

THÈSE

Présentée en vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR

Spécialité : Génie Civil

par

Tristan LECOMTE

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE 1

Évaluation environnementale des sédiments de dragage et de curage
dans la perspective de leur valorisation dans le domaine du génie civil

Soutenue le 25 Juillet 2018 à Douai devant le jury d'examen :

- Rapporteur :** Jean-Philippe BEDELL, Chargé de recherche, ENTPE, Vaulx-en-Velin
- Rapporteur :** Rémy GOURDON, Enseignant-chercheur, INSA Lyon
- Examineur :** Francis DOUAY, Enseignant-chercheur, ISA Lille Yncréa
- Examineur :** Vincent CHATAIN, Enseignant-chercheur, INSA Lyon
- Examinatrice :** Laurence HAOUCHE, Attachée Scientifique, ISSeP, Colfontaine(Belgique)
- Membre invité :** Jacques MÉHU, Professeur, INSA Lyon
- Membre invité :** Emmanuel VERNUS, Directeur technique, PROVADEMSE, Villeurbanne
- Directeur de thèse :** Nor-Edine ABRIAK, Professeur, IMT Lille Douai
- Directrice de thèse :** Christine LORS, Professeure, IMT Lille Douai
- Encadrant de thèse :** Yannick MAMINDY-PAJANY, Maître-Assistant-HDR, IMT Lille Douai

Remerciements

À l'issue de ce travail de thèse, je tiens particulièrement à remercier les membres du jury de soutenance qui m'ont fait l'honneur d'évaluer ce travail en dépit de son volume et des chaleurs estivales, peu propices à cette tâche fastidieuse. Merci donc, à Jean-Philippe Bedell et Rémy Gourdon d'avoir accepté de relire ce manuscrit en qualité de rapporteur. Merci également à Laurence Haouche, Francis Douay, Vincent Chatain, Jacques Méhu et Emmanuel Vernus d'avoir participé à ce jury d'examen en qualités d'examineurs et de membres invités.

Je tiens également à remercier la direction de l'IMT Lille Douai et donc Daniel Boulnois et Alain Schmitt pour m'avoir accueilli dans leurs laboratoires. Plus particulièrement, je tiens à remercier Nor-Edine Abriak et Christine Lors pour avoir dirigé mes travaux. Un grand merci à Yannick Mamindy-Pajany pour m'avoir encadré pendant ces années de thèses et tout spécialement pour sa disponibilité, sa confiance et son soutien, aussi bien sur le terrain, en laboratoire que lors de nos réunions et discussions.

Mes travaux de thèse s'inscrivant dans le cadre de la Chaire industrielle de recherche « EcoSed », j'ai eu l'opportunité de travailler avec l'ensemble des partenaires de la chaire tant lors de réunions, que plus spécifiquement pour la rédaction d'un article. Je souhaite remercier ici Didier Desmoulin, Christophe Priez et Christian Raynault pour Colas ; Jaouad Nadah et Delphine Vrau pour Eqiom ; Pascal Grégoire pour le GPMD ; Christine Bourbon, Marion Delplanque et Jérémie Somon pour VNF ; Gaëlle Mesmacque pour la DREAL ; Marta Medala pour Carrière du Boulonnais ; François Thery et Baptiste Anger pour EDF et bien d'autres...

Ces travaux ont, en outre, porté sur le projet SEDICYCLE au travers duquel j'ai pu travailler avec différents collaborateurs que je tiens à remercier ici : Frédéric Becquart, l'entreprise Neo-Eco (plus spécifiquement avec Jérémie Renault et Amine Akadiri) pour les planches expérimentales et François-Xavier Masson, Jamal Boulemia, Olivier Dondt (Agence Beci) et Victor Jumez (Symoé) pour le pilote.

J'ai également pu côtoyer un certain nombre de personnes au sein des équipes de recherche dans différents laboratoires.

Je tiens à remercier Francis Douay de m'avoir accueilli à l'ISA de Lille pour une partie de mon travail (qui n'est pas présenté dans la thèse mais qui, initialement, devait y figurer) ainsi que son équipe, je citerais, pêle-mêle : Brice Louvel, Arnaud Lefebvre, Aurélie Pelfrène, Christophe Wattrelot, Sarah Descamps, Julien Dassonneville, David Khatchatryan, Karim Al Souki, Adeline Janus et Mylène Laffort. Merci pour votre aide et votre accueil !

Je voudrais adresser un grand merci à Jacques Méhu qui m'a accueilli au laboratoire de PROVADEMSE pour la réalisation des essais d'écotoxicité qui sont présentés dans ce document ainsi qu'à toute son équipe : Emmanuel Vernus, Nathalie Danglo, Mohamed Abdelghafour, Carole Gaignaire, Jean-Philippe Tagutchou et plus particulièrement à Christine Bazin, Abdelkrim Lounis, Bernard Sarrazin, Mathilde Inglot et Lina Penpenic qui m'ont accompagné pour la réalisation de ces essais lors de mes séjours à Lyon. Un grand merci à vous !

Un grand merci également à Gabriel Billon pour m'avoir accueilli quelques jours dans son laboratoire de l'université de Lille 1 et pour m'avoir formé sur sa méthode de dosage des AVS.

Je souhaite également remercier les personnes que j'ai pu côtoyer à l'IMT Lille Douai avec qui j'ai travaillé et pris des pauses salvatrices. Merci donc à Jacqueline Woitrain, Johanna Caboche, Dominique Dubois, Guillaume Pottier, Damien Betrancourt, Mickaël D'Helf, Vincent Thiery, Patrick Pizette, David Bulteel, Mahfoud Benzerzour et bien d'autres...

En parlant de pauses salvatrices il me faut particulièrement remercier les autres doctorants, post-doctorants et masters pro pour avoir été (et être toujours !) là, pour nos discussions et soirées aux grès, à l'arhum et ailleurs ! Un grand merci donc (dans le désordre !) à Angélique et Coralie sans qui mes premières années de thèses auraient été bien différentes, Ivan pour ce duo de comique que l'on a formé et pour sa folie (dont celle consistant à faire 1600 kilomètres pour assister à ma soutenance !), Marie pour avoir supporté le duo de comique précédemment cité, Adrien pour nos soirées et discussions. Merci également à Thomas D, Antoine, Vincent, Cyril, Thomas L, Lorène, Julie, Philippe, Salma, Houda, Joëlle, Noura, Reine, Eliane, Florimond, Océane, Amar, Angel, Adoum, Ilyas, Edouard, Karim, Jacques-Rémy, Maxime, Moussa, Adolphe, Walid, Abdelhadi, Aurélie et j'en oublie sûrement qui me le pardonneront je l'espère !

Un merci particulier à Estelle, Marion, Adèle et Mathilde qui furent mes co-bureau pendant la période de rédaction et qui ont donc assistés tant à mes crises de nerfs qu'à mes éruptions de vocabulaires russe et/ou serbe complètement impromptues ! Merci également de m'avoir aidé à préparer le pot de soutenance à un moment où j'avais bien besoin d'aide !

Merci surtout à Mathilde d'avoir été et d'être toujours là, essentielle ! (to be continued... pour te citer !)

Je tiens à remercier Nicoleta Schiopu et Laureline Février, qui furent respectivement mes maîtres de stage de 2^{ème} et de 3^{ème} année d'école d'ingénieur et qui m'ont donné le goût de la recherche. Merci à vous deux !

Je souhaite également remercier Philippe Tramon et l'ensemble des pratiquants d'aïkido que j'ai pu rencontrer au club du Quesnoy et ailleurs pour ces quelques heures par

semaines où vous m'avez permis de me concentrer et de me retrouver dans un univers très différent de la thèse.

De la même façon, je tiens à remercier Jérémy, Théophile et Florent pour ces petits week-ends à Paris (trop rares) grâce auxquels j'ai bien décompressé !

Je veux aussi remercier ceux qui ont été là sans l'être et qui ont constitué et constituent toujours des piliers pour moi, vous avez tous contribué à cette réussite et à la personne que je suis.

Merci donc à mes amis de toujours : Lionel, Maxime, Amine, Jonathan, Victor, Manon et les autres !

Merci à ma famille : Mes arrières grands-parents, mes grands-parents paternels et maternels, mes tantes et mes oncles (avec une pensée spéciale pour mon oncle François) ainsi que mes cousins et cousines, et tout particulièrement à mes parents et à mon (~~petit~~) frère qui, vous tous et dans des styles différents, m'ont permis de me forger ! Merci !

« Je ne suis rien, je le sais, mais je compose mon rien avec un petit morceau de tout. »

Le Rhin – Lettres à un ami (1842) Victor Hugo

« Il faut avoir une parfaite conscience de ses propres limites, surtout si on veut les élargir. »

Lettres de prison (1947) Antonio Gramsci

Table des matières

Table des matières	6
Liste des figures	12
Liste des tableaux	17
Liste des sigles et abréviations.....	24
Introduction générale.....	27
Chapitre I.....	37
Définition du cadre réglementaire	37
1. Qu'est-ce qu'un sédiment ?	39
2. Conventions internationales	39
2.1. La convention OSPAR.....	39
2.2. Le protocole de Londres	40
2.3. La convention de Barcelone.....	40
3. Directives européennes	40
3.1. La directive cadre sur l'eau (DCE)	40
3.2. La directive cadre stratégie pour le milieu marin (DCSMM)	41
3.3. La directive cadre sur les déchets (DCD)	41
4. Réglementation française	42
4.1. Avant les opérations de dragage : Loi sur l'Eau et les Milieux Aquatiques (LEMA)	42
4.1.1. Sédiments continentaux	42
4.1.2. Sédiments marins et estuariens.....	43
4.2. Gestion à terre des sédiments : Loi sur les déchets.....	45
4.2.1. Attribution du statut de déchet aux sédiments	45
4.2.2. Définition de la dangerosité des sédiments	46
4.2.3. Évaluation du critère HP14	51
4.2.4. Définition du caractère inerte	57
4.2.5. Critères d'acceptation en installations de stockage	57
4.3. Valorisation des sédiments	59
4.4. Synthèse de la réglementation appliquée aux sédiments	63

Chapitre II.....	67
Synthèse bibliographique.....	67
1. Caractéristiques des sédiments.....	69
1.1. Granulométrie.....	69
1.2. Principaux composants.....	71
1.2.1. Teneur en eau.....	72
1.2.2. Composition minérale.....	72
1.2.3. Matière organique.....	75
1.3. La contamination des sédiments.....	76
1.3.1. Types de contaminants présents.....	76
1.3.2. Origines des contaminations.....	77
1.3.3. Répartition des contaminants dans les matrices sédimentaires.....	78
1.3.4. Qualité des sédiments marins et fluviaux français et wallon.....	79
2. Méthodologies d'évaluation environnementale.....	80
2.1. Contexte de la valorisation dans le domaine du génie civil.....	80
2.2. Méthodologies applicables au déchet-sédiment.....	81
2.2.1. La méthodologie de l'ERE.....	83
2.2.2. Principes de la méthode d'éco-compatibilité.....	85
2.2.3. La norme européenne NF EN 12920 +A1.....	88
2.2.4. La méthodologie du guide SETRA (SETRA, 2011).....	91
2.2.5. La méthodologie SEDIMATERIAUX.....	95
2.2.6. Spécifications du comité technique 351 (CEN).....	99
2.3. Limites de ces référentiels.....	101
3. Approches expérimentales disponibles.....	102
3.1. Étude du comportement à la lixiviation.....	102
3.2. Principaux essais de lixiviation.....	106
3.2.1. Essais de conformité.....	106
3.2.2. Essais de caractérisation de base.....	112
3.2.3. Essais de vérification sur site.....	116
3.2.4. Principaux mécanismes de relargage.....	119
3.3. Écotoxicité des sédiments.....	127
3.3.1. Notions.....	127
3.3.2. Bioessais.....	128

Chapitre III	137
Caractérisation écotoxicologique des sédiments, de la réglementation à la mise en évidence d'essais discriminants	137
1. Introduction	139
2. Matériels et méthodes	142
2.1. Méthodologie écotoxicologique mise en œuvre	142
2.1.1. Enseignements de l'étude préliminaire	142
2.1.2. Méthodologie appliquée	143
2.2. Origine des sédiments de l'étude	144
2.3. Méthodes d'extraction	145
2.3.1. Lixiviation en batch.....	145
2.3.2. Lixiviation en colonne	145
2.4. Rappels sur le protocole HP14	146
2.4.1. Protocole classique appliqué aux déchets.....	146
2.4.2. Protocoles spécifiques aux sédiments	146
2.5. Bioessais mis en œuvre	147
2.5.2. Essais d'écotoxicité faisant partie de la batterie du HP14.....	148
2.5.3. Essais d'inhibition de la croissance des ostracodes <i>Heterocypris incongruens</i>	154
2.5.4. Essais d'inhibition de la reproduction des vers de terre <i>Eisenia fetida</i>	156
2.5.5. Essais d'évitement des vers de terre <i>Eisenia fetida</i>	156
2.5.6. Essais d'inhibition de la reproduction multigénérationnel sur <i>Ceriodaphnia dubia</i>	158
3. Résultats	158
3.1. Résultats des analyses physico-chimiques des sédiments	158
3.1.1. Répartition granulométrique.....	158
3.1.2. Contenus totaux en contaminants des sédiments	160
3.1.3. Contenus des éluats en contaminants	162
3.2. Résultats des essais écotoxicologiques	166
3.2.1. Résultats des essais issus des batteries de bioessais permettant l'évaluation de la propriété HP14 « écotoxicité ».....	166
3.2.2. Résultats des essais complémentaires réalisés sur sédiment	182
3.2.3. Résultats des essais complémentaires réalisés sur éluat	198
4. Conclusion	205

Chapitre IV	209
Acceptabilité environnementale de béton à base de sédiment de dragage dans le cadre d'un projet de piste cyclable.....	209
1. Introduction.....	211
2. Matériels et méthodes.....	212
2.1. Origine des sédiments.....	212
2.2. Formulation de béton	212
2.3. Analyses de caractérisation	213
2.3.1. <i>Granulométrie</i>	213
2.3.2. <i>Fluorescence X.....</i>	213
2.3.3. <i>Minéralisation à l'eau régale</i>	213
2.4. Essais de lixiviation en laboratoire	214
2.4.1. <i>Essais de lixiviation en batch</i>	214
2.4.2. <i>Essais de percolation.....</i>	214
2.5. Essais sur planches expérimentales	215
2.5.1. <i>Essais pour couche de fondation (MSE-I).....</i>	216
2.5.2. <i>Essais pour couche de surface (MSE-RO).....</i>	217
2.6. Pilote expérimental	218
2.6.1. <i>Conception.....</i>	218
2.6.2. <i>Suivi</i>	219
3. Résultats	219
3.1. Caractérisation des matériaux.....	219
3.1.1. <i>Caractéristiques physiques du sédiment</i>	219
3.1.2. <i>Caractérisation réglementaire</i>	220
3.1.3. <i>Caractérisation complémentaire pour les matériaux à base de sédiment</i>	232
3.2. Étude en laboratoire.....	234
3.2.1. <i>Planche expérimentale : étude du matériau en couche de fondation (MSE-I).....</i>	234
3.2.2. <i>Planche expérimentale : étude du matériau en couche de surface (MSE-RO)</i>	240
3.3. Étude sur le terrain	247
3.3.1. <i>Flux de contaminants dans les eaux de ruissellement (PSE-RO).....</i>	250
3.3.2. <i>Flux de contaminants dans les eaux latérales (PSE-LAT).....</i>	251
3.3.3. <i>Flux totaux de contaminants (PSE-TOT)</i>	253
4. Discussion.....	254
4.1. Comparaison des 2 échelles : planches et pilotes expérimentaux.....	254

4.2. Calcul du potentiel de relargage à long terme	257
4.3. Comparaisons de différents référentiels.....	259
5. Conclusion et perspectives	261
 Chapitre V	 265
Acceptabilité environnementale des sédiments de dragage en technique routière : comparaison des logiques déchets et produits	265
1. Introduction.....	267
2. Caractéristiques des sédiments utilisés	270
2.1. Carte d'identité du sédiment marin.....	270
2.2. Préparation du sédiment.....	271
2.3. Analyse environnementale.....	272
3. Formulation des mélanges.....	276
3.1. Assise routière : Objectifs visés assise (T2).....	276
3.2. Béton Compacté Routier	277
3.3. Béton pour piste cyclable.....	279
4. Performances mécaniques	280
4.1. Assises routières	280
4.2. Béton compacté routier.....	282
5. Performances environnementales du matériau alternatif	284
5.1. Évaluation environnementale dans le cadre du SETRA.....	284
5.1.1. Rappels sur la méthodologie développée par le SETRA	284
5.1.2. Résultats des essais de la méthodologie du SETRA sur le sédiment étudié	285
5.1.3. Résultats sur les matériaux routiers issus de la valorisation du sédiment étudié.....	288
5.2. Évaluation des performances environnementales selon la logique «produits de construction »	290
5.2.1. Assises routières	294
5.2.2. Béton Compacté Routier.....	298
5.2.3. Bétons pour piste cyclable	301
5.3. Évolution des performances environnementales dans le temps - Retour d'expériences : route Freycinet 12	315
5.4. Bilan sur l'évaluation du potentiel de relargage des matériaux routiers testés.....	317
6. Conclusions et perspectives	319

Conclusions générales et perspectives	323
Références bibliographiques	331
Annexes.....	364
Annexe IV-1.....	366
Annexe IV-2.....	367
Annexe V-1	387
Annexe V-2.....	392
Annexe V-3.....	397
Annexe V-4	413

Liste des figures

Figure 1. Approche méthodologique générale.....	33
Figure 2. Méthodologie de caractérisation de la dangerosité des déchets (Hennebert et al., 2013c; Rebischung et al., 2016).....	48
Figure 3. Protocole de caractérisation de la propriété HP14 utilisé actuellement pour les déchets (Pandard et al., 2006)	52
Figure 4. Protocole HP14 appliqué actuellement pour les sédiments (Mouvet, 2012)	54
Figure 5. Proposition d'optimisation du protocole HP14 pour les sédiments (Bazin and Vernus, 2014).....	56
Figure 6. Hiérarchie des opérations de gestions des déchets d'après l'article L541-1 du Code de l'Environnement.....	60
Figure 7. Déroulé des caractéristiques des sédiments et du territoire qui les produits pour le choix d'une filière de valorisation.....	62
Figure 8. Schéma récapitulatif de la réglementation qui encadre la gestion des sédiments du dragage à leur entrée dans les différentes filières de valorisation	64
Figure 9. Classification des sédiments mal classés (Campy and Meybeck, 1995).....	70
Figure 10. Méthodologie d'identification des colloïdes par filtration en cascade (Hennebert et al., 2013b)	71
Figure 11. Représentation des différents composants des sédiments, adapté de (Rusch, 2010) par (Loustau Cazalet, 2012).....	72
Figure 12. Principaux processus contrôlant le cycle des contaminants dans le milieu aquatique, modifié d'après (Benoit-Bonnemason, 2005)	78
Figure 13. Classification des méthodologies nationales d'évaluation environnementale utilisées dans le domaine de la gestion des déchets (TGD-EQS : Technical Guidance Document- Environmental Quality Standards ; ERE : Evaluation des Risques Environnementaux)(Mamindy-Pajany, 2018)	82
Figure 14. Schéma général de l'ERE d'après SEDIGEST (Perrodin et al., 2011b) sur la base de la méthodologie US EPA (US EPA, 1998)	84
Figure 15. Organigramme décisionnel d'évaluation de l'éco-compatibilité de déchets en scénario (d'après ADEME 2002) dans (Tiruta-Barna et al., 2007).....	86
Figure 16. Méthodologie de l'analyse du cycle de vie (NF EN ISO 14040).....	88
Figure 17. Méthodologie de la norme AFNOR NF EN 1920+A1 (2008) adapté à la problématique de la valorisation des sédiments	89
Figure 18. Usages routiers de type 1 (SETRA, 2011)	92
Figure 19. Usages routiers de type 2 (SETRA, 2011)	92

Figure 20. Usages routiers de type 3 (SETRA, 2011)	93
Figure 21. Démarche d'évaluation environnementale développée dans le guide Sétra 2011 .	94
Figure 22. Logigramme descriptif de la méthodologie Sédimentaires (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014).....	96
Figure 23. Caractérisation complémentaire des sédiments pour la phase 1 de la démarche Sédimentaires d'après (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014).....	97
Figure 24. Logigramme descriptif de la phase 2 démarche Sédimentaires (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014).....	98
Figure 25. Logigramme descriptif de la phase 3 de la démarche Sédimentaires au terme des études préalables à la conception de l'ouvrage expérimental (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014).....	99
Figure 26. Méthodologie pour le choix de la méthode de lixiviation à appliquer aux matériaux de construction d'après la norme CEN/TS 16637-1 (2014).....	100
Figure 27. Quantité de contaminant lixiviée par rapport au pH et comparaison de différents milieux (van der Sloot et al., 1997)	104
Figure 28. Schéma de synthèse illustrant les différents mécanismes de fixation d'un complexe aqueux chargé à l'interface liquide solide a) physisorption ; b) chimisorption ; c) détachement ; d) absorption ou inclusion (cas des ions ayant un rayon et une charge similaire à l'un des ions du cristal) ; e) occlusion (poche d'impureté littéralement piégée à l'intérieure du cristal en croissance) ; f) attachement d'une molécule complexe ; g) hétéro-nucléation (croissance épitaxiale) ; h) complexation organo-minérale ; i) complexation par des exopolymères bactérien. (Manceau et al., 2002).....	105
Figure 29. Agitateur rotatif à retournement Heidolph REAX 20.....	107
Figure 30. Étapes de construction de la route du Freycinet 12 à Dunkerque (Achour, 2013)	118
Figure 31. Paramètres spécifiques aux matériaux et externes influant sur le relargage de contaminants de matériaux monolithiques et granulaires dans l'usage routier (van der Sloot and Dijkstra, 2004).....	120
Figure 32. Identification du principal mécanisme contrôlant le relargage d'une substance à partir des résultats de l'essai normé NF EN 15863 DMLT	126
Figure 33. Principaux tests d'écotoxicité normalisés utilisés pour l'évaluation des sédiments.	130
Figure 34. Hiérarchie des critères de sélection des essais d'écotoxicité en vue d'une réutilisation des déchets d'après la norme FD CEN /TR 16 110	131
Figure 35. Cartographie des tests d'écotoxicité normés en fonctions des principaux paramètres structurant une batterie de tests d'après la norme FD CEN/TR 16110	132
Figure 36. Batterie de tests d'écotoxicité pour l'étude d'un déchet voué à un usage en technique routière (d'après la norme FD CEN/TR 16110).....	133
Figure 37. Représentation schématique du score de toxicité des produits obtenue par USETox® (Impact Score IS) et par l'Écolabel Européen (CDV) (Saouter et al., 2018)	141

Figure 38. Méthodologie écotoxicologique suivie lors de cette étude	144
Figure 39. Pots en fin d'essais de croissance avec de gauche à droite et de haut en bas, les pots de blé tendre, de radis noir, de tournesol et de luzerne	151
Figure 40. Microplaques en fin d'essais de germination et de croissance racinaire du tournesol <i>Helianthus annuus</i>	152
Figure 41. Ostracodes observés avant le début de l'essai à gauche et ostracodes restant au terme de l'essai à droite	155
Figure 42. Comptage des vers de terre <i>Eisenia fetida</i> au terme d'un essai d'évitement.....	157
Figure 43. Représentation des variables de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques des sédiments.....	165
Figure 44. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir de leurs paramètres physico-chimiques.....	166
Figure 45. Représentation des variables de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques et résultats des essais d'inhibition de la reproduction des rotifères <i>Brachionus calyciflorus</i> pour les sédiments de l'étude	169
Figure 46. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques et des résultats des essais d'inhibition de la reproduction des rotifères <i>Brachionus calyciflorus</i>	170
Figure 47. Représentation des variables de l'ACP réalisée à partir des paramètres physico-chimiques et des résultats des essais de mortalité des vers de terre pour les sédiments non dilués SF, SB se SL	172
Figure 48. Représentation des sédiments (SF, SL et SB) en fonction des axes de l'ACP des paramètres et des résultats des essais de mortalité des vers de terre <i>Eisenia fetida</i>	173
Figure 49. Représentation des variables de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques et les résultats des essais d'inhibition de la germination (à gauche) et de la croissance (à droite) du blé tendre et du radis noir pour les sédiments de l'étude	176
Figure 50. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques des sédiments étudiés et des résultats des essais de germination (à gauche) et de la croissance (à droite) du blé tendre et du radis noir	177
Figure 51. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais issus de la batterie HP14 réalisés pour cette étude (hors l'essai d'inhibition de la mobilité de <i>Daphnia magna</i>) pour les sédiments étudiés	180
Figure 52. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir des résultats des essais issus de la batterie HP14 réalisés	181
Figure 53. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la germination et d'inhibition de la croissance du tournesol et de la luzerne pour les sédiments de l'étude	185
Figure 54. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP des résultats des essais d'inhibition de la germination et d'inhibition de la croissance du tournesol et de la luzerne.....	186

Figure 55. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la germination et d'inhibition de la croissance du blé tendre, du radis noir, du tournesol et de la luzerne en microplaque pour les sédiments de l'étude.....	189
Figure 56. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la croissance des ostracodes <i>Heterocypris incongruens</i> pour les sédiments de l'étude ...	190
Figure 57. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la reproduction des vers de terre et des paramètres physico-chimiques pour les sédiments SF1, SF2, SF3 et SL	193
Figure 58. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la reproduction des vers de terre pour les sédiments SF1, SF2, SF3, SF4, SB et SL	194
Figure 59. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais de mortalité et d'inhibition de la reproduction de <i>Ceriodaphnia dubia</i> et des paramètres physico-chimiques pour les sédiments testés.....	200
Figure 60. Batterie d'essais proposée pour la caractérisation complémentaire de l'écotoxicité des sédiments.....	206
Figure 61. Méthodologie suivie lors de cette étude	211
Figure 62. a) mesure des couches sur la colonne, b) compactage de la colonne, c) colonne compactée de 30 cm, d) ajout du préfiltre supérieur, e) fermeture de la colonne, f) exemple de colmatage d'une colonne, g) Dispositif expérimental pour les essais de percolation suivant la norme NF EN 14405.....	215
Figure 63. a) Dispositif expérimental pour l'essai sur la couche de fondation, noté MSE-I ; b) Dispositif expérimental pour l'essai sur la couche de surface, noté MSE-RO	216
Figure 64. Dispositif expérimental pour l'essai d'immersion d'un échantillon en béton de couche de fondation.....	216
Figure 65. Dispositif expérimental pour l'essai d'aspersion d'un échantillon en béton de couche de surface	217
Figure 66. Coupe transversale d'un pilote expérimental.....	218
Figure 67. a) Piste lors de la réalisation du pilote ; b) Pilote comprenant les 3 pistes testées, le système de collecte des eaux et les owens ; c) Piste après un évènement pluvieux	219
Figure 68. Contenus totaux en contaminants métalliques (a) et HAP (b) présentés en pourcentage du seuil GEODE N2, exprimées en mg/kg de matière sèche	221
Figure 69. Évolution du pH et de la conductivité durant l'essai sur planche expérimental en scénario d'immersion.....	234
Figure 70. Évolution du relargage des chlorures et sulfates au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario d'immersion	237
Figure 71. Évolution du relargage des éléments majeurs au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario d'immersion	238
Figure 72. Évolution du relargage des ETMM au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario d'immersion	239

Figure 73. Évolution du pH et de la conductivité durant l'essai sur planche expérimental en scénario de ruissellement	240
Figure 74. Évolution du relargage des éléments majeurs, des chlorures et des sulfates au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario de ruissellement.....	242
Figure 75. Évolution du relargage des ETMM au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario de ruissellement.....	243
Figure 76. Précipitations journalières et cumulées sur la période de suivi du pilote exprimées en mm.....	247
Figure 77. Volume de lixiviant ruisselant sur la période de suivi du pilote exprimé en L par jour ainsi que la correspondance en ratio liquide/surface (ratio L/A) cumulé dans le temps.....	250
Figure 78. Volume de lixiviant dans les fosses latérales du pilote sur la période de suivi exprimé en L par jour ainsi que la correspondance en ratio liquide/surface (ratio L/A) cumulé dans le temps.....	252
Figure 79. Récapitulatif des référentiels normatifs en technique routière relatifs aux usages pour lesquels la valorisation de sédiments a fait l'objet d'études	268
Figure 80 Méthodologie suivie lors de cette étude	269
Figure 81. Classification GTR, 2000 (SETRA and LCPC, 2000).....	271
Figure 82. Composition des BCR et recombinaison granulaire avec les fuseaux mini et maxi issus de la norme NF P 98-128	278
Figure 83. Courbes Proctor (NF EN 13286-2) et IPI (NF EN 13286-47) des BCR.....	279
Figure 84. Classification mécanique à 360 jours des mélanges pour assise à base de sédiments	281
Figure 85. Graphiques de classification mécanique des BCR	283
Figure 86. Dispositif expérimental pour la lixiviation sur monolithe (NF EN 15863).....	290
Figure 87. Procédure de détermination des limites d'émission des matériaux de construction dans la réglementation néerlandaise (Soil Quality Decree, 2008).	292
Figure 88. Quantités relarguées cumulées en fonction de la racine carrée du temps et du ratio liquide surface (ratio L/A) cumulé en ml/cm ² pour le baryum, les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les assises LA 100j, LB 60j et LC 60j.	296
Figure 89. Quantités relarguées cumulées en fonction de la racine carrée du temps et du ratio liquide surface (ratio L/A) cumulé en ml/cm ² pour le baryum, les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les monolithes BCR 0/20 – 20% sédiment, BCR 0/12,5 -20% sédiment et BCR 0/12,5 Témoin.....	300
Figure 90. Variation du pH au cours de l'essai normalisé NF EN 15863 sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B.....	301
Figure 91. Variation de la conductivité en mS/cm au cours de l'essai normalisé NF EN 15863 sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B	302

