



## LE LIGNITE DU BASSIN MINIER DE PROVENCE:

# INFLUENCE SUR LES PROPRIETES PHYSICO-CIMIQUES ET BIOLOGIQUES DES SOLS

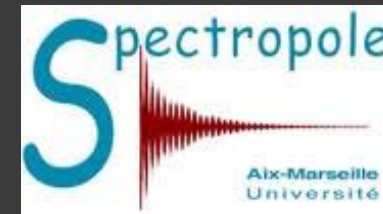
**Stéven CRIQUET**

Maître de Conférences – HDR (IMBE)

**Catherine KELLER**

Professeur (CEREGE)

**Mélanie CLOUARD, Philippe DUSSOUILLEZ , Virgile CALVERT, Rachelle ADJOUHGONIOPE, Guillaume BERNARD, Nathalie DUPUY, Sandrine AMAT, Jérôme BALESSENT, Fabio MARZAIOLI, Fabio ZIARELLI**



Contexte	Echantillonnage	Matériels et méthodes
Résultats	Conclusions	Perspectives

❖ Typologie et fonctionnement des sols enrichis en lignite du bassin minier de Provence

❖ Projets concernés:

↪ Thèse Mélanie Clouard: *Sols des terrils de Provence : étude des paramètres biologiques et physico-chimique impliqués dans leur intégration environnementale* (co-direction Criquet/Keller)

↪ OHM BMP – LiterPro 1: *Le lignite des terrils de Provence : Caractérisation spectrale et influence sur la qualité de la La matière organique et les fonctions microbiennes des sols*

↪ OHM BMP – LiterPro 2: *Le lignite des terrils de Provence : Spatialisation et influence sur les activités microbiennes des sols*

❖ Etude de l'influence du lignite:

- ↪ Processus de pédogenèse
- ↪ Caractéristiques physico-chimiques des sols
- ↪ Expression des activités microbiennes



Profil de sol – Terril Armand  
Cadolive (13). Photo S. Criquet

## ❖ Problématique

- ❖ Impact du lignite sur les propriétés pédobiologiques:

↳ connaissances incomplètes

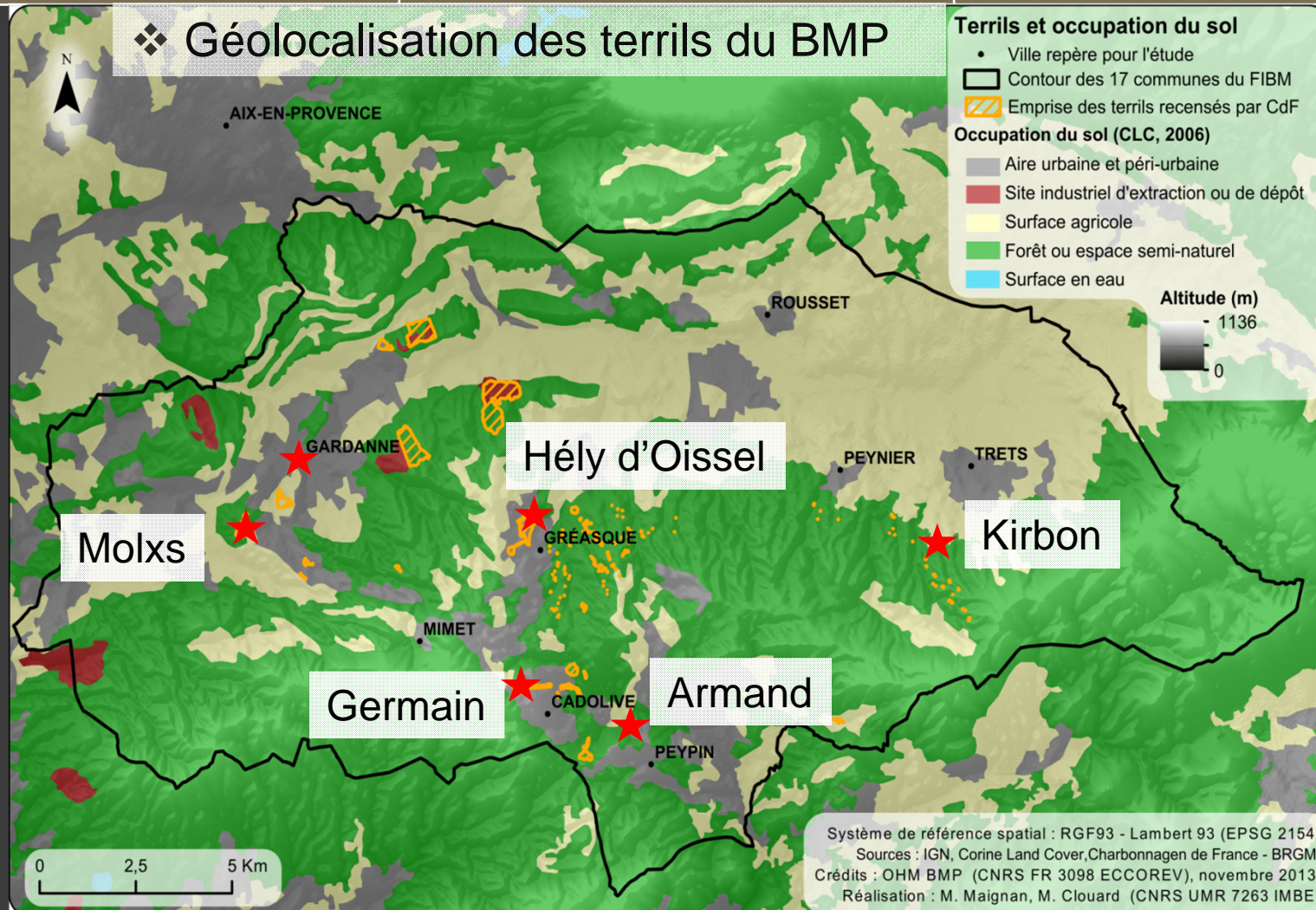
## ❖ Objectifs

- ❖ Définir des indicateurs d'abondance du lignite
- ❖ Spatialiser la distribution du lignite et son impact sur l'activité microbienne d'horizons A
- ↳ cas du terril Armand
- ❖ Etudier plus finement l'effet du lignite sur les fonctions microbiennes et la croissance végétale

↳ mésocosmes







❖ Augmentation des volumes des terrils d'Est en Ouest:

- ❖ Pendage / Profondeur des veines
- ❖ Mécanisation des techniques d'extraction

Contexte

Sites d'étude

Matériels et méthodes

Résultats

Conclusions

Perspectives

## ❖ Qualité de la MO :

- ↪ SS  $^{13}\text{C}$  CPMAS NMR après traitement HF
- ↪ SPIR + régressions PLS
- ↪  $\Delta$   $^{14}\text{C}$  : C-lignite vs C-récent

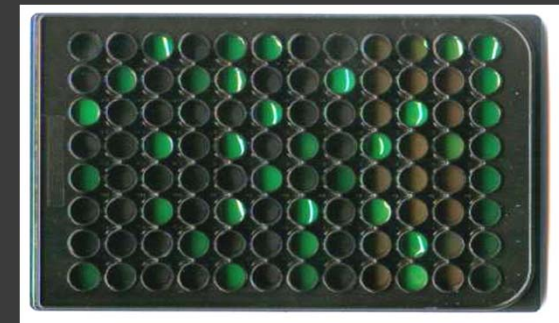
## ❖ Fonctions microbiennes

### ↪ Enzymes de recyclage CNPS

- $\beta$ -glu:  $\beta$ -glucosidase (C)
- ArylS: Arylsulfatase (S)
- PhoA: Phosphatase acide (P)
- ArylN: Arylamidase (C, N)
- FDL: Lipase (C)
- FDA: Estérase (C)
- Diversité fonctionnelle Biolog

### ↪ Respiration basale

- CPG, OxiTop

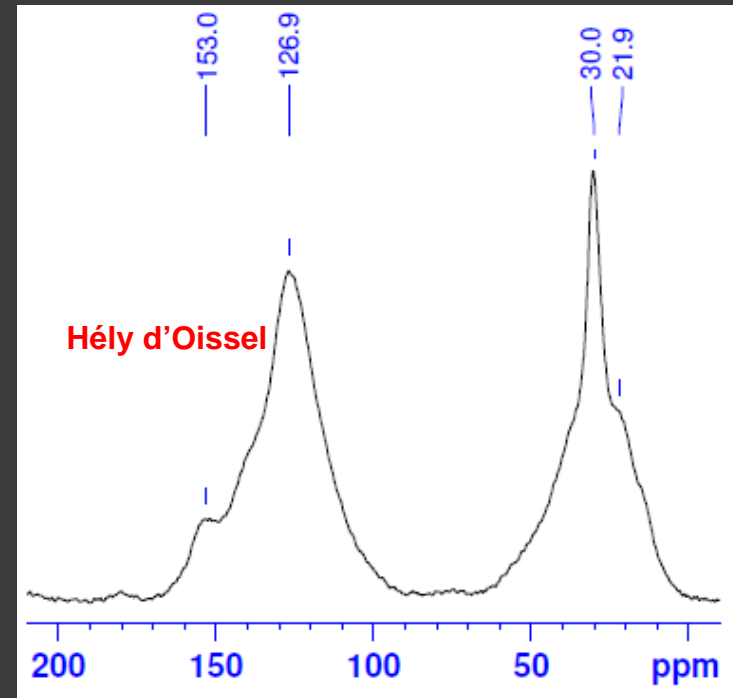
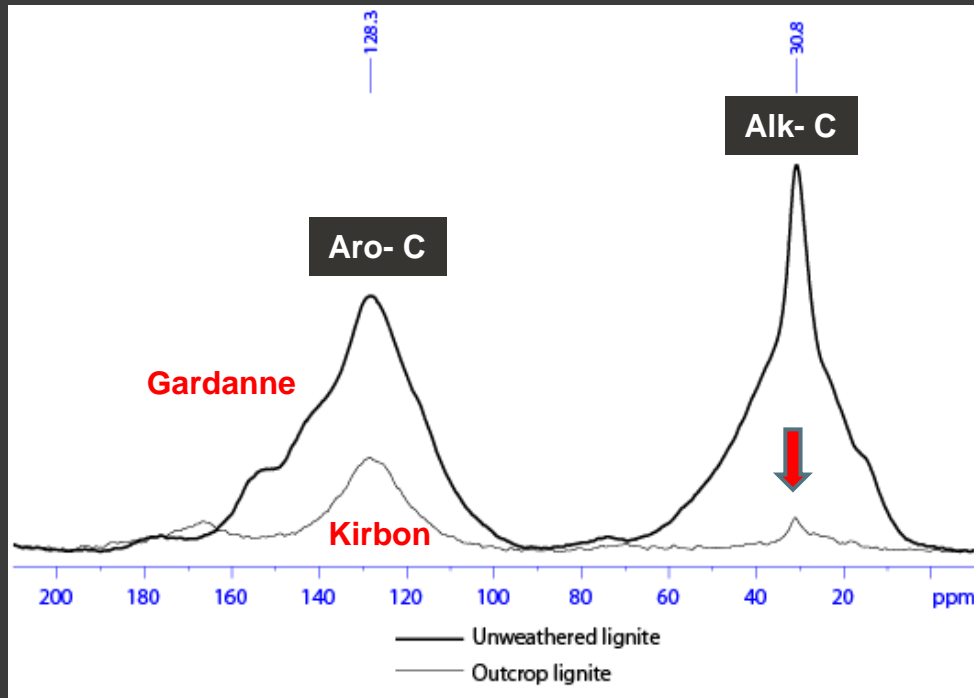


