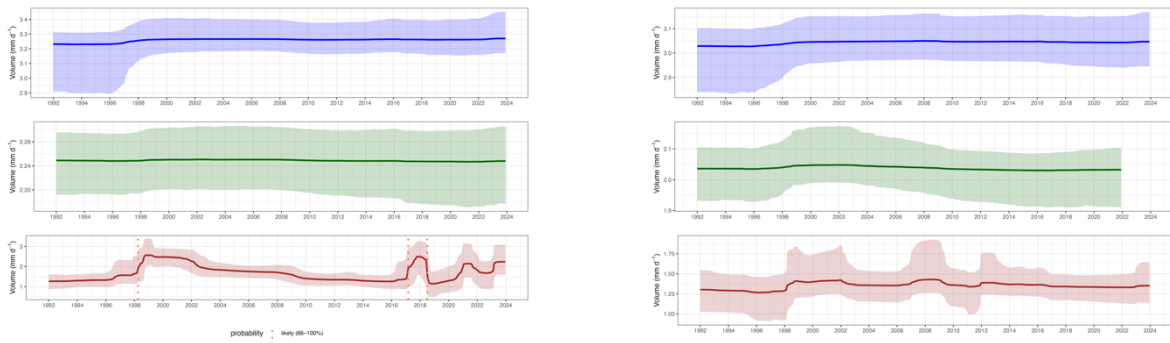


Fig 5 : Tendances annuelles du volume des précipitations (en haut), des pluviolessivats (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les volumes quotidiens moyens avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviolessivats sous épicéas, et une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

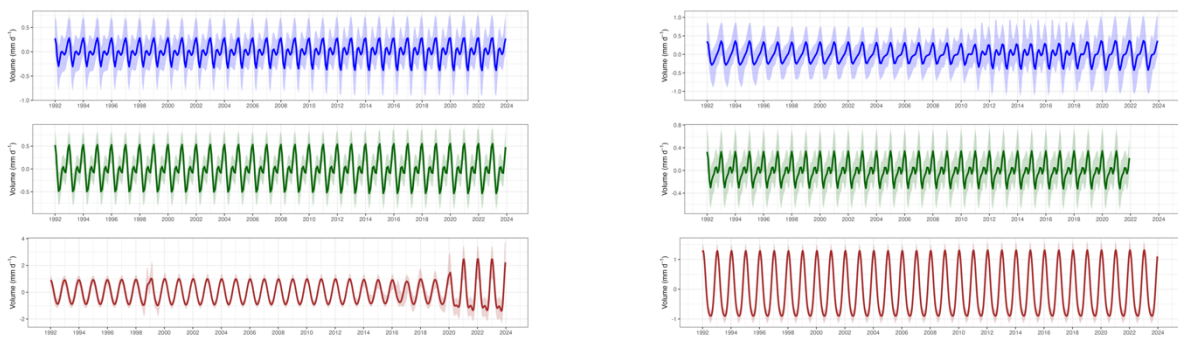
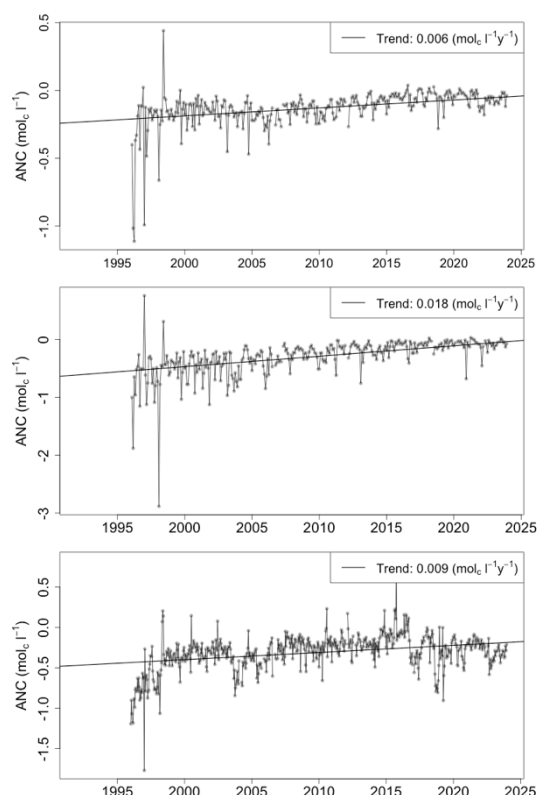


Fig 6 **A.** Ruptures dans les tendances des séries temporelles **pour le volume des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST).** La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée **indique l'intervalle de confiance (95%).** Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC(orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). **B.** Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles **pour le volume des précipitations (en haut), des pluviollessivats (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST).** La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée **indique l'intervalle de confiance (95%).**

Robinette



Waroneu

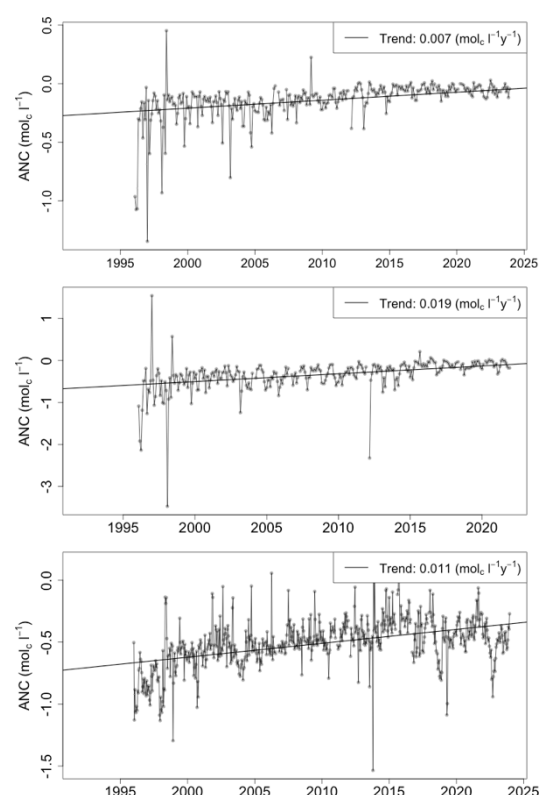
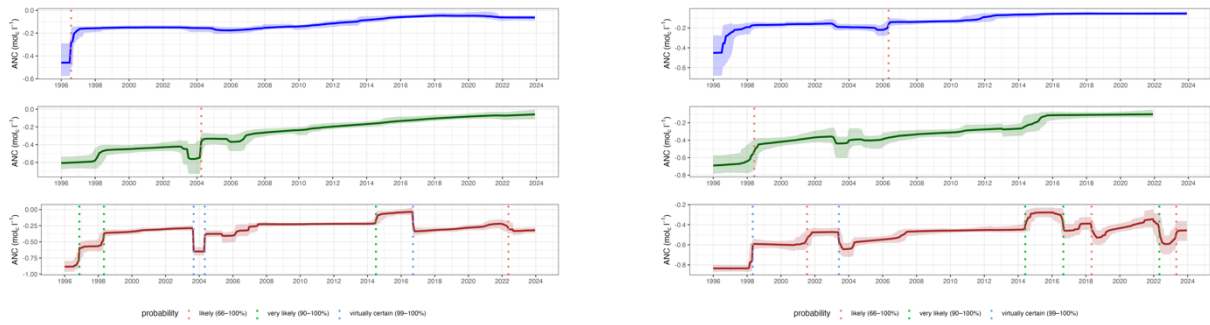
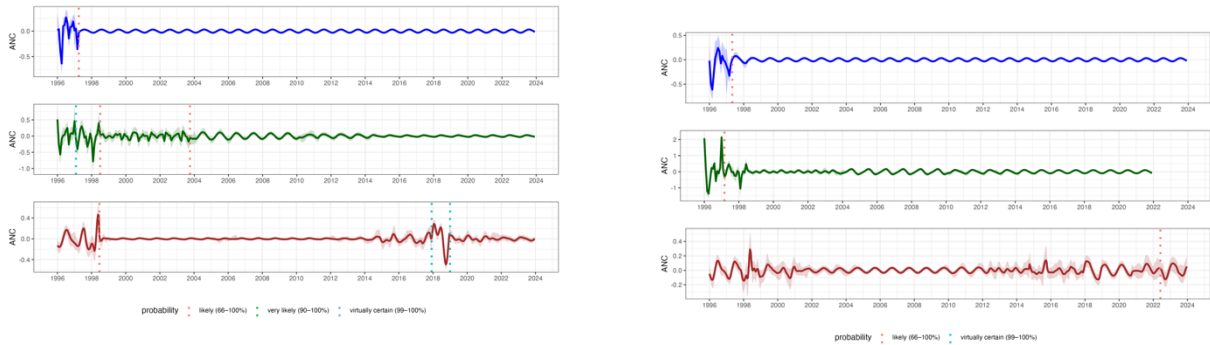


Fig 7 : Tendances annuelles ($\text{mol}_c \text{l}^{-1} \text{y}^{-1}$) de la capacité de neutralisation des acides (ANC, $\text{mol}_c \text{l}^{-1}$) dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les valeurs concentrations moyennes pondérées par le volume de l'ANC avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviollessivats, et les concentrations de l'ANC avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

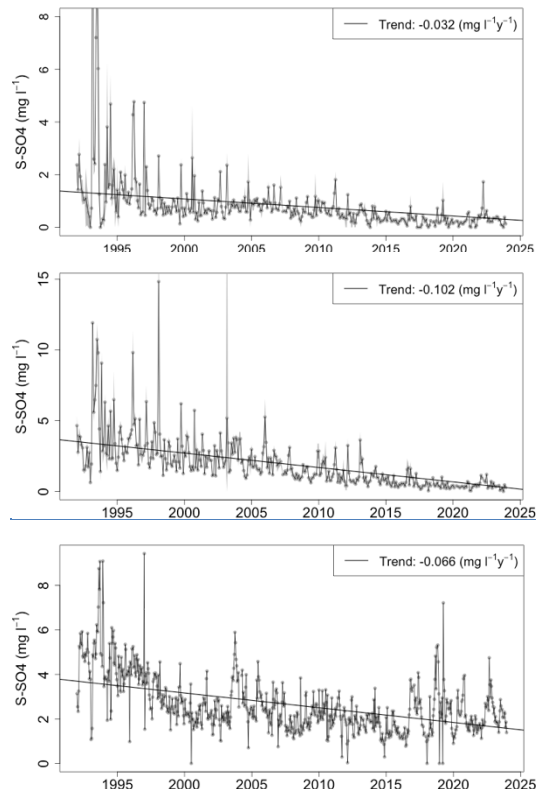


C.

		Robinette				Waroneu							
		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)	
		n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois
ANC	P	0		1	1996-08	0		1	2006-05	0		0	
	T	1	2004-04	0		0		1	1998-06	0		0	
	R	1	2022-05	3	1996-11 1998-05 2014-07	3	2003-09 2004-05 2016-09	3	2001-07 2018-05 2023-05	3	2014-06 2016-08 2022-05	2	1998-05 2003-06

Fig 8 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles pour l'ANC des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). Les lignes verticales pointillées indiquent les probabilités associées aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles pour l'ANC des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviollessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

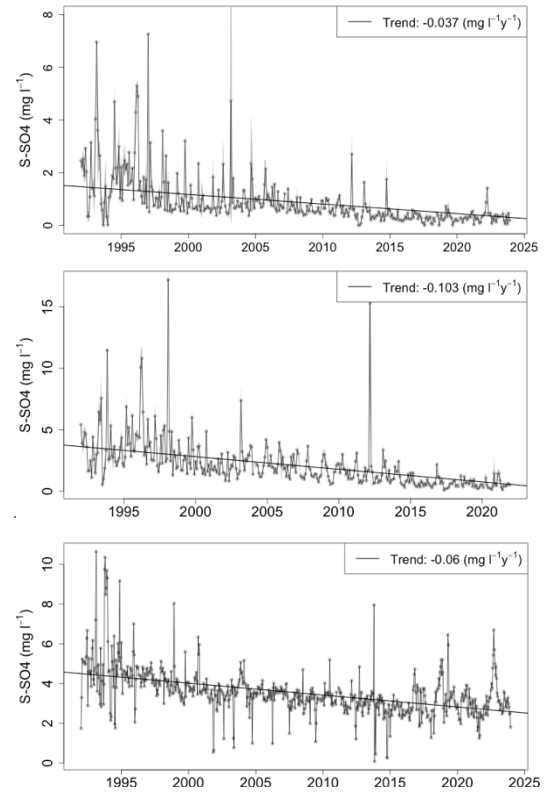
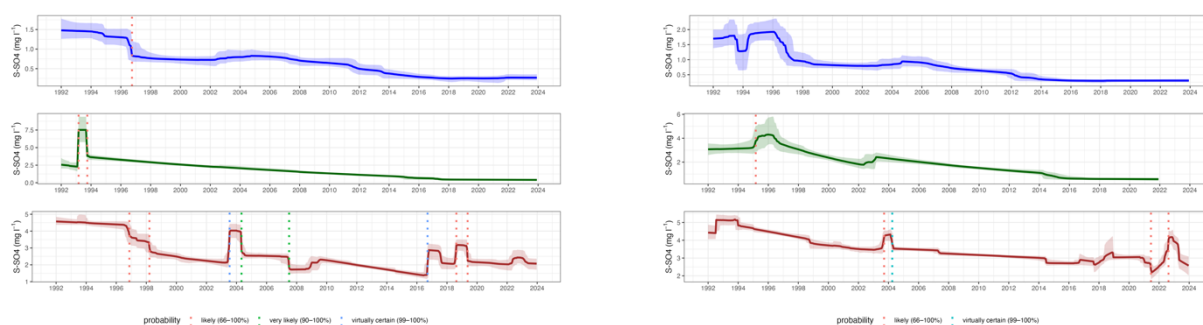
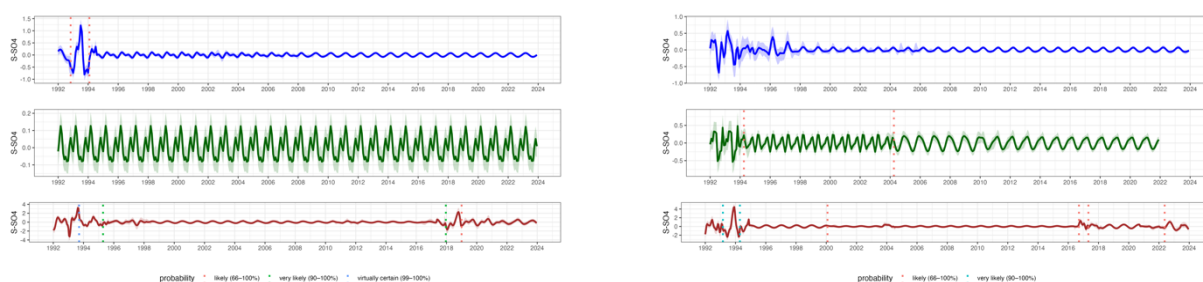


Fig 9 : Tendances annuelles ($\text{mg l}^{-1} \text{y}^{-1}$) en S-SO_4 (mg l^{-1}) dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluiolessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les moyennes pondérées par le volume avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluiolessivats, et la concentration mesurée avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. La zone ombrée indique l'erreur standard des moyennes pondérées par le volume des valeurs de précipitations et de pluiolessivats. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

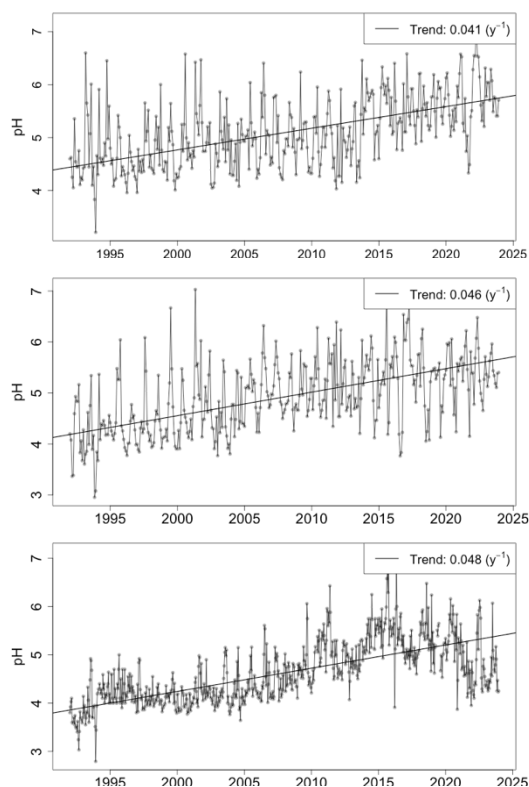


C.