Figure 92. Concentration cumulée à 64 jours de chlorures et de sulfates exprimées en mg/m ² pour les différentes formulations a) contenant 0,5 % d'adjuvant (A) et b) contenant 3 % d'adjuvant (B) en fonction de l'incorporation totale de sédiment en pourcentage.....	304
Figure 93. Concentrations mesurées en Ba et V dans les différentes fractions de l'essai suivant la norme NF EN 15863 en µg/L sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B.....	306
Figure 94. Concentrations mesurées en chlorures et sulfates dans les différentes fractions de l'essai suivant la norme NF EN 15863 en µg/L sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B	307
Figure 95. Quantités relarguées cumulées en fonction du temps pour le baryum et le vanadium tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les monolithes C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B.	308
Figure 96. Quantités relarguées cumulées en fonction du temps pour les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les monolithes C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B.	309
Figure 97. Quantités relarguées cumulées en fonction de la racine carrée du temps et du ratio liquide surface (ratio L/A) cumulé en ml/cm ² pour le baryum, les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les échantillons de carottes de la route Freycinet 12de carottes de la route Freycinet 12.....	317

Liste des tableaux

Tableau 1. Seuils S1 définis par l'arrêté du 9 Août 2006	43
Tableau 2. Seuils N1 et N2 définis par l'arrêté du 9 Août 2006 et les modifications des Arrêtés du 23 Décembre 2009 et du 17 Juillet 2014.....	44
Tableau 3. Critères de danger d'après l'Annexe 1 de l'article R541-8 du code de l'environnement.....	46
Tableau 4. Règles de classement pour l'évaluation des critères de danger HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10, HP11 et HP 13 en fonction des catégories de danger des substances prises en compte (Rebischung et al., 2016).....	50
Tableau 5. Détails des essais écotoxicité préconisés pour le HP14 dans la méthode INERIS (Pandard et al., 2006).....	53
Tableau 6. Récapitulatif des différents paramètres à respecter dans le sédiment et dans l'éluat pour chaque installation de stockage envisagée (mg/kg MS).....	58
Tableau 7. Différentes filières de valorisation possibles pour les sédiments et le type de valorisation correspondant dans la hiérarchie établie par l'article L541-1 du Code de l'Environnement.....	61

Tableau 8. Classification des sédiments en fonction de leur granulométrie.....	69
Tableau 9. Teneurs médianes des fractions granulométriques des sédiments marins et fluviaux en France et en Wallonie (Padox et al., 2010a, 2010b).....	70
Tableau 10. Teneurs médianes en contaminants des sédiments marins et fluviaux en France et en Wallonie (Padox et al., 2010a, 2010b)	79
Tableau 11. Récapitulatif des limites des référentiels existants	102
Tableau 12. Principaux paramètres ayant une influence sur les substances lixiviées	103
Tableau 13. Récapitulatif des essais de conformités normés présentés	111
Tableau 14. Intervalles de temps applicables au prélèvement des éluats pendant la DMLT selon la norme NF EN 15863 (2015)	113
Tableau 15. Intervalles de temps applicables au prélèvement des éluats en DMLT à renouvellement continu dans la norme XP CEN/TS 15864 (2016)	113
Tableau 16. Volume de chaque fraction d'éluat prélevée en fonction de la masse sèche du matériau pour une percolation à écoulement ascendant selon la norme NF EN 14405 (2017)	114
Tableau 17. Récapitulatif des essais normés présentés pour la caractérisation de base.....	116
Tableau 18. Critères d'acceptabilité des émissions globales en contaminants réglementaires pour les plots expérimentaux (Vaillant et al., 2015)	119
Tableau 19. Volumes et temps de percolation pour les extractions en colonne	145
Tableau 20. Répartition granulométrique des sédiments en %	159
Tableau 21. Résultats des analyses en contenu total en ETMM des sédiments exprimés en mg/kg sec.....	160
Tableau 22. Résultats des analyses en contenu total en contaminants organiques (PCB et HAP) des sédiments exprimés en mg/kg sec	161
Tableau 23. Résultats des analyses des éluats obtenus par lixiviation (essai normalisé NF EN 12457-2) des sédiments en ETMM exprimés en mg/kg sec	162
Tableau 24. Récapitulatif de la fraction fine, des principaux contaminants et des ETMM dans les éluats par sédiment	164
Tableau 25. Résultats d'inhibition de la croissance de la population des algues pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec la dilution minimum (80%) et la dilution au seuil (1%)	167
Tableau 26. Résultats d'inhibition de la luminescence des bactéries pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec la dilution minimum (75%) et la dilution au seuil (10%)	167
Tableau 27. Résultats d'inhibition de la mobilité des daphnies pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec la dilution minimum (90%), une dilution intermédiaire (62%) et la dilution au seuil (10%).....	168

Tableau 28. Résultats de l'inhibition de la reproduction des rotifères <i>Brachionus calyciflorus</i> pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec l'éluat non dilué et l'éluat dilué au seuil (1%)	169
Tableau 29. Résultats de la létalité sur vers de terre pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO	171
Tableau 30. Résultats de l'inhibition de la germination du blé tendre et du radis noir dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO	174
Tableau 31. Résultats de l'inhibition de la croissance du blé tendre et du radis noir dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO	175
Tableau 32. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais réalisés sur éluats issus de la batterie HP14 pour l'ensemble des sédiments de l'étude.....	178
Tableau 33. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais réalisés sur éluats issus de la batterie HP14 pour l'ensemble des sédiments de l'étude.....	179
Tableau 34. Résultats de l'inhibition de la germination du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO	182
Tableau 35. Résultats de l'inhibition de la croissance du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO	184
Tableau 36. Résultats de l'inhibition en microplaque de la germination du blé tendre, du radis noir, du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO	187
Tableau 37. Résultats de l'inhibition en microplaque de la croissance du blé tendre, du radis noir, du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO	188
Tableau 38. Résultats de mortalité et de croissance des ostracodes pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué.....	190
Tableau 39. Résultats de la perte de masse, de la mortalité et de l'inhibition de la reproduction des vers de terre pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué à 10% avec du sol ISO.....	192

Tableau 40. Résultats de l'évitement des vers de terres pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué.....	194
Tableau 41. Résultats de l'évitement des vers de terres pour le sédiment marin avec différentes conditions pour tester l'importance du sel pour l'évitement de ce sédiment.....	195
Tableau 42. Résultats de l'évitement des vers de terres pour les sédiments SF2 et SF3 en comparaison au sédiment SL avec différentes conditions pour tester l'importance de l'apport en nutriments pour l'évitement des sédiments.....	196
Tableau 43. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais complémentaires réalisés sur substrats pour l'ensemble des sédiments de l'étude	197
Tableau 44. Résultats de la mortalité et de l'inhibition de la reproduction des daphnies <i>Ceriodaphnia dubia</i> pour deux générations successives pour les sédiments fluviaux (SF), le sédiment de barrage (SB), le sédiment lacustre (SL) et les sédiments marins (SM).....	199
Tableau 45. Évolution du pH lors de l'essai de percolation.....	200
Tableau 46. Évolution de la conductivité en $\mu\text{S}/\text{cm}$ lors de l'essai de percolation en $\mu\text{S}/\text{cm}$	201
Tableau 47. Résultats de l'inhibition de la reproduction des rotifères durant les essais réalisés sur les percolats des sédiments testés.....	201
Tableau 48. Résultats de la mortalité des ostracodes pour les différents percolats des sédiments testés	202
Tableau 49. Résultats de l'inhibition de la croissance des ostracodes durant les essais réalisés sur les percolats des sédiments testés.....	203
Tableau 50. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais complémentaires réalisés sur éluats pour l'ensemble des sédiments de l'étude.....	204
Tableau 51. Résultats de l'évitement des vers de terres avec les sédiments SF2, SF3, SF4, SL et SM1 après passage en colonne de percolation	205
Tableau 52. Formulation des matériaux en kg/m^3	213
Tableau 53. Caractéristiques physique du sédiment.....	220
Tableau 54. Contenus totaux dans le sédiment exprimés en mg/kg sec comparés aux seuils de dangerosité obtenu avec le calcul « pire cas » par l'INERIS et le CEREMA (Lefebvre and Rebischung, 2017).....	223
Tableau 55. Contenus totaux dans le sédiment exprimés en mg/kg sec comparés aux seuils S1 pour l'évaluation du critère de danger HP14.....	224
Tableau 56. Résultats des essais écotoxicologiques normalisés NF EN ISO 11348-3, NF ISO 20666, NF EN ISO 11269-2 pour l'évaluation de la propriété de danger HP14.....	225
Tableau 57. Résultats de fluorescence X en pourcentage pour les bétons contenant des sédiments (C50-A et C50-B) et pour le béton témoin (C0).....	226
Tableau 58. Contenus totaux en élément traces métalliques et métalloïdes dans les bétons contenant des sédiments (C50-A et C50-B) et le béton témoin (C0) en mg/kg sec.....	226

Tableau 59. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en batch (NF EN 12457-2) du sédiment en mg/kg de sédiment sec comparés aux seuils du guide SETRA (SETRA, 2011)	227
Tableau 60. Contenus totaux du sédiment en contaminants organiques comparés aux seuils du guide SETRA (SETRA, 2011).....	228
Tableau 61. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en percolation à flux ascendant (NF EN 14405) du sédiment en mg/kg de sédiment sec comparées aux seuils du SETRA (SETRA, 2011).....	229
Tableau 62. Coefficients de partage solide/liquide, Kd, pour le sédiment étudié.....	230
Tableau 63. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en batch (NF EN 12457-2) des bétons C0-A, C50-A et C50-B en mg/kg de matériau sec comparés aux seuils d'admission en ISDI.....	231
Tableau 64. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en batch (NF EN 12457-2) des bétons C0-A, C50-A et C50-B en mg/kg de matériau sec tamisés à 0.125 mm et à 1 mm	232
Tableau 65. Coefficients de partage solide/liquide, Kd, pour les matériaux étudiés.....	233
Tableau 66. Mécanismes principaux contrôlant le relargage pour la planche expérimentale MSE-I d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863	235
Tableau 67. Quantités de contaminants relargués cumulés à 64 jours, à 6 mois, et une extrapolation à 6 mois exprimées en mg/m ²	236
Tableau 68. Quantités de contaminants relargués cumulés au bout de 6 mois exprimée en mg/m ²	241
Tableau 69. Contenus en contaminant des eaux collectées dans les Owens aux différentes dates de prélèvement.....	249
Tableau 70. Quantités de contaminants relargués cumulés dans les eaux de ruissellement sur la période de suivi exprimées en mg/m ²	251
Tableau 71. Quantités de contaminants relargués cumulés dans les eaux latérales et de percolation sur la période de suivi exprimées en mg/m ²	252
Tableau 72. Somme des quantités de contaminants relargués par ruissellement et dans les eaux latérales cumulées sur la période de suivi exprimées en mg/m ²	254
Tableau 73. Débits journaliers de contaminants en µg/j.m ² pour les planches et les pilotes expérimentaux	255
Tableau 74. Immission maximale extrapolée sur la base des calculs du BMD pour les matériaux C0-A et C50-B lors des 64 premiers jours de l'essai MSE-I.....	258
Tableau 75. Immission maximale autorisée par contaminant dans les sols et nappes phréatiques aux Pays-Bas dans le cadre du BMD et calcul de seuils similaires avec des valeurs cibles françaises (Nord Pas-de-Calais)	260
Tableau 76. Caractérisation du sédiment marin et comparaison avec le sédiment brut du chantier du Freycinet 12	270

Tableau 77. Concentrations totales en contaminants dans le sédiment marin étudié exprimée en mg/Kg sec comparées aux seuils du groupe GEODE N1 et N2	272
Tableau 78. Contenus totaux en contaminants dans le sédiment exprimés en en mg/kg sec comparés aux seuils du calcul « pire cas » obtenu par l'INERIS (Lefebvre and Rebuschung, 2017).....	274
Tableau 79. Contenus totaux dans le sédiment marin exprimés en en mg/kg sec comparés aux seuils S1 pour l'évaluation du critère de danger HP14	275
Tableau 80. Résultats des essais écotoxicologiques normalisés NF EN ISO 11348-3, NF ISO 20666, NF EN ISO 11269-2 pour l'évaluation du critère de danger HP14.....	275
Tableau 81. Caractéristiques des mélanges d'étude pour une utilisation en couche d'assise	276
Tableau 82. Formulations des différents bétons pour piste cyclable en kg/m ³	279
Tableau 83. Performances des mélanges testés en couche d'assise en termes de résistance en traction (Rt en MPa) et de module élastique (Etd en MPa)	280
Tableau 84. Performances des mélanges testés en BCR en termes de résistance en traction (Rt en MPa) et de module élastique (Etd en MPa).....	282
Tableau 85. Compacités des formulations étudiées	282
Tableau 86. Concentrations mesurées pour le sédiment marin dans les éluats exprimée en mg/kg sec obtenus par l'application de la norme NF EN 12457-2 comme demandé par le guide SETRA (SETRA, 2011).....	285
Tableau 87. Concentrations en contaminant total du sédiment étudié exprimées en mg/kg sec pour le respect du guide SETRA (SETRA, 2011).....	286
Tableau 88. Concentrations cumulées pour le sédiment marins dans les éluats exprimée en mg/kg sec obtenus par l'application de la norme NF EN 14405 comme demandé par le guide Sétra (SETRA, 2011).....	287
Tableau 89. Paramètres mesurés dans les éluats exprimés en mg/kg après une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 sur les assises routières avec les liants A, B et C.....	288
Tableau 90. Paramètres mesurés dans les éluats en mg/kg après une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 sur les BCR 0/20 - 20% sédiment, BCR 0/12,5 - 20% sédiment et BCR 0/12,5 Témoin broyés.	289
Tableau 92. Valeurs des seuils de conformité des matériaux granulaires et monolithiques dans l'essai de percolation et l'essai dynamique de lixiviation sur monolithique.....	293
Tableau 93. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargués lors des essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les assises routières comparés aux seuils du SQD en mg/m ²	294
Tableau 94. Récapitulatif des mécanismes principaux de relargage d'éléments traces pour les formulations d'assises intégrant les liants A (100j), B (60j) et C (60j), mis en évidence par le calcul dans les conditions spécifiques de l'essai normalisé NF EN 15863	297
Tableau 95. Estimations des quantités de contaminants relarguées par les assises routières exprimées en mg/m ² pour une durée de 20 ans.....	297

Tableau 96. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargué dans les essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les bétons compactés au rouleau comparés aux seuils du SQD exprimées en mg/m ²	299
Tableau 97. Récapitulatif des mécanismes principaux de relargage d'éléments traces pour les BCR 0/20 – 20% sédiment, BCR 0/12,5 -20% sédiment et BCR 0/12,5 Témoin, mis en évidence par le calcul dans les conditions spécifiques de l'essai normalisé NF EN 15863	301
Tableau 98. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargué dans les essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les bétons pour piste cyclable comparés aux seuils du SQD exprimées en mg/m ²	303
Tableau 99. Mécanismes principaux contrôlant le relargage du Ba pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m ²	310
Tableau 100. Mécanismes principaux contrôlant le relargage du V pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m ²	311
Tableau 101. Mécanismes principaux contrôlant le relargage des chlorures pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m ²	311
Tableau 102. Mécanismes principaux contrôlant le relargage des sulfates pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m ²	312
Tableau 103. Immissions maximales extrapolées sur la base des calculs du BMD pour les l'ensemble des formulations de béton pour piste cyclable à partir des résultats de l'essai normalisé NF EN 15863 et comparaison avec les seuils d'immissions et de l'équivalent avec des données du Nord-Pas-de-Calais calculé dans le chapitre précédent.....	314
Tableau 104. Paramètres mesurés dans les éluats exprimés en mg/kg après une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 sur les carottes broyées prélevées sur la route du Freycinet 12 (3 ans)	315
Tableau 105. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargué dans les essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les assises routières comparés aux seuils du SQD en mg/m ²	316

Liste des sigles et abréviations

ACV : **A**nalyse du **C**ycle de **V**ie

AFNOR : **A**gence **F**rançaise de **N**ORmalisation

AVS : **A**cid **V**olatile **S**ulfides

BCR : **B**éton **C**ompacté **R**outier

BEE : **B**on **É**tat **É**cologique

BMD : **B**uilding **M**aterial **D**ecree, réglementation néerlandaise

BTEX : **B**enzène, **T**oluène, **É**thylbenzène, **X**ylènes

CD2E : **C**entre de **D**éveloppement d'**É**co-**E**ntreprises

CE20 : **C**oncentration **E**fficace **20** %

CE50 : **C**oncentration **E**fficace **50** %

CEN : **C**ommission **E**uropéenne de **N**ormalisation

CLP : **C**lassification, **L**abelling, **P**ackaging, désigne le règlement européen n°1272/2008 relatif à la classification, à l'étiquetage et à l'emballage des substances chimiques et des mélanges

COD : **C**arbone **O**rganique **D**issous

COT : **C**arbone **O**rganique **T**otal

Convention OSPAR : **C**onvention pour la protection du milieu marin de l'Atlantique du Nord-Est se substituant aux conventions d'Oslo et de Paris (**O**Slo et **P**ARis)

CRS : **C**hromium **R**eductible **S**ulfur

DCE : **D**irective **C**adre sur l'**E**au

DCSMM : **D**irective **C**adre **S**tratégie pour le **M**ilieu **M**arin

DGT : **D**iffuse **G**radients in **T**hin film

DMLT : **D**ynamic **M**onolithic **L**eaching **T**est

DREAL : **D**irection **R**égionale de l'**E**nvironnement, de l'**A**ménagement et du **L**ogement

ECN : **E**nergy research **C**enter of the **N**etherlands

ERE : **É**valuation des **R**isques **E**nvironnementaux

ETMM : **É**léments **T**racés **M**étalliques et **M**étalloïdes

FNADE : **F**édération **N**ationale des **A**ctivités de la **D**épollution et de l'**E**nvironnement

GÉODE : **G**roupement d'**É**tude et d'**O**bservation sur le **D**ragage et l'**E**nvironnement

GTR : **G**uide des **T**errassements **R**outiers

HAP : **H**ydrocarbures **A**romatiques **P**olycycliques

HCT : **H**ydro**C**arbures **T**otaux (C10-C40)

ICP-OES : **I**nductively **C**oupled **P**lasma **O**ptical **E**mission **S**pectrometer

ICPE : **I**nstallation **C**lassée pour la **P**rotection de l'**E**nvironnement

ISDD : **I**nstallation de **S**tockage de **D**échets **D**angereux

ISDI : **I**nstallation de **S**tockage de **D**échets **I**ntertes

ISDND : **I**nstallation de **S**tockage de **D**échets **N**on **D**angereux

LEMA : **L**oi sur l'**E**au et les **M**ilieus **A**quatiques

MO : **M**atière **O**rganique

MON : **M**atière **O**rganique **N**aturelle

NOEC : **N**o **O**bservable **E**ffect **C**oncentration

NQE : **N**ormes de **Q**ualité **E**nvironnementale

OMI : **O**rganisation **M**aritime **I**nternationale (institution spécialisé de l'ONU)

PCB : **P**oly**C**hloro**B**iphényle

PEC : **P**redicted **E**nvironmental **C**oncentration

PNEC : **P**redicted **N**o **E**ffect **C**oncentration

POP : **P**olluants **O**rganiques **P**ersistants

PROPSÉD : Développement de **PRO**cédés **PH**ysiques pour la valorisation des **SÉ**Diments de curage, projet ANR portant sur le traitement des sédiments fins pollués

RCP : **R**églement sur les **P**roduits de **C**onstruction, règlement européen d'harmonisation sur les produits de construction

REPOM : **RÉ**seau de surveillance des **PO**rts **M**aritimes animé par l'IFREMER

SEDIMATERIAUX : Démarche nationale financée par un FEDER visant l'utilisation de produits de construction à base de sédiments

SETRA : **S**ervice d'**É**tude sur les **T**ransports, les **R**outes et leurs **A**ménagements

SIG : **S**ystème d'**I**nformation **G**éographique

SQD : **S**oil **Q**uality **D**ecree, réglementation néerlandaise

TBT : **Tri**Butyl**T**in

VNF : **V**oies **N**avigables de **F**rance

Introduction générale

Les dépôts sédimentaires se forment en zones portuaires ainsi qu'en milieu fluvial, lacustre, ou encore dans les réservoirs des barrages. Ces dépôts réduisent le tirant d'eau disponibles et peuvent rendre impraticables les infrastructures de transports. Ils peuvent également, à long terme, combler les lacs et étangs, et même modifier la morphologie des rivières. Les sédiments accumulés par les barrages réduisent leur capacité de stockage d'eau et augmentent le risque d'inondation. Ces sédiments peuvent aussi être porteurs de contamination et leur accumulation a alors un impact sur la qualité des milieux aquatiques. Des opérations de dragage et de curage sont donc nécessairement engagées de façon périodique. Pour la France, chaque année le volume de sédiments marins dragués s'élève entre 40 et 50 millions de m³ (Achard, 2013; Charasse, 2013; Padox et al., 2010b), dont environ 90% de sédiments prélevées dans les ports estuariens (Grenelle de la mer, 2009). Parmi ces sédiments marins, 5 à 7 Millions de m³ sont gérés à terre (Hayet et al., 2017; Padox et al., 2010b). Le volume de sédiment fluviaux extrait représente, en moyenne, pour la France 6 millions de m³ par an (Magdaliniuk et al., 2002; Padox et al., 2010a; Schneider, 2001; Scordia, 2008) pour l'entretien de 525 000 kilomètres de cours d'eau. Les sédiments de barrages hydroélectriques sont quant à eux rarement dragués, la chasse et la gestion en crue étant des techniques moins coûteuses pour les gestionnaires de barrage (Morris and Fan, 1998) mais plus impactantes pour les écosystèmes en aval (Catheline, 1998).

Il est nécessaire, avant même le début des opérations de dragage, d'évaluer la qualité physico-chimique des sédiments. Les résultats de cette évaluation permettent de déterminer le devenir de ces sédiments. Les sédiments extraits peuvent être immergés dans des zones autorisées, remis en suspension ou gérés à terre en vue d'un stockage, d'un traitement ou d'une valorisation.

La directive cadre sur l'eau établit, au niveau communautaire, des dispositions à suivre concernant l'extraction de sédiments dans le but d'atteindre les objectifs européens de bon état chimique des eaux de surface. Cette directive se traduit dans la législation française par la circulaire n° 2000-62 du 14 Juin 2000 renforcée par l'arrêté du 8 février 2013, relative aux conditions d'utilisation du référentiel de qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieux naturel ou portuaire. Pour ce faire, des niveaux de contamination maximum ont été fixés par l'arrêté du 9 août 2006, dit « arrêté GEODE », renforcés par la circulaire du 04 juillet 2008 et l'arrêté du 12 décembre 2014. Ces niveaux sont établis pour le

rejet dans les eaux de surface des sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou de canaux. Le respect de ces seuils permet l'orientation des sédiments vers le mode de gestion le plus adapté.

Lorsque les sédiments doivent suivre les filières de gestion à terre, ils acquièrent le statut de déchet dans la législation française par l'application du décret n°2002-540 dans sa version abrogée par décret 2007-1467 du 16 octobre 2007. Dès lors, la directive cadre déchet 2008/98/CE s'applique aux sédiments. La nomenclature de la réglementation sur les déchets figurant dans la décision de la commission européenne n°2014/955/UE du 18 décembre 2014 associe les sédiments à une entrée miroir, ce qui signifie que leur dangerosité doit être évaluée. Le caractère dangereux des déchets est jugé à partir de 15 propriétés de danger définies dans le règlement 1357/2014/UE. Depuis le 1^{er} juin 2015, ces propriétés sont renommées HP1 à HP15 (Rebischung et al., 2016). Si le déchet possède au moins l'une de ces propriétés alors il est considéré comme dangereux. Néanmoins, en ce qui concerne les sédiments, il a été admis par une détermination du Bureau de la Planification et de la Gestion des Déchets du Ministère en charge de l'environnement par la note juridique du 18 septembre 2002 (Hayet et al., 2017) que les propriétés HP1, HP2, HP3 et HP15 n'étaient pas pertinentes. Les sédiments classés non dangereux sont potentiellement valorisables et représentent un volume de 7 millions de m³ par an (Benard et al., 2009).

Si le caractère dangereux ou non des sédiments permet, en partie, de statuer sur leur devenir, il est judicieux, dans un contexte de raréfaction des matières premières, de s'engager vers une gestion terrestre durable de ces sédiments. Le Plan Régional d'Élimination des Déchets Industriels Spéciaux du Nord-Pas-de-Calais (PREDIS) propose, dès 1995, une méthodologie générale des gestion des opérations de dragage passant par une démarche d'intelligence économique et territoriale (Abriak, 2011; Damidot et al., 1995; Mac Farlane and Abriak, 2004). Cette méthodologie permet de relier entre eux les opérations de dragage portuaire à leurs impacts économiques, sociaux et environnementaux sur le territoire dans le but de respecter l'environnement tout en renforçant l'activité du territoire. Cette étude a permis de développer les procédures de caractérisation en fonction de zonages, de proposer des solutions de valorisation des sédiments en génie civil et de mettre au point un outil de décision. Dans le but d'identifier des filières de traitement en fonction de la qualité des sédiments les autorités françaises ont amorcé en 2006 le projet pilote « SEDIMARD 83 ». Ce

projet s'appuie sur une approche partenariale développée autour de la Méditerranée en se basant sur l'étude de plus de 2000 m³ de sédiment issus de ports français et italiens (Grosdemange et al., 2008). Cette approche se base sur le triptyque tri/traitement/gestion spécialisée, c'est-à-dire qu'une fois le sédiment traité, il peut être orienté soit en dépôt mono-spécifique non recouvert, soit en remblaiement de carrière, soit en valorisation dans le domaine des travaux publics ou encore rejeté en mer. Une petite quantité de sédiments très contaminés peut être orientée directement vers un stockage mono-spécifique recouvert. Suite à ce projet, une démarche nationale à vue le jour en 2009 baptisée « SEDIMATERIAUX ». Cette démarche volontaire ambitionne d'apporter une réponse locale avec des solutions opérationnelles innovantes pour répondre à la problématique de la gestion et de la valorisation à terre à la fois des sédiments marins et des sédiments fluviaux. Pour répondre à ces objectifs, différents guides méthodologiques définissant un cadre de référence scientifique harmonisé pour la valorisation des sédiments notamment en technique routières ont été produits (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014). Une stratégie de gestion et de valorisation des sédiments fluviaux, « ALLUVIO » lancée en 2016 est portée par VNF, la Région Haut de France, l'Agence de l'Eau Artois-Picardie et l'ADEME. Cette nouvelle initiative sur 20 ans a pour objectifs de développer le transport fluvial grand gabarit, afin notamment de faire émerger de nouvelles filières industrielles locales pour la valorisation des sédiments. Pour ce faire, les partenaires de cette stratégie se mobilisent pour dresser une cartographie des ressources en sédiments, en limiter les contaminations, développer les filières de valorisation disponibles sur le territoire.

C'est dans ce contexte que l'Institut Mines-Télécom Lille Douai (IMT Lille Douai) a lancé une Chaire industrielle de recherche pour développer l'économie circulaire des sédiments, nommée « EcoSed », en 2014, afin d'accompagner les acteurs dans le développement des filières industrielles de valorisation des sédiments en région Hauts-de-France. Il s'agit d'une approche pluridisciplinaire alliant recherche sur la valorisation des sédiments d'un point de vue technique et environnemental et prise en compte des composantes socio-économiques. Les axes de recherche de cette chaire se décomposent en 6 actions distinctes : l'action 1 a pour objectif d'améliorer la caractérisation environnementale des sédiments, l'action 2 se porte sur l'étude de l'hétérogénéité des sédiments dans l'optique de la synthèse de ciment à base de sédiments, l'action 3 a pour

ambition de caractériser la matière organique des sédiments, l'action 4 vise à l'amélioration et l'adaptation des méthodes de traitement et l'action 5 concourt au développement de matériaux granulaires alternatifs à base de sédiments dans les filières stratégiques de valorisation. La 6^{ème} action est transversale à toutes les autres, elle a pour but d'améliorer la gestion des sédiments à la source par un travail sur l'érosion.

Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre de l'action 1 de la chaire industrielle EcoSed. Il ambitionne, de proposer des stratégies pertinentes pour encadrer l'évaluation environnementale des sédiments non dangereux destinés à la valorisation, notamment dans le domaine du génie civil. Plus particulièrement, ses objectifs sont : (i) de proposer un protocole d'évaluation de la toxicité intrinsèque des sédiments dans la perspective de leur valorisation à terre en proposant des essais complémentaires et en utilisant de nouvelles méthodes d'extraction; (ii) d'étudier la faisabilité environnementale de la valorisation d'un sédiment marin au travers d'une approche multi-scalaire couplant des essais en conditions contrôlées (essais normalisés et planches expérimentales de laboratoire) et de terrain (pilotes *in situ*) et (iii) de caractériser les émissions dans l'eau de polluants inorganiques pendant la vie en œuvre de produits de construction incorporant des sédiments au moyen d'un essai de lixiviation dynamique des monolithes standardisé.

L'évaluation environnementale a lieu en amont des projets de valorisation des sédiments. Il s'agit d'évaluer les effets potentiels ou avérés sur l'environnement d'un projet de valorisation utilisant des sédiments. Pour pouvoir valoriser les sédiments, il faudra donc, en fonction des filières, montrer qu'ils sont performants techniquement pour l'usage envisagé et s'assurer de leur innocuité environnementale dans le scénario de valorisation. Concernant les sédiments non dangereux, deux logiques complémentaires sont disponibles : la première, qualifiée de logique « déchet », passe par une évaluation détaillée des risques environnementaux et peut suivre différentes typologies de méthodologies, les approches « généralistes », « matrices » ou « substances ». Les méthodologies « matrices » sont les mieux adaptées aux sédiments du fait de sa nature hétérogène. L'approche générique de la méthodologie « matrice » est décrite par la norme NF EN 12 920+A1 dans laquelle s'inscrit la méthodologie du SETRA (2011) qui permet la valorisation de matériaux alternatifs en technique routière. La méthodologie SEDIMATERIAUX consiste en une approche « globale » d'évaluation environnementale spécifique aux sédiments de dragage et de curage dans

l'optique de leur valorisation. Cette méthodologie associe différents outils développés dans les approches « généralistes », « matrices » et « substances » pour un scénario donné.

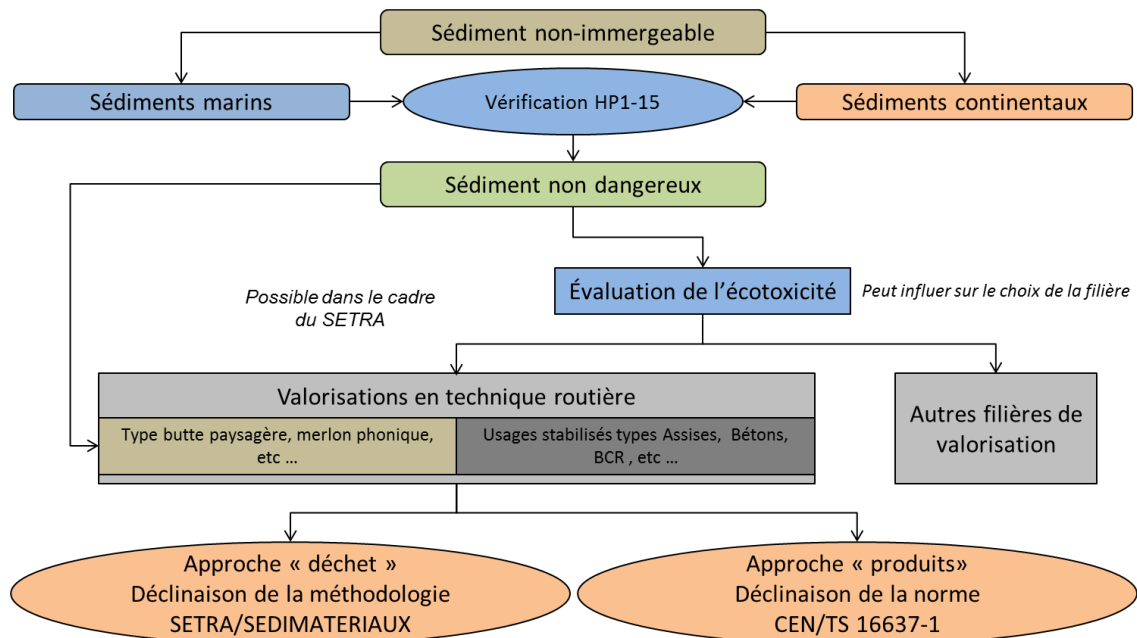


Figure 1. Approche méthodologique générale

La logique « produits » consiste à considérer le sédiment non en sa qualité de déchet mais de matériau de construction dont l'innocuité environnementale doit être vérifiée. L'approche d'Analyse du Cycle de Vie (ACV) permet l'évaluation des impacts imputables à un projet de construction de sa construction, à sa fin de vie en prenant en compte ensemble des flux d'énergie et de matière générés par ce processus. Ces analyses se basent principalement sur des bases de données alimentées par des données génériques et d'autres propres aux fabricants. En ce qui concerne les produits de construction, l'étude des émissions de substances dans l'eau est prioritaire. Afin de prendre mieux en compte les émissions de polluants pendant la vie en œuvre des produits de construction, les travaux de la commission européenne de normalisation ont aboutis à la norme CEN/TS 16637-1. Cette norme permet de cibler les essais de lixiviation les plus adaptés pour caractériser le relargage de substances dangereuses réglementées en fonction de caractéristiques propres aux matériaux étudiés.

L'approche méthodologique déclinée dans ce travail consiste, d'une part à évaluer l'écotoxicité de sédiments non dangereux, et d'autre part à étudier leur innocuité environnementale dans des scénarios de valorisation dans le domaine du génie civil. Cette approche est présentée par le logigramme en Figure 1. Les méthodologies utilisées s'appuient principalement sur une approche « matrice » que ce soit pour l'évaluation de l'écotoxicité et la déclinaison de la méthodologie SEDIMATERIAUX et de la norme européenne CEN/TS 16637-1 applicable aux produits de construction.

Ce manuscrit de thèse se compose de cinq chapitres. Le premier (chapitre I) est dédié au contexte réglementaire et à ces dernières avancées en matière de gestion des boues de dragage et de curage dans les filières terrestres et maritimes. Le second chapitre (chapitre II) est une synthèse bibliographique consacrée à l'état des connaissances sur les principales caractéristiques physico-chimiques des sédiments ainsi qu'à leur potentiel écotoxique dans un contexte de valorisation. Le troisième chapitre (chapitre III) est consacré à la caractérisation écotoxicologique des sédiments dans le but de mettre en évidence des essais discriminant permettant d'évaluer le potentiel écotoxique de sédiments non dangereux. Un panel de 10 sédiments a été soumis aux batteries d'essais réglementaires pour évaluer la propriété de danger HP14 « écotoxique ». Ces sédiments ont également été soumis à d'autres essais réputés plus sensibles dans le but de les discriminer d'un point de vue écotoxicologique. Une réflexion a ensuite été menée sur les méthodes d'extraction d'éluats dans le but d'accroître la sensibilité des bioessais. Le quatrième chapitre (chapitre IV) traite de l'acceptabilité environnementale de béton à base d'un sédiment de dragage dans le cadre d'un projet de piste cyclable. L'approche proposée pour ce chapitre décline de la méthodologie SEDIMATERIAUX avec l'intégration d'une échelle intermédiaire aux travaux en laboratoire et aux pilotes expérimentaux. Le dernier chapitre de ce manuscrit (chapitre V) a fait l'objet d'un article soumis à la Revue Générale des Routes et de l'Aménagement. Ce chapitre porte sur l'évaluation environnementale de différents matériaux routiers intégrant des sédiments en présentant une méthodologie déclinée de la norme européenne CEN/TS 16637-1 applicable aux produits de construction. Enfin, ce mémoire s'achève par une conclusion qui synthétise les résultats acquis au terme de ce travail et propose des perspectives de recherche dans l'optique d'approfondir certains aspects de ces travaux.

Chapitre I

Définition du cadre réglementaire

1. Qu'est-ce qu'un sédiment ?

Il s'agit d'un dépôt de matériels détritiques résultant à la fois de l'érosion et de l'activité biologique. Les apports telluriques dépendant des caractéristiques des bassins versants et de la nature de leur couvert végétal. L'érosion hydrique du bassin versant et des rives ainsi que le vent sont les principaux moteurs de la sédimentation allochtone, d'origine exogène (Boulvain, 2017; Schneider, 2001). Tandis que les sédiments autochtones, d'origine endogène, sont constitués, pour leur partie minérale, par la précipitation de carbonates et d'évaporites et par la transformation chimique des minéraux formant le lit du biotope. Pour la partie d'origine biogène, ils sont constitués de débris organiques (fragments végétaux et animaux aquatiques, et d'algues du phytoplancton). Cette partie peut prendre une importance variable en fonction du biotope (importante en milieu lacustre et prédominante dans les milieux océaniques abyssaux). Les différents constituants des sédiments sont classés en fonction de leur taille. Soit, par ordre décroissant, en bloc, pierre, cailloux, graviers, sables et vases auxquels s'ajoutent les molécules colloïdales pouvant flocculer et passer en solution dans l'eau de façon réversible (Ramade, 2008).

2. Conventions internationales

2.1. La convention OSPAR

La Convention pour la protection du milieu marin de l'Atlantique du Nord-Est signée à Paris le 22 septembre 1992 et entrée en vigueur le 25 mars 1998 se substitue aux conventions d'Oslo (1972) et de Paris (1974) et reprend leur nom respectif et est ainsi appelé Convention OSPAR (OSlo et PARis). Historiquement, cette convention entre les 15 pays signataires (dont la France) et l'Union Européenne avait pour but de limiter les pollutions marines dues aux activités d'origine anthropique en mer aussi bien que sur terre. En 1998, elle s'étend à l'étude de la biodiversité et des écosystèmes, afin de prendre en compte l'impact des activités humaines non polluantes sur la mer. La signature de cette convention a eu pour conséquence l'obligation pour les états signataires d'effectuer une série d'analyses physico-chimiques (laissée à leur appréciation) des sédiments issus des opérations de

dragage, afin de définir leur niveau de contamination et leur devenir (à savoir s'ils sont aptes à être rejetés dans le milieu naturel ou s'ils doivent être gérés à terre).

2.2. Le protocole de Londres

La Convention de Londres sur la prévention de la pollution des mers résultant de l'immersion de déchets a été planifiée lors de la Conférence de Nations Unies sur l'environnement humain en juin 1972 et fut adoptée le 13 novembre 1972 et entre en vigueur à partir du 30 août 1975. Ce traité international, signé par 82 états et administré par l'OMI, établit la liste des déchets et matériaux dont l'élimination en mer est interdite ou soumise à autorisation. La convention se réunit le 17 novembre 1996 pour adopter le protocole de Londres, une actualisation de ce qui a été acté ultérieurement. Ce protocole inverse la logique précédemment adoptée, à savoir que toute immersion est désormais interdite et que seules certaines substances, déchets ou matériaux sont autorisés mais soumis à la délivrance d'un permis. Les déblais de dragage font partie des matières autorisées à conditions qu'elles respectent l'évaluation des déchets de l'annexe II de ce protocole. Ce protocole fixe aussi les principes de précaution et de pollueur-payeur (Pintat, 2003).

2.3. La convention de Barcelone

La convention pour la protection de la mer Méditerranée contre la pollution (convention de Barcelone) a été adoptée le 16 février 1976 et modifiée le 10 juin 1995. Cette convention admet 7 protocoles techniques ayant pour but général de contrôler et de réduire la pollution de la méditerranée et de protéger ses écosystèmes. En plus de reprendre les différents principes du protocole de Londres, la convention de Barcelone promeut l'usage de l'étude d'impact (PNUE, 2007). Les textes des protocoles de Londres et de Barcelone s'inspirent de la convention OSPAR (Grenelle de la mer, 2009).

3. Directives européennes

3.1. La directive cadre sur l'eau (DCE)

La directive 2000/60/CE du Parlement européen et du Conseil du 23 octobre 2000, dit directive cadre sur l'eau (DCE), avait pour objectif général d'atteindre et/ou de maintenir un

Bon État Écologique (BEE) des différents milieux aquatiques sur le territoire européen pour 2015. Sa directive fille 2008/105/CE du 16 décembre 2008 établit les Normes de Qualité Environnementales (NQE) pour évaluer l'état chimique des différentes masses d'eau. Ces NQE sont fixées pour 41 substances chimiques détaillées dans les annexes IX et X de la directive.

3.2. La directive cadre stratégie pour le milieu marin (DCSMM)

La directive 2008/56/CE du Parlement européen et du Conseil du 17 juin 2008, dit directive cadre stratégique pour le milieu marin (DCSMM), a pour objectif d'établir un cadre d'actions communes des États membres de l'Union Européenne dans le but de réaliser et/ou de maintenir un BEE des milieux marins européens pour 2020 au plus tard sur la même base que la DCE. Plusieurs descripteurs qualitatifs du BEE concernent les sédiments et leurs gestions. Par ailleurs, l'étude de la qualité des sédiments marins a fait l'objet d'une évaluation initiale prévue dans le cadre de la DCSMM (Grenelle de la mer, 2009).

3.3. La directive cadre sur les déchets (DCD)

La directive 2008/98/CE du Parlement européen et du Conseil du 19 novembre 2008, dit directive cadre sur les déchets, définit la notion de déchet et la façon dont il convient de les gérer en Union européenne. Elle définit les notions de déchets et de déchets dangereux et réglemente leur collecte, leur transport, leur valorisation et leur élimination. Les sédiments occupent une place particulière dans cette directive puisqu'ils sont cités dans l'article 2 de la manière suivante : « les sédiments déplacés au sein des eaux de surface aux fins de gestion des eaux et des voies d'eau, de prévention des inondations, d'atténuation de leurs effets ou de ceux des sécheresses ou de mise en valeur des terres sont exclus du champ d'application de la présente directive, s'il est prouvé que ces sédiments ne sont pas dangereux ». Tout sédiment géré à terre est donc dès lors considéré comme un déchet quelle que soit sa dangerosité.

4. Réglementation française

Ces réglementations internationales et européennes sont traduites dans le droit français dans le Code de l'Environnement et dans les engagements du Grenelle de la mer (2009). Le Grenelle de la Mer s'engage dans le livre bleu à interdire le rejet en mer des boues de dragage polluées (engagement 29a), introduisant dans le droit français la nécessité d'évaluer la possible contamination des sédiments. Le rejet en mer est toujours possible s'il est prouvé qu'il s'agit de la solution la moins pénalisante pour l'environnement (Principe du protocole de Londres, 1996), les sédiments ne dépendent alors pas de la loi sur les déchets. L'état français s'engage aussi avec le Grenelle de la mer à faire évoluer les pratiques d'entretien des estuaires, espaces portuaires et chenaux d'accès et les modalités de gestion des sédiments et boues de dragage (engagement 29c). Les articles L. 214-1 à 6 du Code de l'environnement portent sur les opérations de dragage qui sont dès lors soumises à déclaration ou autorisation par le préfet. Les articles L. 541-1 à 8 du Code de l'environnement portent sur la prévention et la gestion des déchets et concernent donc les sédiments gérés à terre. De par leur statuts possibles de déchets, les sédiments sont aussi concernés par les articles L. 511-1 à 9 du Code de l'environnement relatifs aux installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE).

4.1. Avant les opérations de dragage : Loi sur l'Eau et les Milieux Aquatiques (LEMA)

La loi sur l'eau et les milieux aquatiques, dit LEMA, du 30 décembre 2006 (consolidée par les lois 2008-1425 du 27 décembre 2008 et 2010-788 du 12 juillet 2010) est la transposition directe en droit français de la DCE.

4.1.1. Sédiments continentaux

Le dragage étant soumis à déclaration ou autorisation par le préfet (articles L. 214-1 à 6 du Code de l'environnement), l'Arrêté du 30 Mai 2008 prévoit qu'il est nécessaire, avant le début des opérations de dragage, d'effectuer plusieurs analyses *in situ* concernant la colonne d'eau, la phase solide et les eaux interstitielles. Sont donc analysées, les teneurs en 8 ETM sélectionnés, en 16 HAP sélectionnés et en PCB (total de 7 congénères sélectionnés). Selon les

contextes locaux, l'analyse d'autres substances peut être rendue obligatoire par arrêté préfectoral.

Tableau 1. *Seuils S1 définis par l'arrêté du 9 Août 2006*

Paramètres	seuil S1 (mg/kg Sédiments Secs sur la fraction <2mm)
As	30
Cd	2
Cr	150
Cu	100
Hg	1
Ni	50
Pb	100
Zn	300
HAP totaux (16 définis par l'US EPA)	22,8
PCB totaux (7 usuels)	0,68

Pour aider à déterminer si les sédiments dragués peuvent être remis en suspension, ces teneurs sont comparées aux seuils S1 (Tableau 1) défini dans le cadre de la LEMA par l'arrêté du 9 Août 2006 en référence à des valeurs plutôt déterminées sur base écotoxicologique (Mouvet, 2012). Ces seuils réglementaires sont utilisés pour statuer du devenir immédiat du sédiment et ne peuvent en aucun cas être suffisant pour évaluer l'impact sur les milieux aquatiques des opérations de dragage et d'une remise en suspension, comme le rappelle le SDAGE Rhône-Méditerranée 2010-2015. Si le seuil S1 est dépassé la remise en suspension peut être interdite sous réserve que ce choix soit le moins dommageable pour l'environnement. Ces seuils sont donnés en mg par kg de sédiments secs pour la fraction de sédiment de granulométrie inférieure à 2 millimètres.

4.1.2. *Sédiments marins et estuariens*

La circulaire n° 2000-62 du 14 Juin 2000, relative aux conditions d'utilisation du référentiel de qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire, prévoit que les propriétés physiques, chimiques et biologiques des sédiments marins et estuariens doivent être étudiées. La qualité des sédiments marins et estuariens est appréciée au regard des seuils N1 et N2 définis par l'arrêté du 9 Août 2006 sur la base d'un traitement statistiques des données physico-chimiques (Mouvet, 2012).

Tableau 2. Seuils N1 et N2 définis par l'arrêté du 9 Août 2006 et les modifications des Arrêtés du 23 Décembre 2009 et du 17 Juillet 2014

Paramètres	seuils en mg/kg de Sédiments Secs sur la fraction <2mm	
	N1	N2
As*	25	50
Cd*	1,2	2,4
Cr*	90	180
Cu*	45	90
Hg*	0,4	0,8
Ni*	37	74
Pb*	100	200
Zn*	276	552
PCB 28*	0,005	0,01
PCB 52*	0,005	0,01
PCB 101*	0,01	0,02
PCB 118*	0,01	0,02
PCB 138*	0,02	0,04
PCB 153*	0,02	0,04
PCB 180*	0,01	0,02
TBT**	0,1	0,4
Naphtalène***	0,16	1,13
Acénaphène***	0,015	0,26
Acénaphthylène***	0,04	0,34
Fluorène***	0,02	0,28
Anthracène***	0,085	0,59
Phénanthrène***	0,24	0,87
Fluoranthène***	0,6	2,85
Pyrène***	0,5	1,5
Benzo(a)anthracène***	0,26	0,93
Chrysène***	0,38	1,59
Benzo(b) fluoranthène***	0,4	0,9
Benzo(k) fluoranthène***	0,2	0,4
Benzo(a)pyrène***	0,43	1,015
Dibenzo (a, h) anthracène***	0,06	0,16
Benzo(g,h,i)pérylène***	1,7	5,65
Indéno (1, 2,3-cd) pyrène***	1,7	5,65

* présent initialement dans l'Arrêté du 9 Aout 2006

**Ajouté par l'Arrêté du 23 Décembre 2009

***Ajouté par l'Arrêté du 17 juillet 2014

Ces niveaux ont été déterminés d'après les travaux du groupe GEODE. Ces niveaux sont donnés en mg de polluant par kg de sédiment sec pour la fraction de sédiment donc la granulométrie ne dépasse pas 2 mm dans le Tableau 2.

Ces niveaux ont été intégrés au droit en 3 fois, par l'arrêté du 9 août 2006 pour les ETM et les PCB, par l'arrêté du 23 décembre 2009 pour le TBT et par l'arrêté du 17 juillet 2014 pour les HAP. Ces seuils de gestion réglementaires ne permettent pas à eux seuls d'interdire l'immersion d'un sédiment. Le dépassement de ces seuils déclenche des analyses complémentaires sur le sédiment ainsi que pour le milieu de rejet souhaité. L'immersion est susceptible d'être interdite pour un sédiment présentant un dépassement du niveau N2 pour au moins un paramètre, sous réserve que l'interdiction soit effectivement la solution la moins dommageable pour l'environnement.

4.2. Gestion à terre des sédiments : Loi sur les déchets

4.2.1. Attribution du statut de déchet aux sédiments

En application de la directive cadre sur les déchets, les sédiments gérés à terre ont le statut de déchet. Par ailleurs, le décret n°2010-369 du 13 avril 2010 stipule que la gestion à terre des sédiments est réglementée au titre de la législation relative aux ICPE.

La loi du 15 Juillet 1975 définit les déchets comme étant « le résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement tout bien meuble abandonné ou que son destinataire destine à l'abandon ». Elle s'applique aux boues de dragage dans le sens où elles sont le résidu de l'utilisation des cours d'eau, canaux, ports, etc. puisqu'il est nécessaire de les draguer pour maintenir un tirant d'eau convenable. Ces boues ne sont pas destinées d'office à être valorisées et sont donc des déchets.

Les boues de dragage sont définies par la nomenclature du décret n° 2002-540 du 18 avril 2002, dans la sous-rubrique 17-05 : «terres, cailloux et boues de dragage».

4.2.2. Définition de la dangerosité des sédiments

La Directive Cadre Déchets n°2008/98/CE du 19 Novembre 2008 du Parlement Européen et du Conseil de l'Union Européenne transposé en droit français dans le Code de l'Environnement (articles R541-8 et R541-10) prévoit de distinguer la sous rubrique 17-05 en :

- 17-05-05* : boues de dragage contenant des substances dangereuses et
- 17-05-06 : boues de dragage autres que celles visées à la rubrique 17-05-05*.

Les boues de dragage répondant à la description 17-05-05* sont des déchets dangereux de par la décision n°2014/955/UE et doivent respecter la législation spécifique à la gestion de déchets dangereux. Étant donné que les sédiments sont classifiés par une entrée miroir, il est nécessaire d'en évaluer la dangerosité. En application de la directive européenne cadre sur les déchets, traduite dans le droit français par l'article R. 541-8 du code de l'environnement, la dangerosité des déchets et par extension des sédiments, est évaluée suivant 15 critères noté H1 à H15. Afin d'éviter la confusion avec les mentions de danger notées Hxxx en conformité avec le règlement CLP (n° 1272/2008 du Parlement européen relatif à la classification, à l'étiquetage et à l'emballage des substances chimiques et des mélanges) ces critères sont notés HP1 à HP15 depuis l'arrêté du 1^{er} juin 2015, ils sont détaillés dans le Tableau 3. Un déchet est déclaré dangereux lorsqu'au moins un de ces critères lui est attribué.

Tableau 3. Critères de danger d'après l'Annexe 1 de l'article R541-8 du code de l'environnement

Code	Intitulé	Définition
HP 1*	Explosif	pouvant exploser sous l'effet de la flamme ou qui sont plus sensibles aux chocs ou aux frottements que le dinitrobenzène
HP 2*	Comburant	au contact d'autres substances, notamment de substances inflammable présentent une réaction fortement exothermique
HP 3-A*	Facilement inflammable	- à l'état liquide (y compris les liquides extrêmement inflammables), dont le point d'éclair est inférieur à 21 °C, ou - pouvant s'échauffer au point de s'enflammer à l'air à température ambiante sans apport d'énergie, ou - à l'état solide, qui peuvent s'enflammer facilement par une brève action d'une source d'inflammation et qui continuent à brûler ou à se consumer après l'éloignement de la source d'inflammation, ou - à l'état gazeux, qui sont inflammables à l'air à une pression normale,

		- qui, au contact de l'eau ou de l'air humide, produisent des gaz facilement inflammables en quantités dangereuses.
HP 3-B*	Inflammable	liquides, dont le point d'éclair est égal ou supérieur à 21 °C et inférieur ou égal à 55 °C
HP 4*	Irritant	non corrosives qui, par contact immédiat, prolongé ou répété avec la peau et les muqueuses, peuvent provoquer une réaction inflammatoire
HP 5*	Nocif	par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent entraîner des risques de gravité limitée
HP 6*	Toxique	par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent entraîner des risques graves, aigus ou chroniques, voire la mort
HP 7*	Cancérogène	par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire le cancer ou en augmenter la fréquence
HP 8*	Corrosif	en contact avec des tissus vivants, peuvent exercer une action destructrice sur ces derniers
HP 9	Infectieux	matière contenant des micro-organismes viables ou leurs toxines, dont on sait ou dont on a de bonnes raisons de croire qu'ils causent la maladie chez l'homme ou chez d'autres organismes vivants
HP 10*	Toxique pour la reproduction	par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire ou augmenter la fréquence d'effets indésirables non héréditaires dans la progéniture ou porter atteinte aux fonctions ou capacités reproductives.
HP 11*	Mutagène	par inhalation, ingestion ou pénétration cutanée, peuvent produire des défauts génétiques héréditaires ou en augmenter la fréquence.
HP 12	Dégagement toxique	au contact de l'eau, de l'air ou d'un acide, dégagent un gaz toxique ou très toxique.
HP 13	Sensibilisant	par inhalation ou pénétration cutanée, peuvent donner lieu à une réaction d'hypersensibilisation telle qu'une nouvelle exposition à la substance ou à la préparation produit des effets néfastes caractéristiques.
HP 14	Écotoxique	présentent ou peuvent présenter des risques immédiats ou différés pour une ou plusieurs composantes de l'environnement.
HP 15**	susceptibles, après élimination, de donner naissance, par quelque moyen que ce soit, à une autre substance, par exemple un produit de lixiviation, qui possède l'une des caractéristiques énumérées ci-avant	

*Décret 2002-540 du 18 avril modifié par le décret 2007-1467 2007/10/12 art. 4 JORF 16 octobre 2007

**Décret n°2011-828 du 11 juillet 2011 - art. 8

Pour l'ensemble de ses critères, l'Ineris propose une méthodologie commune d'évaluation (Hennebert et al., 2013c; Rebischung et al., 2016) exposée sur la Figure 2. Cette méthodologie consiste à commencer par vérifier si la rubrique attribuée au déchet évalué par la nomenclature du décret n° 2002-540 du 18 avril 2002 ne renvoie pas à un déchet considéré comme toujours dangereux ou toujours non dangereux. Lorsque le déchet étudié relève d'une entrée miroir (ce qui est le cas des sédiments) ou que l'on ne peut pas lui attribuer de

code il est indispensable d'étudier les critères HP1 à HP15. Pour cette vérification, la stratégie change selon que l'on présume a priori que le déchet étudié est dangereux ou non dangereux. Si l'on veut vérifier qu'un déchet est dangereux, un ordre stratégique de vérification est établi en fonction de ce que l'on connaît du déchet et les tests sont effectués en cascade, sinon c'est une étude exhaustive qui est entreprise.