(Photos S. Criquet)



Contexte	Sites d'étude	Matériels et méthodes
Résultats	Conclusions	Perspectives

## ❖ Signatures spectrales du lignite



### ❖ 2 pics principaux:

↪ Aromatic C (128 ppm)

↪ Alkyl C (31 ppm)

↪ Lignites des mines sont identiques

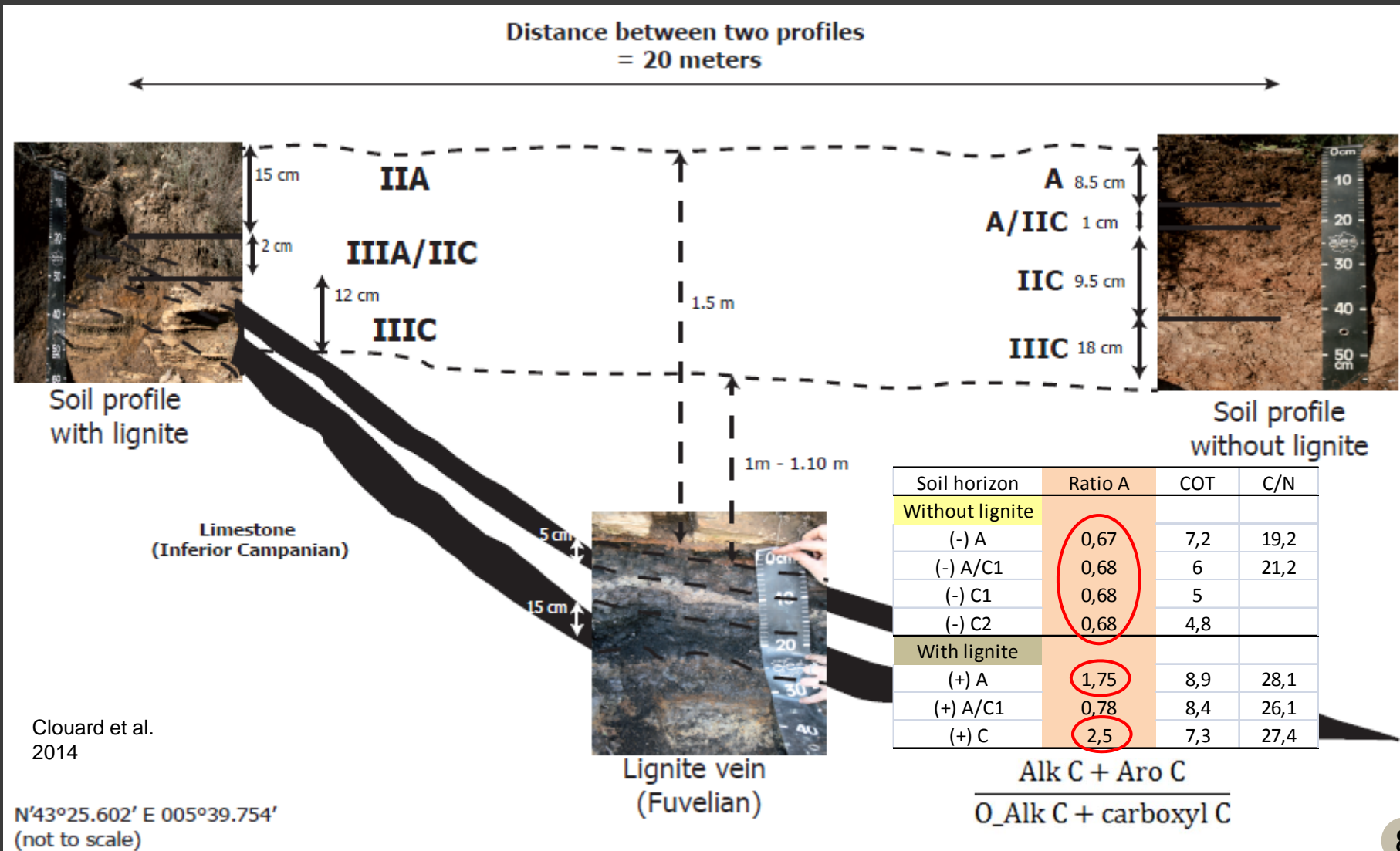
### ❖ Lignite de l'affleurement (Kirbon)

↪ Altération importante du pool des alkyl C



Contexte	Sites d'étude	Matériels et méthodes
Résultats	Conclusions	Perspectives

## Signatures spectrales des sols – Affleurement de lignite de Kirbon



Contexte

Sites d'étude

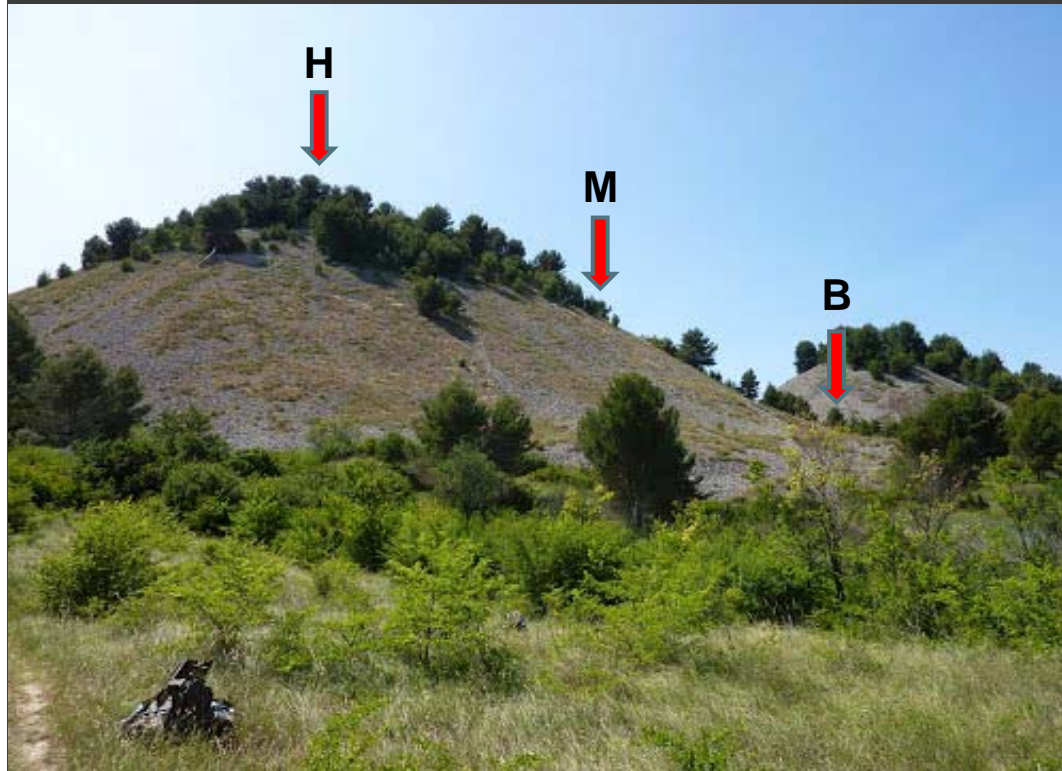
Matériels et méthodes

Résultats

Conclusions

Perspectives

## Signatures spectrales des sols - Les Molx (Collevieille)

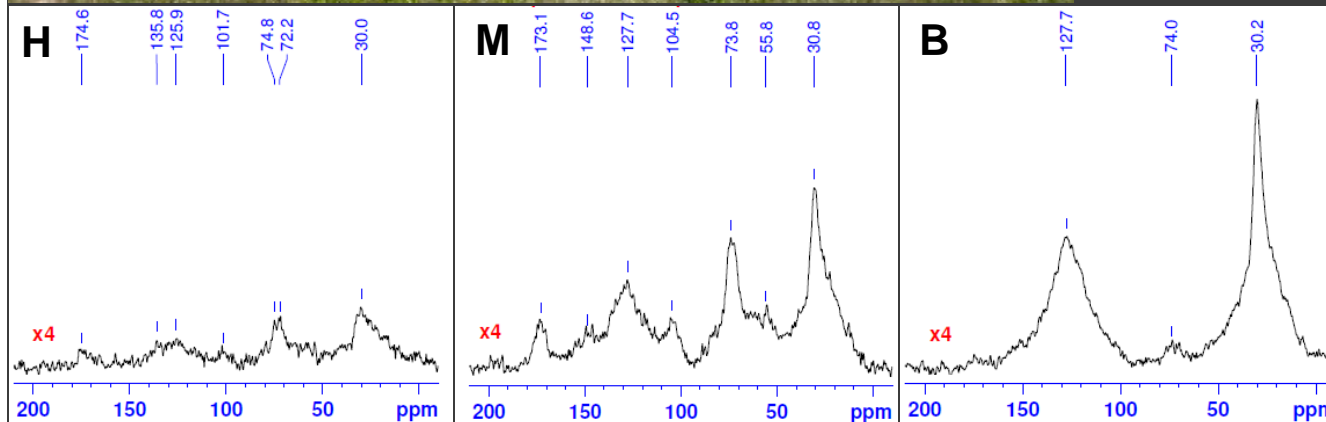


C & N (post HF)

Sample	% N	% C	C/N
H	0,08	1,97	24,6
M	0,21	5,51	26,2
B	0,26	10,5	40,38

A mesure que l'on dévale la pente....