		Robinette						Waroneu					
		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)	
		n	année- mois	n	année- mois	n	année- mois	n	année- mois	n	année- mois	n	année- mois
S_SO4	P	1	1996-10	0		0		0		0		0	
	T	0		0		2	1993-03 1993-10	1	1995-03	0		0	
	R	4	1996-11 1998-03 2018-08 2019-05	2	2004-05 2007-07	2	2003-07 2016-10	3	2003-09 2021-06 2022-08	0		1	2004-04

Fig 10 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles pour le S-SO₄ des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles pour le S-SO₄ des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviollessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

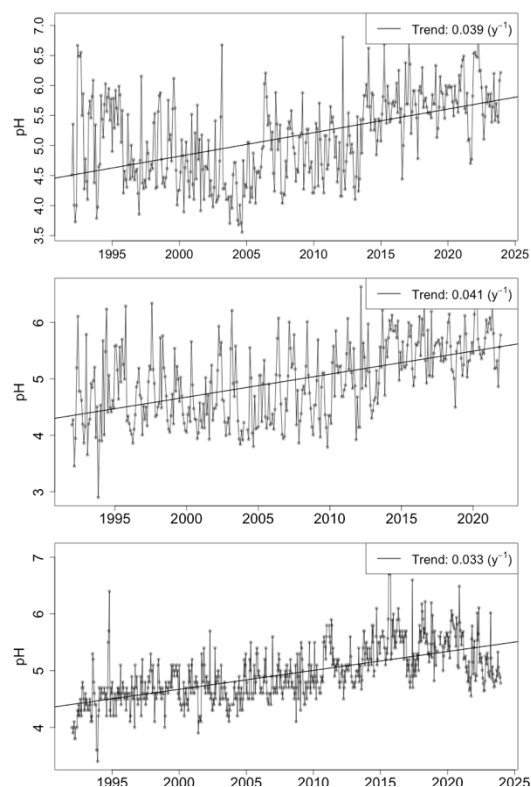
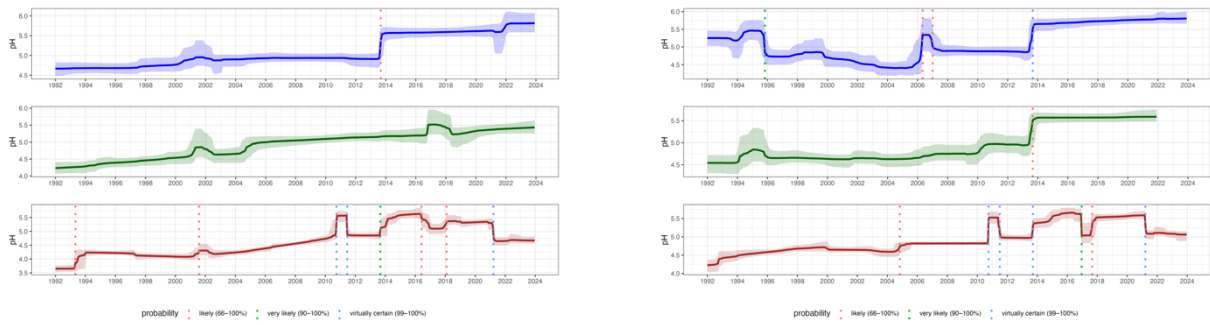
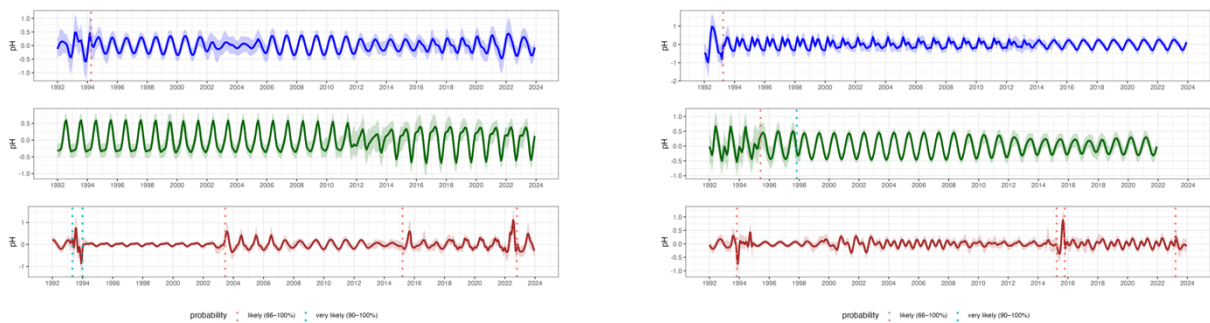


Fig 11 : Tendances annuelles du pH dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les moyennes pondérées par le volume avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviollessivats, et la concentration mesurée avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. La zone ombrée indique l'erreur standard des moyennes pondérées par le volume des valeurs de précipitations et de pluviollessivats. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

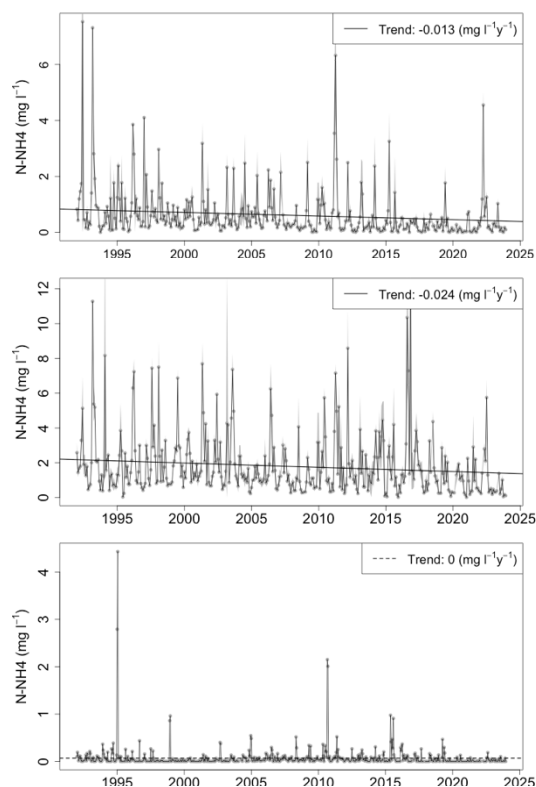


C.

		Robinette				Waroneu							
		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)	
		n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois
pH	P	0		0		1	2013-09	2	2006-05 2007-01	1	1995-11	1	2013-09
	T	0		0		0		0		1	2013-09	01	
	R	4	1993-05 2001-08 2016-06 2018-01	1	2013-09	3	2010-10 2011-06 2021-03	2	2004-11 2017-09	1	2016-12	4	2010-10 2011-07 2013-09 2021-03

Fig 12 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles pour le pH des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles pour le pH des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviollessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

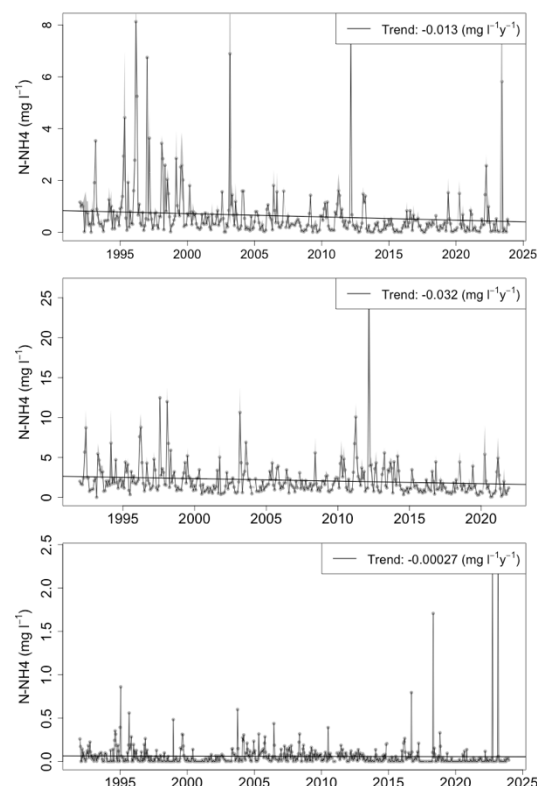
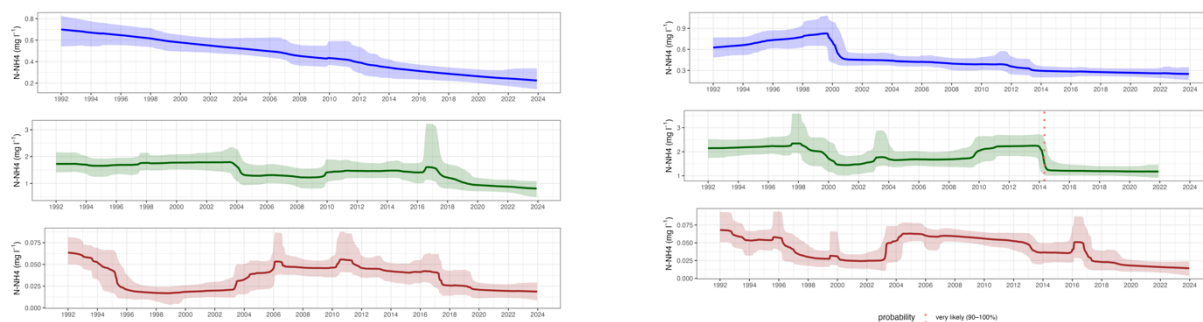
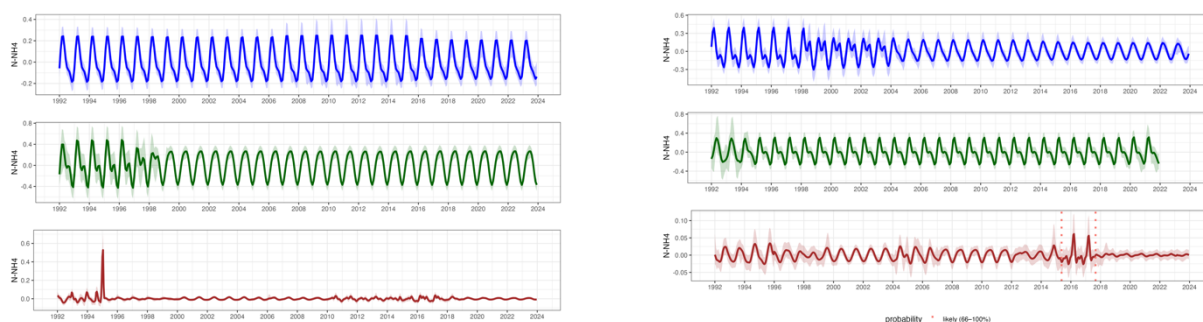


Fig 13 : Tendances annuelles ($\text{mg l}^{-1} \text{y}^{-1}$) en N-NH_4 (mg l^{-1}) dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les moyennes pondérées par le volume avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviollessivats, et la concentration mesurée avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. La zone ombrée indique l'erreur standard des moyennes pondérées par le volume des valeurs de précipitations et de pluviollessivats. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

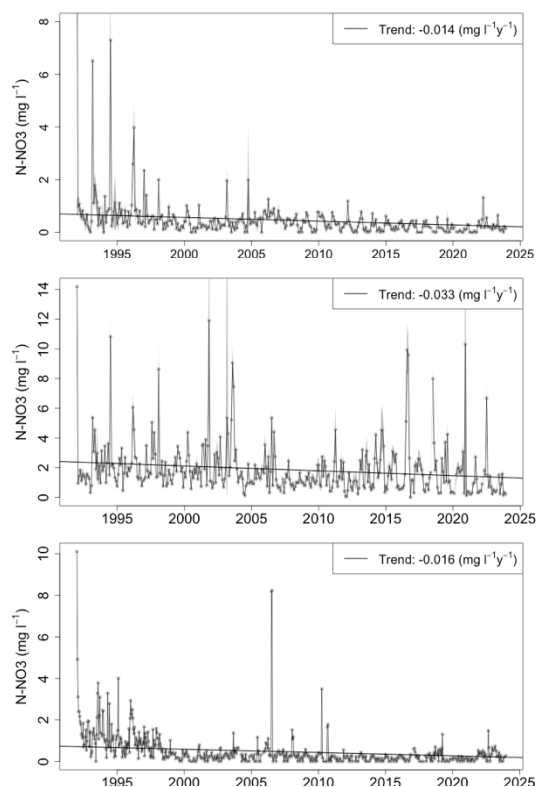


C.

		Robinette				Waroneu					
		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)	
		n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois
N_NH4	P										
	T	0		0		0		1	2014-05	0	
	R	0		0		0		0		0	

Fig 14 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles pour le N-NH₄ des précipitations (en haut), des pluviolessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles pour le N-NH₄ des précipitations (en haut), des pluviolessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviolessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

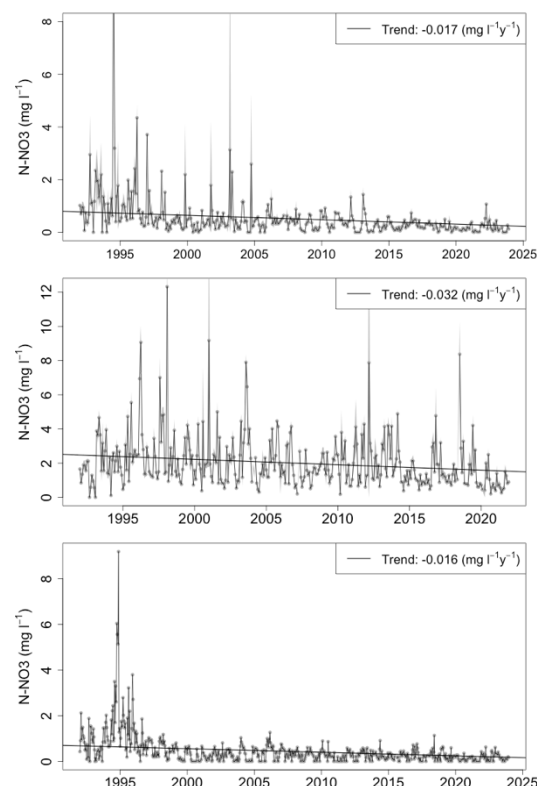
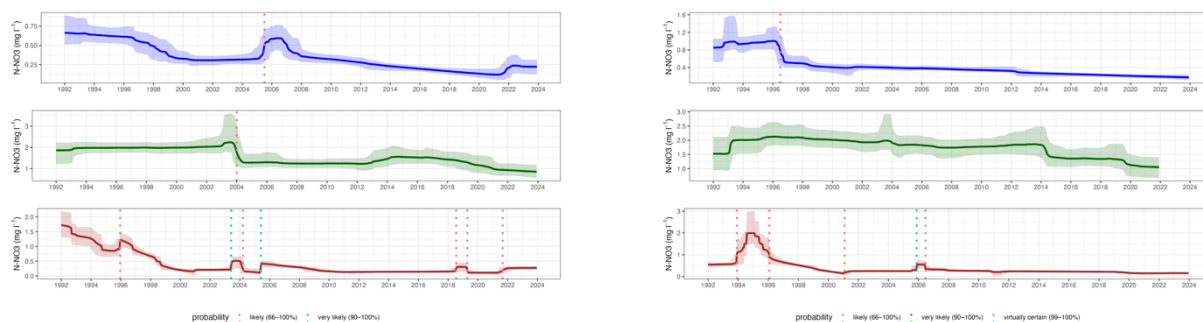
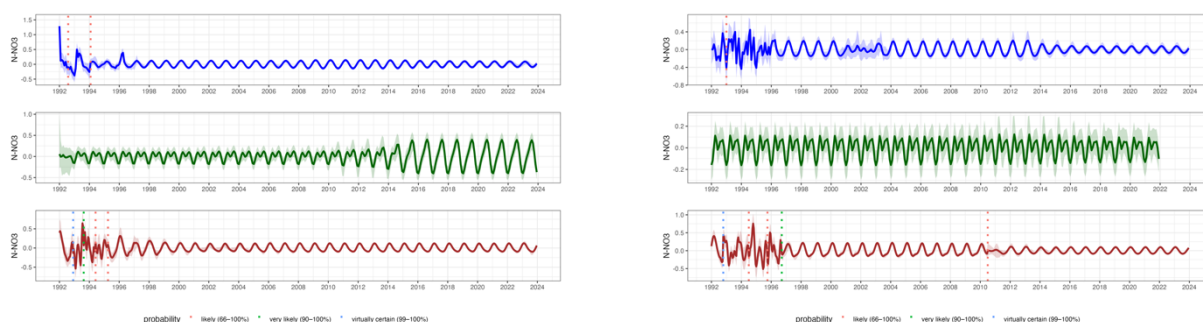


Fig 15 : Tendances annuelles ($\text{mg l}^{-1} \text{y}^{-1}$) en N-NO_3 (mg l^{-1}) dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les moyennes pondérées par le volume avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviollessivats, et la concentration mesurée avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. La zone ombrée indique l'erreur standard des moyennes pondérées par le volume des valeurs de précipitations et de pluviollessivats. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

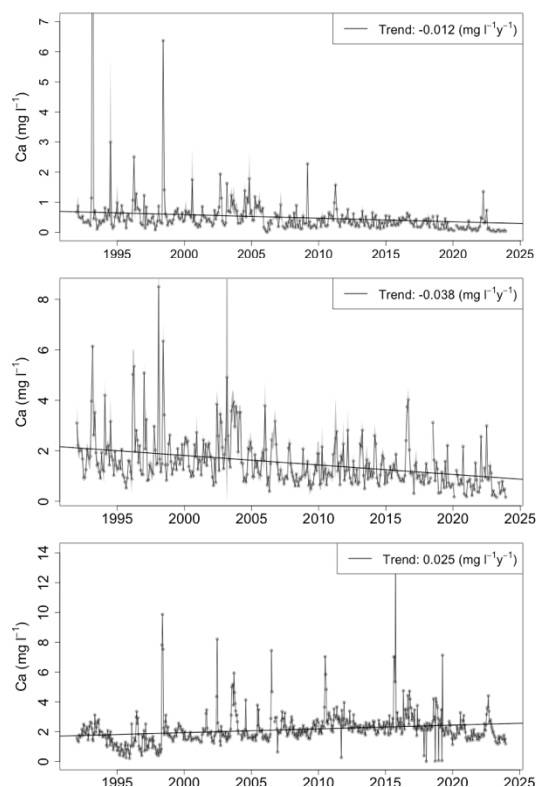


C.

		Robinette						Waroneu					
		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)	
		n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois
N-NO ₃	P	1	2005-07	0		0		0		1	1996-07	0	
	T	1	2004-01	0		0		0		0		0	
	R	5	1995-12 2004-03 2018-07 2019-04 2021-09	2	2003-06 2005-06	0		4	1993-12 1996-01 2001-01 2006-06	0		1	2005-11

Fig 16 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles pour le N-NO₃ des précipitations (en haut), des pluviolessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles pour le N-NO₃ des précipitations (en haut), des pluviolessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviolessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

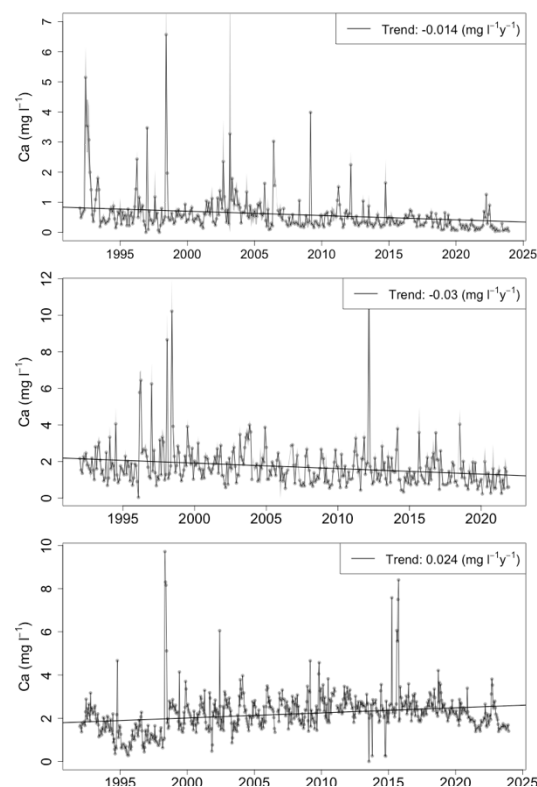
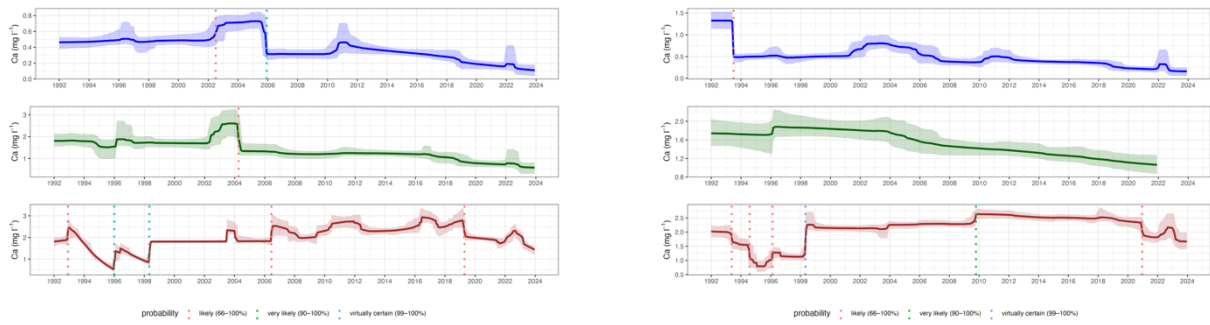
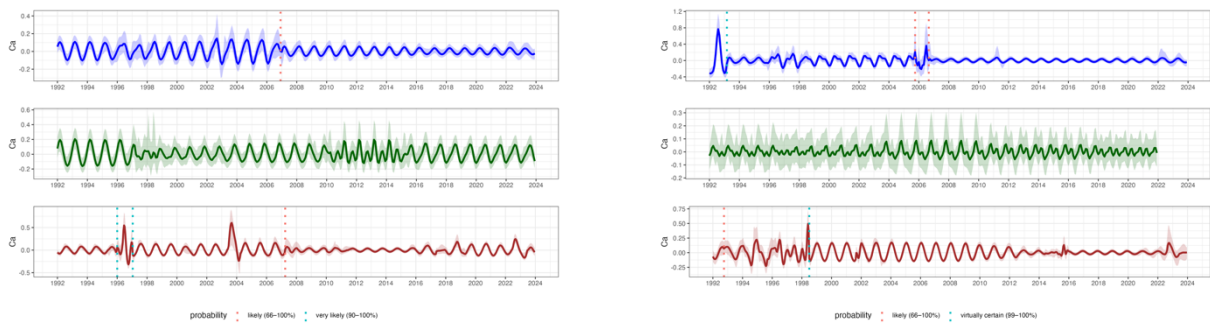