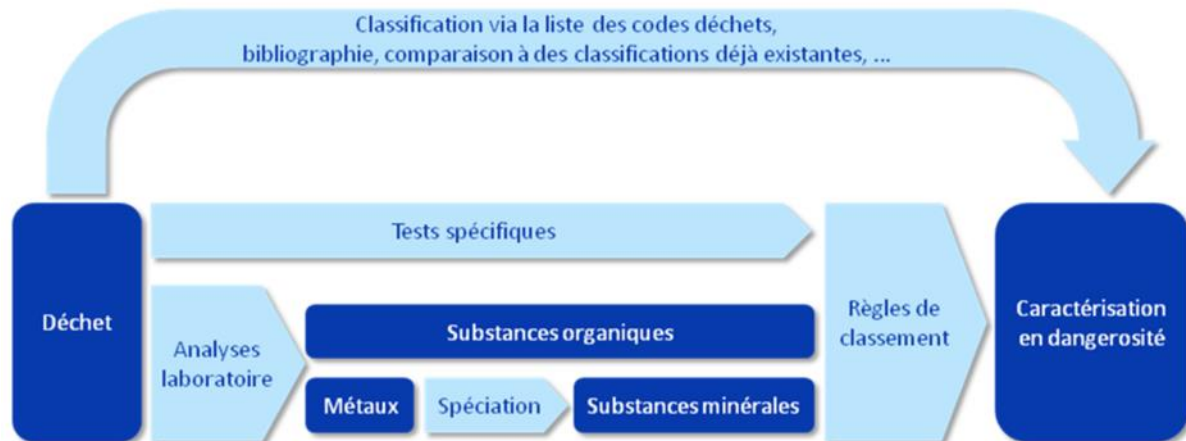


Figure 2. Méthodologie de caractérisation de la dangerosité des déchets (Hennebert et al., 2013c; Rebischung et al., 2016)

Les critères HP1, HP2, HP3, HP12 et HP14 font l'objet de tests spécifiques dont la pertinence peut être évaluée en fonction des connaissances dont on dispose sur le déchet évalué. Pour les sédiments, il n'est pas jugé pertinent d'étudier les critères HP1, HP2 et HP3 puisqu'ils ne contiennent ni groupes réactifs, ni mélanges de bromate de potassium et de cellulose et qu'ils ne contiennent pas non plus de matériaux pyrophoriques (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014). Pour l'évaluation du critère HP12, il n'y a pas, à ce jour, de méthode d'évaluation reconnue, l'utilisateur est libre de mener les essais qu'il juge nécessaire pour évaluer ce critère en les justifiant. L'Ineris propose une méthode en 3 étapes pour l'évaluation de ce critère. Dans un premier temps, il est demandé de mesurer le volume de gaz émis lors d'une mise en contact avec un acide. Puis, si un volume suffisant est mesuré, certains gaz cibles (PH₃, HCN, HF, H₂S, SO₂, HCl, Cl₂) sont identifiés par colorimétrie. Finalement, si un de ces gaz est détecté, les espèces émettrices initiales sont recherchées dans le déchet (Hennebert et al., 2015). Les tests spécifiques à l'évaluation du critère HP14 sont détaillés plus loin.

Pour l'évaluation des critères HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10, HP11 et HP13, des analyses en éléments et substances totaux sont menées sur le déchet en suivant la norme expérimentale XP X30-489 (AFNOR, 2013). Il est ensuite nécessaire de passer de la composition en éléments à la composition en substances pour classer le déchet (Hennebert et al., 2013a). La spéciation des différents minéraux obtenus est étudiée selon différentes méthodes décrites dans le fascicule de documentation de l'AFNOR FD X30-494 (AFNOR, 2015). Il s'agit de conjecturer la spéciation des éléments chimiques présents dans les sédiments sur la base des analyses réalisées. Il y a alors 3 façons de procéder en fonction de ce qui est connu et pertinent pour le déchet étudié, le calcul « pire cas », le calcul « pire cas avec information » et la « spéciation vraie » (Hennebert et al., 2013a, 2013c; Rebischung et al., 2016). Il est conseillé de hiérarchiser ses méthodes de façon à réduire le nombre d'analyse à effectuer (AFNOR FD X30-494, 2015). Plus précisément, si le calcul « pire cas » permet un classement du déchet en « non dangereux », il n'est pas nécessaire d'aller plus loin. Le calcul « pire cas » consiste à conjecturer des substances présentes en fonction de ce que l'on connaît du contenu total en éléments en appliquant les règles de stœchiométrie et en favorisant les substances les plus dangereuses, c'est-à-dire celles pour lesquelles le seuil de tolérance est le plus bas. Dans le cas où ce calcul aboutit à un classement du déchet en « dangereux », on peut avoir recours au calcul « pire cas avec information ». Cette méthode est similaire à la précédente avec pour différence de prendre en compte les spécificités connues du déchet, en l'occurrence dans la majorité des cas, le pH, le potentiel redox ainsi que le procédé à l'origine du déchet, les connaissances sur des déchets similaires.

De la même façon qu'avec le calcul « pire cas », si le résultat de ce calcul permet un classement du déchet en « non dangereux », il n'est pas nécessaire d'aller plus loin. Dans le cas où le calcul aboutit à un classement du déchet en « dangereux », on peut approfondir les connaissances que l'on a du déchet pour aller vers la « spéciation vraie » via des méthodes analytiques et des calculs géochimiques prenant en compte le pH. Les substances organiques et minérales présentes dans le déchet sont ensuite classées selon le danger qu'elles représentent selon la nomenclature CLP, des règles de classement sont ensuite appliquées sur chaque critère de danger en fonction des différentes catégories de danger qui y sont rattachées (Rebischung et al., 2016).

Tableau 4. Règles de classement pour l'évaluation des critères de danger HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10, HP11 et HP 13 en fonction des catégories de danger des substances prises en compte (Rebischung et al., 2016)

Critère	Danger	Mentions, classes et catégories de danger des substances prises en compte dans les calculs	Valeurs seuils	Règles de classement
HP4	Irritant	H314 corrosif peau 1A	1%	Σ H314 1A \geq 1 %
		H318 endommagement yeux 1		Σ H318 \geq 10 %
		H315 irritation peau 2		Σ (H315 et H319) \geq 20 %
		H319 irritation yeux 2		
HP5	Toxicité pour un organe cible (STOT) et/ ou par aspiration	H370 STOT 1	-	max (H370) \geq 1 %
		H371 STOT 2		max (H371) \geq 10 %
		H335 STOT 3		max (H335) \geq 20 %
		H372 STOT 1		max (H372) \geq 1 %
		H373 STOT 2		max (H373) \geq 10 %
		H304 aspiration 1		max (H304) \geq 10 % Σ H304 \geq 10 % et viscosité cinématique globale du déchet à 40°C < 20,5 mm ² /s
HP6	Toxique	H300 aigüe voie orale 1	Catégories 1, 2 et 3 : 0,1 % Catégorie 4 : 1 %	Σ H300 1 \geq 0,1 %
		H300 aigüe voie orale 2		Σ H300 2 \geq 0,25 %
		H301 aigüe voie orale 3		Σ H301 \geq 5 %
		H302 aigüe voie orale 4		Σ H302 \geq 25 %
		H310 aigüe voie cutanée 1		Σ H310 1 \geq 0,25 %
		H310 aigüe voie cutanée 2		Σ H310 2 \geq 2,5 %
		H311 aigüe voie cutanée 3		Σ H311 \geq 15 %
		H312 aigüe voie cutanée 4		Σ H312 \geq 55 %
		H330 aigüe inhalation 1		Σ H330 1 \geq 0,1 %
		H330 aigüe inhalation 2		Σ H330 2 \geq 0,5 %
		H331 aigüe inhalation 3		Σ H331 \geq 3,5 %
		H332 aigüe inhalation 4		Σ H332 \geq 22,5 %
HP7	Cancérogène	H350 1A et 1B	-	max (H350) \geq 0,1 %
		H351 2		max (H351) \geq 1 %
HP8	Corrosif	H314 corrosif peau 1A, 1B et 1C	1%	Σ H314 \geq 5 %
HP10	Toxique pour la reproduction	H360 1A et 1B	-	max (H360) \geq 0,3 %
		H361 2		max (H361) \geq 3 %
HP11	Mutagène	H340 1A et 1B	-	max (H340) \geq 0,1 %
		H341 2		max (H341) \geq 1 %
HP13	Sensibilisant	H317	-	max (H317) \geq 10 %
		H334		max (H334) \geq 10 %

Ces règles de classement sont détaillées dans le Tableau 4. La valeur seuil est la valeur minimale pour que la substance soit prise en compte dans le calcul.

Pour l'évaluation des critères de danger HP9 et HP15, il n'y a pas de méthode d'évaluation reconnue ni par la réglementation ni par consensus des experts du domaine. Néanmoins, il est nécessaire d'évaluer ses critères pour la classification des déchets (Rebischung et al., 2016). Pour le critère HP9, en France, on considère les déchets prémunis du risque de présence de micro-organismes du au procédé en étant à l'origine comme « non dangereux » pour ce critère. Dans le cas contraire, les déchets sont considérés comme « dangereux » au regard du critère HP9 à moins d'être stérilisés. Le critère HP15 est pris en considération si son caractère évolutif pour les autres critères de danger est suspecté ou s'il contient des substances portant les mentions de danger H205 (danger d'explosion en masse en cas d'incendie), EUH001 (explosif à l'état sec), EUH019 (peut former des peroxydes organiques), et EUH044 (risque d'explosion si chauffé en ambiance confinée). En France, le critère HP15 n'est pas encore pris en considération.

4.2.3. *Évaluation du critère HP14*

L'évaluation du critère HP14 ne fait pas l'objet d'une réglementation mais est tout de même codifiée par une méthodologie spécifique officielle consistant en une batterie de tests écotoxicologiques. Il est aussi possible de le déterminer par le calcul selon des règles similaires à celles évoquées précédemment. Il est toutefois spécifié par la décision 2014/955/UE que le résultat obtenu via les essais écotoxicologiques prime sur le résultat obtenu par le calcul. On comprend cette primauté du fait que les essais écotoxicologiques, étant effectués directement sur le déchet, évaluent les effets directs du déchet (et donc des interactions synergiques et/ou antagonistes entre les différentes substances contenues). Le projet SEDIVALD a permis de mettre en évidence que des sédiments pouvaient être classés comme « non écotoxiques » par le calcul et être dangereux au regard du protocole HP14 faisant intervenir des bioessais (Garbolino et al., 2014).

Le premier protocole pour l'évaluation du critère HP14 appliqué aux déchets, dit « MATE 1998 » date de janvier 1998 et a été émis par le Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement (MATE), il s'appuyait sur des procédures élaborées par INSAVALOR-POLDEN en 1994 pour la Commission européenne. Ce protocole séparait les analyses chimiques des essais écotoxicologiques dans le but de pouvoir s'arrêter aux tests chimiques seuls en cas de classement du déchet en déchet dangereux. Ce protocole est

amélioré en 2000, par la contribution d'une étude complémentaire menée à la demande de l'ADEME par l'INERIS (Pandard, 2000). Cette étude permet le rehaussement du seuil pour les essais d'écotoxicité chronique de 0,1 à 1 % et propose aussi l'abandon de la partie concernant les analyses chimiques.

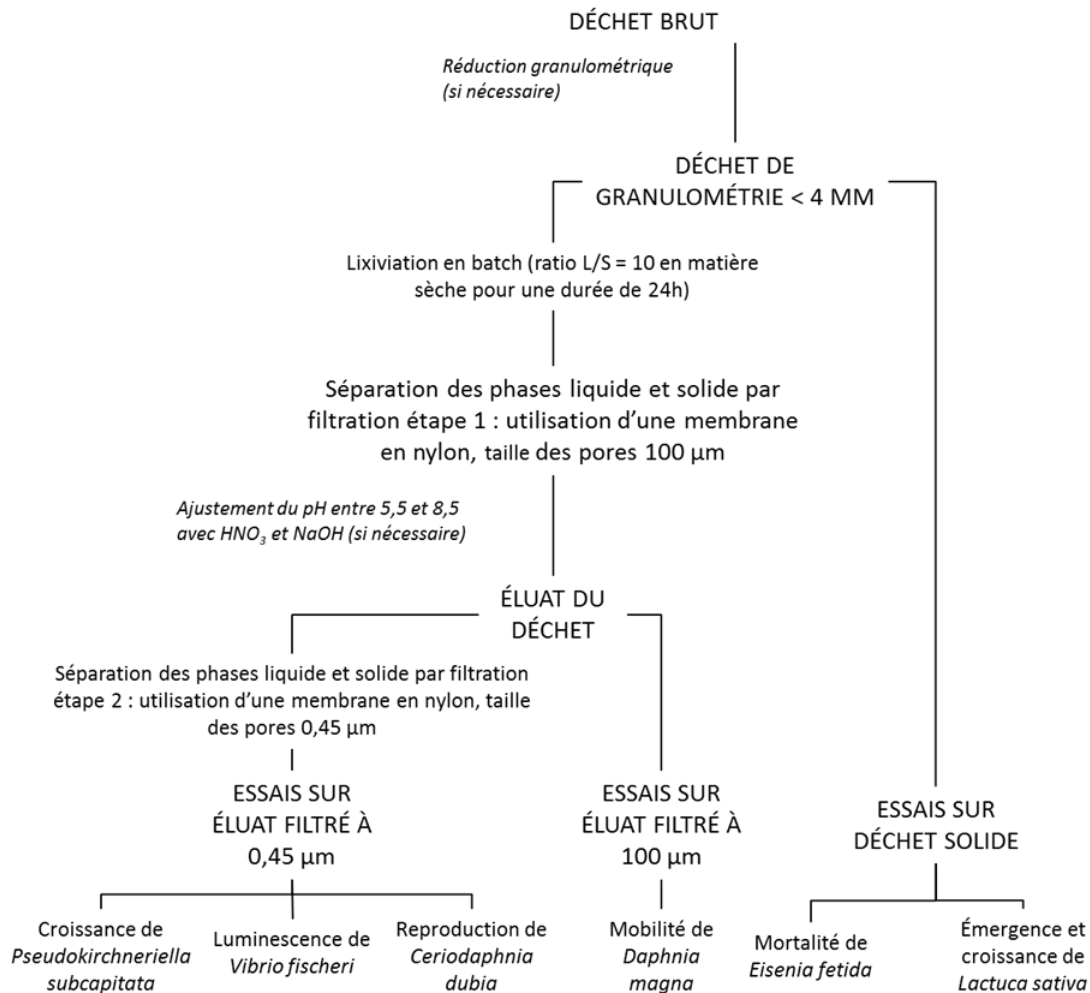


Figure 3. Protocole de caractérisation de la propriété HP14 utilisé actuellement pour les déchets (Pandard et al., 2006)

La méthode mise en œuvre aujourd'hui pour les déchets hors sédiments, bien qu'elle n'ait pas de statut réglementaire, est la proposition INERIS (Pandard et al., 2006), elle est détaillée par le logigramme en Figure 3. Les bioessais proposés dans cette méthode sont détaillés dans le Tableau 5.

Tableau 5. Détails des essais écotoxicité préconisés pour le HP14 dans la méthode INERIS (Pandard et al., 2006)

Organismes	type de toxicité	Paramètre mesuré	Expression des résultats	Seuils de classement en "déchet dangereux"	Durée du test	Références normatives
<i>Pseudokirchneriella subcapitata</i> (micro-algues)	Chronique	Inhibition de la croissance	CE20	< 1 %	3 j	NF EN ISO 8692 (2012)
<i>Vibrio fischeri</i> (bactéries)	Aigüe	Inhibition de la luminescence	CE50	< 10 %	30 min	NF EN ISO 11348-3 (2009) en cours de révision
<i>Ceriodaphnia dubia</i> (micro-crustacé)	Chronique	Inhibition de la reproduction	CE20	< 1 %	7 j	NF ISO 20665 (2009)
<i>Daphnia magna</i> (micro-crustacé)	Aigüe	Inhibition de la mobilité	CE50	< 10 %	48 h	NF EN ISO 6341 (2012)
<i>Eisenia fetida</i> (vers de terre)	Aigüe	Mortalité	CE50	< 10 %	14 j	NF EN ISO 11268-1 (2015)
<i>Lactuca sativa</i> (végétal)	Aigüe	Émergence puis inhibition de la croissance	CE50	< 10 %	14 j	NF EN ISO 11269-2 (2013)

La FNADE (Fédération Nationale des Activités de la Dépollution et de l'Environnement), propose de suivre un ordre logique pour la réalisation des tests écotoxicologiques, afin d'éviter de réaliser toute la batterie de tests en cas d'effets toxiques observés permettant un classement du déchet « dangereux ». Il est aussi proposé de remplacer le test chronique sur *Ceriodaphnia dubia* (crustacé) d'une durée de 7 jours par le test chronique sur *Brachionus calyciflorus* (rotifère) d'une durée de 48 heures toujours dans le but de raccourcir le protocole et d'en réduire le coût final (Bazin and Vernus, 2014).

Une première version spécifique de ce protocole est proposée pour les sédiments marins dans le cadre du projet SEDIMARD 83. Puis ce protocole est enrichi et mis à jour par le ministère en charge de l'écologie et le BRGM. Ce protocole adapté prend en compte la spécificité du sédiment en tant que déchet, notamment la nature saline des sédiments marins. Les chlorures présents naturellement dans l'eau de mer ayant le statut de substances non dangereuses pour la directive européenne 67/548/CEE, ils sont éliminés par centrifugation (9 000 rpm, 8 150 G). Afin de garder un protocole unique pour tous les

sédiments quelle que soit leur origine, l'ensemble des sédiments soumis à ce protocole passe par une étape de centrifugation. Les tests sont ensuite effectués sur un éluat filtré à 0,45 µm issu d'une lixiviation de ratio L/S de 10.

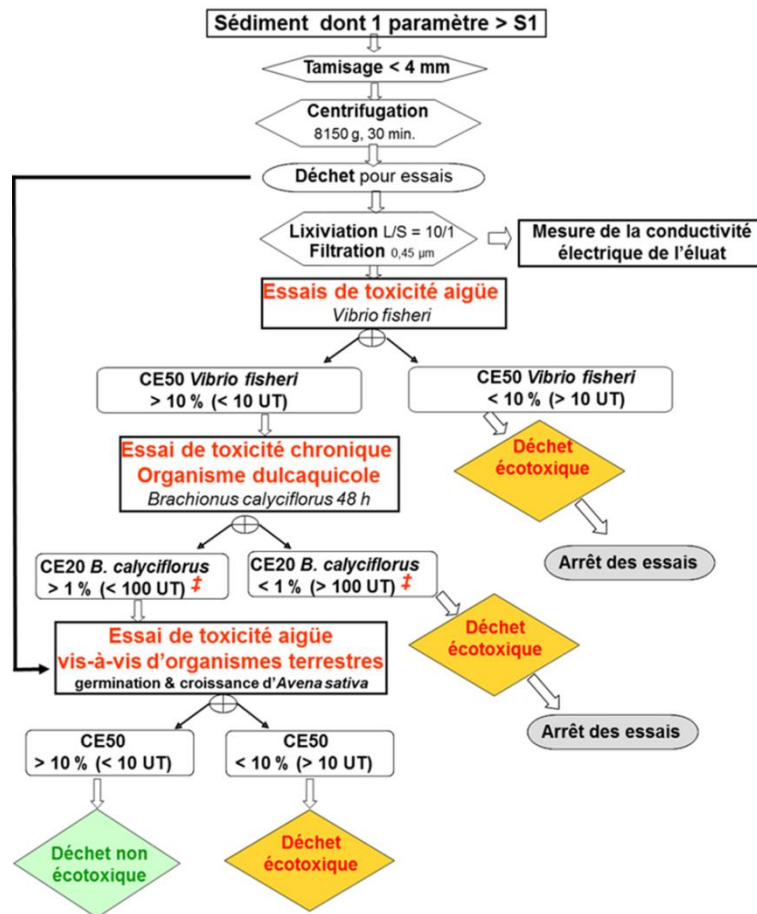


Figure 4. Protocole HP14 appliqué actuellement pour les sédiments (Mouvet, 2012)

La composition chimique du sédiment étant établie par ailleurs (notamment pour la caractérisation des autres critères de dangerosité), ce nouveau protocole s'applique aux sédiments pour lesquels la teneur d'au moins une substance d'intérêt dépasse les seuils S1 auquel s'ajoute la valeur du seuil N1 pour le TBT (Rebischung et al., 2016). Le seuil S1 s'appliquant ici indépendamment de la provenance des sédiments de sorte à conserver une valeur unique. Par ailleurs, le seuil S1 semble d'avantage pertinent que les seuils N1 et N2 pour ce protocole puisqu'il est basé sur des résultats écotoxicologiques alors que les seuils N1 et N2 résultent en grande partie du traitement statistique d'analyses physico-chimiques (Mouvet, 2012).

Les eaux interstitielles font l'objet d'un essai de toxicité aigüe sur les bactéries marines *Vibrio fischeri* pour s'assurer de leur non toxicité avant leur élimination. Ces essais sont réalisés successivement de façon à pouvoir interrompre le protocole avant son terme si un des essais permet de classer le sédiment en « déchet dangereux ». Ce protocole est décrit par le logigramme présenté sur la Figure 4.

Pour ce protocole, un seul bio essai est conservé par étape :

- pour la toxicité aigüe sur éluat : inhibition de la luminescence de *Alivibrio fischeri* NF EN ISO 11348-3 (2009),

- pour la toxicité chronique sur éluat : inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* (rotifères planctoniques) NF ISO 20666 (2009) le seuil à ne pas dépasser pour le CE20 étant de 1 % après 48 h,

- et pour la toxicité aigüe sur la matrice solide : Émergence puis inhibition de la croissance d'*Avena sativa* NF EN ISO 11269-2 (2013).

Les dernières propositions pour l'optimisation de ce protocole consistent à alléger les essais écotoxicologiques en les réalisant aux concentrations seuil et maximale plutôt qu'à une gamme complète de concentrations. Il est aussi proposé de réaliser les essais végétaux en microplaques en observant l'inhibition sur la croissance racinaire plutôt que sur la partie aériennes des plantes. Ces modifications permettent de réduire la quantité de sédiments nécessaire aux bioessais, d'accélérer l'application du protocole et donc d'en diminuer le coût (Bazin and Vernus, 2014; Garbolino et al., 2014). Le protocole de cette version optimisée est présenté sur la Figure 5.

D'après le BRGM (Mouvet et al., 2013), après application du protocole HP14 sur un ensemble de sédiments représentatif des sédiments français (27 sédiments d'origine continentale et 20 sédiments d'origine portuaire), aucun des sédiments continentaux testé n'a pu être classé comme dangereux de cette manière. Par ailleurs, 4 sédiments marins uniquement ont été classés dangereux « écotoxique » après application de ce protocole et représentent 100 000 m³. D'après PROVADEMSE (Bazin and Vernus, 2014), le critère HP14 tel qu'il est établi permet de faire la distinction réglementaire entre déchets dangereux et non dangereux mais n'est pas suffisant pour détecter la toxicité des sédiments, en particulier leur éventuelle toxicité chronique. Il est donc nécessaire d'établir des protocoles de toxicité

complémentaires permettant de sélectionner les filières de valorisation envisagées. Il reste nécessaire d'effectuer une évaluation environnementale et sanitaire des risques en scénario pour chaque filière. Plusieurs expérimentations allant dans ce sens sont d'ores et déjà mises en œuvre par PROVADEMSE. Parmi elles, le changement du mode d'extraction aqueuse (percolation plutôt que lixiviation), la variation du ratio d'extraction (tests des ratios L/S=0,1, 1 et 10), la réalisation de bioessais plus sensibles (croissance ostracodes, myriophylles, test vers de terre) sont testés.

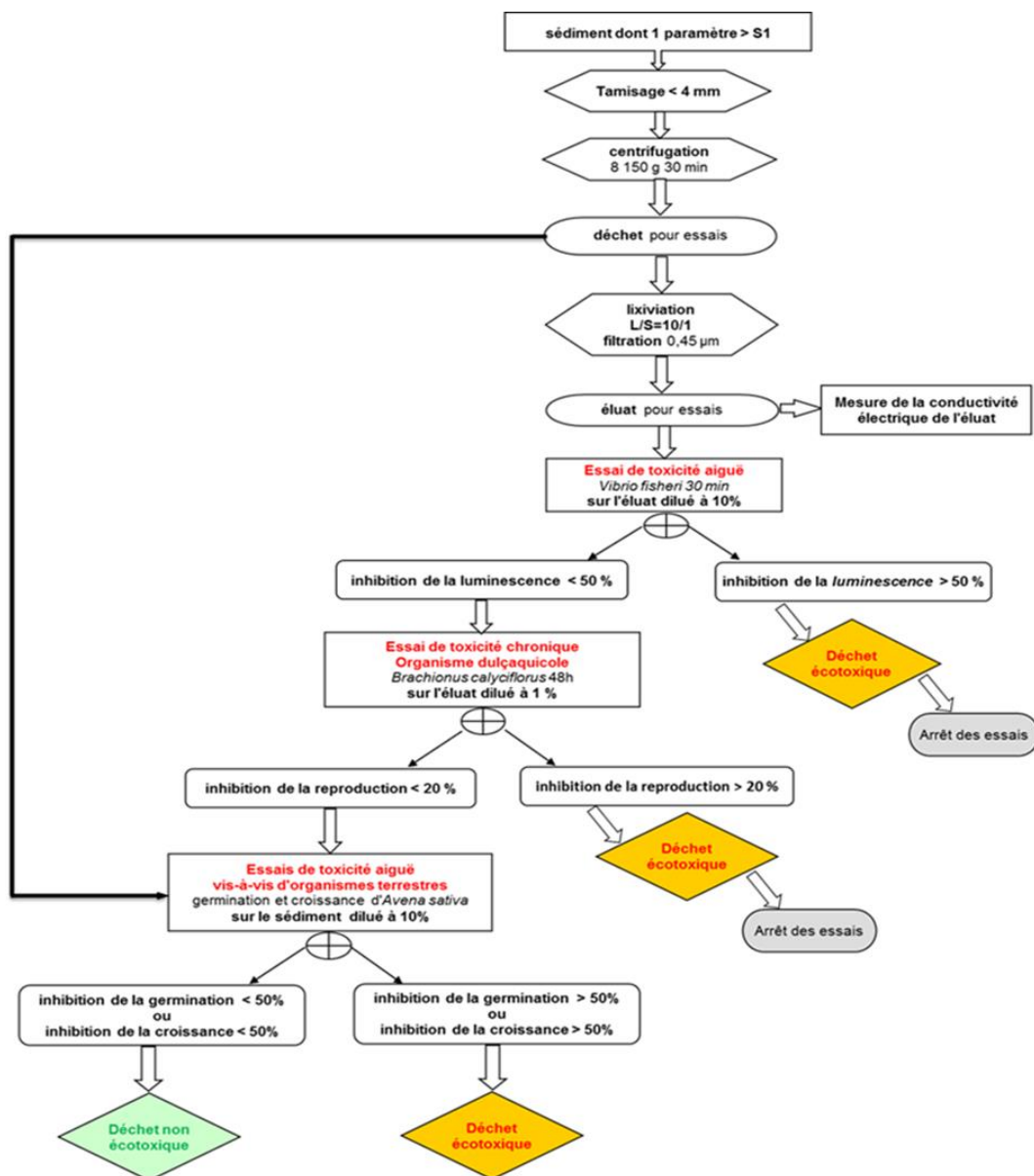


Figure 5. Proposition d'optimisation du protocole HP14 pour les sédiments (Bazin and Vernus, 2014)

4.2.4. Définition du caractère inerte

D'après l'article R.541-8 du code de l'environnement, «Est considéré comme inerte tout déchet qui ne subit aucune modification physique, chimique ou biologique importante, qui ne se décompose pas, ne brûle pas, ne produit aucune réaction physique ou chimique, n'est pas biodégradable et ne détériore pas les matières avec lesquelles il entre en contact d'une manière susceptible d'entraîner des atteintes à l'environnement ou à la santé humaine».

4.2.5. Critères d'acceptation en installations de stockage

L'annexe II de l'arrêté du 28 octobre 2010 (remplacé par l'arrêté du 12 décembre 2014) relatif aux Installations de Stockage de Déchets Inertes (ISDI) donne des seuils à ne pas dépasser en contenu total et en éléments relargués par lixiviation ; ces derniers sont récapitulés dans le Tableau 6. Lorsque les valeurs limites pour les chlorures, les sulfates ou la fraction soluble sont dépassés dans l'éluat, il est toujours possible d'admettre le déchet en ISDI s'il respecte soit les limites en chlorures et sulfates soit la limite en fraction soluble.

Ces seuils peuvent aussi bénéficier d'une certaine souplesse en vertu de l'article 10 de l'arrêté du 28 octobre 2010 sous condition d'une étude à l'appui, par arrêté préfectoral, le seuil du COT en contenu total peut être multiplié par 2 et les seuils de relargage dans l'éluat (hors COT) peuvent être multipliés par 3. Si la limite d'admission en ISDI est tout de même dépassée pour les sulfates dans l'éluat, il est possible de réaliser l'essai de lixiviation normalisé en percolation ascendante selon la norme NF EN 14405 (2017). Au terme de cet essai, le sédiment peut être admis en ISDI au regard du relargage en sulfate si la teneur en sulfate dans la première fraction (ratio L/S cumulé de 0,1) ne dépasse pas 1500 mg/kg de matière sèche et si la teneur en sulfate totale (ratio L/S cumulé de 10) ne dépasse pas 6000 mg/kg de matière sèche. Si c'est la teneur en COT de l'éluat qui est trop élevée pour que le sédiment soit admis en ISDI, il est possible, lorsque le pH de l'éluat n'est pas compris entre 7,5 et 8, de recommencer le test en fixant le pH. En plus de ces seuils à respecter, il est nécessaire, et ce pour toutes les installations de stockage des déchets, que les sédiments ne présentent pas de radioactivité, qu'ils ne soient pas fermentescibles, qu'ils ne présentent pas de risques infectieux et qu'ils ne soient pas pulvérulents.