- ❖ ↑ % C
- ❖ ↑ % en Alkyl-C et en Aromatic-C
- ❖ ↑ récalcitrance du C
  
- ❖ ↑ signature spectrale du lignite



Gradient de signature en lignite:

- Substrat plus léger ?
- Substrat plus lessivable ?
- Stériles plus appauvries en lignite au sommet ?
- Meilleures techniques d'extraction ?



Contexte

Sites d'étude

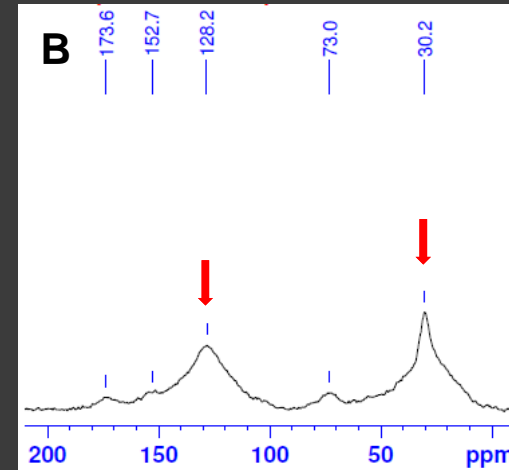
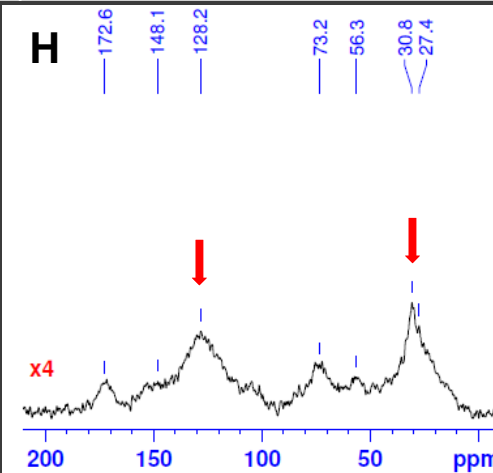
Matériels et méthodes

Résultats

Conclusions

Perspectives

## Signatures spectrales des sols - Terril Germain

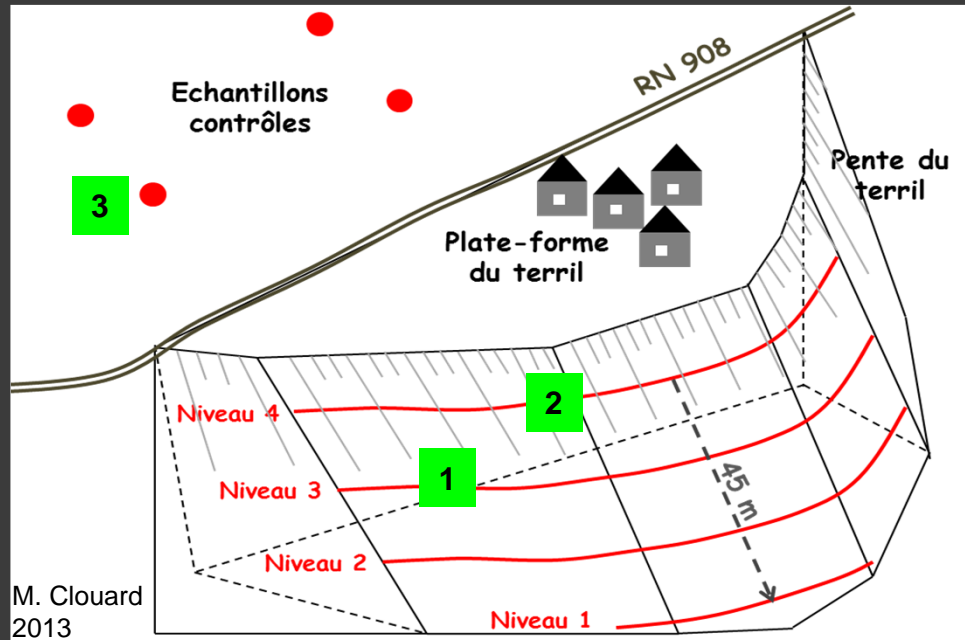


❖ Signatures spectrales (30 et 128 ppm) caractéristiques d'un enrichissement en lignite, **similaires aux Molxs**.

❖ ↑ % en C, Alk-C et Aro-C au pied du terril

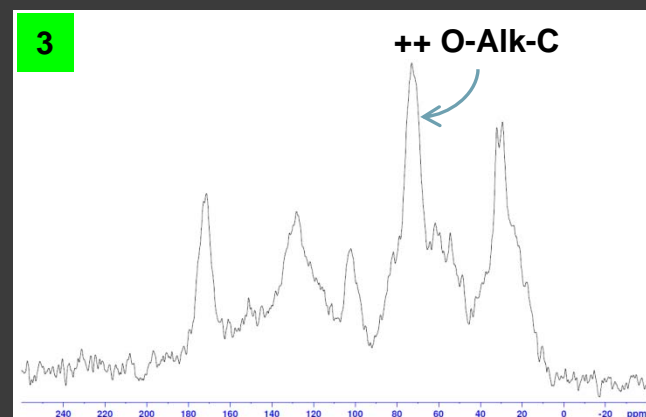
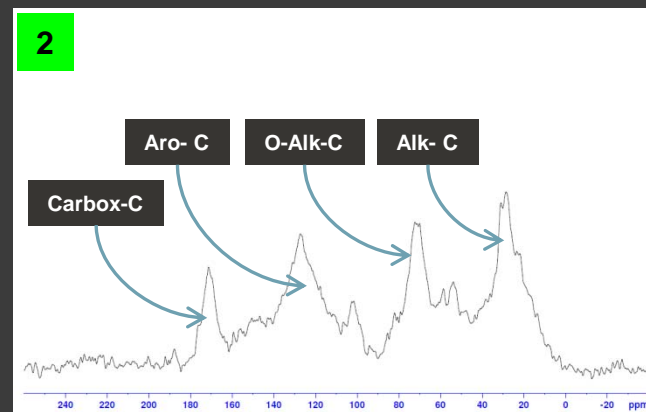
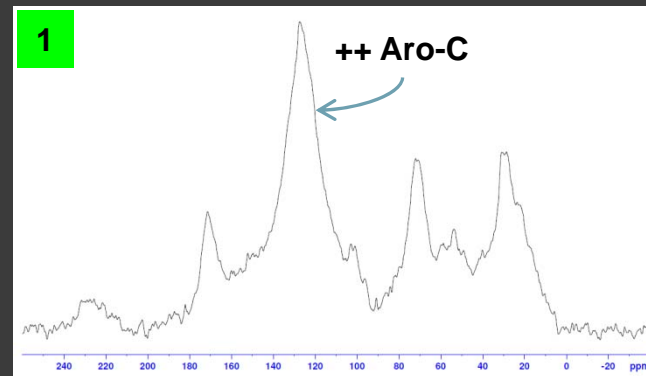
Sample	C & N (post HF)		
	% N	% C	C/N
H	<b>0,38</b>	<b>11,6</b>	<b>31</b>
B	<b>0,41</b>	<b>18,2</b>	<b>44</b>