Fig 17 : Tendances annuelles ($\text{mg l}^{-1} \text{y}^{-1}$) en Ca (mg l^{-1}) dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les moyennes pondérées par le volume avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviollessivats, et la concentration mesurée avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. La zone ombrée indique l'erreur standard des moyennes pondérées par le volume des valeurs de précipitations et de pluviollessivats. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

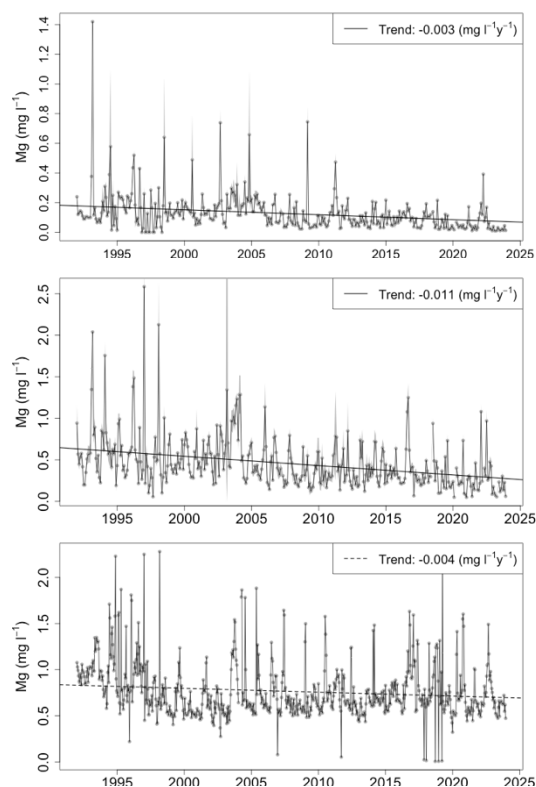


C.

		Robinette						Waroneu					
		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)	
		n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois
Ca	P	1	2002-07	0		1	2005-12	0		0		1	1993-07
	T	0		1	2004-04	0		0		0		0	
	R	3	1992-12 2006-06 2019-04	0		2	1996-01 1998-05	4	1993-05 1994-08 1996-02 2020-12	1	2009-10	1	1998-05

Fig 18 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles **pour le Ca des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST)**. La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée **indique l'intervalle de confiance (95%)**. Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles **pour le Ca des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST)**. La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée **indique l'intervalle de confiance (95%)**. C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviollessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

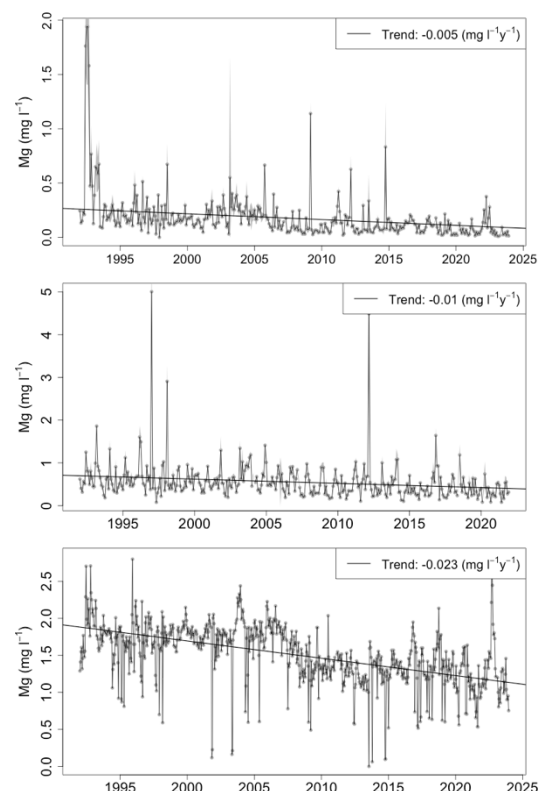
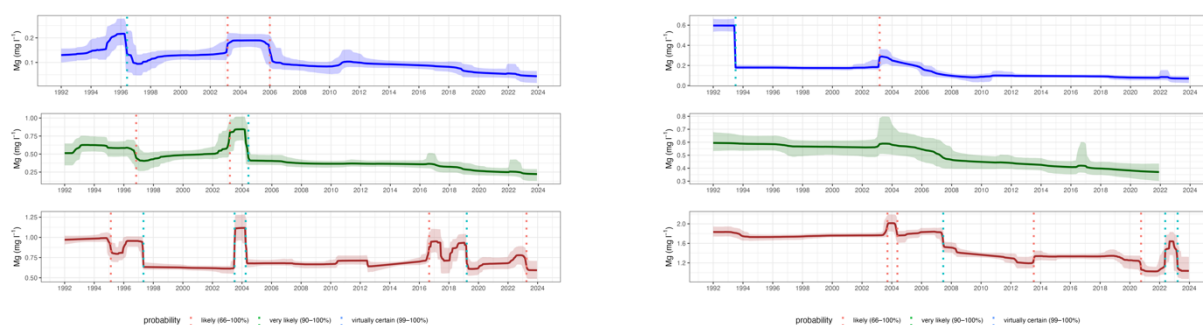
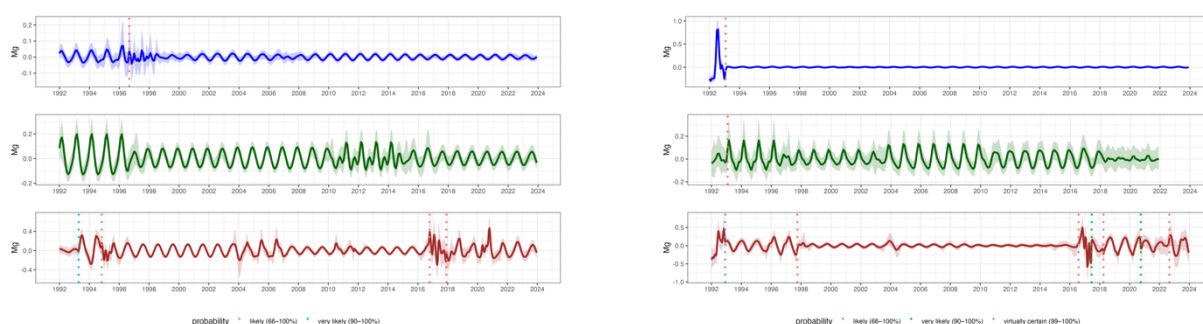


Fig 19 : Tendances annuelles ($\text{mg l}^{-1} \text{y}^{-1}$) en Mg (mg l^{-1}) dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les moyennes pondérées par le volume avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviollessivats, et la concentration mesurée avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. La zone ombrée indique l'erreur standard des moyennes pondérées par le volume des valeurs de précipitations et de pluviollessivats. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

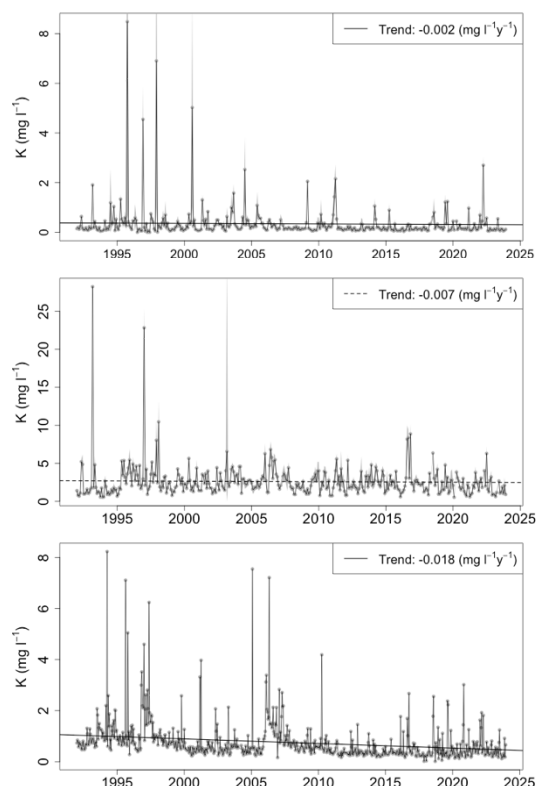


C.

		Robinette			Waroneu		
		probable (66-100%)	très probable (90-100%)	quasi certain (99-100%)	probable (66-100%)	très probable (90-100%)	quasi certain (99-100%)
		n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois
Mg	P	2	2003-03 2006-03	1	1996-06	0	
	T	2	1996-11 2003-03	0		1	2004-06
	R	3	1995-02 2016-08 2023-04	0		4	1997-05 2003-07 2004-04 2019-03
						4	2003-09 2004-05 2013-07 2020-10
						3	2007-06 2022-05 2023-03
						0	
						1	1993-07

Fig 20 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles pour le Mg des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles pour le Mg des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviollessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

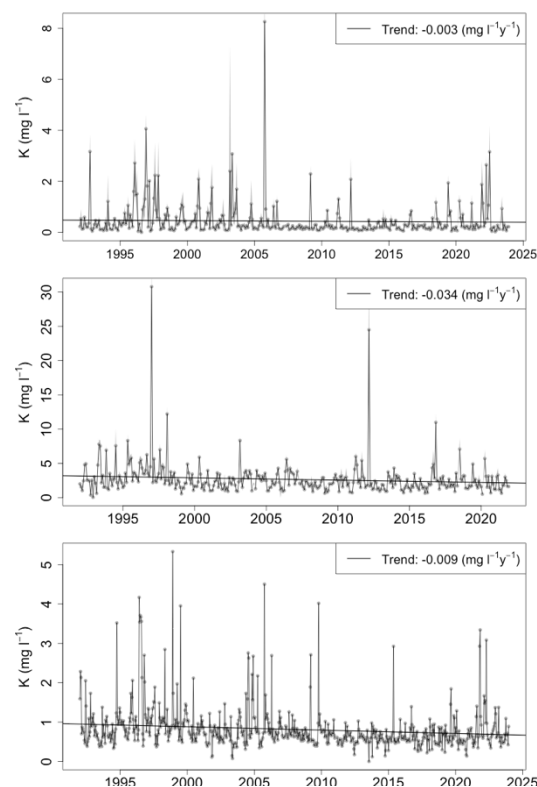
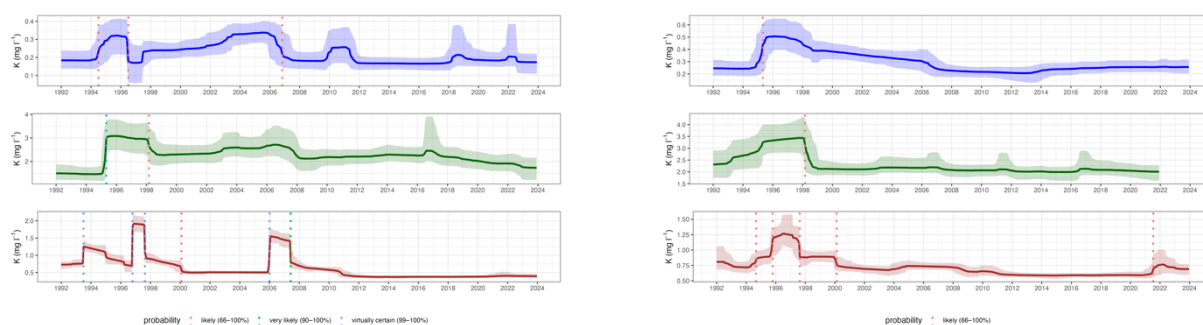
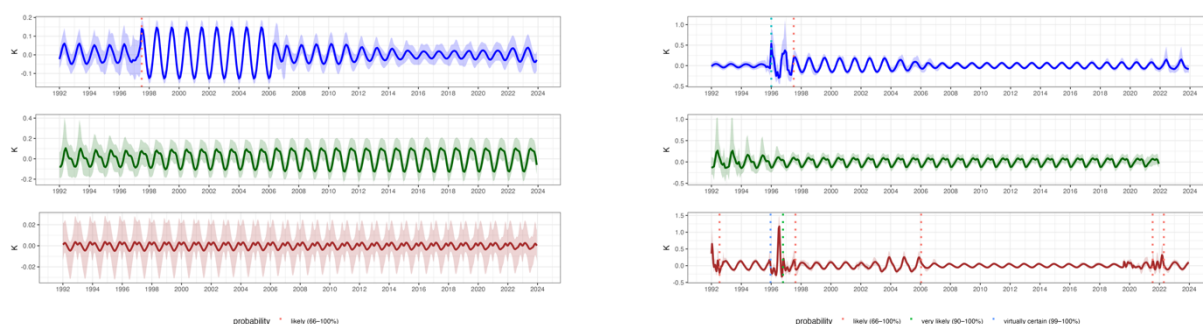


Fig 21 : Tendances annuelles ($\text{mg l}^{-1} \text{y}^{-1}$) en K (mg l^{-1}) dans les séries temporelles des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épicéas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants. Les points noirs représentent les moyennes pondérées par le volume avec une fréquence d'échantillonnage mensuelle pour les précipitations et les pluviollessivats, et la concentration mesurée avec une fréquence bimensuelle pour le ruissellement. La zone ombrée indique l'erreur standard des moyennes pondérées par le volume des valeurs de précipitations et de pluviollessivats. Les lignes pointillées ou solides représentent la tendance annuelle, respectivement non-significative ou significative, estimée à partir d'un test de Kendall saisonnier qui tient compte de la non-indépendance des données.

A.



B.

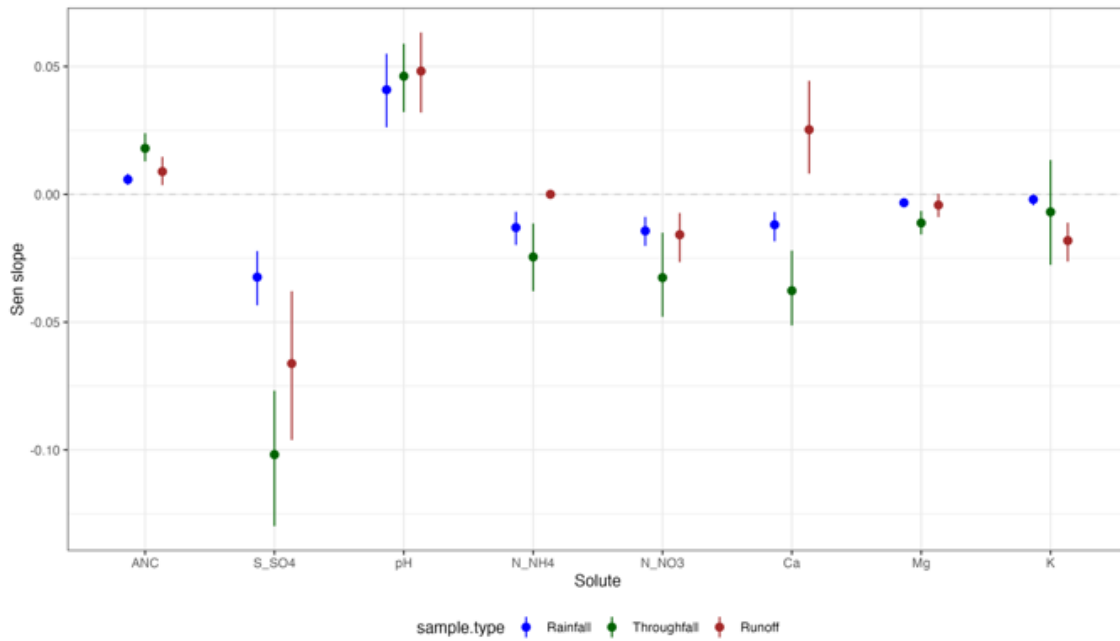


C.

		Robinette				Waroneu							
		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)		probable (66-100%)		très probable (90-100%)		quasi certain (99-100%)	
		n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois	n	année-mois
K	P	3	1994-08 1996-07 2006-11	0		0		1	1995-05	0		0	
	T	1	1998-03	0		1	1995-05	1	1998-03	0		0	
	R	1	2000-01	1	2007-06	4	1993-07 1996-10 1997-08 2006-01	5	1994-09 1995-10 1997-08 2000-02 2021-07	0		0	

Fig 22 A. Ruptures dans les tendances des séries temporelles pour le K des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épiceas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la composante de tendance estimée, qui est la moyenne bayésienne de tous les échantillons de tendances individuels. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). Les lignes verticales pointillés indiquent les probabilités associés aux points de rupture, selon les critères du GIEC (orange : probable, >66% ; vert : très probable, > 90% ; bleu : quasi certain, >99%). B. Ruptures dans la saisonnalité des séries temporelles pour le K des précipitations (en haut), des pluviollessivats sous épiceas (au milieu) et du ruissellement (en bas) de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants (BEAST). La ligne de tendance représente la tendance saisonnière estimée. La zone ombrée indique l'intervalle de confiance (95%). C. dates des points de rupture pour les pluies à découvert (P), pluviollessivats (T) et l'exutoire (R).