Tableau 6. Récapitulatif des différents paramètres à respecter dans le sédiment et dans l'éluat pour chaque installation de stockage envisagée (mg/kg MS)

Paramètres	Seuils stockage de déchets Inertes (ISDI)*	Seuils stockage de déchets non dangereux (ISDND)**	Seuils stockage de déchets dangereux (ISDD)***	Seuils stockage de sédiment dangereux (ISDS)****
Paramètres physiques				
Siccité	>30%	>30%	>30%	-
Température	< 60°C	< 60°C	< 60°C	-
pH	-	≥ 6	entre 4 et 13	≥ 6
Contenu total				
BTEX	6	-	-	-
HAP	50	-	-	-
HCT	500	2500	50000	-
PCB	1	50	50	-
COT	30 000	50 000	60 000	50 000
Éluat NF EN 12457-2 (2002)				
COT	500	800	1000	800
Fraction soluble globale	4000	60 000	100 000	60 000
As	0,5	2	25	2
Ba	20	100	300	100
Cd	0,04	1	5	1
Cr total	0,5	10	70	10
Cu	2	50	100	25
Hg	0,01	0,2	2	0,2
Mo	0,5	10	30	10
Ni	0,4	10	40	10
Pb	0,5	10	50	10
Sb	0,06	0,7	5	0,7
Se	0,1	0,5	7	0,5
Zn	4	50	200	50
Chlorures	800	15 000	25 000	15 000
Fluorures	10	150	500	150
Sulfates	1000	20 000	50 000	20 000
Indice phénols	1	3	1000	-

*Arrêté du 28 octobre 2010 abrogé et remplacé par l'arrêté du 12 décembre 2014

**Arrêté du 9 septembre 1997 modifié par arrêté du 12 mars 2012, modifié par l'arrêté du 15 février 2016

***Arrêté du 30 décembre 2002 modifié par l'arrêté du 10 octobre 2012

**** Arrêté du 15 février 2016 relatif aux installations de stockage de déchets de sédiments

Si le sédiment est dangereux (selon au moins l'un des critères HP), il pourra être admis en installation de stockage de déchets dangereux (ISDD) à condition de respecter les seuils de relargages définis par l'arrêté du 30 décembre 2002 modifié par l'arrêté du 10 octobre 2012 (Tableau 6). À noter, toutefois, que les déchets dangereux au regard des critères HP1, HP2 et HP3 ne peuvent pas être admis en ISDD. Si un sédiment non dangereux ne respecte pas les conditions pour être admis en ISDI, il peut être admis en installation de stockage de déchet non dangereux (ISDND) sous réserve d'en respecter les conditions d'admission présentées dans le Tableau 6. Les limitations dans le temps et en volumes ainsi que les limites déclaration/ autorisation sont décrites par l'arrêté du 6 juillet 2011 modifié par l'arrêté du 12 décembre 2014.

Depuis l'arrêté du 15 février 2016, il existe des installations de stockage de déchet sédiment (ISDS), qui admettent les boues de dragage et de curage de façon spécifique. Des conditions ont été fixées en ce qui concerne l'admission de sédiment dangereux au sens du Code de l'Environnement. Ces conditions sont présentées dans le Tableau 6.

4.3. Valorisation des sédiments

Au sens de l'article L541-1-1 du Code de l'Environnement, la valorisation de déchet regroupe toutes les opérations permettant l'utilisation du déchet à la place d'une substance, matière ou produit à une fin particulière. En ce sens, le traitement des déchets ne peut être qualifié de valorisation que s'il a pour but de permettre son utilisation ultérieure, sinon, le traitement s'intègre au processus d'élimination. Le recyclage désigne l'ensemble des opérations de valorisation à l'exception des opérations de valorisation énergétiques, des opérations ayant pour fins la transformation du déchet en combustible et les opérations de remblayage. La réutilisation est un cas particulier du recyclage. Elle concerne les opérations de valorisation permettant l'utilisation d'un déchet aux fins de ses fonctions initiales. La notion de fonction initiale peut exclure les sédiments de ce type de valorisation. Dans le cas des sédiments marins, leur utilisation pour la conservation du domaine maritime est considérée comme une réutilisation par la DREAL.

Il existe une hiérarchie à appliquer dans les méthodes de gestion du déchet. Cette hiérarchie, décrite par l'article L 541-1 du Code de l'Environnement donne un ordre, y compris parmi les opérations de valorisation. Cette hiérarchie est retranscrite sur la Figure 6.

Chaque filière de valorisation impose des conditions sur les déchets à valoriser. Dans le cas des sédiments, il pourra être nécessaire de déterminer la dangerosité, le relargage, via des tests de conformité, voire de réaliser une évaluation environnementale de l'ouvrage de valorisation selon l'application de la norme AFNOR NF EN 12 920 +A1 (2008). La valorisation doit d'une part répondre à un besoin et d'autre part ne pas constituer un danger pour l'environnement au moment de sa mise en œuvre ou plus tard (Mac Farlane and Abriak, 2004). Dans tous les cas, il est nécessaire d'assurer la traçabilité des sédiments utilisés et de respecter les guides et la législation existante (DREAL NPDC, plaquette 2012).

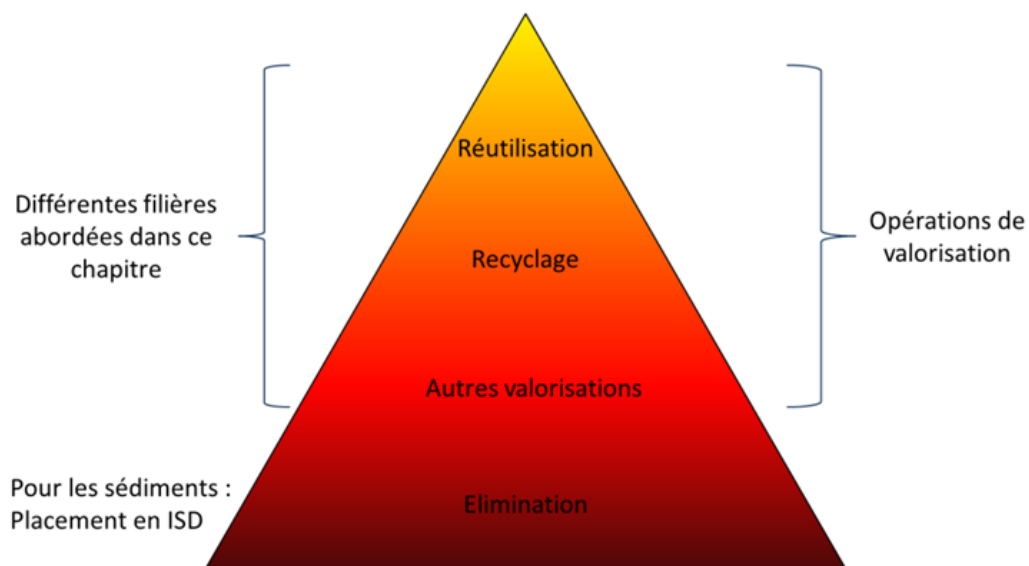


Figure 6. Hiérarchie des opérations de gestion des déchets d'après l'article L541-1 du Code de l'Environnement

Nous laisserons les sédiments dangereux de côté pour plusieurs raisons. La première étant qu'ils représentent un pourcentage infime de l'ensemble des sédiments produits, cette rareté implique qu'un traitement au cas par cas serait plus judicieux. Le fait qu'il s'agisse d'une très faible quantité de sédiment pose aussi problème pour la valorisation de masse avec des partenaires industriels. De plus, les traitements nécessaires pour pouvoir les

valoriser sans danger pour l'environnement peuvent se révéler coûteux. Les industriels n'ont donc pas d'intérêts à valoriser ce type de sédiment.

Il existe un panel relativement important de filières de valorisation possibles pour les sédiments. Les principales sont citées dans le Tableau 7.

Le choix de la filière de valorisation dépend de plusieurs paramètres réglementaires, techniques et logistiques (Figure 7). Dans un premier temps, le choix de la filière repose sur les caractéristiques techniques effectives du sédiment. En effet, pour une opération de valorisation, il est indispensable que le sédiment présente une disposition technique effective pour la filière. La valorisation ne peut pas avoir pour unique but de stocker des déchets.

Le choix de la filière passe aussi par les possibilités de valorisation à proximité. Dans un contexte de mise en avant de l'économie circulaire, il est indispensable de limiter au maximum les transports et de favoriser les circuits courts.

Tableau 7. Différentes filières de valorisation possibles pour les sédiments et le type de valorisation correspondant dans la hiérarchie établie par l'article L541-1 du Code de l'Environnement

Forme	Type de matériaux		Type de valorisation		
Monolithe	Produits de construction	Céramique		Recyclage	
		Brique		Recyclage	
		Béton	Blocs		Recyclage
			Chaussées réservoirs		Recyclage
			Béton de sable		Recyclage
			Coulis autocompactant		Recyclage
	Technique routière		Couche de fondation		Recyclage
			Couche de forme		Recyclage
			Couche de roulement		Recyclage
	Travaux maritimes			Recyclage	
Granulaire	Produits de construction	Incorporation dans la fabrication de ciment		Recyclage	
		Confection de granulat		Recyclage	
	Rechargement des plages			Réutilisation	
	Renforcement des berges			Réutilisation	
	Paysager	Eco-modélé		Recyclage	
		Comblement de carrières/ cavités naturelles		Autre valorisation	
		Couverture des ISD		Autre valorisation	
	Agronomique	Fertilisation		Recyclage	
		Structure du sol		Recyclage	

Il existe une méthodologie permettant de choisir une filière de valorisation adaptée aux caractéristiques techniques du sédiment et aux industries situées à proximité. Celle-ci étant développée par EDF à l'occasion d'un travail de thèse (Anger, 2014). Cette méthodologie s'appuie sur les caractéristiques techniques du sédiment (décrite par un nombre réduit de paramètre) afin d'y associer un niveau d'adéquation du sédiment à chaque filière de valorisation. En fonction des caractéristiques du sédiment, les filières les mieux adaptées sont ensuite localisées par rapport au gisement du sédiment à l'aide d'un SIG. Le gestionnaire peut donc faire son choix vis-à-vis de ces 2 paramètres.

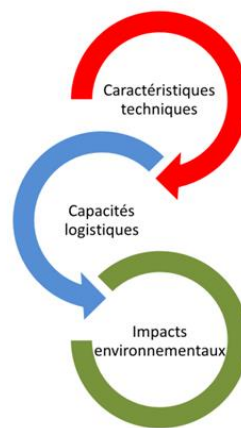


Figure 7. Déroulé des caractéristiques des sédiments et du territoire qui les produits pour le choix d'une filière de valorisation

La caractérisation des impacts environnementaux du sédiment pour la filière de valorisation donnée constitue l'ultime paramètre à prendre en compte pour le choix de la filière. On peut distinguer les filières de valorisation selon l'existence de réglementation définissant des critères techniques et environnementaux spécifiques les encadrant. À titre d'exemple, la valorisation de boue en épandage agricole bénéficie d'un cadre réglementaire précis tandis que les valorisations en produits (agronomiques, de construction, ...) pâtissent d'un vide réglementaire et de l'absence de méthodologies adaptées.

Lorsque le cadre réglementaire existe, les critères techniques et environnementaux à respecter y sont décrits. Dans le cas contraire, il est nécessaire de suivre les recommandations de la norme européenne NF EN 12920+A1 pour la mise en œuvre d'une méthodologie scientifique spécifique de vérification de l'innocuité environnementale.

4.4. Synthèse de la réglementation appliquée aux sédiments

Un schéma synthétique de la réglementation actuel est proposé en Figure 8. L'arrêté du 15 février 2016 relatif aux installations de stockage de déchet dangereux n'est pas représenté dans ce schéma mais pourrait s'y intégrer au niveau du cadre gris. Ces ISDS, soumises à autorisation, peuvent stocker des sédiments non dangereux comme dangereux (sous conditions voir Tableau 6). Les installations de stockage de déchets sédiments non dangereux destinés à valorisation pour une durée inférieure à 3 ans ne sont pas concernées.

Ce schéma retrace le parcours réglementaire des sédiments depuis les opérations de dragage jusqu'aux étapes de valorisation. Le premier cadre, vert, reprend la législation encadrant les opérations de dragage, à savoir au niveau communautaire la DCE (2000/DCE/CE) et la DCSMM (20008/56/CE) traduites en droit français par les dispositions de la LEMA (30 décembre 2006) et la circulaire n°2000-62 (14 juin 2000). Cette législation débouchant sur des seuils de qualités (seuils de l'arrêté GEODE 9 août 2006) permettant l'immersion ou non des sédiments.

Le second cadre, rouge, reprend la législation spécifique au sédiment en tant que déchet. Au niveau communautaire, la DCD (2008/97/CE) et la décision 2014/955/UE attribuent son code déchet aux sédiments et l'obligation d'en évaluer la dangerosité. L'Article R541-8 du Code de l'Environnement, traduit cette obligation et les modalités d'évaluation dans le droit français.

Le cadre bleu fait références aux législations sur le caractère inerte des déchets, décrit par l'article R541-8 du Code de l'Environnement. Les différents ISD présentés dans le cadre gris répondent aux arrêtés : Arrêté du 28 octobre 2010 (Abrogé et remplacé par l'arrêté du 12 décembre 2014, pour les ISDI), Arrêté du 9 septembre 1997 (Modifié par arrêté du 12 mars 2012, modifié par l'arrêté du 15 février 2016, pour les ISDND), Arrêté du 30 décembre 2002 (Modifié par l'arrêté du 10 octobre 2012, pour les ISDD) et Arrêté du 15 février 2016 relatif aux installations de stockage de déchets de sédiments (ISDS).

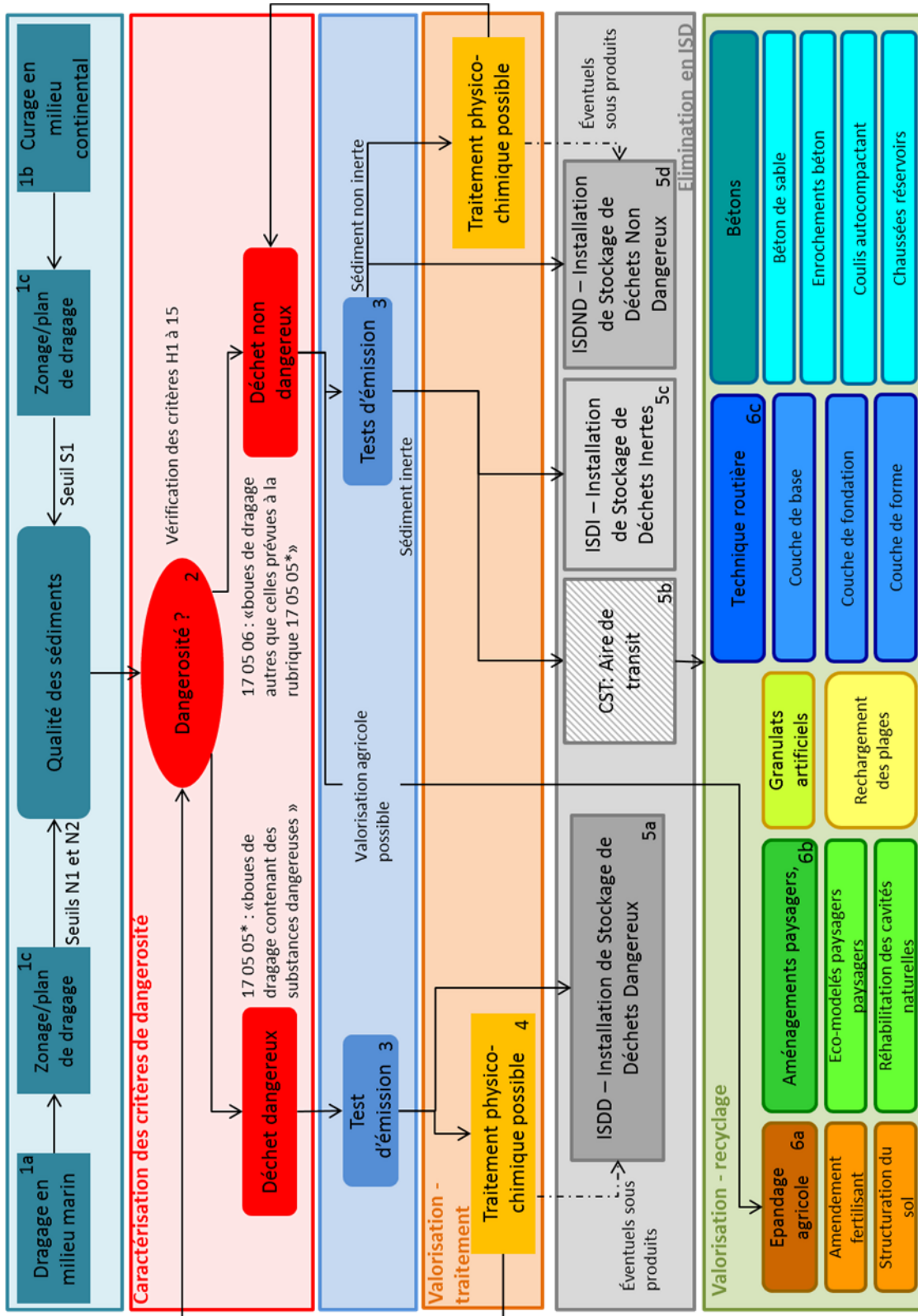


Figure 8. Schéma récapitulatif de la réglementation qui encadre la gestion des sédiments du dragage à leur entrée dans les différentes filières de valorisation

Chapitre II

Synthèse bibliographique

1. Caractéristiques des sédiments

D'après l'INRA (Schneider, 2001), les principales caractéristiques des sédiments sont leur granulométrie, leur composition minérale ainsi que leur teneur en eau et en matière organique.

1.1. Granulométrie

La dimension des grains détritiques est le critère général pour la classification des sédiments (Boulvain, 2017). La plupart des sédiments sont hétérogènes, c'est-à-dire qu'ils contiennent en leur sein plusieurs des fractions granulométriques décrites dans le Tableau 8.

Lorsque le sédiment se compose d'un mélange de sables, de limons et d'argiles, on utilise le diagramme proposé par Campy et Meybeck (1995) (Figure 9).

Tableau 8. Classification des sédiments en fonction de leur granulométrie

Diamètre des particules	Dénomination (Schneider, 2001)	Dénomination (Ramaroson, 2008)	Dénomination (Boulvain, 2017)
< 20 cm	Blocs	Blocs	
2 à 20 cm	Galets/ Cailloux	Galets/ Cailloux	
2 mm à 2 cm	Graviers	Graviers	Graviers
63 µm à 2 mm	Sables (grossiers et fins)	Sables (grossiers et fins)	Sables
20 µm à 63 µm			Silt
4 µm à 20 µm	Limons /silt	Limons /silt	
2 µm à 4 µm			
< 2 µm	Vases/ boues argileuses	Vases/ boues argileuses	Argiles

À partir des bases de données du Réseau de surveillance des Ports Maritimes (REPOM) et des projets PROPSÉD et SEDIMARD pour les sédiments marins et des données des Voies Navigables de France (VNF), des Agences de l'eau Adour Garonne, Artois Picardie, Loire Bretagne, Rhin Meuse, et Rhône Méditerranée Corse et du Service Public de la Wallonie (Belgique) pour les sédiments fluviaux, l'INERIS a établi des valeurs médianes des fractions granulométriques pour ces types de sédiments (Padox et al., 2010a, 2010b). Ces teneurs sont reportées dans le Tableau 9.

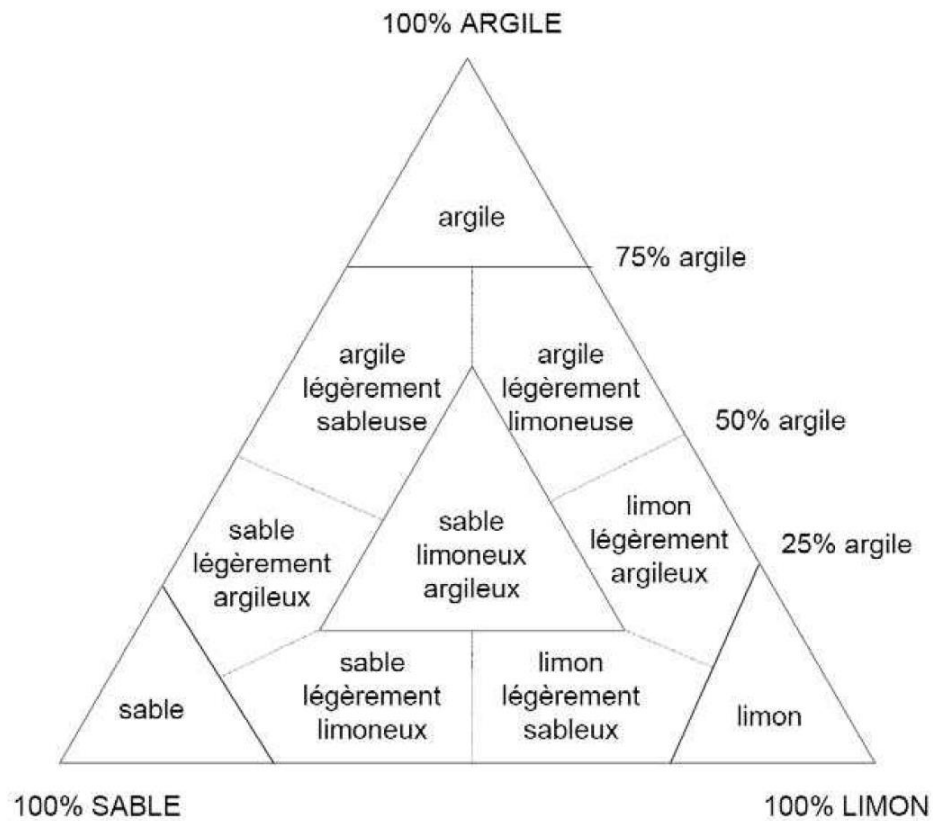


Figure 9. Classification des sédiments mal classés (Campy and Meybeck, 1995)

Si on applique le diagramme de la Figure 9, à ces profils médians, on constate que les sédiments fluviaux et marins médians sont principalement classés comme des limons légèrement sableux.

Tableau 9. Teneurs médianes des fractions granulométriques des sédiments marins et fluviaux en France et en Wallonie (Padox et al., 2010a, 2010b)

	Sédiments fluviaux	Sédiments marins
Argiles	11,90%	5,71%
Limons	52,30%	63,0%
Sables	29,50%	27,30%
Carbone Organique Total ¹	3,40%	3,40%
Azote de Kjeldahl ²		0,35%

La granulométrie des sédiments influe sur leur affinité avec les contaminants, certains éléments traces métalliques (ETM) comme Pb, Cr, Cd (Ujević et al., 2000), Cu et Zn (Yuan et

¹ Méthode de mesure non précisée

² Teneur en composés non oxydés de l'azote

al., 2014) sont d'avantages distribués dans la fraction fine des sédiments, tout comme la matière organique (Ujević et al., 2000). Les minéraux argileux et la matière organique sont principalement contenus dans la fraction fine des sédiments (Lin and Chen, 1998) et peuvent expliquer le pouvoir absorbant de cette fraction pour les ETM par leur charge négative (De Gregori et al., 1996; El Bilali et al., 2002).

D'après Lead et Smith (Lead and Smith, 2009), 40 à 90 % des contaminants présents dans les milieux naturels aqueux sont adsorbés par des colloïdes. Les colloïdes sont définis comme étant la dispersion d'une phase solide dans une phase liquide et peuvent mesurer de 1 nm à 1 µm. Le transport de contaminants via les colloïdes est significatif pour la COD, l'arsenic, le nickel, le cobalt et le plomb (Achard et al., 2013). Le comportement des contaminants peut varier lorsqu'ils sont sous cette forme plutôt que solubilisés (Baumann et al., 2006). On peut évaluer la part de contaminants présents sous forme de colloïdes en analysant des éluats après microfiltration (filtre à 0,45 µm) et ultrafiltration (filtre à 3 nm) en cascade (Hennebert et al., 2013b). Cette méthodologie est présentée sur la Figure 10.

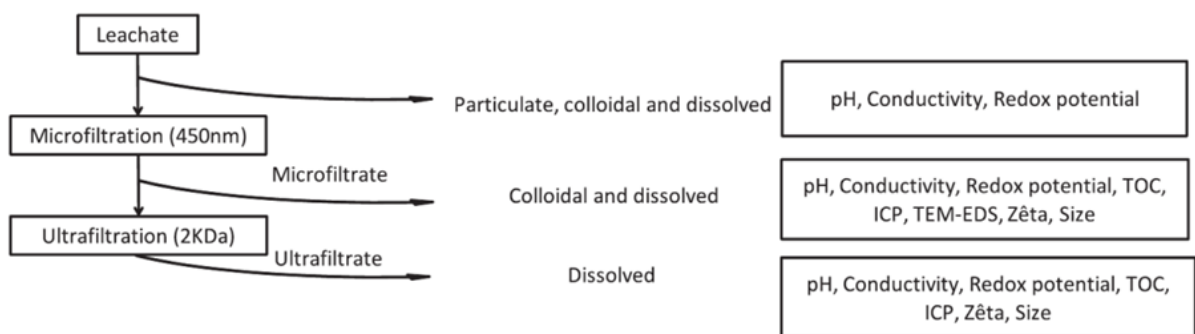


Figure 10. Méthodologie d'identification des colloïdes par filtration en cascade (Hennebert et al., 2013b)

1.2. Principaux composants

Les sédiments sont des matrices très hétérogènes poreuses composées principalement de particules minérales, d'eau et de matières organiques (Geffard, 2001; Rusch, 2010) (Figure 11).

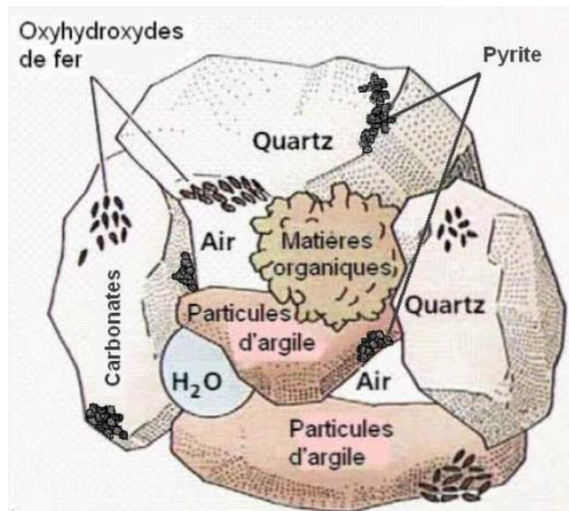


Figure 11. Représentation des différents composants des sédiments, adapté de (Rusch, 2010) par (Loustau Cazalet, 2012)

1.2.1. Teneur en eau

Les sédiments sont caractérisés par leur fortes teneurs en eau pouvant aller jusqu'à 80-90 % (Milne et al., 2003), exprimée en taux volumétrique. Ces teneurs sont toutefois très hétérogènes et varient de 20% à 90% du volume de sédiment.

L'eau qui constitue le sédiment peut se distinguer en 3 formes (Colin and Gazbar, 1995; Coulon, 2014; Grosdemange, 2005) :

- l'eau libre, qui circule librement entre les particules,
- l'eau interstitielle, qui comprend l'eau capillaire (liée à la matrice solide par des forces de capillarité) et l'eau colloïdale (qui hydrate les colloïdes)
- l'eau chimisorbée, qui est liée chimiquement aux particules et forme un film à leur surface

Plus la texture du sédiment est fine, plus le volume d'eau interstitielle est élevé (Campy and Meybeck, 1995).

1.2.2. Composition minérale

Les espèces minérales présentes dans la matrice sédimentaire sont principalement des silicates, des carbonates, des oxydes et hydroxydes métalliques, des phosphates, des sulfures et des argiles (Deconinck and Chambley, 2011; Durand, 2012; Mamindy-Pajany, 2010; Mechaymech, 2002; Ramade, 2008).