## Terril Armand: Spatialisation de la qualité de la MOS

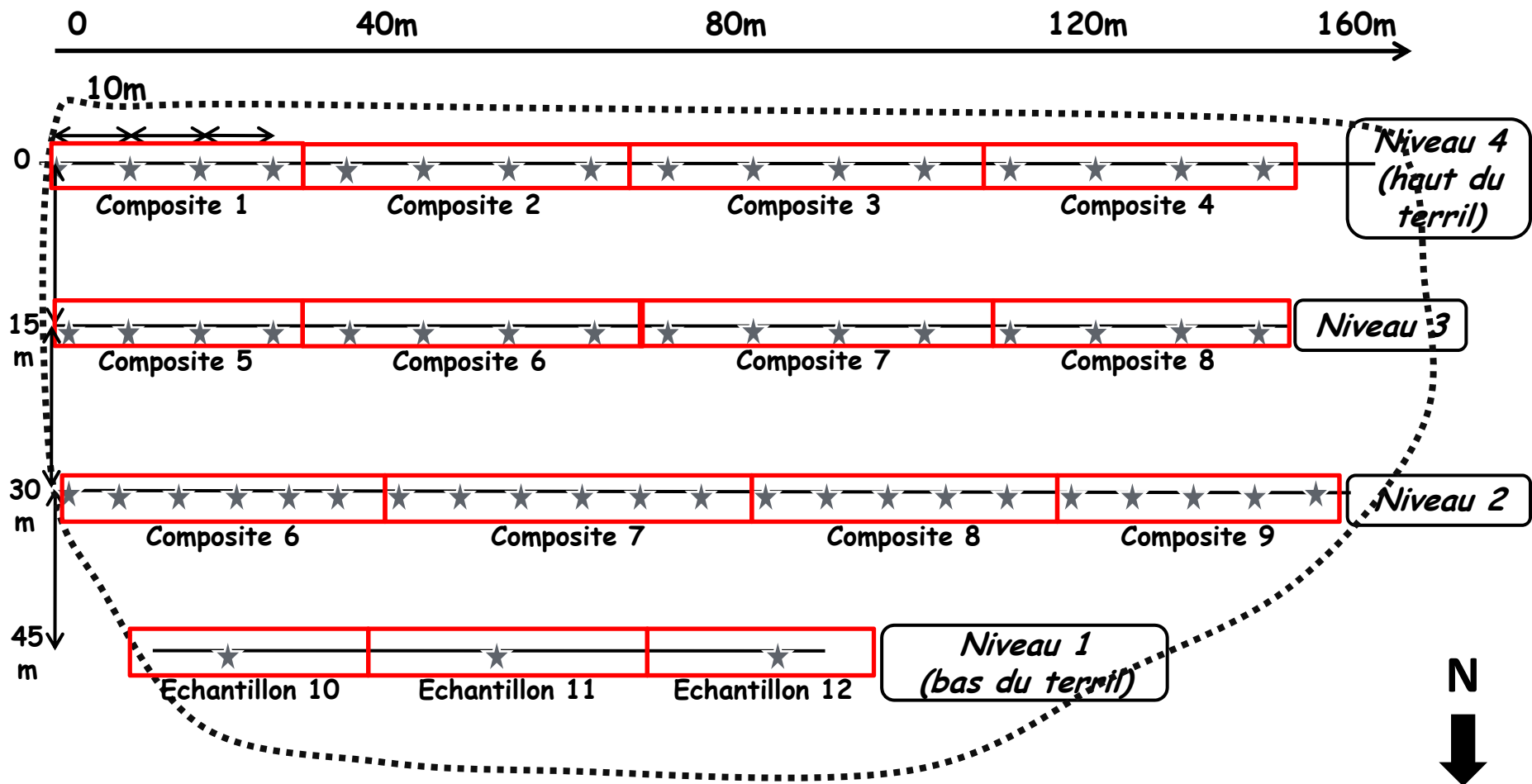


Sur la pente du terril:

- ❖ Forte **hétérogénéité spatiale** de la qualité de la MOS
- ❖ Certains échantillons sont enrichis en **Aro-C** (lignite)
- ❖ D'autres non...



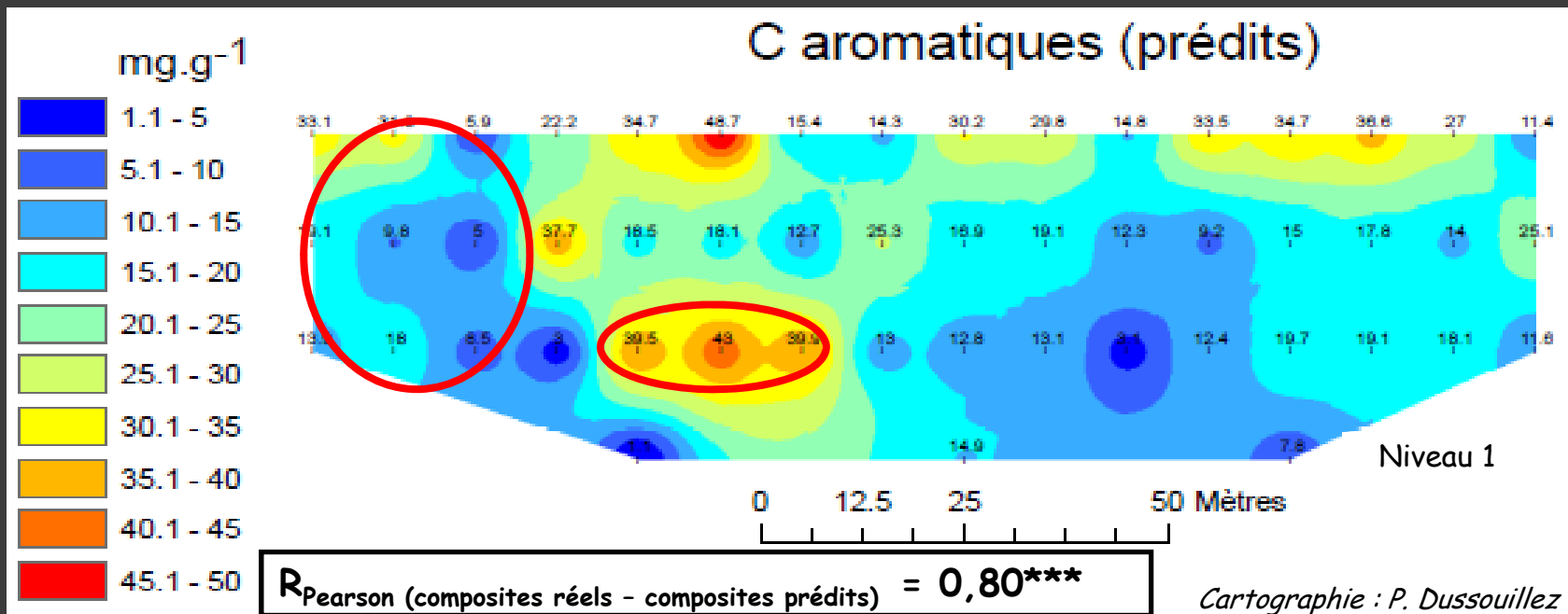
## 2. Spatialisation - Echantillonnage du terril Armand



M. Clouard  
2013

- ❖ Echantillons composites (19): analyses RMN; SPIR; modèles PLS
- ❖ Echantillons individuels (57): SPIR; FDA; spatialisation