Robinette



Waroneu

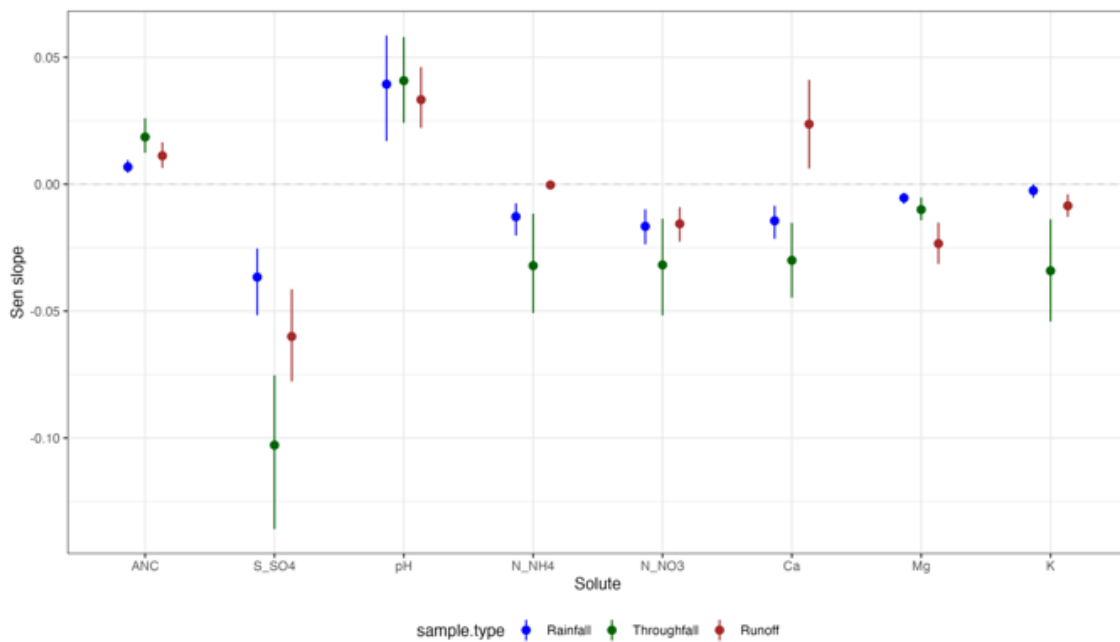


Fig 23 : Pentés des tendances annuelles ($\text{mg l}^{-1} \text{y}^{-1}$; pH : unité de pH y^{-1}) dans les pluies à découvert (bleu), pluiolessivats sous épicéas (vert) et à l'exutoire (rouge) des séries temporelles de 1992 à 2023 dans les deux bassins versants pour les éléments analysés.

B 4.2. Évolution à long terme de l'équilibre nutritionnel de deux bassins versants forestiers

RobINETTE											
Années	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023
Entrées Ca	4,9	5,5	7,2	7,9	5,4	7,6	5,0	4,5	4,3	5,9	3,7
Sorties Ca	-20,9	-9,2	-7,7	-15,3	-22,6	-10,6	-9,1	-10,8	-17,0	-8,5	-13,4
Flux net Ca	-16,0	-3,7	-0,5	-7,3	-17,2	-3,0	-4,1	-6,3	-12,7	-2,7	-9,7
Entrées K	11,5	14,4	14,6	15,0	13,6	15,2	14,7	13,9	16,2	22,5	16,0
Sorties K	-3,9	-1,2	-1,0	-2,6	-3,7	-1,8	-2,0	-2,4	-5,0	-3,3	-4,0
Flux net K	7,6	13,2	13,6	12,4	9,9	13,4	12,7	11,6	11,3	19,3	12,0
Entrées Mg	1,5	1,7	2,3	2,4	1,5	2,4	1,5	1,4	1,4	2,1	1,4
Sorties Mg	-5,1	-2,7	-1,9	-4,0	-7,8	-3,2	-2,6	-3,9	-6,0	-2,8	-5,2
Flux net Mg	-3,6	-1,0	0,5	-1,6	-6,3	-0,9	-1,1	-2,5	-4,6	-0,8	-3,9
Entrées Ca-R	3,4	3,8	4,6	5,8	3,7	3,7	2,1	1,7	1,8	3,4	1,3
Sorties Ca	-20,9	-9,2	-7,7	-15,3	-22,6	-10,6	-9,1	-10,8	-17,0	-8,5	-13,4
Flux net Ca-R	-17,5	-5,4	-3,1	-9,4	-18,9	-6,9	-6,9	-9,1	-15,3	-5,1	-12,1
Entrées K-R	2,3	2,7	3,0	1,7	2,8	3,4	4,1	3,5	3,7	8,0	4,1
Sorties K	-3,9	-1,2	-1,0	-2,6	-3,7	-1,8	-2,0	-2,4	-5,0	-3,3	-4,0
Flux net K-R	-1,6	1,5	1,9	-0,9	-0,9	1,6	2,1	1,1	-1,2	4,8	0,2
Entrées Mg-R	0,8	1,1	1,3	1,6	0,9	1,3	0,6	0,5	0,6	1,2	0,5
Sorties Mg	-5,1	-2,7	-1,9	-4,0	-7,8	-3,2	-2,6	-3,9	-6,0	-2,8	-5,2
Flux net Mg-R	-4,4	-1,6	-0,6	-2,4	-6,9	-2,0	-2,0	-3,4	-5,4	-1,6	-4,7
Entrées N-NO ₃	4,2	6,3	7,6	6,8	6,1	9,8	7,2	7,6	3,4	6,9	6,6
Sorties N-NO ₃	-2,3	-0,5	-0,5	-0,9	-2,4	-1,2	-0,8	-0,7	-1,5	-2,0	-3,4
Flux net N-NO ₃	1,9	5,8	7,1	5,9	3,7	8,5	6,5	6,8	1,9	4,9	3,3
Entrées N-NH ₄	5,2	3,5	4,1	4,0	2,9	4,7	3,0	3,1	4,5	4,9	3,1
Sorties N-NH ₄	-0,8	-0,1	-0,1	-0,4	-0,4	-0,1	-0,2	0,0	-0,1	-0,1	-0,2
Flux net N-NH ₄	4,4	3,4	4,0	3,5	2,5	4,6	2,8	3,0	4,4	4,8	2,9
Entrées S-SO ₄	6,7	4,5	4,3	3,9	3,0	3,5	3,3	2,7	3,7	3,7	4,0
Sorties S-SO ₄	-16,7	-5,9	-4,2	-7,9	-18,5	-6,8	-8,3	-10,7	-18,0	-8,4	-16,8
Flux net S-SO ₄	-10,0	-1,4	0,2	-3,9	-15,5	-3,3	-5,0	-7,9	-14,3	-4,8	-12,8
Entrées DOC	57,6	53,9	53,1	58,9	55,9	58,0	69,5	66,1	81,4	92,9	75,1
Sorties DOC	-114,4	-69,5	-34,5	-67,8	-110,5	-65,5	-48,5	-56,2	-134,1	-50,7	-99,0
Flux net DOC	-56,9	-15,6	18,6	-8,9	-54,6	-7,4	21,0	10,0	-52,7	42,2	-23,9

Tableau 4 : Flux annuels ($\text{kg ha}^{-1}\text{an}^{-1}$) des entrées, calculées en fonction de la surface couverte par les différents types de végétation (pluiolessivats), sorties (exutoires) et net (entrées - sorties) pour le Ca, K, Mg, N-NO₃, N-NH₄, S-SO₄ et le carbone organique dissout (DOC) pour le bassin versant de La Robinette. En grisé les entrées et flux nets ont été calculés en soustrayant la récréation foliaire calculée des entrées.

Pour les 11 années analysées, les quantités des Ca, K et Mg entrant dans le bassin versant de La Robinette sous forme de pluiolessivats sont en moyenne issues à 43, 77 et 46 %, respectivement, de la récréation foliaire. Considérant que ces récréations représentent un recyclage interne, et ne sont donc pas des apports externes au bassin versant, les flux nets corrigés pour les récréations indiquent que le bassin versant de la Robinette perd entre 3,1 (en 2015) et 18,9 (en 2017) $\text{kg ha}^{-1}\text{an}^{-1}$ de Ca et entre 6,9 (en 2017) et 0,6 (en 2015) $\text{kg ha}^{-1}\text{an}^{-1}$ de Mg. Les flux nets en K sont plus en équilibre et varient entre +4,8 (en 2022) et -1,6 (en 2013) $\text{kg ha}^{-1}\text{an}^{-1}$.

Les entrées en N-NO₃ et N-NH₄ varient, respectivement, entre 3,4 et 9,8 $\text{kg ha}^{-1}\text{an}^{-1}$ et 2,9 et 5,2 $\text{kg ha}^{-1}\text{an}^{-1}$. Les sorties en N-NO₃ sont comprises entre -0,5 et 5,5 $\text{kg ha}^{-1}\text{an}^{-1}$, alors

que les sorties en N-NH₄ sont très faibles (de 0 à -0,8 kg ha⁻¹ an⁻¹). Le bassin de La Robinette s'enrichit donc en azote minéral.

Les entrées en S-SO₄ varient entre 2,7 (en 2020) et 6,7 (en 2013) kg ha⁻¹ an⁻¹ ; les flux net ne sont positifs qu'en 2015 (0,2 kg ha⁻¹ an⁻¹) et sinon ils varient entre -1,4 (en 2014) et -15,5 (en 2017) kg ha⁻¹ an⁻¹.

Waroneu											
Années	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	2021	2022	2023
Entrées Ca	4,8	5,1	5,4	7,2	5,2	6,3	4,7	4,4	3,9	4,7	2,6
Sorties Ca	-19,3	-15,8	-12,2	-16,5	-11,4	-11,3	-12,2	-10,0	-13,8	-7,6	-11,6
Flux net Ca	-14,5	-10,7	-6,8	-9,3	-6,2	-5,0	-7,5	-5,5	-9,9	-2,8	-9,0
Entrées K	9,2	11,0	8,0	10,9	10,4	13,9	10,8	10,9	12,2	11,0	10,6
Sorties K	-4,8	-4,1	-2,4	-4,0	-2,5	-2,7	-3,5	-3,1	-5,7	-3,6	-5,4
Flux net K	4,4	6,9	5,6	6,9	7,9	11,1	7,3	7,8	6,6	7,4	5,2
Entrées Mg	1,5	1,6	1,5	2,0	1,5	2,0	1,3	1,4	1,3	1,6	1,0
Sorties Mg	-8,4	-8,4	-4,6	-8,1	-5,0	-4,9	-5,6	-5,1	-7,4	-4,4	-6,7
Flux net Mg	-7,0	-6,8	-3,1	-6,1	-3,5	-2,9	-4,3	-3,8	-6,1	-2,8	-5,7
Entrées Ca-R	3,2	3,9	3,3	5,3	3,9	4,0	2,9	3,2	2,3	2,8	1,4
Sorties Ca	-19,3	-15,8	-12,2	-16,5	-11,4	-11,3	-12,2	-10,0	-13,8	-7,6	-11,6
Flux net Ca-R	-16,1	-11,9	-8,9	-11,2	-7,5	-7,3	-9,3	-6,8	-11,5	-4,8	-10,1
Entrées K-R	2,3	4,5	3,2	3,6	2,8	4,3	4,0	4,0	4,7	3,9	3,0
Sorties K	-4,8	-4,1	-2,4	-4,0	-2,5	-2,7	-3,5	-3,1	-5,7	-3,6	-5,4
Flux net K-R	-2,5	0,3	0,8	-0,5	0,3	1,5	0,5	0,9	-1,0	0,3	-2,4
Entrées Mg-R	0,8	1,3	0,9	1,2	1,0	1,1	0,8	0,8	0,7	0,9	0,4
Sorties Mg	-8,4	-8,4	-4,6	-8,1	-5,0	-4,9	-5,6	-5,1	-7,4	-4,4	-6,7
Flux net Mg-R	-7,6	-7,1	-3,7	-6,9	-4,0	-3,7	-4,8	-4,3	-6,7	-3,5	-6,2
Entrées N-NO ₃	5,2	5,9	5,0	6,2	6,5	7,8	5,4	5,7	4,1	4,6	3,6
Sorties N-NO ₃	-3,2	-2,0	-1,1	-1,8	-1,8	-1,6	-1,6	-0,9	-1,3	-1,3	-1,6
Flux net N-NO ₃	2,0	3,9	4,0	4,4	4,7	6,2	3,8	4,8	2,8	3,3	2,0
Entrées N-NH ₄	9,5	6,4	5,3	6,9	4,7	6,3	3,9	5,1	6,0	4,8	3,4
Sorties N-NH ₄	-0,4	-0,4	0,0	-0,6	-0,1	-0,4	-0,1	0,0	0,0	-0,1	-1,3
Flux net N-NH ₄	9,1	6,0	5,3	6,3	4,6	6,0	3,9	5,1	6,0	4,7	2,1
Entrées S-SO ₄	7,8	4,8	3,3	3,7	2,9	3,1	3,0	2,9	3,8	3,2	3,2
Sorties S-SO ₄	-20,1	-18,3	-9,3	-16,4	-8,8	-10,3	-14,5	-12,3	-17,6	-10,8	-18,5
Flux net S-SO ₄	-12,3	-13,5	-6,0	-12,8	-5,9	-7,3	-11,5	-9,4	-13,8	-7,6	-15,3
Entrées DOC	48,8	46,0	39,1	51,0	58,5	60,2	67,1	64,9	72,1	55,6	67,7
Sorties DOC	-46,5	-52,7	-38,2	-53,6	-46,1	-43,6	-42,1	-34,4	-78,4	-25,5	-56,7
Flux net DOC	2,3	-6,7	0,9	-2,6	12,4	16,6	25,1	30,6	-6,4	30,1	11,0

Tableau 5 : Flux annuels (kg ha⁻¹ an⁻¹) des entrées, calculées en fonction de la surface couvertes par les différents types de végétation (pluviolessivats), sorties(exutoires) et net (entrées – sorties) pour le Ca, K, Mg, N-NO₃, N-NH₄, S-SO₄ et le carbone organique dissout (DOC) pour le bassin versant de Waroneu. En grisé les entrées et flux nets ont été calculés en soustrayant la récréation foliaire calculée des entrées.

Pour les 11 années analysées, les quantités des Ca, K et Mg mesurées comme des entrées pour le bassin versant de Waroneu sont en moyenne issues à 33, 66 et 39 %, respectivement, de la récréation foliaire. En tenant compte de ces récréations, les flux nets en Ca sont toujours négatifs et le bassin versant de Waroneu perd entre 4,8 (2022) et 16,1 (2013) kg ha⁻¹ an⁻¹ de Ca par an ; les flux nets en K sont plus en équilibre et varient entre +1,5 (en 2018) et -2,5 (en 2013) kg ha⁻¹ an⁻¹ ; les flux nets en Mg sont toujours négatifs et le bassin versant de Waroneu perd entre 3,5 (en 2022) et 7,6 (en 2015) kg ha⁻¹ an⁻¹ de Mg par année.

Les entrées en N-NO₃ et N-NH₄ varient, respectivement, entre 3,6 et 7,8 kg ha⁻¹ an⁻¹ et 3,4 et 9,5 kg ha⁻¹ an⁻¹. Les sorties en N-NO₃ sont comprises entre -0,9 et 3,2 kg ha⁻¹ an⁻¹, alors que les sorties en N-NH₄ sont très faibles (de 0 à -0,6 kg ha⁻¹ an⁻¹). Les flux nets en azote sont toujours positifs pour le bassin versant de Waroneu qui comme La Robinette s'enrichit donc en azote.

Les entrées en S-SO₄ varient entre 2,9 (en 2017 et 2020) et 7,8 (en 2013) kg ha⁻¹ an⁻¹; les flux net sont toujours négatifs varient entre -5,9 (en 2017) et -15,3 (en 2023) kg ha⁻¹ an⁻¹.

En 1997, nous avons calculé les charges critiques en azote et en soufre pour les bassins versants de La Robinette et de Waroneu. Pour rappel, une charge critique est définie comme « Dépôt de composés acidifiants/eutrophisant le plus élevé qui ne puisse causer de dysfonctionnement chimique des sols susceptible d'entraîner des altérations à long terme sur la structure et le fonctionnement des écosystèmes, selon les connaissances actuelles » (https://www.ineris.fr/sites/ineris.fr/files/contribution/Documents/drc_45928.pdf, n.d.). En forêt, ces altérations comprennent des déséquilibres nutritionnels des arbres, la modification de processus biogéochimiques et des organismes des sols, et la disparition de certaines espèces végétales. Les charges critiques en azote CL_{max}(N) étaient définies à 22,8 et 25,1 kg ha⁻¹ an⁻¹ respectivement pour La Robinette et Waroneu (Bosman et al., 2001). Les CL_{max}(N) recalculés avec nos données de 2023, sont de 18,8 et 14,2 kg ha⁻¹ an⁻¹, respectivement pour La Robinette et Waroneu. Cette diminution des valeurs des charges critiques admissibles en azote est liée aux données mesurées qui interviennent dans les équations, particulièrement aux dépôts de cations 'basiques' (Ca, K et Mg) et aux sorties d'azote (N-NH₄ et N-NO₃) via les eaux des exutoires. Cette diminution, ainsi que les pertes nettes en S-SO₄ (moyennes des flux nets en S-SO₄ des 5 dernières années : -9 et -11,5 kg ha⁻¹ an⁻¹, respectivement à La Robinette et à Waroneu) seraient des indicateurs d'un écosystème en voie de récupération. En effet, malgré les diminutions des dépôts soufrés, les pertes à l'exutoire restent élevées, et ce relargage net de S-SO₄ est généralement expliqué par la mobilisation de pools soufrés accumulés pendant de périodes de dépôts élevés (Mitchell et al., 2013). Actuellement, les dépôts en sulfate et en azote dans les deux bassins versants sont inférieurs à ces charges critiques. Néanmoins, des études récentes qui tiennent compte des micro-organismes des sols forestiers européens et particulièrement des ectomycorhizes, ont montré qu'un seuil de dépôt en azote de 5 à 6 kg ha⁻¹ an⁻¹ induisait déjà un changement substantiel des populations de ces champignons (van der Linde et al., 2018). Ces espèces jouent un rôle clé dans la nutrition des arbres, ce qui pose la question de l'adaptation des valeurs de charges critiques, comme cela a été le cas en Amérique de Nord, pour tenir compte de la fragilité plus grande des micro-organismes des sols forestiers et des problèmes de la nutrition des arbres rencontrés dans les forêts européennes. Les moyennes des dépôts en azote des 5 dernières années disponibles (2019-2023) sont de 9,9 et 9,5 kg ha⁻¹ an⁻¹ (respectivement à La Robinette et à Waroneu) donc environ deux fois plus faibles que la charge critique en azote calculée fin des années 1990, mais supérieures aux recommandations des études récentes pour préserver la diversité et l'efficacité des micro-organismes des sols forestiers.