Les silicates les plus présents dans les sédiments sont principalement le quartz (Silice SiO_2), les feldspaths $((\text{Na}/\text{Ca}/\text{K})\text{AlSi}_3\text{O}_8)$, les micas $(\text{K}(\text{Mg}/\text{Fe}/\text{Al})_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$, les amphiboles $((\text{Ca}/\text{Mg}/\text{Fe}/\text{Al})_3\text{Si}_4\text{O}_{11}(\text{OH}))$ et les pyroxènes $((\text{Ca}/\text{Mg}/\text{Fe})_2\text{Si}_2\text{O}_6)$ (Deconinck and Chambley, 2011). Les argiles sont des phyllosilicates, la fraction fine des sédiments étant très majoritairement composée de minéraux argileux, on considère souvent que la fraction inférieure à 2 μm ne contient que des argiles (argiles granulométriques). Les minéraux argileux les plus courants pour les sédiments sont l'illite $(\text{KMgAl}_2\text{Si}_3\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$, la smectite ou montmorillonite $((\text{Na}/\text{Ca})_{0,3}(\text{Mg}/\text{Al})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2)$, la chlorite $((\text{Fe}/\text{Al}/\text{Mg})_6(\text{Si}/\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8)$, et la kaolinite $(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4)$. Ces minéraux argileux adoptent une structure en feuillet et ont une capacité d'échange cationique importante (Marot, 1998). Cette caractéristique explique leur affinité pour les ETMM et la formation de complexes argilo-humiques avec la matière organique (Alloway, 1995; Majone et al., 1996; Marot, 1998; Sigg et al., 2014).

Les carbonates présents sont principalement la calcite (CaCO_3), la dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$), la sidérite (FeCO_3), de la rhodochrosite (MnCO_3), le carbonate de sodium ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), la sidérite (FeCO_3) et, pour les sédiments marins, l'aragonite (polymorphe de la calcite, CaCO_3 avec des traces Sr, Pb, Zn) (Achard, 2013; Chahal, 2013; Couvidat, 2015; Hlaváčková, 2005; Loustau Cazalet, 2012; Mamindy-Pajany, 2010; Neto, 2007). Les carbonates sont responsables de la capacité tampon des sédiments ; ce qui a une influence sur la mobilité des ETMM qu'ils peuvent fixer par précipitation, co-précipitation, adsorption, absorption et par substitution isomorphique (Blanchard, 2000; Deschamps et al., 2006; Hlaváčková, 2005; Lions, 2004; Martin-Garin et al., 2003; Rimstidt et al., 1998; Zachara et al., 1991).

Les oxydes et hydroxydes d'Al, de Fe et de Mn sont les principaux oxydes et hydroxydes métalliques présents dans les sédiments (Calvet, 2003; Gounou, 2008). Ils précipitent et recouvrent les minéraux, remplissent les pores ou forment des nodules dans les sédiments oxydés (Montes et al., 2011). Les ETMM peuvent s'adsorber ou co-précipiter avec les oxydes et hydroxydes métalliques, qui influent donc sur leur mobilité (Alloway, 1995; Dijkstra et al., 2004; Lions, 2004; Serpaud et al., 1994; Sposito, 2008). L'affinité des oxydes et hydroxydes métalliques avec les ETMM varie selon les composés métalliques. Ainsi le Cu est adsorbé préférentiellement par la goethite ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) et le Pb par le ferrihydrite ($5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) et l'hématite (Fe_2O_3) (Alloway, 1995; Stephens et al., 2001). Pour

les composés à base d'Al, la forme la plus abondante des hydroxydes est la gibbsite ($\text{Al}(\text{OH})_3$) (Achard, 2013).

Les sulfures constituent une phase très réactive ayant une affinité variable avec les ETMM, tels que Cd, Cu, Ni, Pb, Zn (Alloway, 1995; Huerta-Diaz et al., 1998; Tack et al., 1997). On peut distinguer deux sortes de sulfures, les AVS (Acid Volatile Sulfides) et les CRS (Chromium Reductible Sulfur) (Billon, 2001). Les AVS sont des sulfures amorphes ou peu cristallisés et facilement oxydables. Les sulfures sont principalement présents dans les sédiments sous forme de pyrite (FeS_2), un CRS (Billon et al., 2001) et également sous forme d'AVS. L'oxydation des sulfures peut avoir un impact sur l'ensemble de la matrice sédimentaire en formant de l'acide sulfurique susceptible de réagir avec les carbonates présent par ailleurs. Outre la libération d'éventuels ETMM, les carbonates dissous libèrent alors du Ca qui en présence de soufre entraîne une cristallisation du gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (Quénéé, 1990). L'oxydation et la précipitation des sulfures jouent un rôle important pour le contrôle de la mobilité des ETMM (Loustau Cazalet, 2012). Une partie peut être réfractaire à l'oxydation (Cappuyens et al., 2004; Lions et al., 2010). L'oxydation des sulfures et la réduction des sulfates sont régies par les conditions géochimiques de l'environnement ainsi que par les populations bactériennes autochtones. (Schippers, 2004). Par exemple, la pyrite peut aussi être formée par l'activité de bactéries sulfato-réductrices (*Thiobacillus ferrooxidans*) en milieu anoxique (Billon, 2001; Lors et al., 2004). Les états d'oxydation des sulfures allant du soufre organique aux sulfates en passant entre autres états par les thiosulfates (Sánchez-Andrea et al., 2014). La matière organique a aussi une influence sur la précipitation des sulfures (Billon, 2001; Morse and Wang, 1997).

Les minéraux phosphatés sont principalement présent sous la forme d'apatites (fluoroapatites carbonatées $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{F}/\text{Cl}/\text{OH})$ et hydroxapatites $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) et de vivianite ($\text{Fe}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) (Achard, 2013; Mamindy-Pajany, 2010). Certains ETMM (Cd, Cu, Zn, Pb) peuvent être immobilisés par des phosphates par adsorption ou précipitation par exemple sous forme de plumbogummite ($\text{PbAl}_3(\text{PO}_4)_2(\text{OH})_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ou de chloro-pyromorphite ($\text{Pb}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$) pour le Pb (Cao et al., 2003; Cotter-Howells and Caporn, 1996; Lions, 2004).

La présence de phases amorphe ou mal cristallisée a aussi été mise en évidence pour les sédiments pouvant être de 10% et représentant de 22 à 38% de la fraction inférieure à

63 μm (Centre national de la recherche scientifique (France), 1987; Poitevin, 2012). Cette phase peut être constituée de silice biogène, de cendre volcanique, de complexes silico-ferriques, d'hydroxydes métalliques (Lapaquellerie, 1987).

1.2.3. Matière organique

La matière organique (MO) fait référence aux composés hydrocarbonés naturels (dont la production primaire phytoplanctonique, au broutage du zooplancton et à l'activité bactérienne) ou anthropiques (polluant organiques issus de l'activité humaine par exemple lié à l'agriculture) à l'exception des organismes vivants (Filella, 2009; Treignier, 2005). Son origine peut être anthropique ou naturelle et issue du transfert depuis la colonne d'eau des organismes vivants ou de leur décomposition (autochtone) ou des apports fluviaux, des eaux de ruissellement (allochtone) (Caille et al., 2003; Pernet-Coudrier, 2008). On peut distinguer la matière organique particulaire (POC) de la matière organique dissoute (DOC) par filtration (Azam and Malfatti, 2007; Filella, 2009). Les colloïdes sont situés à l'interface de ces 2 phases, c'est à dire que la DOC est inférieur à 1kDa, les colloïdes entre 1kDa et 0,22 μm et la POC supérieure à 0,22 μm (Santschi et al., 1999). On peut distinguer la MO de la matière organique naturelle (MON) qui exclue aussi les composés organiques d'origine anthropique (Buffle et al., 1988).

Les molécules qui composent la MO possèdent des sites hydrophiles et hydrophobes, il s'agit d'acides humiques, fulviques, de protéines, de polysaccharides et de lipides. La majorité de la MO est présente sous forme de substances humiques, c'est-à-dire d'acides humiques solubles en milieu alcalin, d'acides fulviques solubles en milieu acide et alcalin et d'humines, insolubles en milieu acide et alcalin (Baldock et al., 2004; Duchaufour, 2004). Ces molécules s'agrègent en supramolécules grâce aux liaisons hydrogènes et hydrophobiques (Sutton and Sposito, 2005). L'adsorption de la matière organique à la surface de particules minérales et sa complexation avec des contaminants sont favorisées par ses sites hydrophiles et hydrophobes (Aoustin et al., 2001; Bruland et al., 1991; Cabaniss and Shuman, 1988; Lin and Chen, 1998; Ma et al., 2001; Santschi et al., 1999).

1.3. La contamination des sédiments

1.3.1. Types de contaminants présents

Les contaminants présents dans les sédiments peuvent être organiques, inorganiques ou organométalliques. Parmi les contaminants organiques, on retrouve des hydrocarbures, des composés chlorés et phosphorés, ainsi que des médicaments. Les hydrocarbures présents dans les sédiments sont majoritairement des hydrocarbures aromatiques mono (benzène et toluène) et polycycliques (HAP), certaines de ces molécules peuvent être génotoxiques. Les composés chlorés présents sont principalement des PolyChloroBiphényles (PCB) et des pesticides organochlorés. Il existe 209 congénères de PCB avec un nombre d'atomes de chlore allant de 1 à 10, 150 de ces congénères sont utilisés dans les mélanges industriels. Les PCB sont des Polluants Organiques Persistant (POP) et font donc parti des polluants les plus dangereux pour l'être humain. De plus, leur caractère persistant et ubiquiste favorise leur dissémination et rend difficile leur élimination (Brunet, 2007). Les pesticides organophosphorés sont des substances neurotoxiques, qui peuvent aussi être présentes dans les sédiments. On retrouve aussi des herbicides, fongicides, des perturbateurs endocriniens (Bisphénols A ou B) et pharmaceutiques (Dagnac et al., 2005). Les dioxines (PCDD) et furanes sont des impuretés contenues dans les composés organiques chlorés, PCB et pesticides principalement ou issus de l'incinération de déchets, processus de recyclage de métaux.

Les contaminants inorganiques recourent les nutriments azotés et phosphatés ainsi que les ETMM. L'impact de la contamination en nutriments repose essentiellement sur les phénomènes d'eutrophisation qu'elle induit. Certains ETMM sont des oligoéléments (Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, As, Mo, Sn et Sb) et sont donc nécessaires aux organismes à très faibles doses. Néanmoins, ils se révèlent toxiques à plus forte doses (Luoma et al., 2009). D'autres (Pd, Ag, Cd, Pt, Au, Hg et Pb) sont toxiques à très faibles doses pour les organismes vivants (Luoma et al., 2009). Les éléments Cu, Cr, Cd, Pb, Hg, Zn et As sont reconnus pour être parmi les plus toxiques pour les êtres humains comme pour l'environnement (Briat and Lebrun, 1999; Dayan and Paine, 2001; Luckey and Venugopal, 1978; Singh, 2005). La toxicité des ETMM dépend de leur biodisponibilité et donc de leur spéciation (Förstner et al., 1981; Jones and Turki, 1997; Jonnalagadda and Rao, 1993). Il est admis, notamment à travers le modèle de l'ion libre, que la toxicité de ces éléments est principalement due, pour la

plus-part des ETMM, à la quantité d'éléments sous forme d'ions libres en présence (Gourlay-Francé et al., 2010). Ces éléments peuvent aussi être présents à différents degrés d'oxydation pour l'As, le Cr et le Se ou former des composés organométalliques ou encore des biomolécules (Cornelis et al., 2008; Luoma et al., 2009). Parmi les organométalliques contaminants présents dans les sédiments, les organostanniques occupent une place à part puisqu'il est admis que plus le degré de substitution est important plus ces molécules sont toxiques.

1.3.2. Origines des contaminations

La contamination des sédiments peut avoir une origine naturelle comme anthropique. La contamination naturelle étant rendue possible par l'érosion de sols riches en ETMM (Campredon, 2013; Smedley and Kinniburgh, 2002). Néanmoins, les principales sources de contamination des sédiments fluviaux et marins sont anthropiques. Ces contaminations chimiques peuvent provenir des industries, des activités minières, des infrastructures de transport mais également des rejets urbains, agricoles (Duodu et al., 2016; Yuan et al., 2014). En zone portuaire, l'utilisation de peintures antisalissures constitue une source importante de la contamination en cuivre (Konstantinou and Albanis, 2004) et en tributylétain (TBT), et ses produits de dégradation, dibutylétain (DBT) et monobutylétain (MBT) (Abraham et al., 2017; Cassi et al., 2008; Kim et al., 2011; Lam et al., 2017; Seby et al., 2009). D'autres ETMM comme le Pb et le Zn présents dans les sédiments peuvent provenir des canalisations d'eau, des batteries, des chaussées ou encore des industries pharmaceutiques et sidérurgiques (Loustau Cazalet, 2012; Tran, 2009). Les sites de carénages ont pu être identifiés comme une potentielle source de contamination de sédiments portuaires par des PCB, HAP, Cd, Cu et Zn (Caplat et al., 2000). Les pollutions aux PCB sont majoritairement dues aux abandons illégaux ou impropres d'anciens transformateurs dans des cours d'eau, les rejets de stations d'épuration sont aussi mis en cause (Chahal, 2013). Certains produits pharmaceutiques, comme la carbamazépine, témoignent d'une pollution par rejets d'eaux usées domestiques (Dagnac et al., 2005).

1.3.3. Répartition des contaminants dans les matrices sédimentaires

Les contaminants peuvent être présents dans les 3 compartiments qui composent les sédiments, à savoir les eaux interstitielles, le compartiment organique et le compartiment minéral. Les processus biologiques, chimiques et physiques qui contrôlent la répartition des contaminants entre ces compartiments sont présentés sur la Figure 12.

Les contaminants peuvent être présents sous une forme dissoute ou complexée dans la phase liquide de la matrice sédimentaire ils peuvent alors être adsorbés sur des particules minérales ou organiques ou absorbés par des organismes vivants. Ces contaminants peuvent également se fixer aux colloïdes lors de leur agrégation.

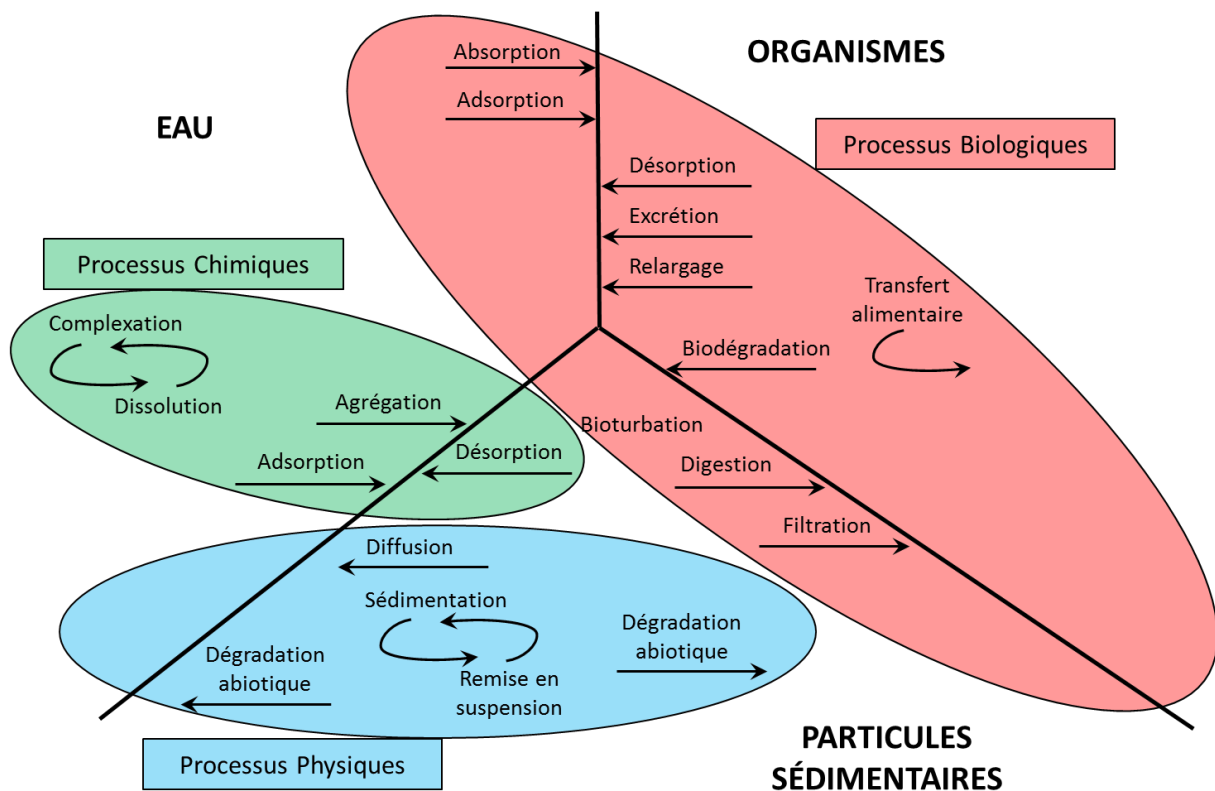


Figure 12. Principaux processus contrôlant le cycle des contaminants dans le milieu aquatique, modifié d'après (Benoit-Bonnemason, 2005)

Les contaminants présents dans la phase organique des matrices sédimentaires peuvent rejoindre la phase aqueuse par relargage ou désorption. Lorsque ces contaminants sont intégrés à des organismes vivants, ils peuvent rejoindre la phase aqueuse par excrétion et les particules sédimentaires lors de leur biodégradation ou par bioturbation. Les

contaminants peuvent également être transférés dans la chaîne alimentaire. Les contaminants peuvent également passer de la phase particulaire à la phase organique par filtration, digestion et lors de dégradation abiotiques (Luoma et al., 2008).

Les contaminants présents en phase particulaire peuvent rejoindre la phase liquide par diffusion et dégradation abiotique.

La répartition des contaminants entre les différentes phases des matrices sédimentaire est donc contrôlée par des paramètres physico-chimiques (pH, salinité, potentiel d'oxydoréduction, température...) par la présence de constituants sédimentaires (particules inorganiques, matière organique, sulfure, oxydes métalliques...) et par l'activité biologique (Benoit-Bonnemason, 2005; Geffard, 2001; Mamindy-Pajany, 2010).

1.3.4. Qualité des sédiments marins et fluviaux français et wallon

De même que pour les fractions granulométriques, l'INERIS a établi les valeurs médianes en différents contaminants des sédiments marins et fluviaux de France et de Wallonie (Padox et al., 2010a, 2010b). Ces teneurs sont reportées dans le Tableau 10.

Tableau 10. Teneurs médianes en contaminants des sédiments marins et fluviaux en France et en Wallonie (Padox et al., 2010a, 2010b)

	Contaminants en mg/kg sec	Sédiments fluviaux	Sédiments marins
	As	7,27	13,0
	Cd	0,65	0,33
	Cr	36,0	51,0
ETMM	Cu	21,7	41,3
	Hg	0,13	0,13
	Ni	19,0	20,0
	Pb	32,6	41,0
	Zn	130	1500
	PCB (Somme de 7 congénères)	0,057	0,070
	TBT	-	0,115
	HAP (Somme de 16)	1,47	1,49
	HCT	-	100

Dans ces rapports, l'INERIS insiste sur l'hétérogénéité de ces sédiments. De plus, pour la très large majorité des contaminants étudiés, les distributions des différents échantillons sont asymétriques ; ce qui explique que la médiane soit utilisée plutôt que la moyenne pour décrire cet état général. On observe une dispersion maximale pour Cd, Hg et

les HAP dans le cas des sédiments fluviaux. Pour les sédiments marins, on peut noter que pour 60% d'entre eux les mesures de PCB sont inférieures aux limites de quantifications.

2. Méthodologies d'évaluation environnementale

2.1. Contexte de la valorisation dans le domaine du génie civil

L'UNPG (l'union Nationale des producteurs de granulats), estime que, chaque année, c'est environs 440 millions de tonne de granulats qui sont consommées par les secteurs du BTP, pour la construction des bâtiments et des infrastructures (UNPG, 2016). Les granulats sont des matériaux granulaires dont les dimensions n'excèdent pas 125 mm, ils sont désignés par leur classe granulaire c'est-à-dire leur plus petite et leur plus grande dimension. Ils peuvent être classés en 3 catégories distinctes (Dupont et al., 2007):

- les granulats naturels qui sont issus de roches (massives ou meubles) n'ayant pas subi de transformation autre que mécanique
- les granulats artificiels qui résultent de procédés industriels dont les transformations thermiques
- les granulats recyclés qui proviennent du traitement de matériaux inorganiques ayant déjà été utilisé dans la construction.

Les sédiments appartiennent donc à la catégorie des granulats naturels tout en étant traités comme des déchets d'un point de vue réglementaire dès lors qu'ils sont gérés à terre. Les déchets peuvent être valorisés en granulat en entrant dans les catégories granulat artificiels ou recyclés et doivent alors répondre aux spécifications des normes européennes qui y sont associées. D'un point de vue technique, il a été montré que la valorisation des sédiments comme granulat était possible (Achour, 2013; Agostini, 2006; Damidot et al., 1995; Dubois, 2006; Scordia, 2008; Tribout, 2010). Cependant, l'hétérogénéité des gisements de sédiments freine le passage à l'échelle industriel, tant à cause des coûts induits qu'à cause de la variabilité des contaminations.

En effet, la vérification des conditions d'acceptabilité environnementale d'un sédiment ne suffit pas du fait de l'hétérogénéité des sédiments et il est donc nécessaire de vérifier ces conditions pour chaque projet.

Dans ce contexte, l'évaluation environnementale consiste à estimer les impacts potentiels engendrés par un scénario de gestion d'un gisement de sédiment à terre sur

l'environnement. Cette estimation est possible par comparaison de résultats expérimentaux à des seuils réglementaires et à des témoins. Au terme de l'évaluation environnementale, il est possible d'orienter le gisement de sédiment vers la filière de gestion la plus adaptée.

2.2. Méthodologies applicables au déchet-sédiment

Les différentes méthodologies d'évaluation détaillées des risques environnementaux appliquées aux déchets à l'échelle nationale sont présentées sur la Figure 13. Ces méthodologies ont déjà toutes été appliquées aux sédiments.

L'évaluation détaillée des risques environnementaux est appliquée à un scénario formalisant le déchet comme la source de stressseurs (contaminants, nuisances...) dont la mobilisation et la propagation dans un milieu au bout d'un temps défini aboutit à des impacts sur des organismes et écosystèmes ciblés.

La Figure 13 met en évidence 3 types d'approches pour l'évaluation détaillée des risques environnementaux :

- Les méthodologies généralistes,
- Les méthodologies adoptant une approche « substances » et
- Les méthodologies adoptant une approche « matrice ».

Les méthodologies généralistes se traduisent par la volonté d'un maitre d'ouvrage d'intégrer les préoccupations environnementales dans la conception de son projet. Au même titre que faisabilité technique, les dispositifs mis en place pour diminuer et suivre l'évolution des impacts environnementaux sont décrits dans le projet.

Ces méthodologies visent à répondre à 3 objectifs :

- Fournir des indications afin d'aider le maitre d'ouvrage à réaliser son projet en limitant ses impacts environnementaux
- Appuyer la décision des autorités administratives compétentes quant à la validation du projet d'un point de vue environnemental
- Favoriser l'information du public quant à la problématique environnementale dans le cadre du projet.

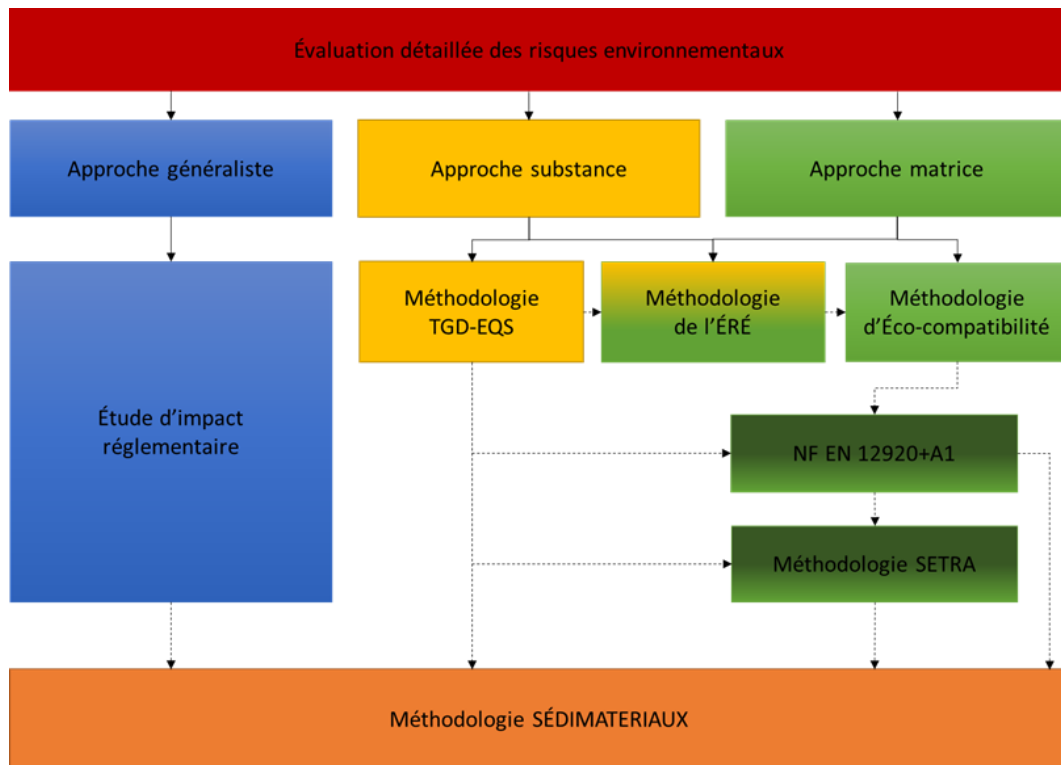


Figure 13. Classification des méthodologies nationales d'évaluation environnementale utilisées dans le domaine de la gestion des déchets (TGD-EQS : Technical Guidance Document- Environmental Quality Standards ; ERE : Evaluation des Risques Environnementaux)(Mamindy-Pajany, 2018)

L'évaluation environnementale des projets est facilitée par le guide « Évaluation environnementale - Guide de lecture de la nomenclature des études d'impact (R. 122-2) » mis en œuvre en réponse à l'ordonnance n°2016-1060 (du 3 août 2016) et du décret n°2016-1110 (du 11 août 2016).

Les méthodologies adoptant une approche « substance » évaluent les risques environnementaux associés à une substance en particulier. La méthodologie TGD-EQS (Guide technique européen pour la construction des normes de qualité environnemental) en constitue un exemple (SCHEER - Scientific Committee on Health, Environmental and Emerging Risks, 2017). Les impacts de chaque substance sur les écosystèmes sont considérés une à une, les effets de synergie et d'antagonismes entre les substances ne peuvent donc pas être pris en compte.

Les méthodologies adoptant une approche « matrice » sont basées, à l'inverse, sur des matrices complexes. Les impacts environnementaux des matrices sont évalués dans leur globalité. Parmi ces approches, on peut citer la méthode d'évaluation de l'«éco-

compatibilité » (ADEME, 2002), la norme européenne NF EN 12920+A1 ou encore le guide du SETRA (SETRA, 2011) pour la valorisation des matériaux alternatifs.

La méthodologie SEDIMATERIAUX, est une méthodologie d'évaluation environnementale spécifique aux sédiments de dragage et de curage en vue de leur valorisation dans un contexte opérationnel qui combine différents aspect de ces approches. Cette approche combine des outils réglementaires et scientifiques pour l'évaluation environnementale des sédiments de dragage et de curage.

Les méthodologies adoptant une approche « matrice » citées, ainsi que la démarche SEDIMATERIAUX, sont détaillées dans les paragraphes suivants.

2.2.1. La méthodologie de l'ERE

L'évaluation des risques environnementaux (ERE) est une méthodologie apparue au début des années 90 (Suter II, 1993; US EPA, 1992, 1998) qui fait référence pour l'analyse des impacts sur les écosystèmes des activités humaines (Hayet, 2006; Perrodin et al., 2011a; Rivière, 1998; US EPA, 1998). À l'origine conçue pour l'analyse des risques liés aux sites pollués, des méthodologies spécifiques ont permis son adaptation à diverses situations, l'analyse des substances chimiques présentes sur le marché (EAUK, 2003; ECB, 2003), le dépôt à terre de sédiments de dragage (CETMEF, 2011; Perrodin et al., 2011b), l'éco-compatibilité pour la valorisation des déchets (Perrodin et al., 2000a) et l'analyse des risques liés aux effluents hospitaliers (Boillot et al., 2008; Emmanuel et al., 2005).

Deux approches sont envisageables : l'approche substance et l'approche matrice. Pour l'approche substance, on fait l'analyse des substances polluantes présentes et on étudie leur transfert et leurs impacts séparément ou en mélange. La principale limite de cette approche étant que l'on néglige complètement la matrice et l'influence qu'elle peut avoir sur le transfert des substances et leur toxicité, on ignore aussi si la matrice ne contient pas d'autres substances polluantes que celles étudiées. L'approche matrice quant à elle étudie le matériau brut et la toxicité est alors étudiée en fonction de l'exposition à différents pourcentages de matrice. Cette approche est plus globale mais présente pour inconvénient d'être trop spécifique. En effet, chaque matrice étant unique, l'ERE est à refaire à chaque nouveau projet.