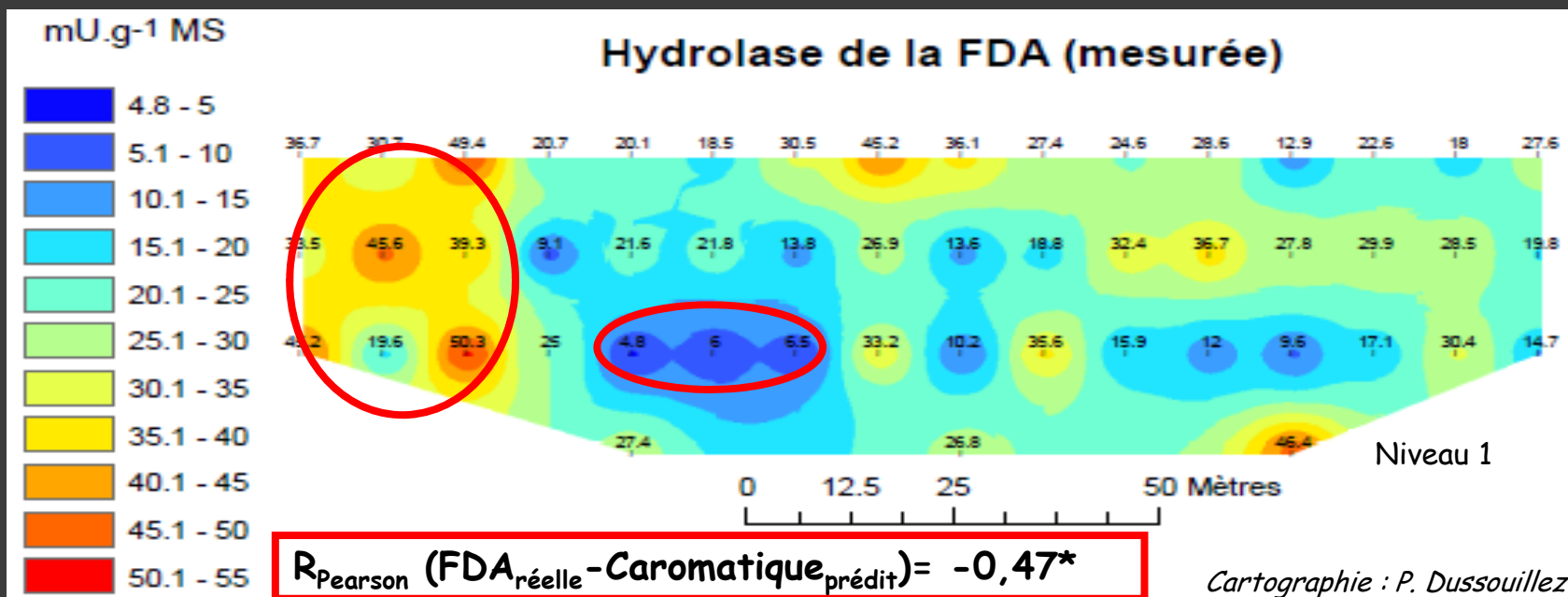




Niveau 4

Niveau 3

Niveau 2



Niveau 4

Niveau 3

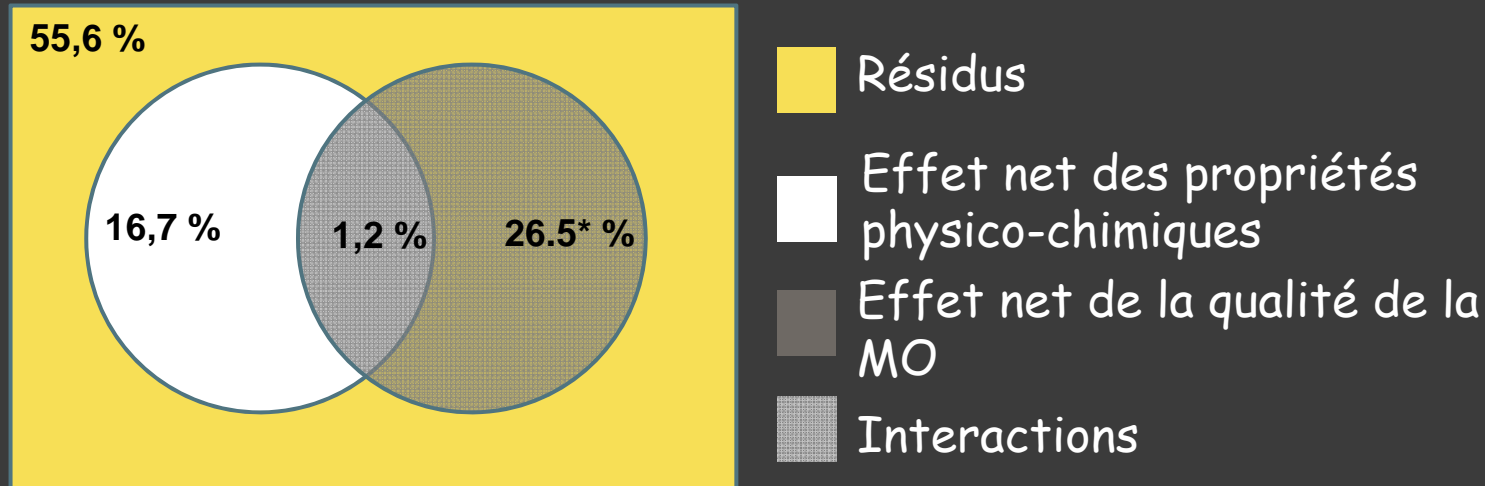
Niveau 2

⇒ Effet négatif de l'enrichissement en C-Aro sur l'activité FDA du terril

Contexte	Sites d'étude	Matériels et méthodes
Résultats	Conclusions	Perspectives

❖ Et sur les autres variables microbiennes??

### Décomposition de la variance : Diagramme de Venn



- ❖ Effet significatif et majoritaire de la qualité de la MOS
- ❖ Effet le plus souvent négatif sur l'expression des fonctions microbiennes
- ❖ Ex: RLM Arylamidase (protéase)

### $\beta$ -coefficient

	C phénoliques	C Carboxyles	Index aromatique	R <sup>2</sup> ajusté	R <sup>2</sup> ajusté Physico-chim
Arylamidase	-1,14***	1,12**	-0,44**	0,86***	0,13 <sup>ns</sup>

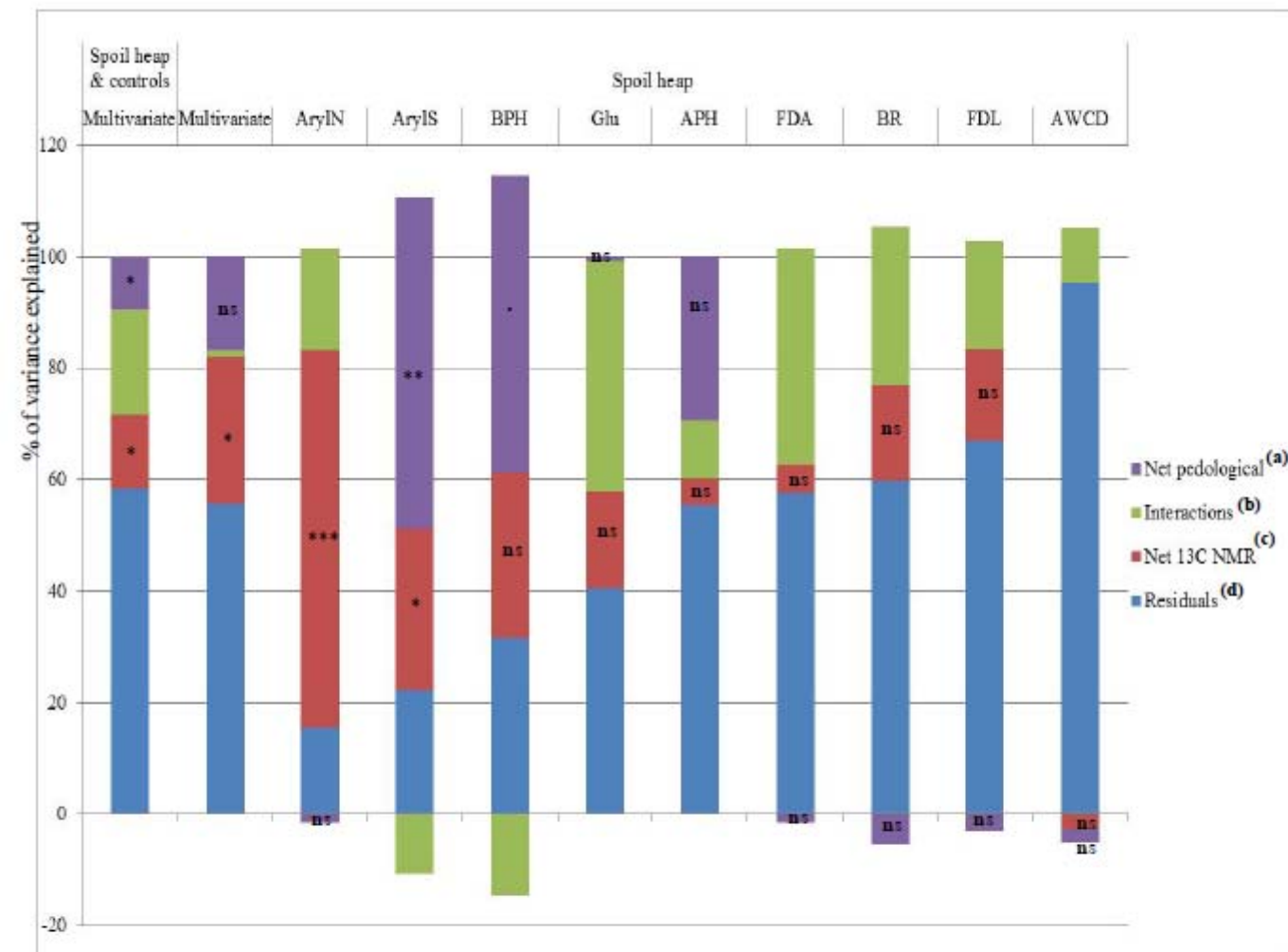


Figure 63. Partitioning of the variance in the response data (microbiological) into the contribution of the two subsets of environmental variables (*i.e.* pedological and  $^{13}\text{C}$  NMR quality) on the whole (heap and controls) and the reduced datasets (heap only) and on each individual microbial variable (heap only). Letters refer to the fractions of variance partitioning (see Figure 53). \*\*\*  $P < 0.001$ ; \*\*  $P < 0.01$ ; \*  $P < 0.05$ ;  $\cdot P < 0.1$ ; ns: not significant. % of variance refers to the value of adjusted- $R^2$  which can be negative. Negative adj- $R^2$  can be ignored (considered as null) for the interpretation of the results (Borcard and Gillet, 2011).



Contexte

Echantillonnage

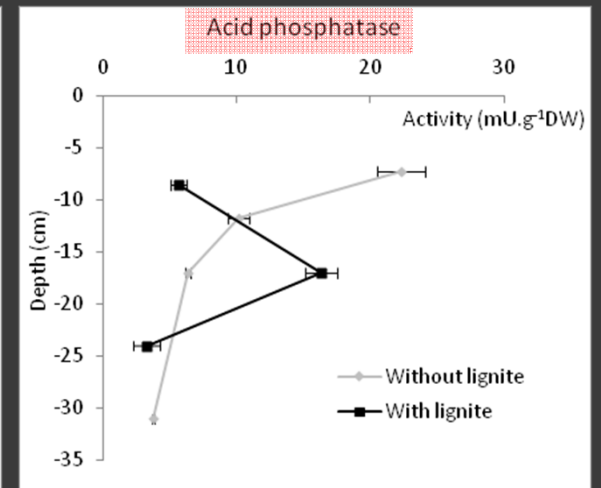
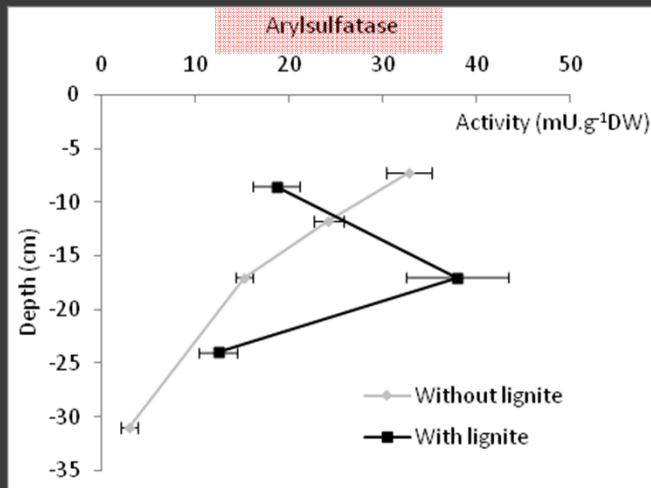
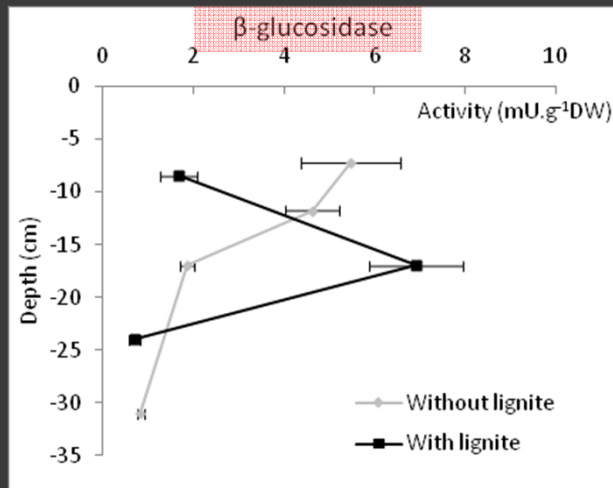
Matériels et méthodes