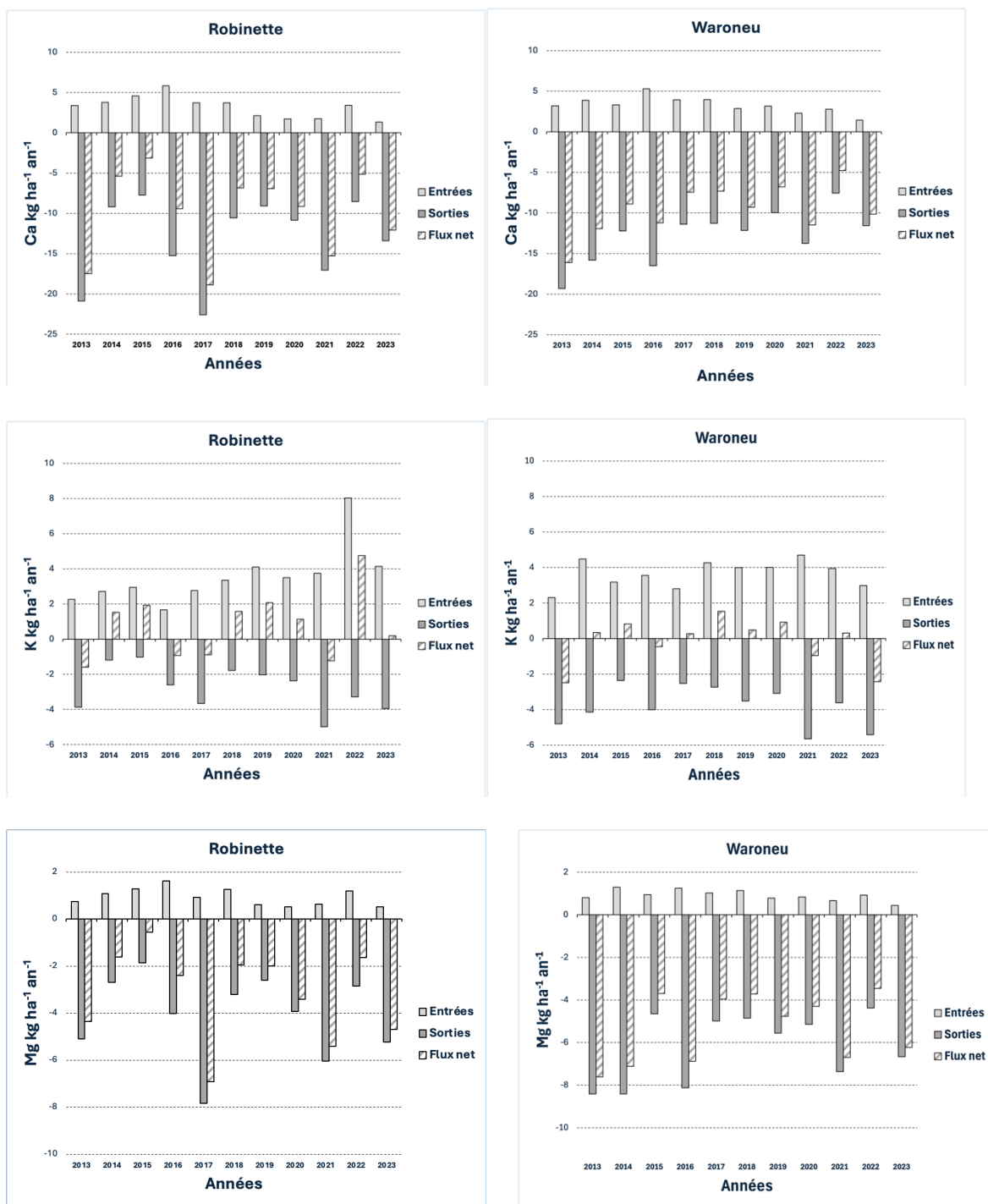


Fig. 24 : Flux annuels des entrées, sorties et net (entrées – sorties) en kg ha⁻¹ pour le Ca, K, Mg moins la récréation pour les bassins versants de La Robinette et de Waroneu.

Globalement, les flux nets en calcium et magnésium sont négatifs dans les deux bassins versants ; les flux nets en potassium sont positifs à La Robinette (excepté en 2013, 2016, 2017 et 2021) et à l'équilibre à Waroneu excepté en 2013 et 2023 où ils sont négatifs. À La Robinette, on constate des variations annuelles des flux de sorties et nets en Ca et Mg plus importantes qu'à Waroneu, cela peut s'expliquer par des différences dans l'hydrologie des deux bassins versants : La Robinette est caractérisée par des flux plus intenses et variables.

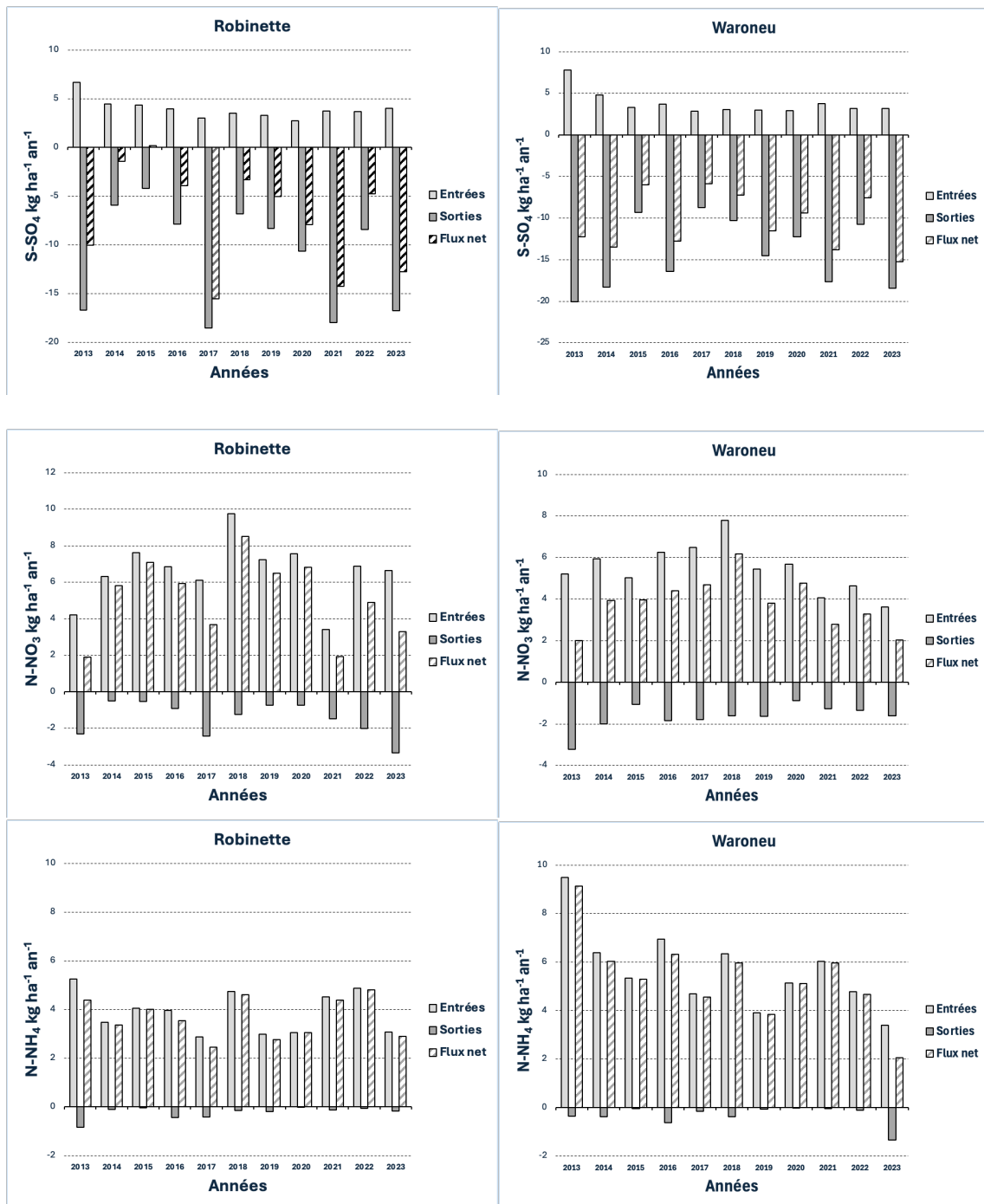


Fig. 25 : Flux annuels (de 2013 à 2023) des entrées, sorties et net en kg ha⁻¹ pour S-SO₄ ; N-NO₃ et N-NH₄ pour les bassins versants de La Robinette et de Waroneu.

Les deux bassins versants perdent des S-SO₄ (flux nets négatifs) ; à La Robinette ces flux nets annuels sont plus variables que pour Waroneu. Le fait que les sorties en sulfates soient plus élevées que les entrées indique que les deux bassins versants sont toujours en phase de récupération de l'acidité accumulée au siècle passé via les dépôts polluants (Vuorenmaa et al., 2018). Il y a donc une latence qui se compte en dizaines d'années et qui n'est toujours pas terminée entre la diminution des dépôts acidifiants et la récupération des écosystèmes forestiers de hautes Ardennes.

Les flux nets en azote sont positifs dans les deux bassins versant, ils retiennent donc de l'azote. Néanmoins, si les flux de sorties annuels en ammonium sont très faibles ou nuls,

ce n'est pas le cas de flux de sorties des nitrates. Ceux-ci vont entrainer des pertes en bases cationiques pour les sols et contribuer à les acidifier.

B4.3. Indicateurs biologiques de la qualité des sols forestiers sous hêtre et épicéa en Wallonie

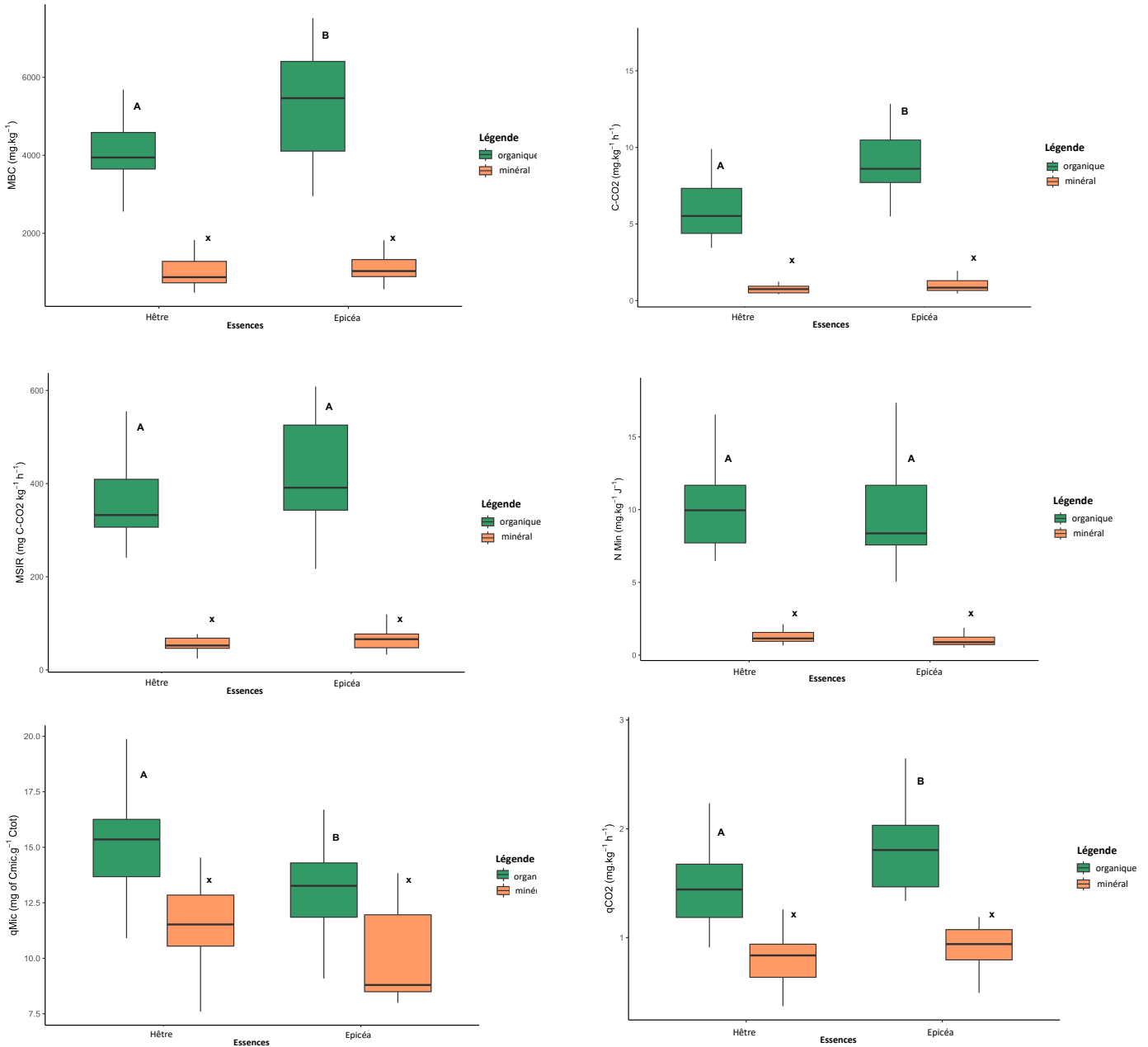


Figure 26 : Carbone microbien (biomasse microbienne) (MBC) (mg kg⁻¹), potentiel de respiration (C-CO₂) (mg kg⁻¹ h⁻¹), indice de potentiel métabolique des micro-organismes du sol (MSIR : multiple substrat induced respiration) (mg C-CO₂ kg⁻¹ h⁻¹), minéralisation nette de l'azote (Nmin) (mg kg⁻¹ j⁻¹), quotient microbien (qMic) (mg de Cmic g⁻¹ de Ctot), et quotient métabolique (qCO₂) (mg kg⁻¹ h⁻¹) dans le sol des deux horizons sous hêtre et épicéa. La ligne en gras dans la boîte à moustache représente la médiane, les bords supérieurs et inférieurs du rectangle le premier et troisième quartile, et les extrémités des moustaches 1,5 fois l'espace interquartile (n=15). Des lettres majuscules différentes indiquent des différences significatives (p < 0.05) entre les deux essences dans l'horizon organique et les lettres en minuscules dans l'horizon minéral.

Dans l'horizon minéral, il n'y a pas de différences significatives entre hêtre et épicéa, pour les 6 indicateurs présentés (fig. 26).

Dans l'horizon organique, la biomasse microbienne du sol (MBC) est significativement plus élevée sous épicéa (5298 mg C_{mic} kg⁻¹) que sous hêtre (4048 mg C kg⁻¹). La respiration potentielle est également plus élevée sous épicéa que sous hêtre (9,6 et 5,8 mg C-CO₂ kg⁻¹h⁻¹). L'indice de potentiel métabolique (MSIR), la somme des respirations induites des 7 substrats carbonés sélectionnés, et la minéralisation nette de l'azote ne sont pas significativement différentes entre les deux essences. Sous épicéa, le quotient métabolique (qCO₂) plus élevé (1,84 et 1,45 mg kg⁻¹ h⁻¹) et le quotient microbien (q_{mic}) plus faible (13,1 et 15,01 mg C_{mic} g⁻¹ C_{tot}) indiquant que la matière organique disponible pour les micro-organismes serait de meilleure qualité sous hêtre.

Physico-chimie	Horizons	Hêtre	Épicéa
pH(CaCl ₂)	O	3.29 ± 0.20 ^a	3.05 ± 0.16 ^b
	M	3.49 ± 0.21 ^{ns}	3.34 ± 0.20 ^{ns}
pH(KCl)	O	3.25 ± 0.18 ^a	2.98 ± 0.17 ^b
	M	3.50 ± 0.23 ^{ns}	3.41 ± 0.24 ^{ns}
Bases échangeables (cmol _c kg ⁻¹)	O	6.21 ± 1.79 ^a	8.67 ± 3.42 ^b
	M	0.56 ± 0.34 ^{ns}	0.77 ± 0.86 ^{ns}
Carbone et azote labile			
C _{lab} (mg kg ⁻¹)	O	10810 ± 2341 ^a	14917 ± 2552 ^b
	M	3065 ± 1389 ^a	4178 ± 1994 ^b
N _{lab} (mg kg ⁻¹)	O	563 ± 218 ^a	745 ± 186 ^b
	M	148 ± 63 ^{ns}	164 ± 69 ^{ns}

Tableau 06 : paramètres physico-chimiques et carbone et azote labile dans les deux horizons (O : organique et M : minéral) dans les sols sous les deux essences : hêtres et épicéa (n= 15). Des lettres différentes en exposant indiquent des différences significatives (p < 0.05) entre les deux essences dans l'horizon concerné.

Les pH(CaCl₂) et pH(KCl) sont significativement plus faibles dans l'horizon organique sous épicéas. Cependant, la quantité de bases échangeables est élevée dans l'horizon organique sous les épicéas. La fraction de carbone et d'azote labile, considérée comme plus facilement utilisable et disponible pour les micro-organismes, est plus élevée dans les sols sous les épicéas (dans les deux horizons pour le C_{lab}, et dans l'horizon organique pour le N_{lab}).

Nos résultats confirment l'importance de l'horizon organique pour le turnover de la matière organique. La biomasse microbienne y est en moyenne 5 fois plus élevée par rapport à l'horizon minéral. Aussi, la majorité des différences entre les sites peuplés d'épicéa ou de hêtre sont observées dans l'horizon organique. Dans l'horizon organique, la biomasse microbienne et l'activité microbienne (respiration potentielle et potentiel métabolique) sont plus élevées sous les épicéas. La biomasse microbienne plus élevée sous épicéa, pourrait être liée à la disponibilité en substrats carbonés, plus importante. Cependant, un quotient métabolique plus élevé et un quotient microbien plus faible sous épicéa, indiquent que la matière organique disponible pour les micro-organismes serait de meilleure qualité sous hêtre.

Bio-indicateurs	Relation avec le fonctionnement de l'écosystème	Robinette et Waroneu	Hêtres	Épicéas
Biomasse microbienne (carbone) (MBC, mg kg ⁻¹)	Décomposition, cycle des nutriments, fertilité des sols, structure des sols	3461,0 (2719,2 ; 4633,2)	4047,8 (3648,1 ; 4585,7)	5297,8 (4108,1 ; 6407,9)
Potentiel de respiration (PR, mg kg ⁻¹ h ⁻¹)	Décomposition	5,3 (3,9 ; 7,3)	5,8 (4,4 ; 7,3)	9,6 (7,7 ; 10,5)
Biomasse microbienne (azote) (MBN, mg kg ⁻¹)	Taux de recyclage biogéochimique et indicateur de la fertilité des sols	542,7 (411,0 ; 734,2)	494,9 (438,1 ; 554,9)	609,2 (454,7 ; 735,4)
Minéralisation nette de l'azote (Nmin, mg kg ⁻¹ j ⁻¹)	Cycles biogéochimiques, fertilité des sols	9,3 (6,4 ; 12,0)	10,1 (7,7 ; 11,7)	9,9 (7,6 ; 11,7)
Quotient microbien (qmic, %)	Décomposition	0,9 (0,7 ; 1,2)	1,5 (1,4 ; 1,6)	1,3 (1,2 ; 1,4)
Quotient métabolique (qCO ₂ , µg C-CO ₂ mg ⁻¹ MBC h ⁻¹)	Indicateur de l'efficacité d'utilisation du carbone	1,5 (1,1 ; 1,9)	1,4 (1,2 ; 1,7)	1,8 (1,5 ; 2,0)

Tableau 7 : liste des 6 bio-indicateurs de la qualité des sols et leurs relations avec le fonctionnement de l'écosystème ainsi que leurs valeurs moyennes (et percentiles 25 et 75 %) pour 6 échantillonnages de sol dans les 2 bassins versants (juin 2013, mai 2014, mai 2015 ; janvier 2014, novembre 2014 et décembre 2015)(Ratcliffe et al., 2018) ; l'échantillonnage de novembre 2020 sous les hêtres et épicéas d'Ardenne et Haute-Ardenne.