De plus, la mise en place de tests sur matrice demande d'avantage de moyens logistiques que les tests sur des substances et ces tests sont coûteux.

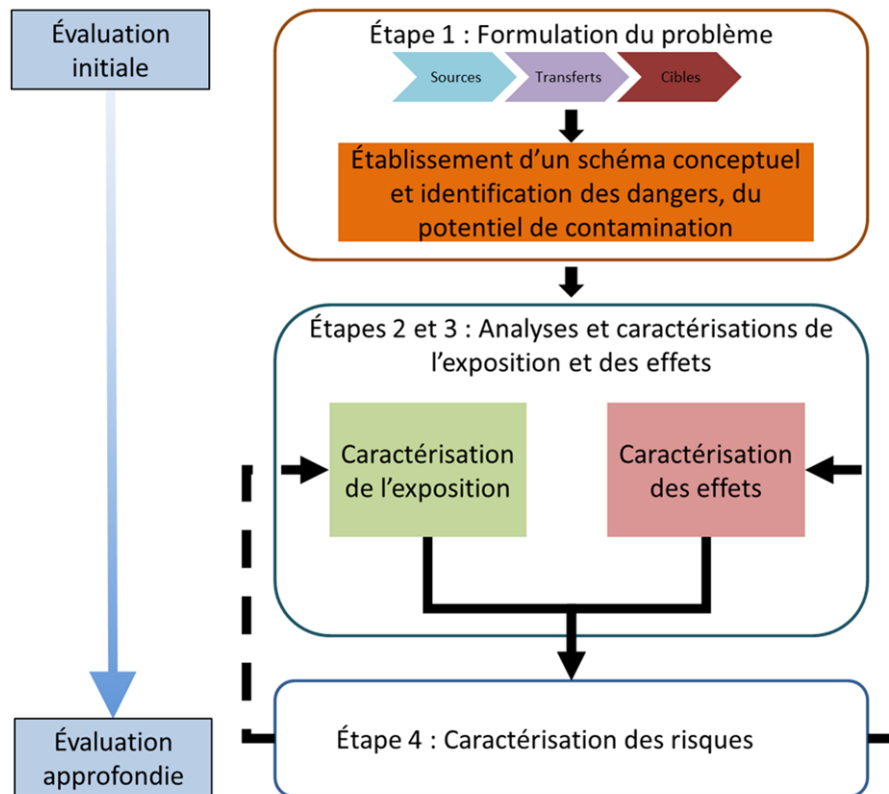


Figure 14. Schéma général de l'ERE d'après SEDIGEST (Perrodin et al., 2011b) sur la base de la méthodologie US EPA (US EPA, 1998)

La méthodologie de l'ERE, présentée en Figure 14, suit 4 phases :

- une étape de formulation du problème, description du scénario. C'est-à-dire répondre aux questions suivantes : quelles sont les sources de contamination ? Quel est le danger qu'elles représentent ? Quelles sont leurs cibles potentielles, leur voies de transferts possible ? (Perrodin et al., 2011a; Rivière, 1998; US EPA, 1998)

- une étape d'analyse de l'exposition des cibles aux dangers. C'est-à-dire une analyse de la source et de ses transferts vers les cibles afin de déterminer quelles sont les doses en contact avec les cibles (Perrodin et al., 2011a). Pour l'approche substance, cette étape permet de calculer les PEC (Predicted Environmental Concentration) des substances présentes, c'est-à-dire pour chaque substance, sa concentration d'exposition aux organismes. Pour l'approche matrice, la PEC est exprimée en pourcentage de matrice dans l'environnement

des organismes. Cette phase peut être complexe selon les scénarios, notamment lorsque les voies de transferts de polluants sont multiples (RECORD, 2006; Rivière, 1998).

- une étape d'analyse des effets sur les cibles, c'est-à-dire caractériser la sensibilité de l'écosystème touché par un polluant (Perrodin et al., 2011a). Cette phase est basée sur les résultats de bioessais. Ces bioessais sont choisis en fonction des polluants testés (en approche substance), des écosystèmes cibles. L'effet écotoxique est donné en NOEC (No Observable Effect Concentration) ou en CE20 (Concentration efficace sur 20% de la population). À l'aide de facteurs d'extrapolation, on peut alors calculer la PNEC (Predicted No Effect Concentration), la concentration pour laquelle il n'y aura pas d'effets sur l'écosystème cible dans son ensemble. La PNEC calculée en approche substance suppose, dans le cas de mélanges de polluants, que les effets sont cumulés, ce qui sans être toujours vrai, est fréquent (Altenburger et al., 2000; Bliss, 1939; Boillot and Perrodin, 2008; Feron and Groten, 2002; Hermens et al., 1984; Lin et al., 2004).

- une étape de synthèse entre l'exposition des cibles et le danger des sources permettant de caractériser le risque. Il existe plusieurs méthodes de synthèse (Babut et al., 2002) : les méthodes qualitatives (présence ou absence de risques), semi-quantitative (risque faible, moyen ou élevé), ou probabiliste, c'est-à-dire exprimé en pourcentages, (Rivière, 1998). La méthode la plus employée est semi-quantitative, elle consiste à réaliser le quotient PEC/PNEC, si le résultat est supérieur à 1 le risque est significatif, si le résultat est inférieur, on le néglige. Les résultats proches de 1 sont considérés comme moyen et peuvent faire l'objet d'une réévaluation avec des paramètres plus proches de la réalité quand c'est possible.

2.2.2. Principes de la méthode d'éco-compatibilité

La démarche de l'« éco-compatibilité » développée par l'ADEME pour l'évaluation environnementale de scénarios de stockage et de valorisation de déchets a fait l'objet d'un guide (ADEME, 2002). Le principe de cette démarche consiste à évaluer le flux de contaminant émis pouvant avoir un impact sur un écosystème cible et de le comparer à un flux maximal acceptable pour l'écosystème cible (Perrodin et al., 2000b, 2002b).

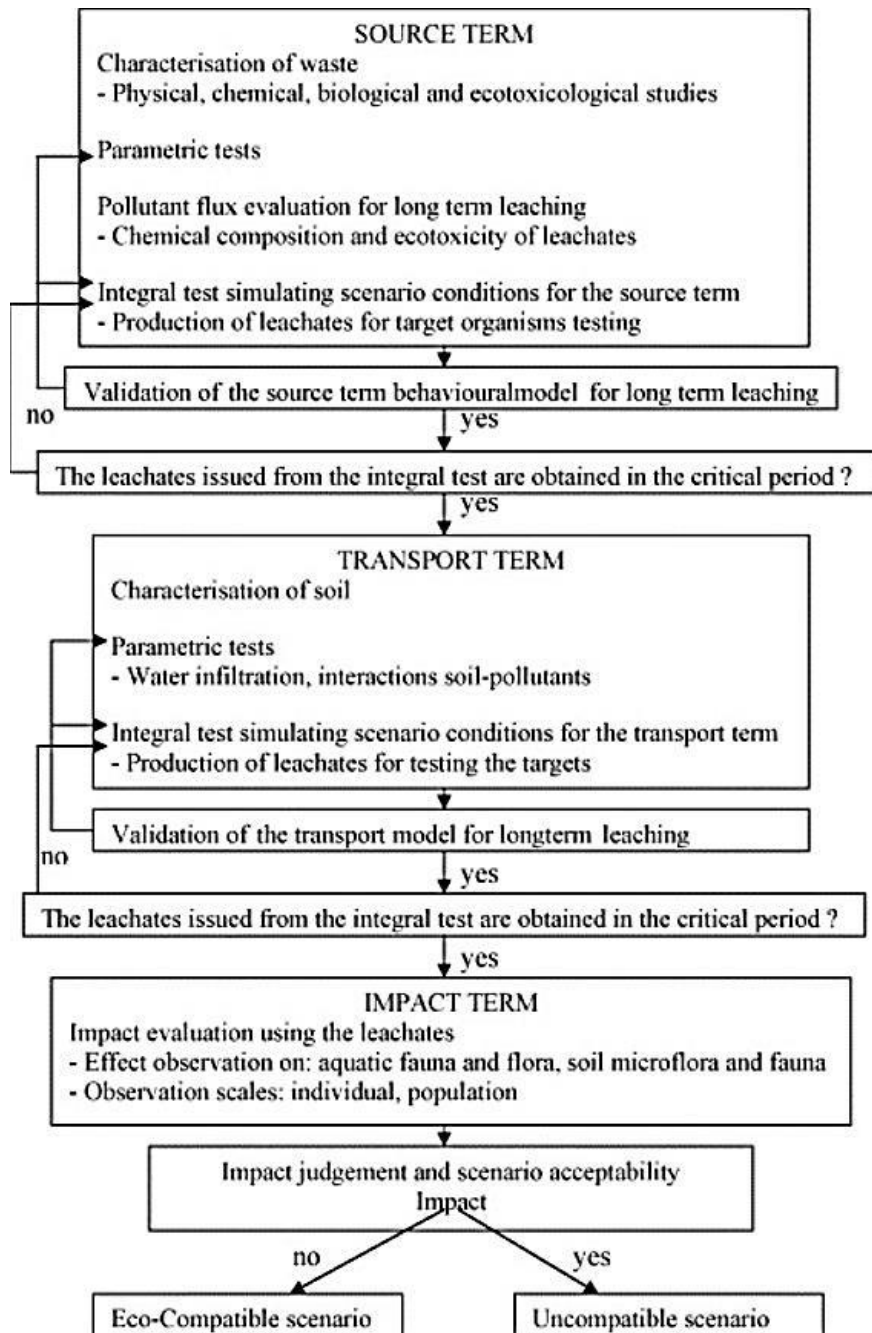


Figure 15. Organigramme décisionnel d'évaluation de l'éco-compatibilité de déchets en scénario (d'après ADEME 2002) dans (Tiruta-Barna et al., 2007)

Pour ce faire, 3 termes sont caractérisés successivement :

- Le terme « source » qui caractérise le flux de contaminant émis par le matériau
- Le terme de « transfert » qui détermine la fraction de contaminant arrivant à atteindre les écosystèmes ciblés
- Le terme « impact » qui confronte les flux entrant en contact avec les écosystèmes cibles et des flux maximum acceptables pour ces mêmes cibles.

Cette méthodologie et son interprétation sont présentées par le logigramme de la Figure 15 issu du guide de l'ADEME (Tiruta-Barna et al., 2007).

La méthode d'évaluation de l'éco-compatibilité s'appuie sur le principe de l'approche en scénario de l'évaluation environnementale des risques en l'adaptant non plus au terme source seul mais également en le considérant pour le transfert (aspects hydrodynamiques, géotechniques, mécaniques, et biogéochimiques) et l'impact des contaminants (Perrodin et al., 2002a). Le guide de l'ADEME propose des démarches de caractérisation multi-échelle pour la détermination du terme impact.

Il est aussi possible de combiner la méthodologie de l'éco-compatibilité avec l'analyse en cycle de vie (ACV) (Benetto et al., 2007) ce qui a été appliqué notamment pour l'évaluation environnementale de la valorisation de cendres d'incinération en technique routière (Birgisdóttir, 2005).

La méthodologie de l'ACV est décrite par la norme NF EN ISO 14040 et consiste à analyser les impacts environnementaux d'une construction sur l'ensemble de son cycle de vie, incluant les phases d'extraction des matières premières, de transport des matériaux, de construction, de la vie en œuvre et de démolition.

Cette démarche se compose de 4 étapes (Figure 16) :

- Une étape de définition des objectifs et du champ d'étude
- Une étape d'inventaire
- Une étape d'évaluation des impacts
- Une étape d'interprétation.

L'étape de définition du scénario permet de préciser les objectifs de l'analyse environnementale du projet et permet de faire des restrictions a priori. Par exemple, pour une construction, l'analyse peut être réduite aux matériaux entrant en contact avec l'eau de pluie (Lupsea, 2013). L'étape d'inventaire constitue un recueil de données sur les matériaux (intrants énergétiques, matière premières, autres, produits coproduits, déchets, émissions de contaminants, et autres aspects environnementaux) et les méthodes de calculs (incluant la validation des données collectées, leurs relations avec le processus élémentaires, leur relations avec le flux de référence) qualifiant les intrants et les extrants du système de

produit. Les flux et émissions calculés sont affectés aux processus. L'étape de l'évaluation de l'impact environnemental comprend des éléments obligatoires et d'autres facultatifs. Parmi les éléments obligatoires, se trouvent la sélection des catégories d'impact, d'indicateur et de modèle de caractérisation, l'attribution des résultats de l'inventaire et le calcul des résultats des indicateurs. Des regroupements et pondérations des indicateurs sont facultatifs. L'étape d'interprétation du cycle de vie consiste à confronter les résultats obtenus aux objectifs et au champ de l'étude et à rappeler la relativité de l'approche.

Une approche récente consiste à coupler la méthodologie de l'ACV avec des SIG (Système d'Information Géographique) de sorte à diminuer la relativité de l'approche (García-Pérez et al., 2018).

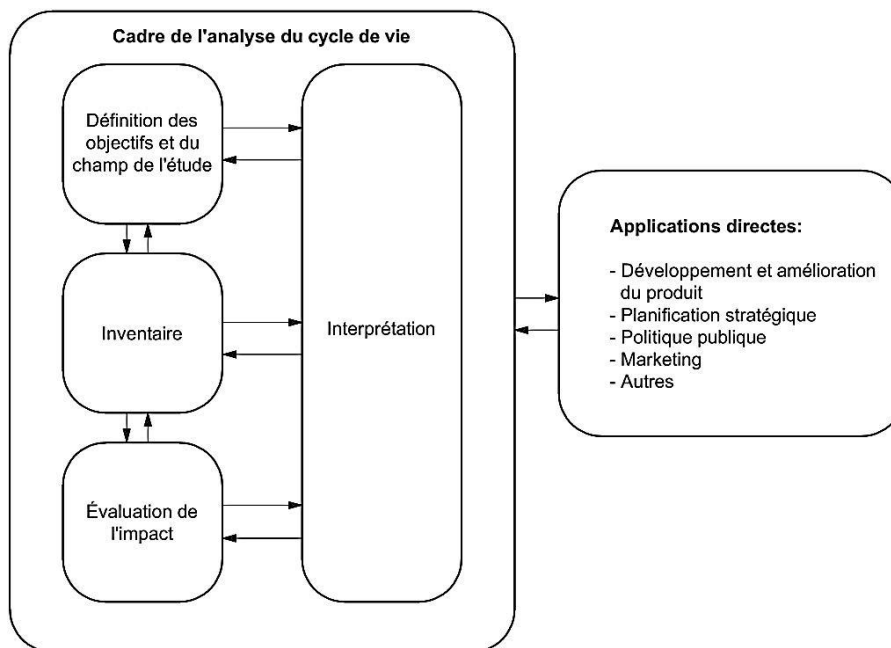


Figure 16. Méthodologie de l'analyse du cycle de vie (NF EN ISO 14040)

2.2.3. La norme européenne NF EN 12920 +A1

La méthodologie générale suivie est celle de la norme NF EN 12920+A1 (2008), présenté sur la Figure 17. Elle permet d'étudier le comportement à la lixiviation d'un déchet dans des conditions d'élimination ou de valorisation spécifiées. Cette méthodologie est à la base de la méthodologie SEDIMATERIAUX et est utilisée en Europe et en particulier en Norvège (Petkovic et al., 2004).

2.2.3.1. Étape 1 : Identification du sédiment et de la filière de valorisation envisagée

Cette étape pose le problème et la solution envisagée. Dans notre cas, il s'agira de préciser le sédiment et la filière de valorisation envisagée. Il s'agira de s'assurer que le sédiment choisi possède les caractéristiques techniques nécessaires à sa valorisation.

2.2.3.2. Étape 2 : Description des conditions de mises en œuvre

Il s'agit de décrire les conditions normales et exceptionnelles susceptibles d'influer sur les propriétés du sédiment et notamment sur le relargage de substances toxiques. Il conviendra de prendre en compte aussi bien les paramètres propres aux filières de valorisation que les paramètres plus génériques.

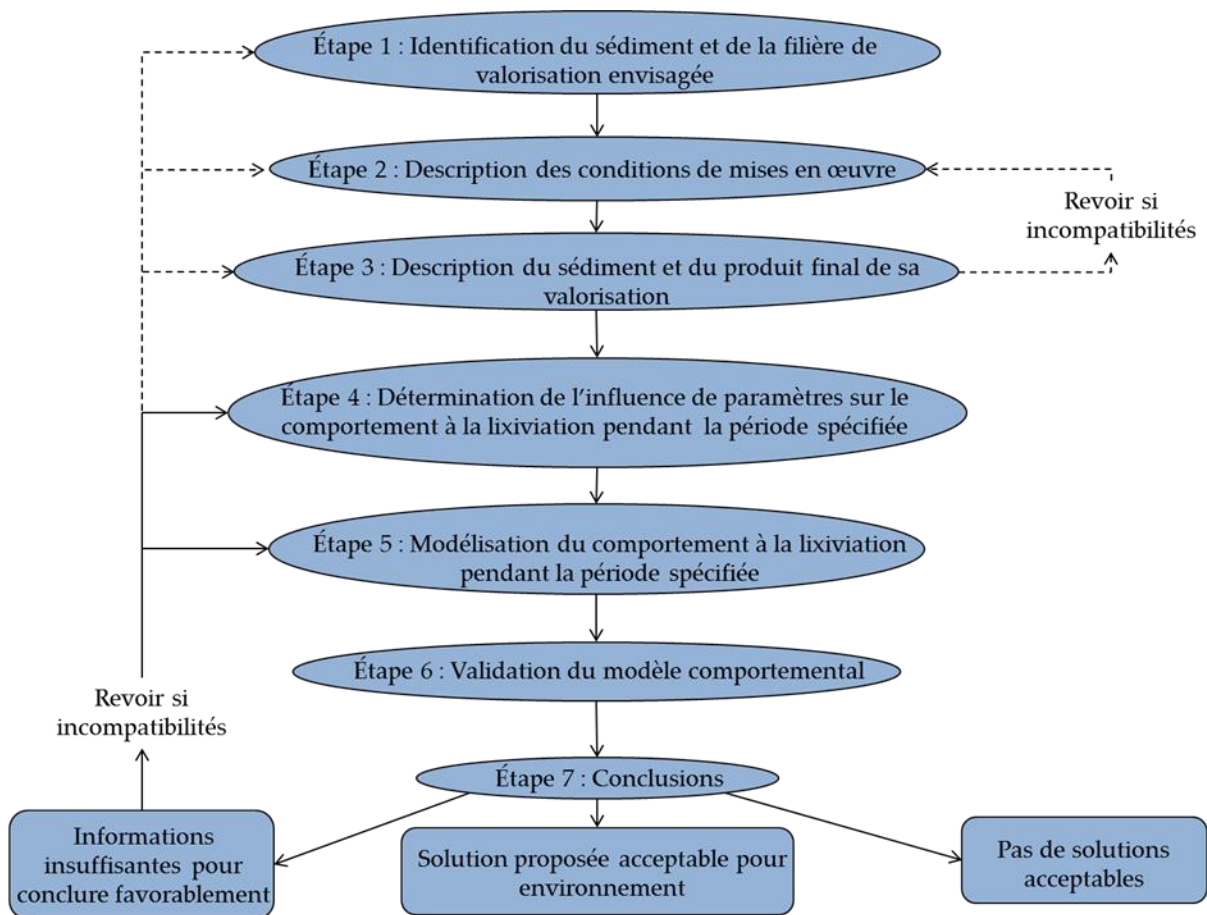


Figure 17. Méthodologie de la norme AFNOR NF EN 1920+A1 (2008) adaptée à la problématique de la valorisation des sédiments

2.2.3.3. *Étape 3 : Description du sédiment et du produit final de sa valorisation*

Il s'agit de décrire les propriétés et caractéristiques intrinsèques du sédiment et du produit de sa valorisation. La description du sédiment pourra s'appuyer sur les analyses déjà réalisées pour l'étude de sa conformité au regard de la réglementation. Des analyses complémentaires peuvent être menées si besoin.

2.2.3.4. *Étape 4 : Détermination de l'influence de paramètres sur le comportement à la lixiviation pendant la période spécifiée*

Il s'agit d'étudier l'influence des paramètres physiques, chimiques, géotechniques, mécaniques et biologiques sur le relargage du déchet dans le scénario choisi. Pour ce faire, les paramètres définis et hiérarchisés lors de la description du scénario sont étudiés indépendamment les uns des autres. L'étude de ces paramètres fait intervenir plusieurs tests et essais dit paramétriques dans le but d'établir une caractérisation de base du sédiment et du produit de sa valorisation.

2.2.3.5. *Étape 5 : Modélisation du comportement à la lixiviation pendant la période spécifiée*

Il s'agit d'utiliser des outils de modélisation pour élaborer un modèle comportemental du produit de valorisation du sédiment à la lixiviation.

2.2.3.6. *Étape 6 : Validation du modèle comportemental*

Il s'agit de vérifier la validité du modèle comportemental. Pour ce faire, il est nécessaire dans un premier temps de vérifier la cohérence entre le modèle basé sur les résultats des essais paramétriques de l'étape 4 et les résultats d'essais de simulation. Dans un second temps, les prévisions du modèle sont comparées aux résultats d'un test *in situ*.

2.2.3.7. *Étape 7 : Conclusions*

Il s'agit d'apporter une réponse au problème posé en étape 1, à savoir la possibilité de valoriser le sédiment dans une filière donnée au regard du relargage possible à la lixiviation.

2.2.4. La méthodologie du guide SETRA (SETRA, 2011)

Ce guide, édité en 2011, a pour but de permettre la valorisation de matériaux alternatifs en technique routière. Il propose une démarche d'évaluation de l'acceptabilité environnementale des matériaux routiers à base de matériaux alternatifs.

Au sens de ce guide, les matériaux alternatifs sont des matériaux élaborés à partir de déchets non-dangereux ou ces mêmes déchets directement. Le matériau alternatif renvoie donc à un constituant, éventuellement unique, d'un matériau routier. Ce guide insiste sur l'importance des qualités techniques que doit posséder le déchet pour la valorisation en technique routière étant donné que la route n'a pas vocation à se substituer à la mise en décharge.

Le but de cette démarche est de déterminer, pour un matériau alternatif défini, des dispositions environnementales à adopter afin de garantir son innocuité pour les 3 types d'usages envisagés :

- L'usage de type 1 : usage revêtu d'une couche de surface réputée imperméable avec une pente d'au moins 1% (par exemple : remblai sous ouvrage, couche de forme, couche de fondation, couche de base et couche de liaison, ...) (Figure 18)
- L'usage de type 2 : usage recouvert par au moins 30 cm de matériaux naturels (dont terre végétale) avec une pente d'au moins 5 % (par exemple : merlon phoniques, paysagers, accotement,..) (Figure 19)
- L'usage de type 3 : usage ni revêtu ni recouvert (Figure 20)

Des déclinaisons opérationnelles de ce guide relatives à l'acceptabilité environnementale des laitiers sidérurgiques, des mâchefers d'incinération de déchets non dangereux ou encore des matériaux de déconstruction du BTP ont vu le jour. De plus, ce guide peut être appliqué aux matériaux alternatifs pour la construction, la réhabilitation ou l'entretien de plateformes d'activités et/ou de merlons de protection (Note technique DGPR du 29 mars 2016).

Pour les usages routiers de type 1, il est nécessaire que les matériaux alternatifs respectent les valeurs limitent définies par le guide et qu'ils ne dépassent pas 3 mètres de hauteur en sous-couche de chaussée ou d'accotement d'ouvrages routiers revêtus.

Usages routiers "type 1"

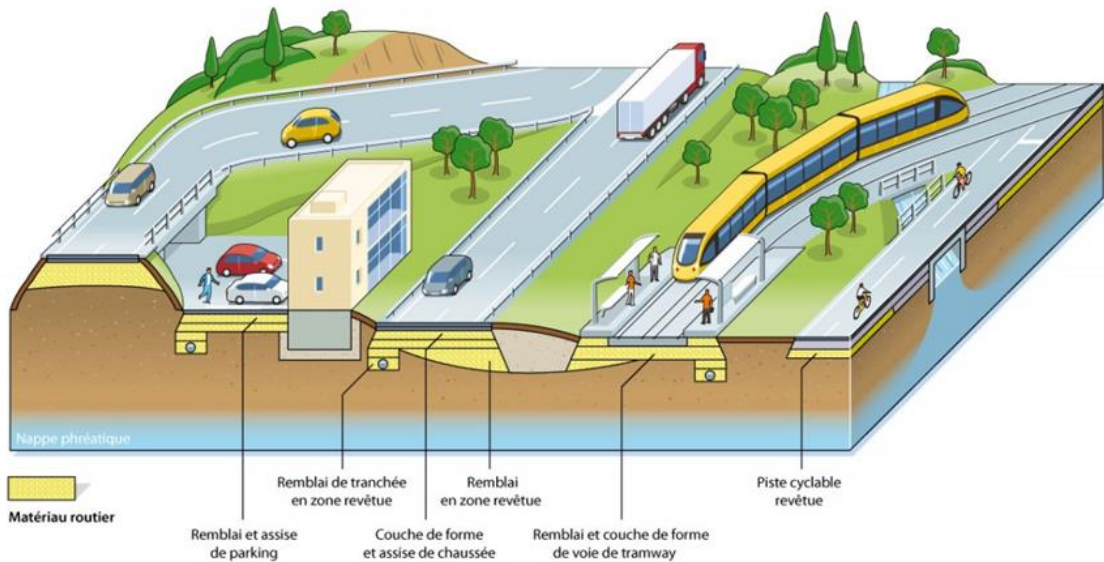


Figure 18. Usages routiers de type 1 (SETRA, 2011)

Usages routiers "type 2"

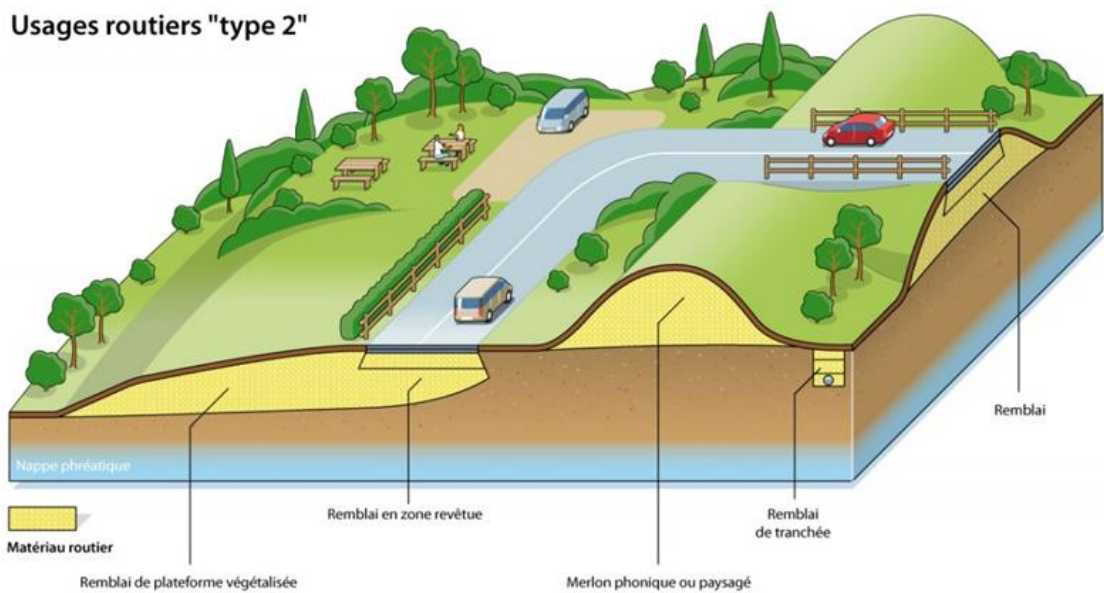


Figure 19. Usages routiers de type 2 (SETRA, 2011)

Pour les usages de type 2, il est nécessaire que les matériaux alternatifs respectent les valeurs limitent définies par le guide et qu'ils ne dépassent pas 6 mètres de hauteur en remblai technique ou en accotement.