Résultats

Conclusions

Perspectives

## ❖ Fonctions microbiennes : KIRBON



⇒ Patrons de distribution identiques pour toutes les enzymes

### Sol (-) lignite

Distribution « classique » fonction de la qualité et de la disponibilité du C org

### Sol (+) lignite

Distribution « pas classique » fonction de la présence du lignite

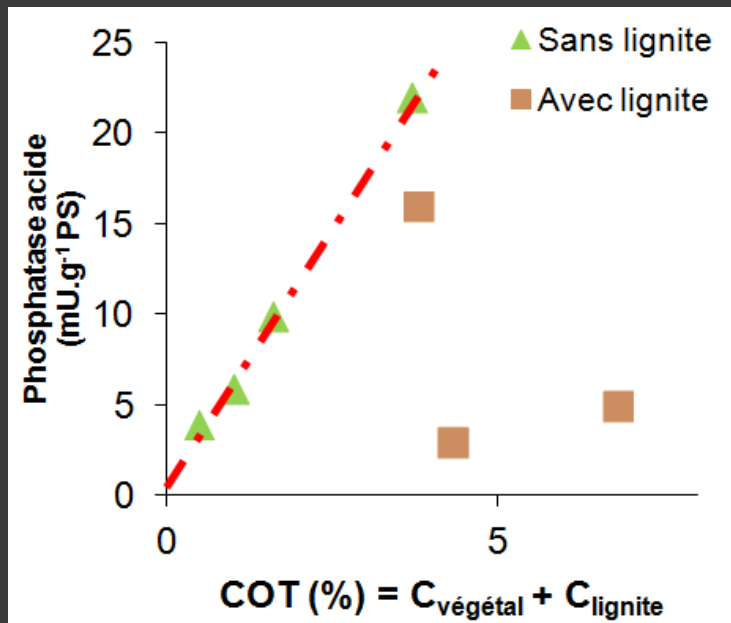
⇒ Effet négatif du lignite

- Enrichissement en C récalcitrant plus difficilement métabolisable
- Inhibition des enzymes microbiennes?

Contexte	Sites d'étude	Matériels et méthodes
Résultats	Conclusions	Perspectives

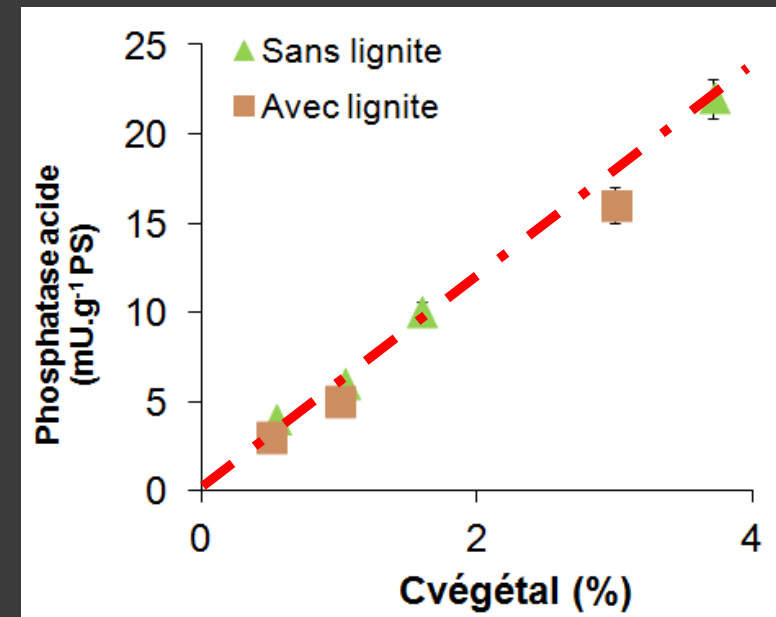
❖ Origine de l'effet négatif de la présence de lignite sur les activités microbiennes

↳ Physiologique ?



$\Delta^{14}\text{C}$   
Quantification  
du  
 $\text{C}_{\text{lignite}}$

↳ Dilution du COT par un C inerte ?



↳ Effet « masquant » du lignite sur le lien fonctionnel entre COT & activité enzymatique

↳ Lignite semble être un matériau inerte

Impact of lignite on pedogenetic processes and microbial functions in Mediterranean soils (2014)

M. Clouard <sup>a,b,c</sup>, S. Criquet <sup>b</sup>, D. Borschneck <sup>c</sup>, F. Ziarelli <sup>d</sup>, F. Marzaioli <sup>e</sup>, J. Balesdent <sup>f</sup>, C. Keller <sup>c,\*</sup>



Contexte

Sites d'étude

Matériels et méthodes

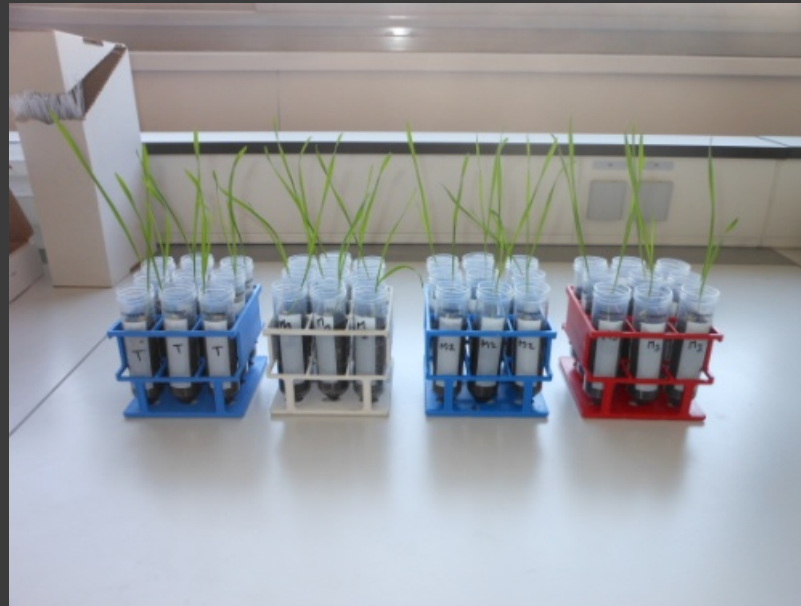
Résultats

Conclusions

Perspectives

Influence de doses croissantes en lignite sur les fonctions microbiennes et la croissance végétale:

une étude en mésocosmes





## Enrichissement des sols témoins « Armand » avec des doses croissantes en lignite

### 4 modalités:

- Témoin (T) : **100g** de COT Kg<sup>-1</sup> sol
- ⇒ Apport de lignite (Hély d'Oissel)
- Modalité 1 (M1) : COT à **150 g.Kg<sup>-1</sup>** de sol
- Modalité 2 (M2) : COT à **200 g.Kg<sup>-1</sup>** de sol
- Modalité 3 (M3) : COT à **250g.Kg<sup>-1</sup>** de sol

Maturation  
1 mois  
15°C

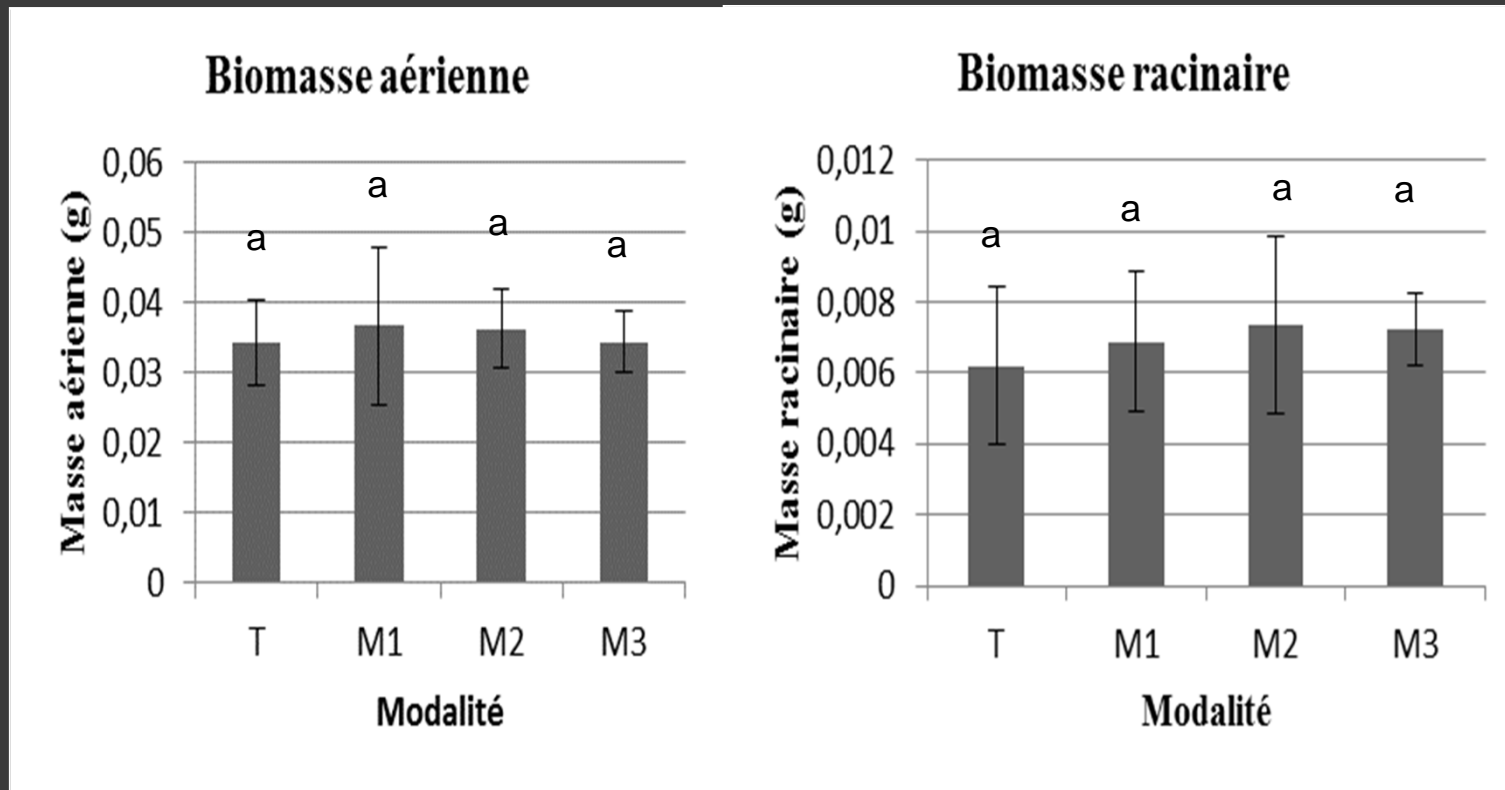
40 mésocosmes plantés avec du blé (4 modalités\*10 répétitions)

20 mésocosmes non plantés (4 modalités \* 5 répétitions).