Comme pour le projet 'CARBIOSOL', qui concernait les sols de culture wallons, des gammes de référence des bio-indicateurs pour les sols forestiers ont été calculées à partir des données de l'échantillonnage de novembre 2020 (Tableau 7). Nous avons utilisé la même méthodologie : pour chaque indicateur une distribution des valeurs a été calculée à partir de la médiane et de la racine carrée des variances (Vincent et al., n.d.). Cette première approche ne concerne qu'un seul échantillonnage et seulement deux essences (hêtres et épicéas), cependant l'étendue géographique et pédologique sont suffisantes pour justifier une première ébauche intéressante. Cinq catégories ont été déterminées sur la base de la distribution des valeurs calculées (percentiles 5, 25, 75 et 95 %) ; « valeurs très faibles », « valeurs faibles », « valeurs moyennes », « valeurs élevées » et « valeurs très élevées » (Krüger et al., 2018). Cette démarche devrait être étoffé par des valeurs présentant une gamme spatiale et temporelle plus large.

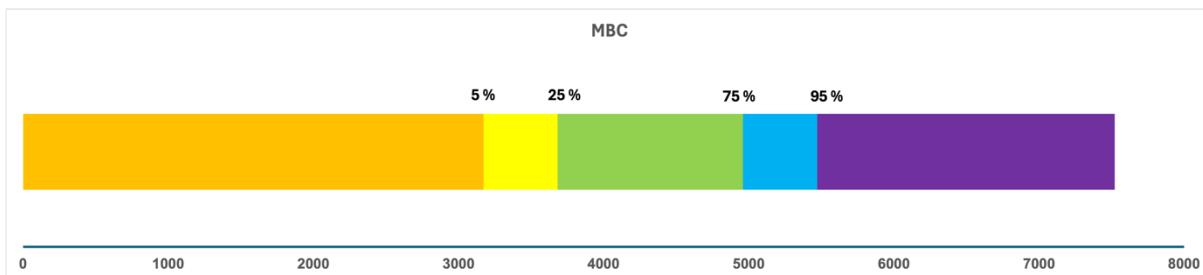


Figure 27 : gamme de référence du carbone microbien (biomasse microbienne) (MBC) (mg kg^{-1}), en orange les « valeurs très faibles » ; en jaune les « valeurs faibles » ; en vert les « valeurs moyennes » ; en bleu les « valeurs élevées » et en violet les « valeurs très élevées ».

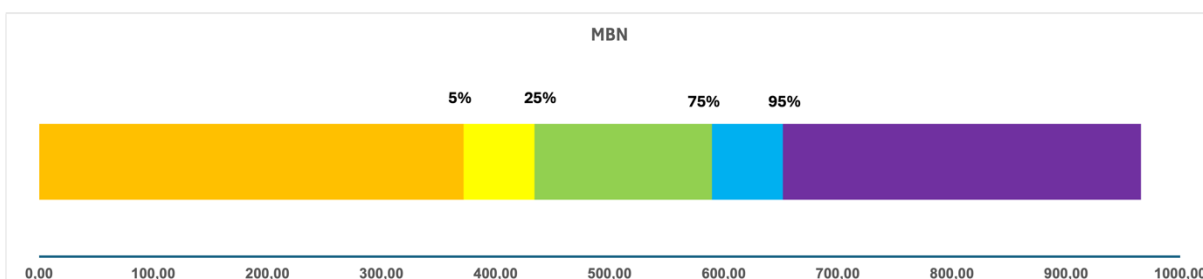


Figure 28 : gamme de référence de l'azote microbien (biomasse microbienne) (MBN) (mg kg^{-1}), en orange les « valeurs très faibles » ; en jaune les « valeurs faibles » ; en vert les « valeurs moyennes » ; en bleu les « valeurs élevées » et en violet les « valeurs très élevées ».

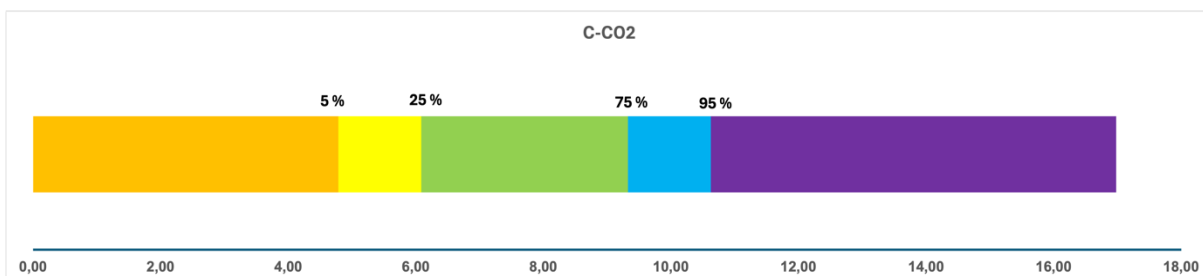


Figure 29 : gamme de référence du potentiel de respiration (C-CO_2) ($\text{mg kg}^{-1} \text{h}^{-1}$), en orange les « valeurs très faibles » ; en jaune les « valeurs faibles » ; en vert les « valeurs moyennes » ; en bleu les « valeurs élevées » et en violet les « valeurs très élevées ».

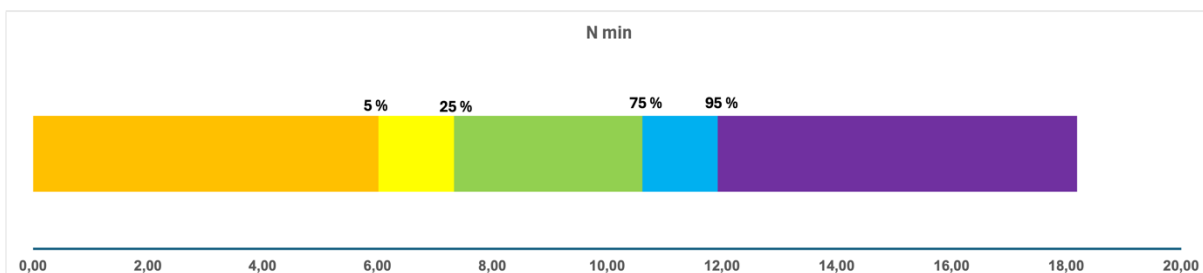


Figure 30 : gamme de référence de la minéralisation nette de l'azote (N_{min}) ($\text{mg kg}^{-1} \text{j}^{-1}$), en orange les « valeurs très faibles » ; en jaune les « valeurs faibles » ; en vert les « valeurs moyennes » ; en bleu les « valeurs élevées » et en violet les « valeurs très élevées ».

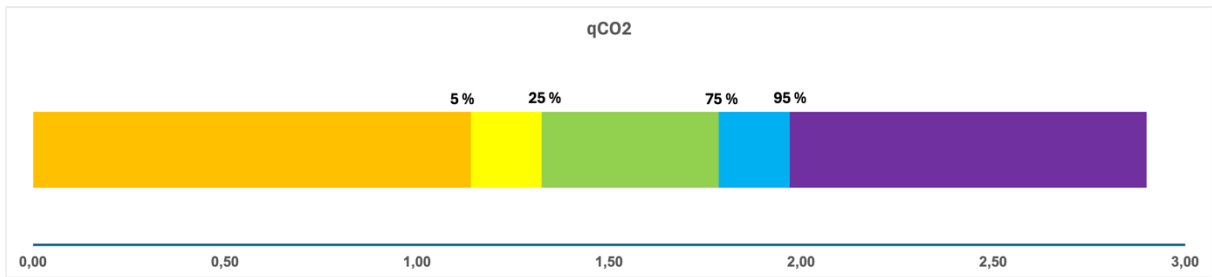


Figure 31 : gamme de référence du quotient métabolique (qCO_2) ($mg\ kg^{-1}\ h^{-1}$), en orange les « valeurs très faibles » ; en jaune les « valeurs faibles » ; en vert les « valeurs moyennes » ; en bleu les « valeurs élevées » et en violet les « valeurs très élevées ».

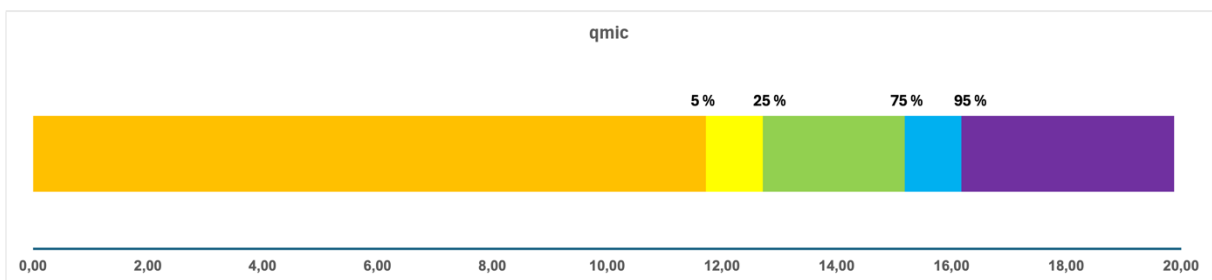


Figure 32 : gamme de référence du quotient microbien ($qMic$) ($mg\ de\ Cmic\ g^{-1}\ de\ Ctot$), en orange les « valeurs très faibles » ; en jaune les « valeurs faibles » ; en vert les « valeurs moyennes » ; en bleu les « valeurs élevées » et en violet les « valeurs très élevées ».

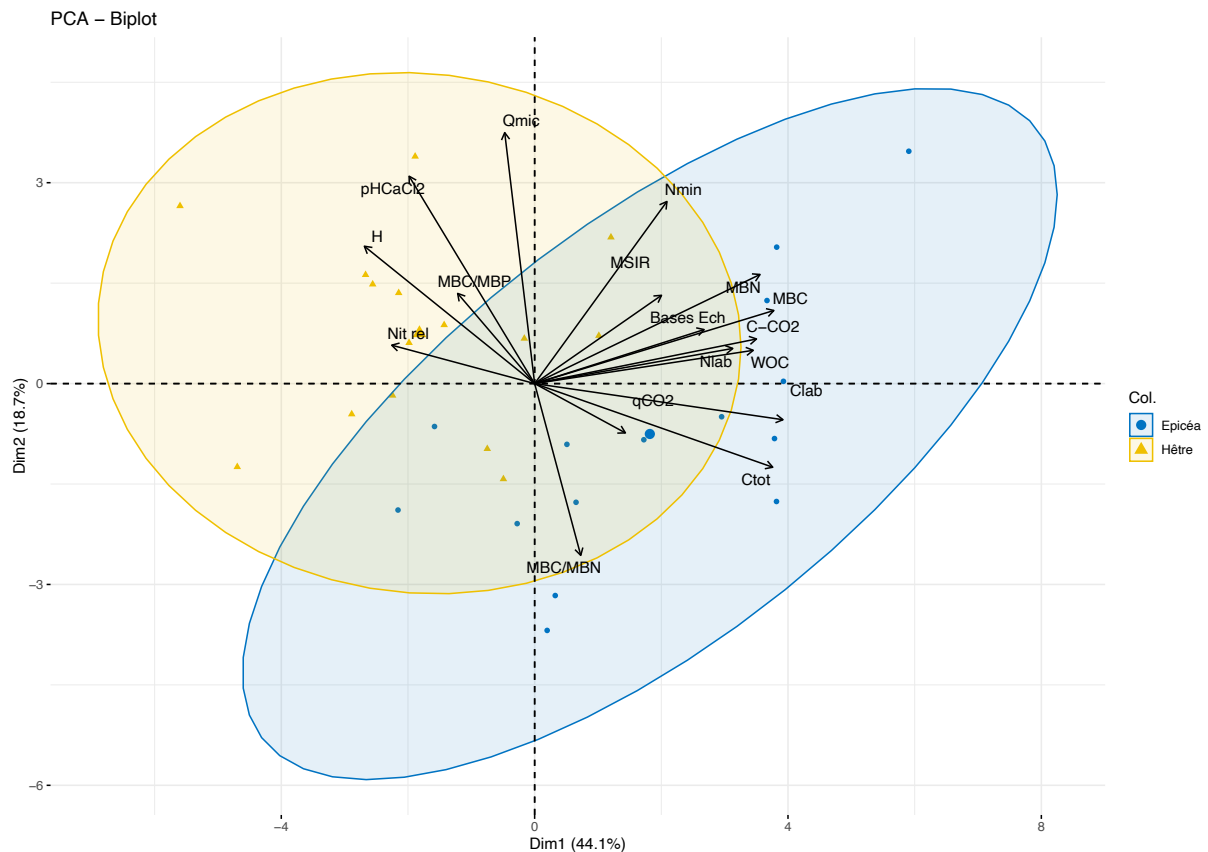


Figure 33 : Analyse en composantes principales (ACP) des indicateurs de qualité des sols sous deux essences d'arbres (épicéa et hêtre). Le graphique représente la distribution des échantillons en fonction de 26 variables de qualité des sols, incluant des paramètres chimiques : Ctot (carbone total), Nlab (azote labile) ; microbiologiques : MBC et MBN (biomasse microbienne en carbone et en azote), qCO_2 (quotient métabolique), H (indice de Shannon sur la biodiversité fonctionnelle) et physico-chimiques : pH_{CaCl_2} , bases échangeables. Le premier axe (Dim1) explique 44,1% de la variance totale, et le second axe (Dim2) 18,7%. Les individus (points) sont colorés selon l'essence d'arbre, avec des ellipses représentant les groupes (épicéa en bleu et hêtre en jaune). Les flèches des variables indiquent leur contribution aux axes, avec les plus longues reflétant une influence plus forte.

Dim1 : le premier axe principal explique 44,1% de la variance totale. Les variables comme le Ctot et le Clab (carbone total et labile), la MBC et MBN (biomasse microbienne en carbone et azote), le pH_{CaCl_2} , et le C-CO₂ (potentiel de respiration) semblent exercer une forte influence sur cet axe. Cela suggère que ces variables sont probablement les plus discriminantes entre les échantillons sous épicéas et hêtres.

Dim2 : le deuxième axe explique 18,7% de la variance. Les variables telles que le MBC/MBN (rapport biomasse microbienne en carbone et azote), le Qmic (quotient microbien) la Nit rel (nitrification relative), et le MBC/MBP (rapport biomasse microbienne en carbone et phosphore) semblent contribuer davantage au deuxième axe.

Les sols sous épicéas et hêtres semblent différer selon les variables de qualité du sol, comme le pH, le contenu en carbone total ou labile, et la microbiologie du sol (avec des variables comme MBC, MBN, le potentiel de respiration et le rapport MBC/MBN qui est un indicateur de la proportion entre les champignons et les bactéries dans la composition de la population des micro-organismes. Dans ce graphique (Fig. 33), on observe que les variables de

sol permettent de différencier partiellement les deux types d'essences (épicéas et hêtres). Le premier axe (44.1%) montre une séparation notable, avec des variables de microbiologie du sol et de chimie qui semblent jouer un rôle important dans cette distinction.

B4.4. Effet de la diversification des essences forestières sur la santé des sols

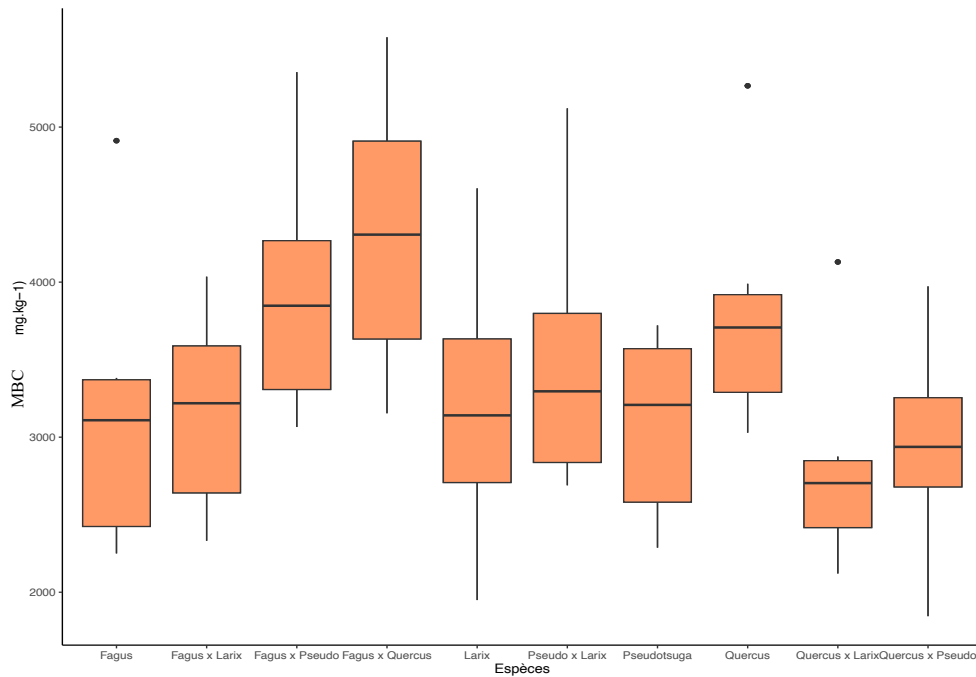


Figure 33 : Carbone microbien (biomasse microbienne) (MBC) (mg kg^{-1}) dans l'horizon organique des sols sous les différentes espèces et mélanges d'espèces d'arbres. La ligne en gras dans la boîte à moustache représente la médiane, les bords supérieurs et inférieurs du rectangle le premier et troisième quartile, et les extrémités des moustaches 1,5 fois l'espace interquartile ($n=6$).