**37 j de croissance**

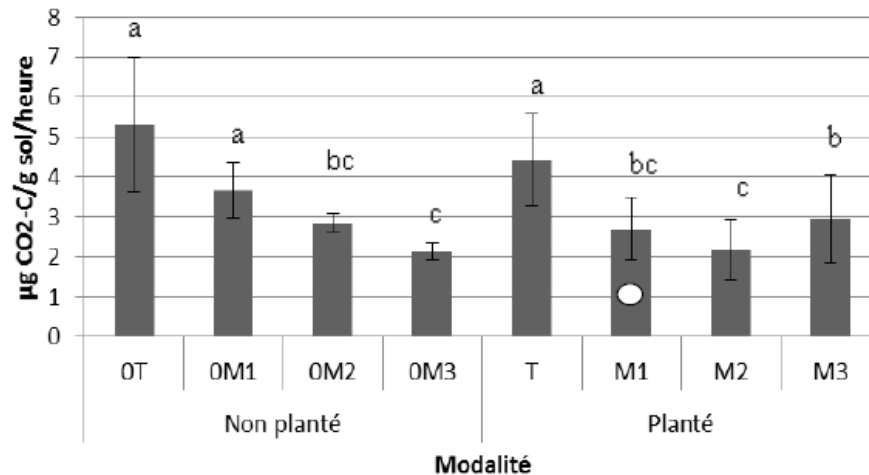


## Quelques résultats

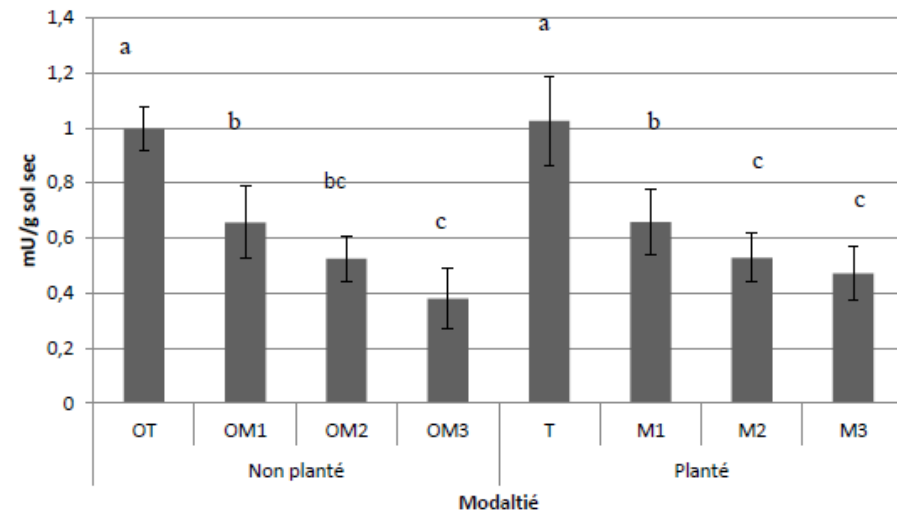


⇒ Aucun effet du lignite sur la croissance du blé

Respiration basale



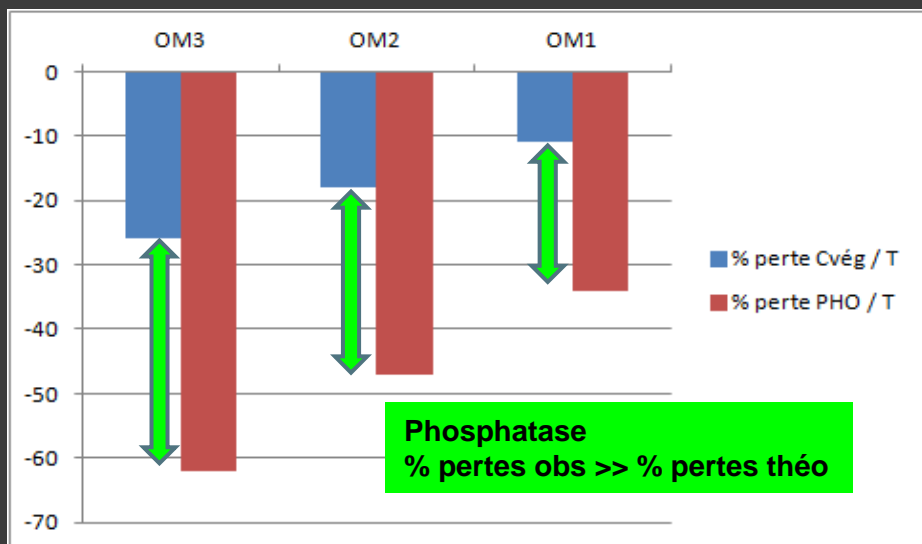
Phosphatase



- ❖ Effet négatif du lignite
- ❖ Effet négatif uniquement par dilution ?

↳ Pas si évident...

**Pas de proportionnalité entre la dilution du Cvég et les activités enzymatiques**





Contexte

Sites d'étude

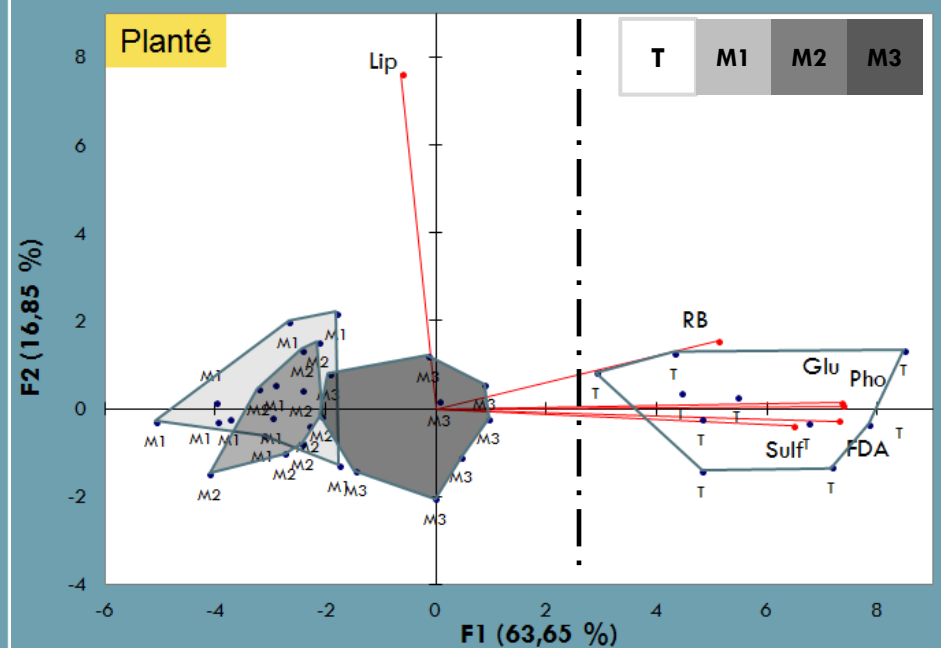
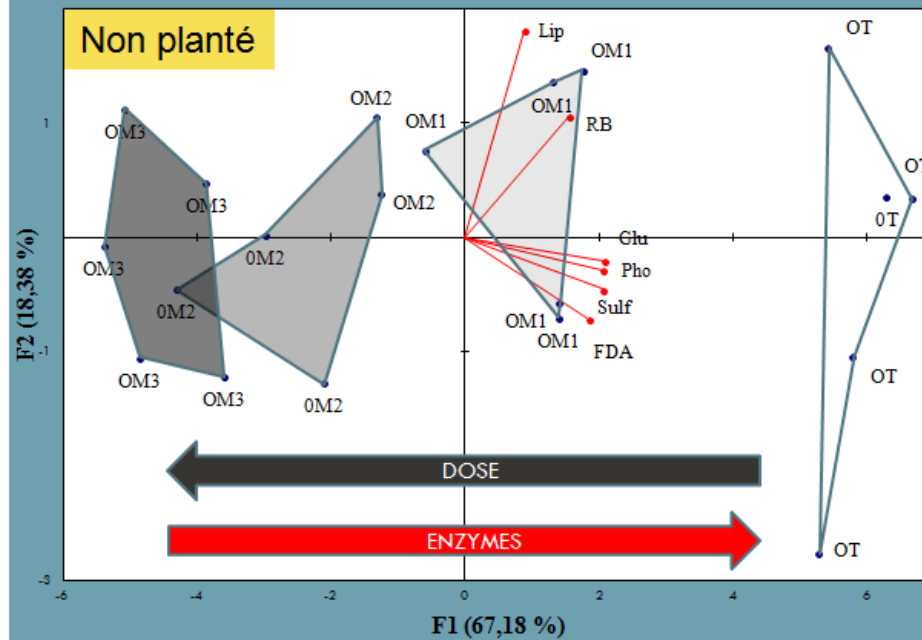
Matériels et méthodes

Résultats

Conclusions

Perspectives

## ❖ Approche multivariée



❖ Effet négatif du lignite:

↳ Adsorption des nutriments, des enzymes?