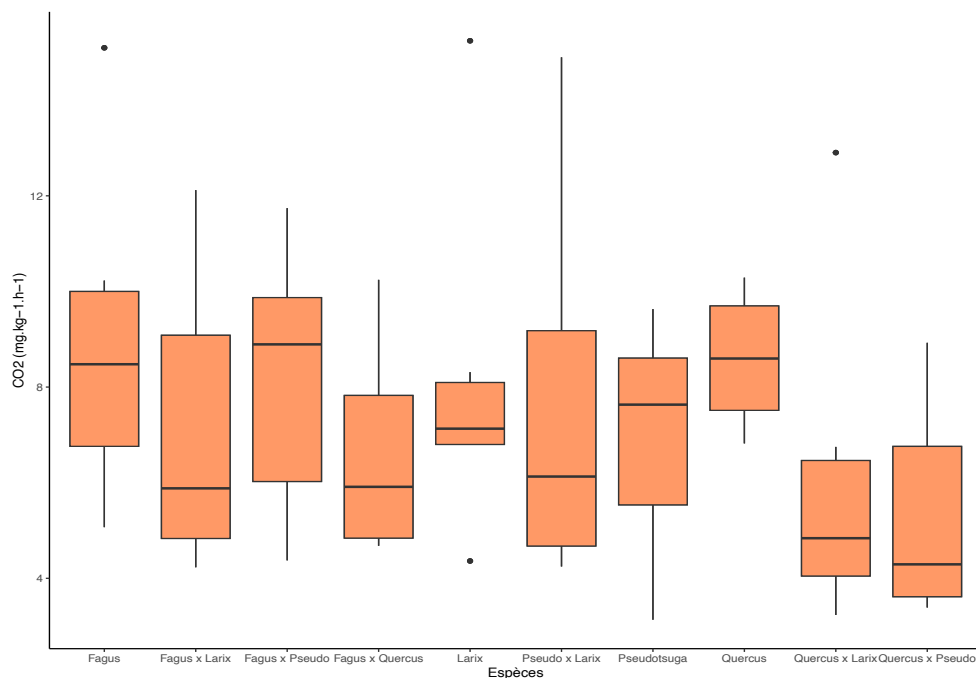


Figure 34 : Potentiel de respiration (C-CO_2) ($\text{mg kg}^{-1} \text{h}^{-1}$) dans l'horizon organique des sols sous les différentes espèces et mélanges d'espèces d'arbres. La ligne en gras dans la boîte à moustache représente la médiane, les bords supérieurs et inférieurs du rectangle le premier et troisième quartile, et les extrémités des moustaches 1,5 fois l'espace interquartile ($n=6$).

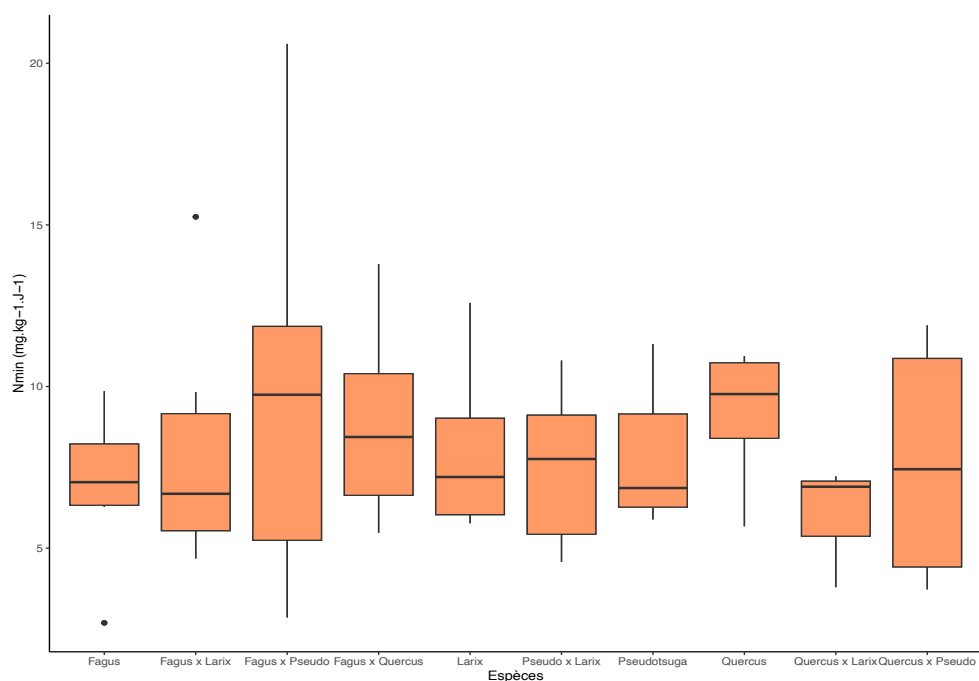


Figure 35 : Minéralisation nette de l'azote (N_{min}) ($mg\ kg^{-1}\ j^{-1}$) dans l'horizon organique des sols sous les différentes espèces et mélanges d'espèces d'arbres. La ligne en gras dans la boîte à moustache représente la médiane, les bords supérieurs et inférieurs du rectangle le premier et troisième quartile, et les extrémités des moustaches 1,5 fois l'espace interquartile ($n=6$).

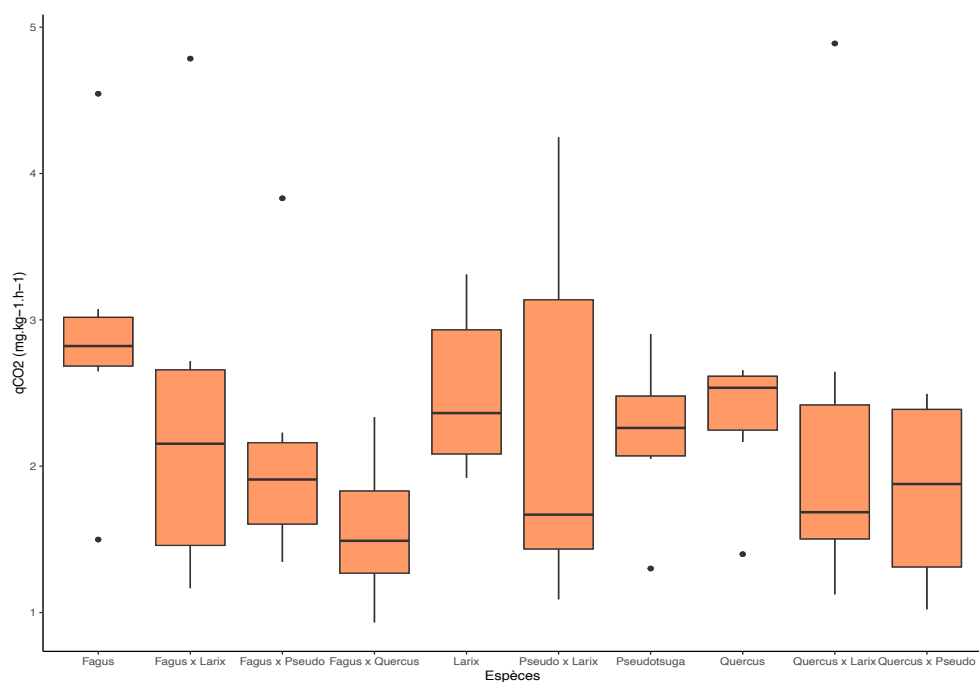


Figure 36 : Quotient métabolique (qCO_2) ($mg\ kg^{-1}\ h^{-1}$) dans l'horizon organique des sols sous les différentes espèces et mélanges d'espèces d'arbres. La ligne en gras dans la boîte à moustache représente la médiane, les bords supérieurs et inférieurs du rectangle le premier et troisième quartile, et les extrémités des moustaches 1,5 fois l'espace interquartile ($n=6$).

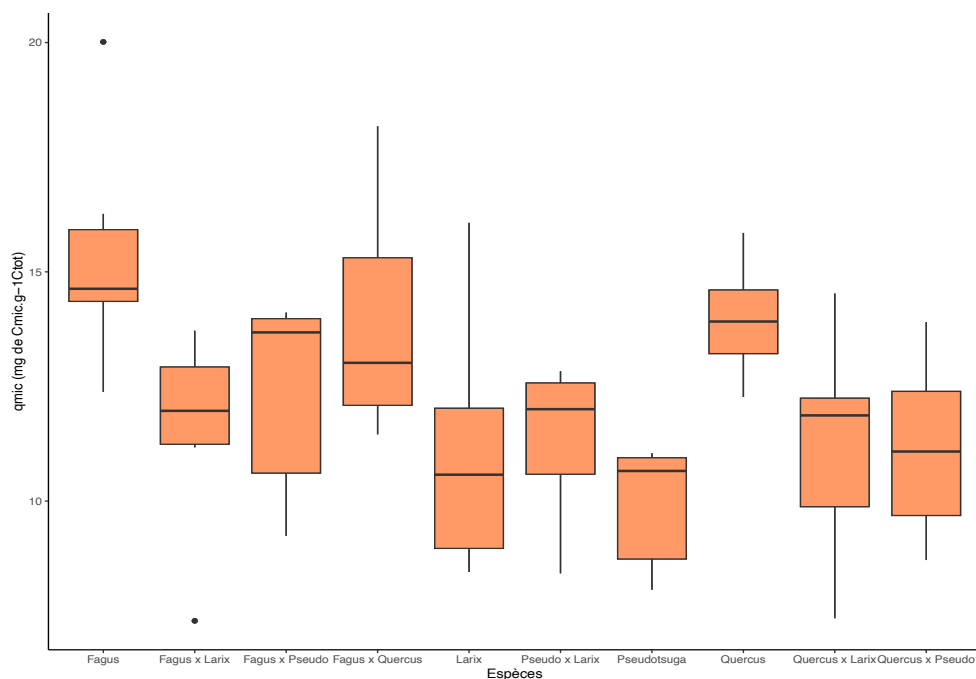


Figure 37 : Quotient microbien ($qMic$) (mg de $Cmic\ g^{-1}$ de $Ctot$) dans l'horizon organique des sols sous les différentes espèces et mélanges d'espèces d'arbres. La ligne en gras dans la boîte à moustache représente la médiane, les bords supérieurs et inférieurs du rectangle le premier et troisième quartile, et les extrémités des moustaches 1,5 fois l'espace interquartile ($n=6$).

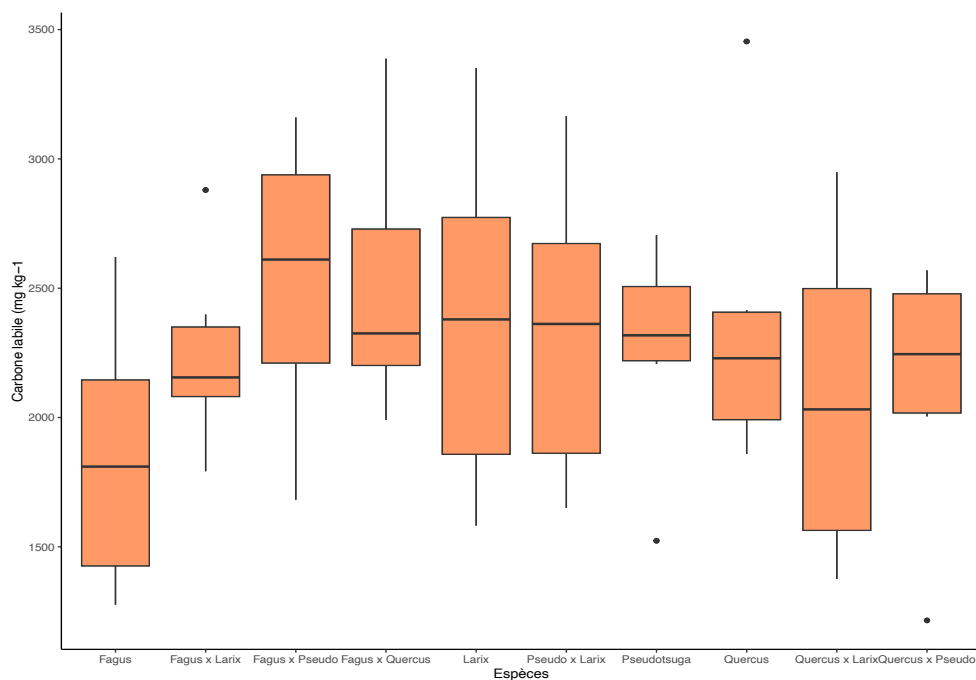


Figure 38 : Carbone labile ($mg\ kg^{-1}$) dans l'horizon organique des sols sous les différentes espèces et mélanges d'espèces d'arbres. La ligne en gras dans la boîte à moustache représente la médiane, les bords supérieurs et inférieurs du rectangle le premier et troisième quartile, et les extrémités des moustaches 1,5 fois l'espace interquartile ($n=6$).

Il n'y a pas de différence significative entre les sols sous les 4 espèces et couples d'espèces d'arbres pour la biomasse microbienne en carbone, le potentiel de respiration, la minéralisation de l'azote, les quotients microbiens et métaboliques, et le carbone labile (Fig. 33, 34, 35, 36, 37 et 38).

Une grande variabilité des valeurs des indicateurs mesurés et la jeunesse des plantations pourraient expliquer la difficulté à discriminer l'impact des essences sur le sol. Aussi, des analyses statistiques plus spécifiques à ce genre de données doivent encore être réalisées.

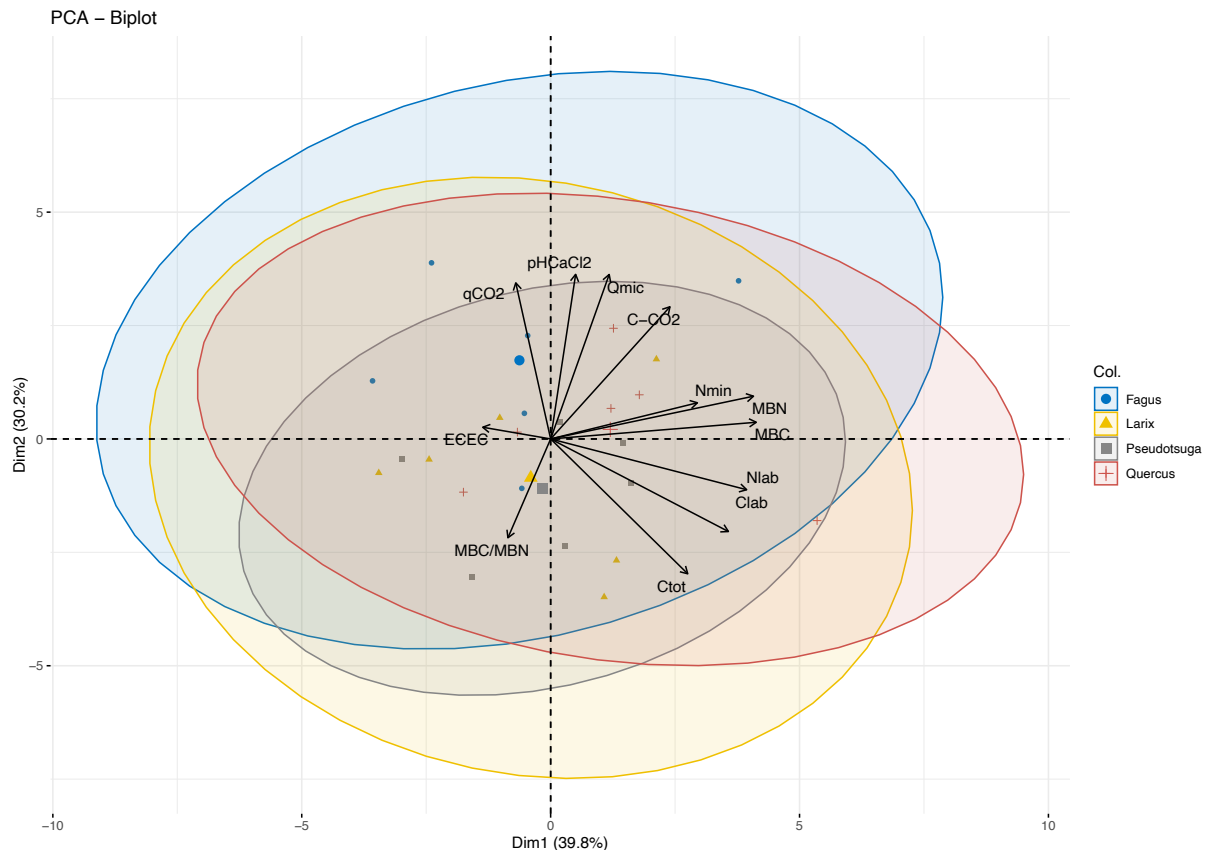


Figure 39 : Analyse en composantes principales (ACP) des indicateurs de qualité des sols sous quatre essences d'arbres (hêtre, mélèze, douglas, chêne). Le graphique présente la distribution des échantillons en fonction de différents paramètres de qualité des sols, tels que le carbone total (Ctot), le carbone labile (Clab), la capacité d'échange cationique (ECEC), ainsi que des indicateurs microbiens (MBC, MBN, qCO_2 , Q_{mic}). Le premier axe (Dim1) explique 39,8% de la variance totale, et le second axe (Dim2) 30,2%. Les individus (points) sont colorés selon l'espèce d'arbre (en bleu le hêtre, en jaune le mélèze, en vert le douglas, en rouge le chêne) et les ellipses représentent les groupes par essence. Les flèches des variables indiquent leur contribution à la variance expliquée par les deux premiers axes avec les plus longues reflétant une influence plus forte.

Dim1 : le premier axe explique 39,8% de la variance totale et semble être influencé par des variables comme : le Ctot et Clab (carbone total et labile), la MBC et la MBN (biomasse microbienne en carbone et azote) et la Nmin (minéralisation nette de l'azote).

Ces variables influencent particulièrement la distribution des échantillons sur l'axe horizontal, ce qui pourrait signifier que la teneur en carbone et les paramètres microbiens sont des facteurs distinctifs des sols sous ces espèces.

Dim2 : le deuxième axe explique 30,2% de la variance, ce qui capture une partie importante de la variabilité restante et semble davantage influencé par des variables comme : le qCO_2 et le Q_{mic} (quotient métabolique et microbien), le pH_{CaCl_2} , le MBC/MBN (rapport biomasse microbienne en carbone et azote). Ces variables contribuent à la distinction sur l'axe vertical, ce qui pourrait indiquer des différences dans les cycles de nutriments ou la stabilité des matières organiques sous différentes espèces.

Ensemble, ces deux axes expliquent environ 70% de la variance.

Il semble y avoir un certain chevauchement entre les groupes, ce qui peut indiquer que les sols sous ces espèces partagent des caractéristiques communes, mais quelques regroupements sont également visibles ; les échantillons sous hêtre semblent se situer vers la gauche du graphique, tandis que ceux sous mélèze et douglas se situent plus vers la droite. Cela suggère des différences dans la qualité du sol sous ces espèces.

Hêtre : les échantillons sous hêtres sont regroupés sur la gauche et le haut du graphique, avec une corrélation potentielle avec des variables comme le pH_{CaCl_2} (pH) et les Q_{mic} et qCO_2 (quotients microbien et métabolique), ce qui pourrait indiquer que le sol sous les hêtres est associé à une meilleure activité microbienne et un pH plus élevé.

Mélèze et douglas : ces espèces se situent davantage vers le bas, avec des variables comme le C_{tot} (carbone total) et le MBC/MBN (rapport biomasse microbienne en carbone et azote) qui semblent les influencer. Cela pourrait signifier que les sols sous ces espèces ont une teneur plus élevée en carbone total et des populations de micro-organismes avec plus de champignons.

Chêne : les échantillons sous chêne sont dispersés et plus sur la droite du graphique, suggérant une variabilité dans les sols sous ces arbres mais probablement aussi des concentrations de biomasses microbiennes plus élevées.