❖ Effet dose

❖ Effet négatif du lignite

❖ Pas d'effet dose

❖ Effet rhizosphère atténué l'effet dose ?

Contexte	Sites d'étude	Matériels et méthodes
Résultats	<b>Conclusions</b>	<b>Perspectives</b>

❖  $\Delta^{14}\text{C}$ : seule méthode permettant de quantifier exactement le lignite

⇒ Méthode très coûteuse pour une utilisation en routine

❖ RMN + SPIR : bon compromis pour spatialiser la qualité du C et l'enrichissement en Aro-C (lignite)

⇒ Nécessité de modèles plus robustes + bases données élargies

❖ Lignite: substrat inerte ou labile ?

⇒ Nécessité d'approfondir:

- ses capacités d'adsorption et d'inhibition des fonctions microbiennes
- son potentiel de dégradation par les microorganismes
- les relations fonctionnelles lignite/rhizosphère/microorganismes

↳ Espèces végétales plus représentatives des terrils

↳ Sur des temps plus longs

**MERCI DE VOTRE ATTENTION**





Contexte

Sites d'étude

Matériels et méthodes

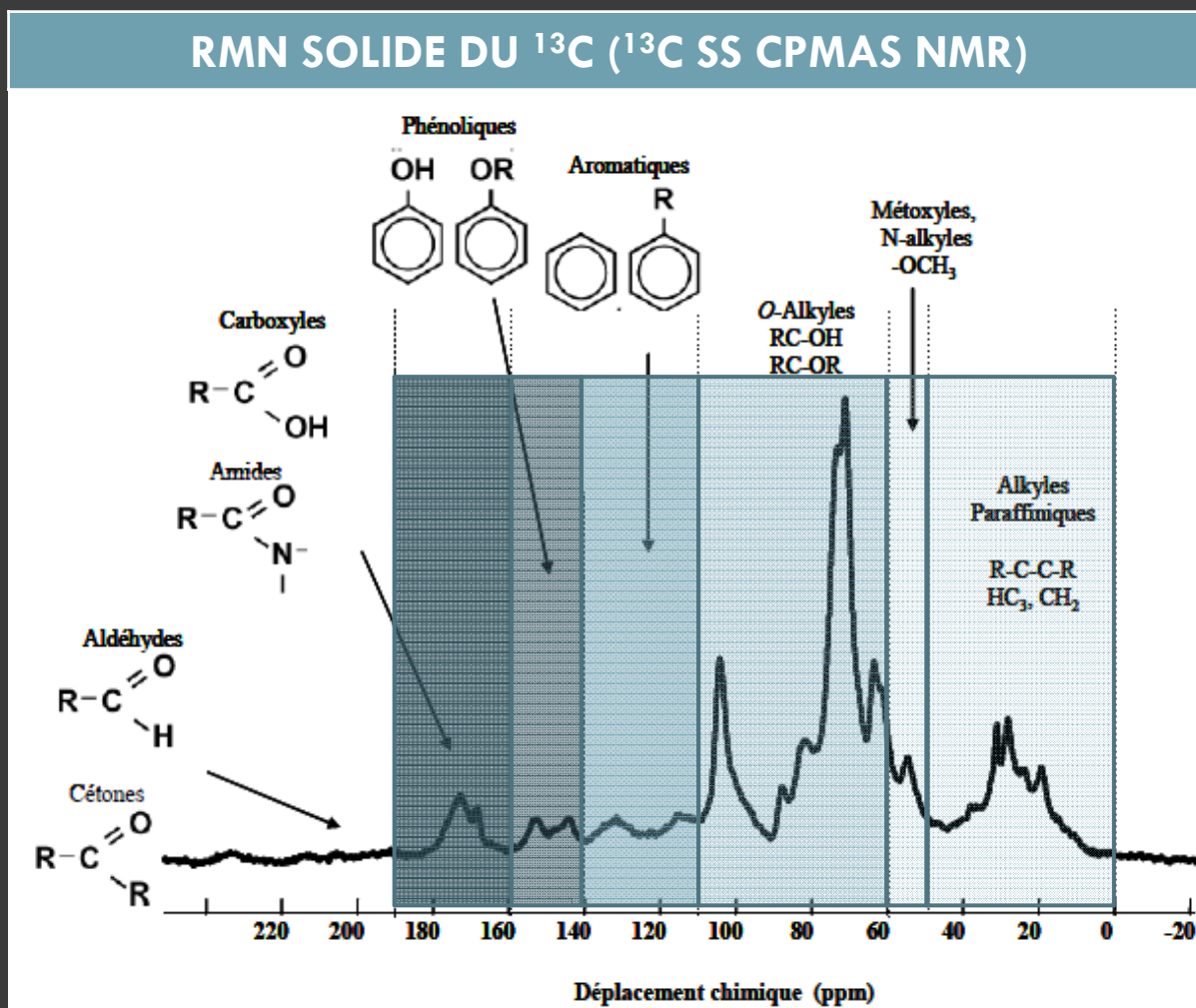
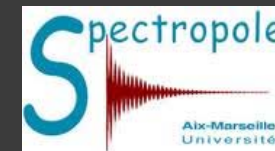
Résultats

Conclusions

Perspectives

❖ Qualité de la MO :

↪ SS  $^{13}\text{C}$  CPMAS NMR après traitement HF



C Alkyles  
(0-45 ppm)

C Métoxyles  
(50-60 ppm)

C O-Alkyles  
(45-110 ppm)

C Aromatiques  
(110-140 ppm)

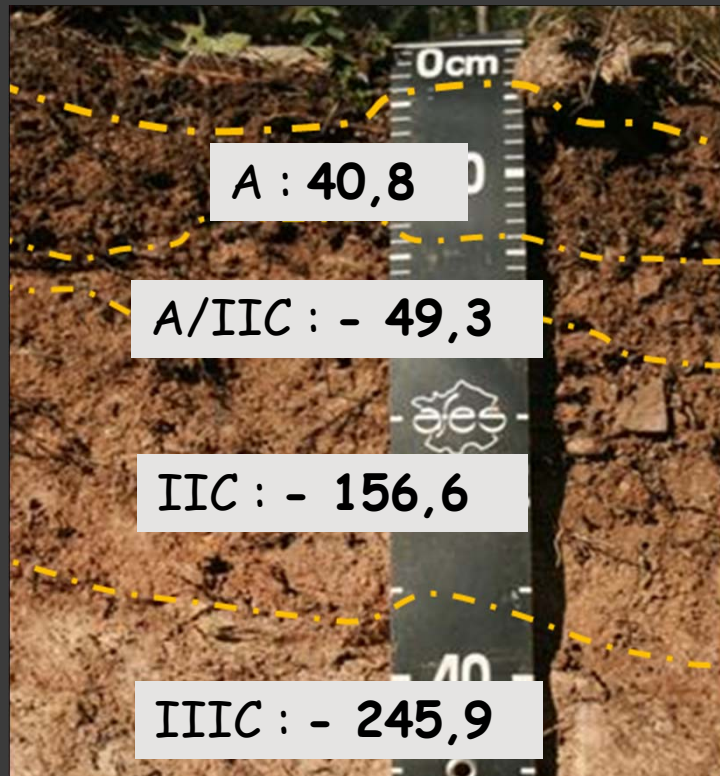
C Phénoliques  
(140-160 ppm)

C Carboxyles  
(160-220 ppm)

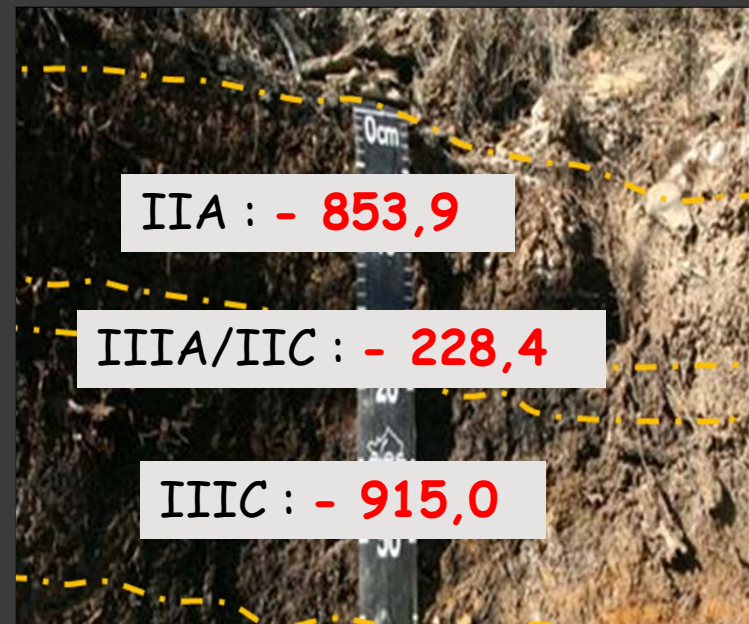


## 5. Quantification du lignite dans un sol méditerranéen : isotopie du $^{14}\text{C}$

$$\Delta^{14}\text{C} (\text{‰})$$



Valeurs comparables à d'autres sols méditerranéens (Elzein et Balesdent, 1995, SSSAJ)



Lignite de la veine affleurante :  
-970,1 ‰ et -984,1 ‰

Lignite allemand : -996 ‰  
(Chabbi et al., Organic geochemistry, 2006)

Le marquage isotopique du  $^{14}\text{C}$  est la seule méthode actuellement qui permet de quantifier le lignite dans les sols