Les axes montrent que la teneur en carbone, le pH et l'activité microbienne sont des facteurs principaux pour distinguer les sols sous ces quatre espèces.

B5. Mise à niveau des sites dans le cadre de la directive NEC 2016/2284

Le premier rapportage des données dans le cadre de la directive NEC 2016/2284 a été réalisé en juillet 2019. Nous avons aussi répertorié les données descriptives complémentaires des sites nécessaires. Une station météo a été installée à côté de la placette à découvert située dans la zone de gagnage au centre du bassin versant de La Robinette (fig. 40). L'emplacement a été choisi en fonction des recommandations 'ICP-Forest' (dont les protocoles servent de référence pour le programme NEC), particulièrement une distance entre la station et les arbres avoisinants supérieure à trois fois la hauteur des arbres. Pour stabiliser la station, une dalle en béton a été coulée, et, pour la protéger du gibier, une clôture de 1,6 m de haut a été érigée. Les paramètres mesurés sont : la direction et la vitesse du vent (à 2m de hauteur), l'intensité du rayonnement solaire, la température de l'air (à 1,5 m de hauteur), la pluviométrie, l'humidité et la température du sol à 20 et 40 cm de profondeur. L'alimentation électrique est assurée via une batterie rechargée par un panneau solaire, la station est ainsi autonome ce qui, au vu de la situation géographique du site, était indispensable. Les données sont collectées bimensuellement, les pas de données sont les mêmes que pour les autres stations du réseau RW.

Des sondes pour mesurer la température du sol (2 par placettes) ont été installées dans les placettes R07, R10 et W03 ; une sonde pour mesurer la température de l'eau a été installée à l'exutoire de La Robinette.

Un nouveau reportage a été réalisé en juillet 2023. Cinq parcelles sont reprises dans le réseau NEC : la parcelle W03 de chênes de Waroneu, les parcelles R07 d'essences feuillues en mélange, R08 d'épicéas en régénération de 1999, R09 d'épicéas adultes et la parcelle RD à découvert de La Robinette (fig 2, fig 3). Les données demandées sur les 5 dernières années (2018 à fin 2022) concernent les concentrations mensuelles en N-NH₄, N-NO₃, S-SO₄, Cl, P, azote total, ainsi que le pH et le volume des précipitations dans les pluviostations ou les eaux de pluie. Pour les eaux de la solution du sol récoltées par les bougies poreuses sur ces mêmes parcelles, nous avons fourni les concentrations moyennes mensuelles en N-NH₄, N-NO₃, S-SO₄, Cl, P, Azote total, DOC, Al, Ca, Mg, K, Fe, Mn, P et le pH. Des données complémentaires d'analyses de sols et de végétation sont aussi souhaitées. A titre indicatif cet échantillonnage représente le quart des données que la Belgique fournit à l'Europe pour les écosystèmes forestiers.

Les données de l'exutoire de La Robinette sont utilisées dans le cadre du suivi NEC des écosystèmes d'eau douce. Elles sont uniques par la fréquence des analyses et de l'absence de perturbation d'origine anthropique sur le bassin versant. Les données fournies sont les concentrations moyennes mensuelles en N-NH₄, N-NO₃, S-SO₄, Cl, P, azote total, DOC, Al, Ca, Mg, Na, K, P, le pH et la conductivité ainsi que les précipitations annuelles.



Figure 40 : station météo opérationnelle dans le bassin versant de La Robinette depuis 2021.

La réalisation de profils du sol et de caractérisation physico-chimique (densité, C/N, pH, acidité d'échange) devraient être réalisées en fonction des budgets et du temps disponible. Cependant, nous sommes encore en attente d'un retour d'information suite à la soumission des données et d'une discussion sur les priorités de mise à niveau des sites.

B6. Valoriser et disséminer les résultats des recherches

Les recherches seront soumises à des revues à impact local (Forêt wallonne) et/ou des revues internationales (Ecological indicators, Biogeochemistry, Applied Soil Ecology) et présentés à des conférences internationales. La participation active au réseau LTER Belgium fait partie de la stratégie de dissémination. En fonction des besoins, des chapitres seront rédigés pour 'l'Etat de l'Environnement wallon'.

Le laboratoire est membre de divers réseaux :

- NETSOB « International Network on Soil Biodiversity » (FAO Global Soil Partnership) participation à : Groupe de travail-1 sur la mesure, l'évaluation et le suivi de la biodiversité des sols ; Groupe de travail-2 sur l'utilisation durable, la gestion et la conservation de la biodiversité des sols ;

- GLOSOLAN « Global Soil Laboratory network » (FAO Global Soil Partnership) et BESOLAN Belgium Soil Laboratory Network: participation aux travaux d'harmonisation des procédures opérationnelles standard (SOP) d'analyses des sols; expert du comité d'examen pour les techniques de mesure de « Microbial biomass C and N by chloroform fumigation-extraction », « Soil respiration rate », participation aux groupes de travail pour d'autres mesures (en préparation).
- SoilBON (« Soil Biodiversity Observation Network ») : participation à l'effort mondial coordonné pour surveiller la biodiversité des sols et la fonction des écosystèmes par l'échantillonnage de sols et d'eau dans nos sites pour l'analyse de la diversité microbienne dans le cadre d'une initiative conjointe SoilBON et LTER (2022).

B7. ETP réel au jour de la présentation (justification en cas de modification)

Nom	ETP	Titre	Financement (volet du plan)	H.mois effectif	H.mois effectif Cumulé5 ans
Bernard Bosman	100%	Lic.	DNF (volet 1)	12	/
Assia Tahiri	80%	Technicienne	DNF (volet 1)	10	/

M. A. Piret a été admis à la retraite en septembre 2022. Suite à l'augmentation des coûts salariaux, il n'a pas pu être remplacé.

B8. Documents et/ou outils (livrables) produits et à produire modifiés le cas échéant et raisons

n/a

B9. Collaborations diverses (tous niveaux confondus)

Entre le 06 et le 19 novembre 2020 un échantillonnage de sol a été réalisé pour mesurer les indicateurs de la qualité des sols sélectionnés lors des subventions précédentes. 30 sites ont été choisis en étroite collaboration avec le laboratoire du Prof. Quentin Ponette. En effet, ces sites ont fait ou vont faire l'objet d'une campagne de mesure dans le cadre de l'action 1.4.a « Identification des zones à risques nutritionnels ». Ainsi en combinant nos ressources et nos expertises nous pourrions disposer de meilleurs outils pour évaluer les processus au sein des sols forestiers.

A l'automne 2022, toujours en collaboration avec le laboratoire du Prof. Quentin Ponette, un échantillonnage de sol a été réalisé sur le site du projet 'FORBIO' de Gedinne. Ce site présente un ensemble de parcelles expérimentales plantées avec des degrés de diversité

différents de 5 essences forestières (Érable sycomore, Hêtre commun, Mélèze hybride, Douglas et Chêne sessile).

Nous avons des accords de collaboration avec le Dr. Petr Baldrian (Institute of Microbiology of the CAS, Prague) afin de réaliser des analyses de la diversité microbienne moléculaire. Des échantillons de sol ont été préservés lors de l'échantillonnage réalisé lors de cette subvention, et leur analyse dépendra des discussions sur l'orientation des recherches et du budget disponible.

Le Dr. Anne Chandelier (CRA) est intervenue dans un cours du Prof. Carnol pour sensibiliser les étudiants aux maladies émergentes des essences forestières (mars 2022, mars 2023, mars 2024). Des sujets de mémoire en commun ont été proposés aux étudiants.

B10. Activités de communication et de publications (déclinées par type – scientifique, vulgarisation, conférences scientifiques, international, autres)

Animation au « Fascination of Plant Day 2022 » (6 juin 2022) : 'Le sol- garde-manger des plantes', avec explication des recherches en cours dans les bassins versants.

B11. Perspectives et proposition de calendrier 2020-2024

Sans objet

B12. Autres références éventuellement citées (bibliographie utilisée le cas échéant).

Anderson, T.-H., Domsch, K.H., 1990. Application of eco-physiological quotients (qCO_2 and qD) on microbial biomasses from soils of different cropping histories. *Soil Biol. Biochem.* 22, 251–255. [https://doi.org/10.1016/0038-0717\(90\)90094-G](https://doi.org/10.1016/0038-0717(90)90094-G)

Bosman, B., Remacle, J., Carnol, M., 2001. Element Removal in Harvested Tree Biomass: Scenarios for Critical Loads in Wallonia, South Belgium. *Water Air Soil Pollut. Focus* 1, 153–167. <https://doi.org/10.1023/A:1011590713192>

Bosman, B., Vincent, Q., Ratcliffe, S., Carnol, M., 2020. Étude à long terme de la biogéochimie des écosystème forestiers.

Brookes, P.C., Landman, A., Pruden, G., Jenkinson, D.S., 1985. Chloroform fumigation and the release of soil nitrogen: A rapid direct extraction method to measure microbial biomass nitrogen in soil. *Soil Biol. Biochem.* 17, 837–842. [https://doi.org/10.1016/0038-0717\(85\)90144-0](https://doi.org/10.1016/0038-0717(85)90144-0)

Buldgen, P., 1984. Etude écosystémique de deux bassins versants boisés en Haute Ardenne (Ph.

D; Thesis). Université de Liège.

Campbell, C.D., Chapman, S.J., Cameron, C.M., Davidson, M.S., Potts, J.M., 2003. A Rapid Microtiter Plate Method To Measure Carbon Dioxide Evolved from Carbon Substrate Amendments so as To Determine the Physiological Profiles of Soil Microbial Communities by Using Whole Soil 69, 3593–3599. <https://doi.org/10.1128/AEM.69.6.3593>

De Schrijver, A., Nachtergale, L., Staelens, J., Luysaert, S., De Keersmaecker, L., 2004. Comparison of throughfall and soil solution chemistry between a high-density Corsican pine stand and a naturally regenerated silver birch stand. *Environ. Pollut.* 131, 93–105. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2004.01.019>

Directorate-General for Research and Innovation (European Commission), Veerman, C., Pinto Correia, T., Bastioli, C., Biro, B., Bouma, J., Cienciala, E., Emmett, B., Frison, E.A., Grand, A., Hristov, L., Kriaučiūnienė, Z., Pogrzeba, M., Soussana, J.-F., Vela, C.O., Wittkowski, R., 2020. Caring for soil is caring for life: ensure 75% of soils are healthy by 2030 for food, people, nature and climate : report of the Mission board for Soil health and food. Publications Office of the European Union.

Gamfeldt, L., Snäll, T., Bagchi, R., Jonsson, M., Gustafsson, L., Kjellander, P., Ruiz-Jaen, M.C., Fröberg, M., Stendahl, J., Philipson, C.D., Mikusiński, G., Andersson, E., Westerlund, B., Andrén, H., Moberg, F., Moen, J., Bengtsson, J., 2013. Higher levels of multiple ecosystem services are found in forests with more tree species. *Nat. Commun.* 4, 1340. <https://doi.org/10.1038/ncomms2328>

Ghani, A., Dexter, M., Perrott, K.W., 2003. Hot-water extractable carbon in soils: A sensitive measurement for determining impacts of fertilisation, grazing and cultivation. *Soil Biol. Biochem.* 35, 1231–1243. [https://doi.org/10.1016/S0038-0717\(03\)00186-X](https://doi.org/10.1016/S0038-0717(03)00186-X)

Haase, P., Frenzel, M., Klotz, S., Musche, M., Stoll, S., 2016. The long-term ecological research (LTER) network: Relevance, current status, future perspective and examples from marine, freshwater and terrestrial long-term observation. *Ecol. Indic.* 65. <https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2016.01.040>

Hendershot, W.H., Duquette, M., 1986. A Simple Barium Chloride Method for Determining Cation Exchange Capacity and Exchangeable Cations. *Soil Sci. Soc. Am. J.* 50, 605–608. <https://doi.org/10.2136/sssaj1986.03615995005000030013x>

https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2020/ICP_Manual_part11_2016_Soil_Solution_version_2016-2.pdf [WWW Document], n.d. URL https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2020/ICP_Manual_part11_2016_Soil_Solution_version_2016-2.pdf (accessed 8.27.24a).

https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2020/ICP_Manual_part11_2016_Soil_Solution_version_2016-2.pdf [WWW Document], n.d. URL https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2020/ICP_Manual_part11_2016_Soil_Solution_version_2016-2.pdf (accessed 8.27.24b).

https://www.ineris.fr/sites/ineris.fr/files/contribution/Documents/drc_45928.pdf [WWW Document], n.d. URL

https://www.ineris.fr/sites/ineris.fr/files/contribution/Documents/drc_45928.pdf (accessed 9.13.24).

International Organization for standardization, 1994. ISO 10390 Soil Quality – Determination of pH. International Organization for standardization. Geneva.

Izquieta-Rojano, S., García-Gomez, H., Aguilhaume, L., Santamaría, J.M., Tang, Y.S., Santamaría, C., Valiño, F., Lasheras, E., Alonso, R., Àvila, A., Cape, J.N., Elustondo, D., 2016. Throughfall and bulk deposition of dissolved organic nitrogen to holm oak forests in the Iberian Peninsula: Flux estimation and identification of potential sources. *Environ. Pollut.* 210, 104–112. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2015.12.002>

Jenkinson, D.S., Powelson, D.S., 1976. The effects of biocidal treatments on metabolism in soil—V: A method for measuring soil biomass. *Soil Biol. Biochem.* 8, 209–213. [https://doi.org/10.1016/0038-0717\(76\)90005-5](https://doi.org/10.1016/0038-0717(76)90005-5)

Joussemet, F., Titeux, H., Ponette, Q., 2023. UN OUTIL D’AIDE À LA DÉCISION POUR DES PRATIQUES SYLVICOLES DURABLES. IDENTIFIER LES ZONES À RISQUE NUTRITIONNEL EN FORÊT WALLONNE. Tiré À Part ForêtNature N° 168 49.

Ketterings, Q.M., Gami, S.K., Mathur, R.R., Woods, M., 2014. A Simple Method for Estimating Effective Cation Exchange Capacity, Cation Saturation Ratios, and Sulfur Across a Wide Range of Soils. *Soil Sci.* 179, 230–236. <https://doi.org/10.1097/SS.0000000000000062>

Krüger, I., Chartin, C., van Wesemael, B., Carnol, M., 2018. Defining a reference system for biological indicators of agricultural soil quality in Wallonia, Belgium. *Ecol. Indic.* 95, 568–578. <https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2018.08.010>

Likens, G.E., Bormann, F.H., 1995. Input—Output Budgets, in: Likens, G.E., Bormann, F.H. (Eds.), *Biogeochemistry of a Forested Ecosystem*. Springer, New York, NY, pp. 73–94. https://doi.org/10.1007/978-1-4612-4232-1_4

Mitchell, M.J., Driscoll, C.T., McHale, P.J., Roy, K.M., Dong, Z., 2013. Lake/watershed sulfur budgets and their response to decreases in atmospheric sulfur deposition: watershed and climate controls. *Hydrol. Process.* 27, 710–720. <https://doi.org/10.1002/hyp.9670>

Ponette, Q., Joussemet, F., Titeux, H., 2020. Identification des zones à risques nutritionnels Rapport succinct.

Ponette, Q., Titeux, H., Cassart, B., 2018. Identification des zones à risques nutritionnels.

Ratcliffe, S., Bosman, B., Carnol, M., 2018. Spatial and temporal variability of biological indicators of soil quality in two forest catchments in Belgium. *Appl. Soil Ecol.* 126, 148–159. <https://doi.org/10.1016/j.apsoil.2018.02.020>

Rodda, J.C., Smith, S.W., 1986. The Significance of the Systematic Error in Rainfall Measurement for Assessing Wet Deposition. *Atmospheric Environ.* 1967 20, 1059–1064. [https://doi.org/10.1016/0004-6981\(86\)90293-3](https://doi.org/10.1016/0004-6981(86)90293-3)

Sparling, G.P., Feltham, C.W., Reynolds, J., West, A.W., Singleton, P., 1990. Estimation of soil microbial c by a fumigation-extraction method: use on soils of high organic matter content, and a reassessment of the *kec*-factor. *Soil Biol. Biochem.* 22, 301–307.

[https://doi.org/10.1016/0038-0717\(90\)90104-8](https://doi.org/10.1016/0038-0717(90)90104-8)

van der Linde, S., Suz, L.M., Orme, C.D.L., Cox, F., Andreae, H., Asi, E., Atkinson, B., Benham, S., Carroll, C., Cools, N., De Vos, B., Dietrich, H.-P., Eichhorn, J., Gehrman, J., Grebenc, T., Gweon, H.S., Hansen, K., Jacob, F., Kristöfel, F., Lech, P., Manninger, M., Martin, J., Meesenburg, H., Merilä, P., Nicolas, M., Pavlenda, P., Rautio, P., Schaub, M., Schröck, H.-W., Seidling, W., Šrámek, V., Thimonier, A., Thomsen, I.M., Titeux, H., Vanguelova, E., Verstraeten, A., Vesterdal, L., Waldner, P., Wijk, S., Zhang, Y., Žlindra, D., Bidartondo, M.I., 2018. Environment and host as large-scale controls of ectomycorrhizal fungi. *Nature* 558, 243–248. <https://doi.org/10.1038/s41586-018-0189-9>

Vance, E.D., Brookes, P.C., Jenkinson, D.S., 1987. An extraction method for measuring soil microbial biomass C. *Soil Biol. Biochem.* 19, 703–707. [https://doi.org/10.1016/0038-0717\(87\)90052-6](https://doi.org/10.1016/0038-0717(87)90052-6)

Verheyen, K., Ceunen, K., Ampoorter, E., Baeten, L., Bosman, B., Branquart, E., Carnol, M., Wandeler, H., Grégoire, J.-C., Lhoir, P., Muys, B., Setiawan, N., Vanhellefont, M., Ponette, Q., 2013. Assessment of the functional role of tree diversity: the multi-site FORBIO experiment. *Plant Ecol. Evol.* 146, 26–35. <https://doi.org/10.5091/plecevo.2013.803>

Vincent, Q., Chartin, C., Krüger, I., van Wesemael, B., Carnol, M., n.d. Université Catholique de Louvain.

Vuorenmaa, J., Augustaitis, A., Beudert, B., Bochenek, W., Clarke, N., de Wit, H.A., Dirnböck, T., Frey, J., Hakola, H., Kleemola, S., Kobler, J., Krám, P., Lindroos, A.-J., Lundin, L., Löfgren, S., Marchetto, A., Pecka, T., Schulte-Bisping, H., Skotak, K., Srybny, A., Szpikowski, J., Ukonmaanaho, L., Váňa, M., Åkerblom, S., Forsius, M., 2018. Long-term changes (1990–2015) in the atmospheric deposition and runoff water chemistry of sulphate, inorganic nitrogen and acidity for forested catchments in Europe in relation to changes in emissions and hydrometeorological conditions. *Sci. Total Environ.* 625, 1129–1145. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2017.12.245>