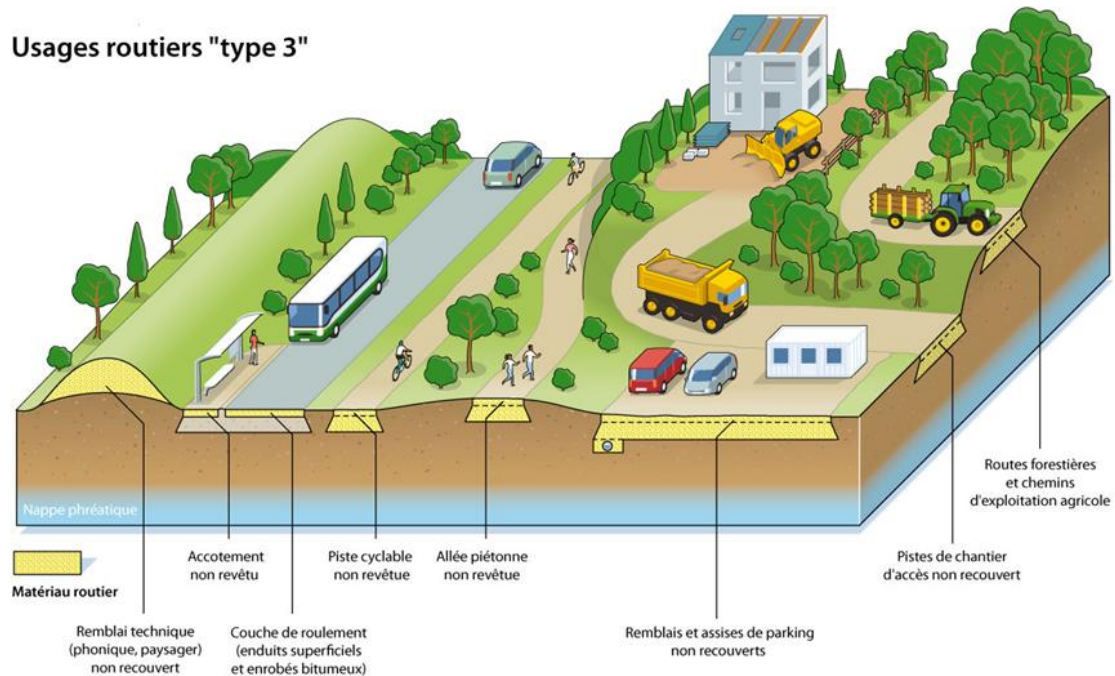


Figure 20. Usages routiers de type 3 (SETRA, 2011)

Pour les usages de type 3, il est nécessaire que les matériaux alternatifs respectent les valeurs limitent définies par le guide et ne font pas l'objet de restriction de hauteur. Plus le matériau alternatif est exposé dans son scénario d'usage (type 1 < type 2 < type 3) plus les critères d'acceptabilité environnementale du guide sont élevés et le guide peut ne pas permettre de valorisation en fonction des risques associés à l'environnement proche du site de valorisation (présence de captages d'eau potable, zones inondables, zones de karsts affleurant...).

La démarche d'évaluation environnementale suivie par ce guide s'appuie sur la norme NF EN 12 920+A1 qui définit, pour un déchet, la méthodologie à appliquer pour déterminer le relargage des contaminants dans l'eau en fonction des conditions de valorisation ou de stockage spécifiées. Pour ce guide, il s'agit d'étudier non pas le relargage du déchet mais celui du matériau alternatif élaboré sur la base du déchet.

La méthodologie se décompose en plusieurs étapes. Une première étape de description du déchet fournit des informations essentielles sur le déchet, en termes de contamination, de conformité à l'usage routier et sur les procédés à son origine. Une seconde étape décrit le matériau alternatif issu du déchet, le procédé d'élaboration suivi, et l'usage routier envisagé. La troisième étape consiste à vérifier l'impact du relargage des matériaux en place sur la qualité des eaux. L'évaluation de cette étape repose sur 3 niveaux d'études détaillés sur la Figure 21.

Le niveau 1 repose sur des essais de conformité en contenu total et à la lixiviation. Si les matériaux sont conformes au niveau 1, ils sont valorisables en technique routière. Si les matériaux sont non conformes au niveau 1, soit on envisage une autre filière de valorisation ou d'élimination du déchet, soit on passe au niveau 2.

Ce niveau consiste en un test de conformité à la percolation. De la même façon, soit le test est concluant et la valorisation du déchet en technique routière est possible, soit le test n'est pas concluant et on passe au niveau 3.

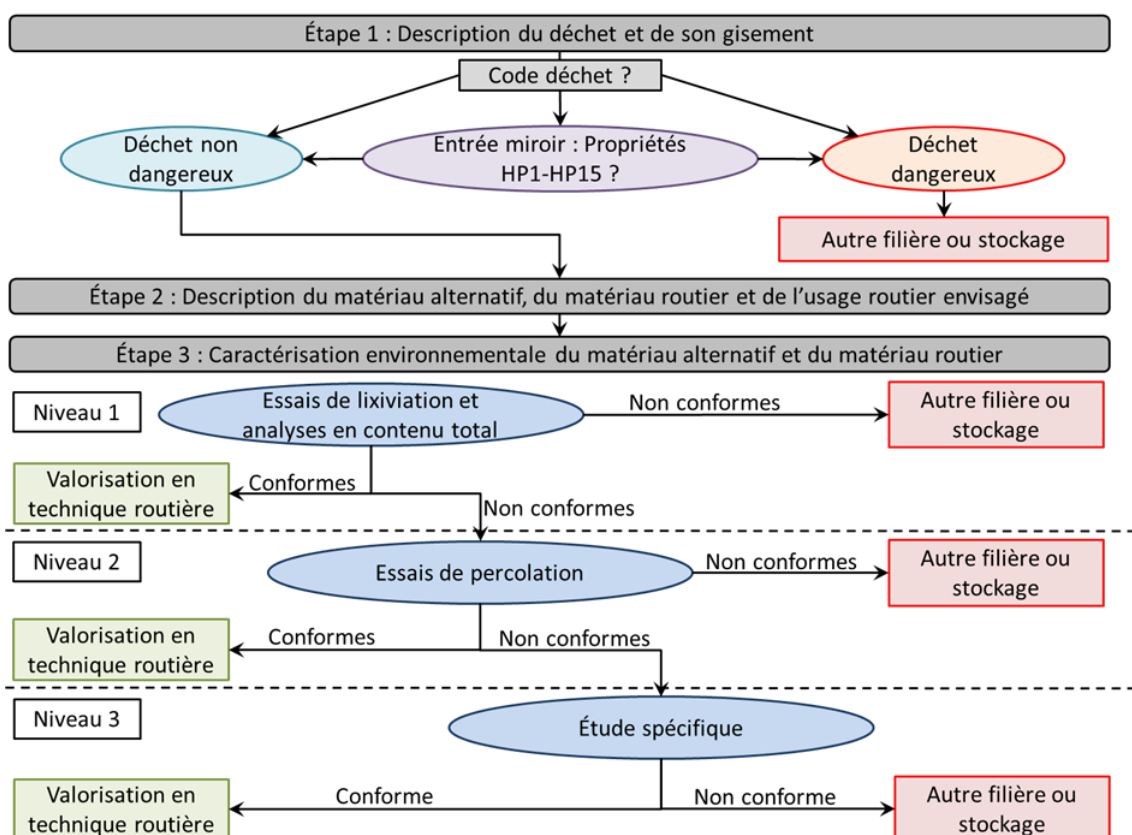


Figure 21. Démarche d'évaluation environnementale développée dans le guide Sétra 2011

Ce niveau consiste en une étude spécifique suivant la norme NF EN 12 920+A1, prenant en compte l'altération des matériaux et doit démontrer que l'usage envisagé permet un niveau de protection de l'environnement équivalent aux limites prévues pour le niveau 2.

2.2.5. La méthodologie SEDIMATERIAUX

La méthodologie Sédimatériaux est issue d'une démarche nationale financée par l'Union Européenne (FEDER), par la Région Nord-Pas de Calais, et par la Direction Régionale de l'Environnement, de l'Aménagement et du Logement Nord-Pas-de-Calais (DREAL) débutée en 2009. Les autres partenaires sont le Centre de développement d'éco-entreprises (CD2E), l'École Nationale Supérieure des Mines de Douai (ENSMD) et le Ministère de l'Écologie, du Développement Durable et de l'Énergie (MEDDE). Cette démarche fait suite aux travaux engagés par le GPMD (Grand Port Maritime de Dunkerque) et l'ENSMD avec l'appui de la région Nord Pas de Calais et qui a abouti au guide PREDIS (Abriak, 2011; Damidot et al., 1995; Mac Farlane and Abriak, 2004).

Elle a pour objectifs :

- de proposer une méthodologie opérationnelle de gestion des sédiments marins et fluviaux respectant les exigences réglementaires en matière de valorisation en s'appuyant sur la norme NF EN 12 920+A1 (2008),
- de proposer des solutions opérationnelles de gestion des sédiments via la réalisation d'ouvrages dans des conditions environnementales maîtrisées et
- d'enrichir les travaux du Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement Durable et de la Mer (MEEDDM) dans le but d'une évolution réglementaire quant à la faisabilité environnementale de la valorisation de sédiments de dragage pour différents scénarios d'usages.

Le Guide méthodologique « Valorisation des sédiments de dragage en technique routière » développé par l'ENSMD en 2014 est un guide d'application de la méthodologie du guide Sétra (SETRA, 2011) aux sédiments.

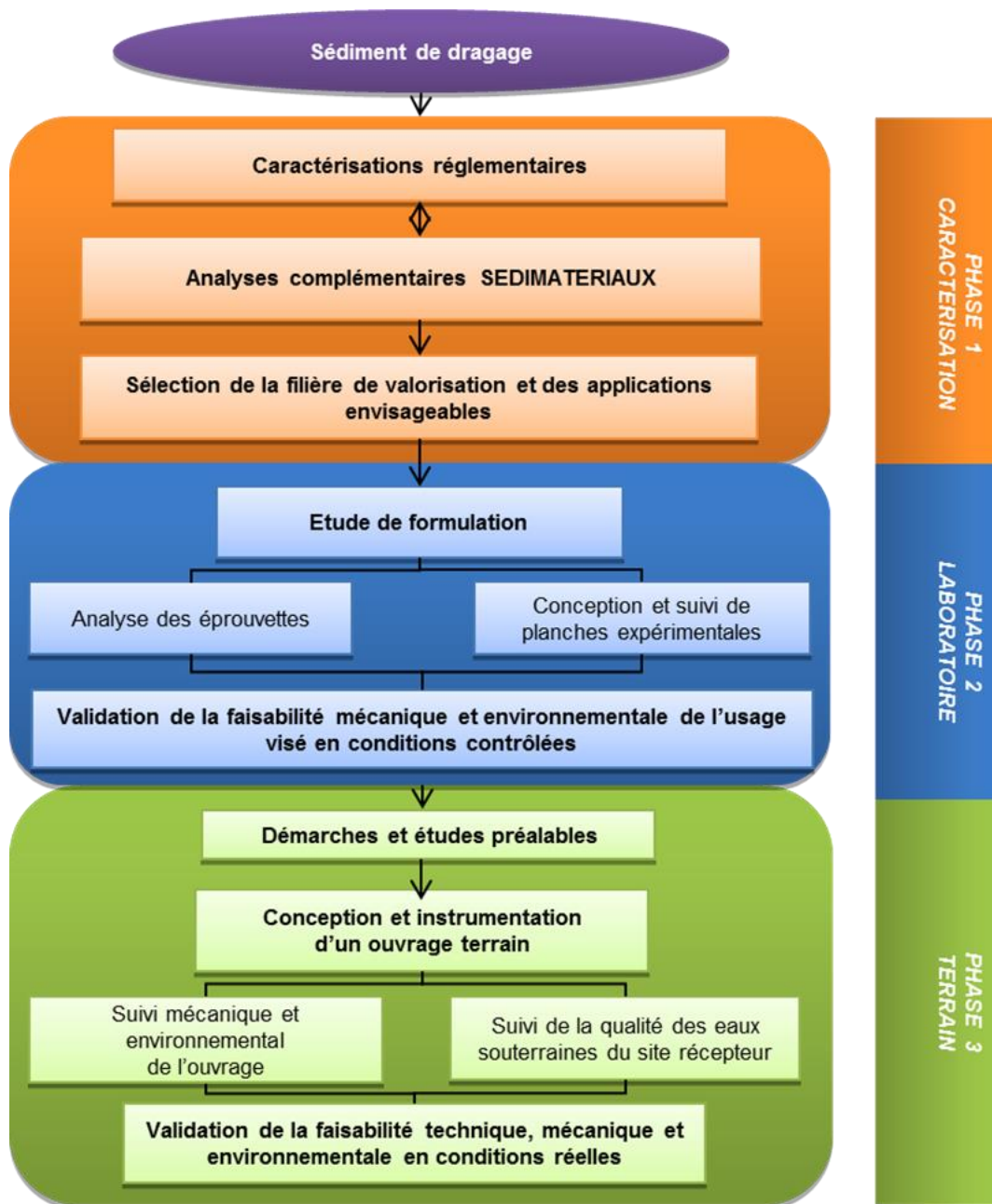


Figure 22. Logigramme descriptif de la méthodologie Sédimentériaux (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014)

La méthodologie développée par ce guide est présentée sur la Figure 22. Basée sur la norme NF EN 12920+A1 (2008), elle présente une démarche en 3 phases cumulatives permettant d'aboutir à la réalisation d'un ouvrage opérationnel. La phase 1 s'appuie sur les caractérisations du sédiment issues de la réglementation déchet et sur des caractérisations complémentaires décrites sur la Figure 23 permettant de juger de la compatibilité du sédiment avec l'usage visé et de son acceptabilité environnementale.

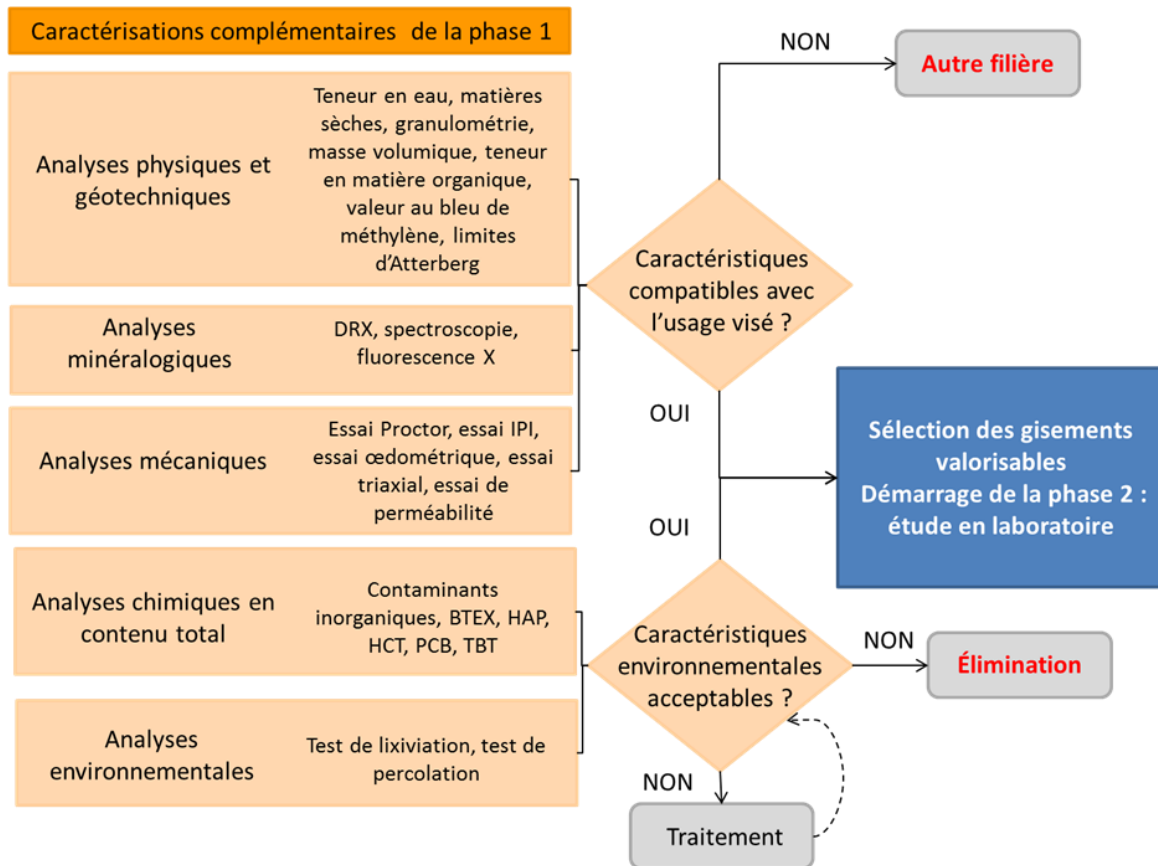


Figure 23. Caractérisation complémentaire des sédiments pour la phase 1 de la démarche Sédimatériaux d'après (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014)

À l'issue de cette première phase, soit le sédiment est dirigé vers une autre filière s'il ne correspond pas techniquement aux usages routiers, soit il est dirigé vers des installations d'élimination ou de traitement s'il n'est pas acceptable pour l'environnement, soit il est dirigé vers la phase 2.

La phase 2 consiste en une étude de faisabilité en laboratoire afin de vérifier aussi bien les performances techniques du produit final que ses caractéristiques environnementales (en termes de relargage). Les essais classiques de laboratoires sont complétés par des essais en planches expérimentale pour se rapprocher au mieux des conditions réelles d'utilisation du produit. Ce cheminement est détaillé sur la Figure 24.

Si les caractéristiques techniques et environnementales correspondent aux attentes, on peut passer à la phase 3 qui consiste en une étude de terrain. Avant de passer à la réalisation d'un ouvrage expérimental, plusieurs études préalables sont nécessaires, notamment une étude d'impacts environnementaux et sanitaires. Si cette étude conclut qu'il

y a un risque, soit l'ouvrage est sécurisé par un ou plusieurs dispositifs et l'on peut passer à sa réalisation, soit il est abandonné. Une fois l'ouvrage expérimental réalisé, il est instrumenté et suivi sur une période d'un an.

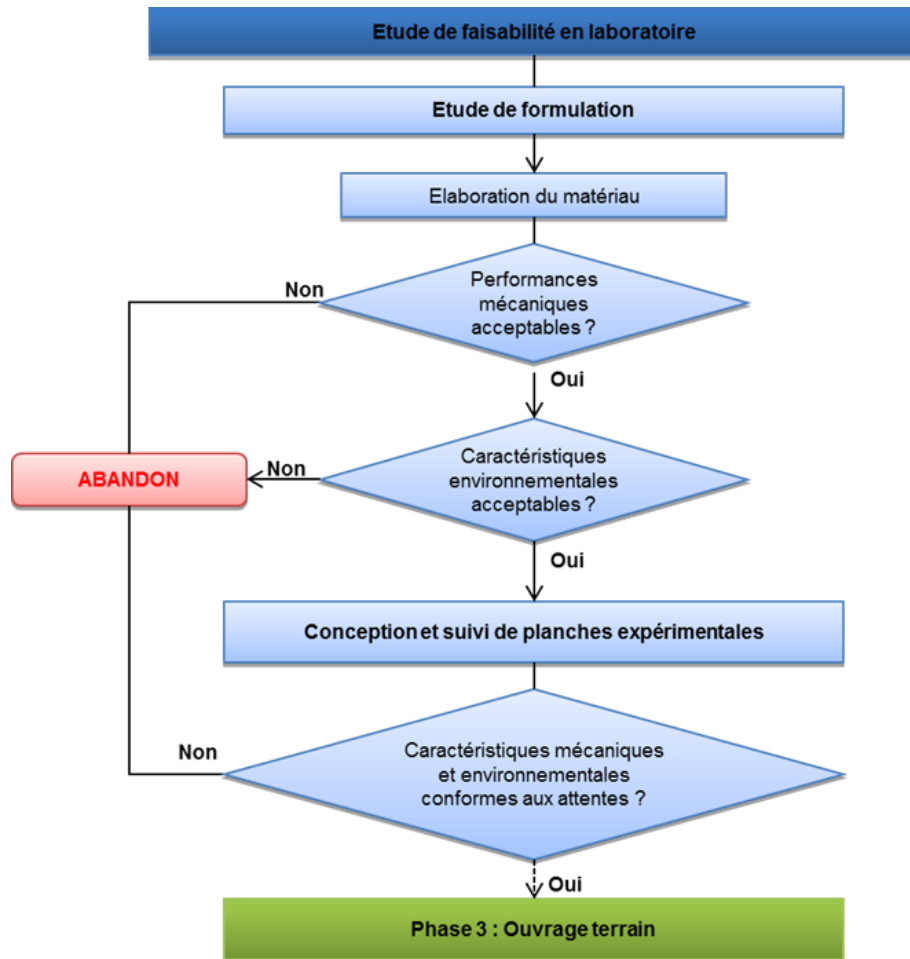


Figure 24. Logigramme descriptif de la phase 2 démarche Sédimentériaux (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014)

Les performances mécaniques et les impacts environnementaux sont jugés sur l'ensemble de la période de suivi, si elles sont acceptables, le projet est validé et peut être réalisé dans des conditions réelles, sinon il est abandonné. La logique de l'étude terrain est reprise sur la Figure 25. Le suivi des performances mécaniques et environnementales se poursuit pendant au moins 12 mois et peut à tout moment conduire à l'abandon du projet.

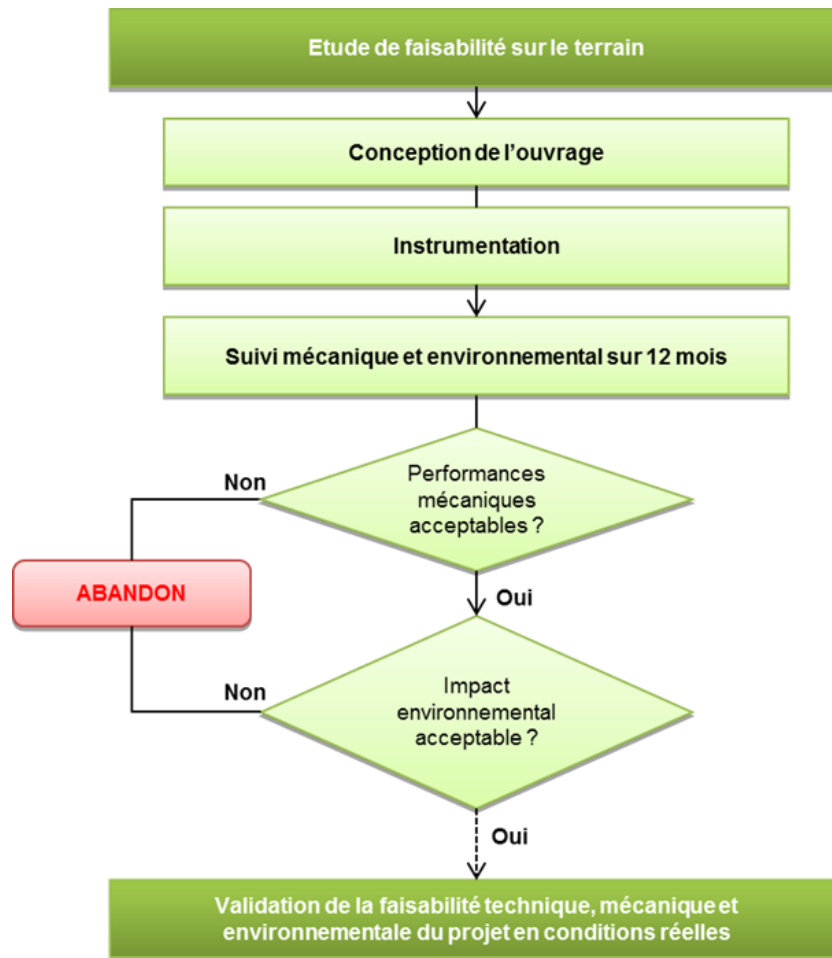


Figure 25. Logigramme descriptif de la phase 3 de la démarche Sédimatériaux au terme des études préalables à la conception de l'ouvrage expérimental (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014)

2.2.6. Spécifications du comité technique 351 (CEN)

Ces spécifications sont regroupées dans la norme CEN/TS 16637-1 éditée en Août 2014 et concernent les produits de constructions. Elle traite de l'évaluation des émissions de substances dangereuses par les produits de construction. Les objectifs du comité 351 sont :

- d'identifier les produits de construction susceptibles de diffuser des substances dangereuses dans le sol et dans les eaux de surface et souterraines ;
- de décrire les conditions d'utilisation de ces produits de construction dans le but de limiter la libération de substances dangereuses dans le sol et dans les eaux de surface et souterraines ;
- d'identifier les principaux mécanismes de relargage des substances dangereuses contenues dans les produits de construction.

Dans l'optique de la réalisation de ces objectifs, cette norme permet d'identifier les tests de lixiviation adaptés pour mettre en évidence le relargage de substances dangereuses réglementées dans le sol et dans les eaux de surface et souterraines. Pour ce faire, elle développe une méthodologie en 3 étapes :

- identifier, dans un premier temps, les produits de construction susceptibles d'émettre des substances dangereuses réglementées dans l'environnement,
- déterminer des tests en fonctions des propriétés générales de ces produits,
- choisir des tests par rapport aux propriétés spécifiques de ces produits.

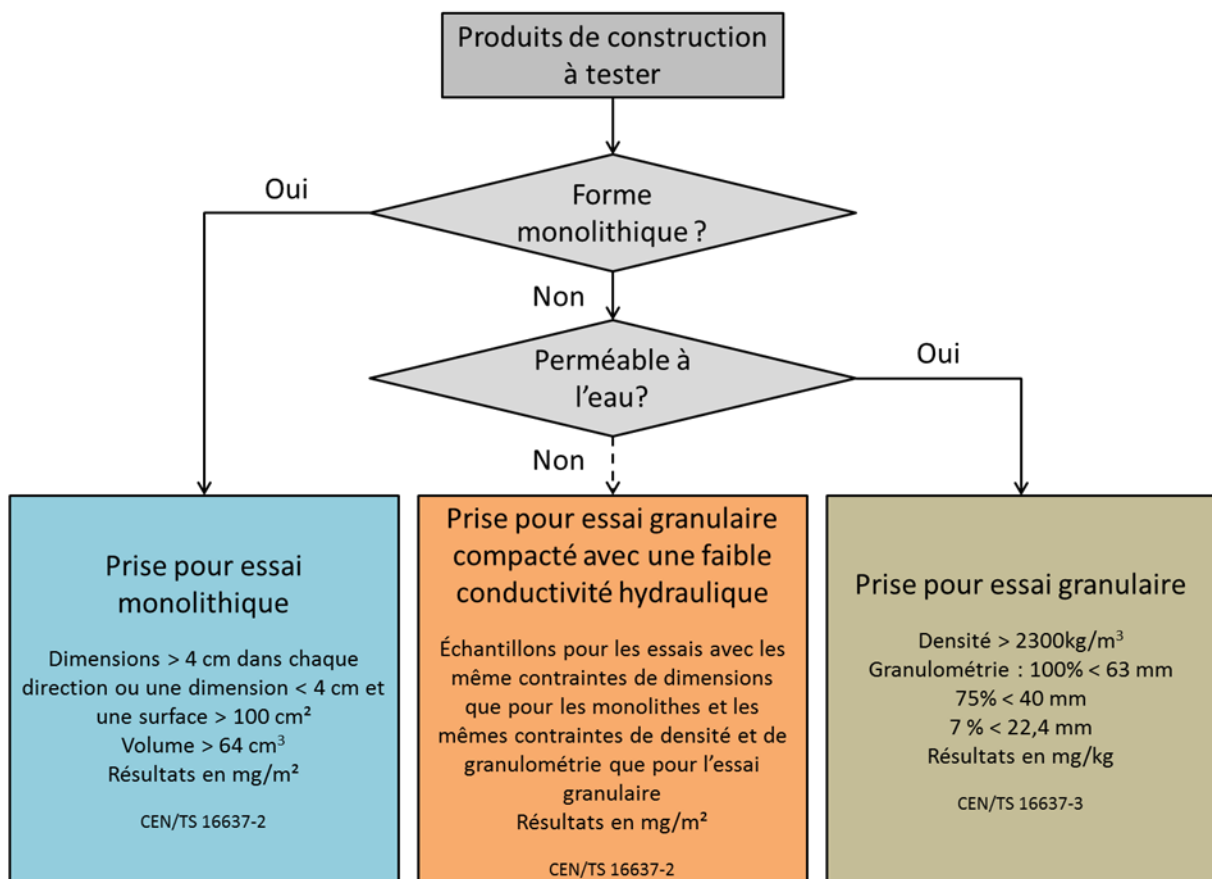


Figure 26. Méthodologie pour le choix de la méthode de lixiviation à appliquer aux matériaux de construction d'après la norme CEN/TS 16637-1 (2014)

Ce document technique donne aussi la marche à suivre générale pour l'échantillonnage et la préparation des produits de constructions à tester ainsi que pour le

traitement, le stockage et l'analyse des éluats obtenus. Il est aussi spécifié que la norme ne convient pas à l'étude des produits de construction métalliques. Il est aussi précisé que les contacts discontinus avec l'eau (comme la pluie) sont pris en compte comme des contacts permanents. Cette simplification peut introduire une différence de relargage de substances dangereuses qui n'est pas prise en compte dans cette norme.

Cette norme est spécifique à l'étude des produits de constructions en général, elle ne tient pas compte du fait que ces produits peuvent intégrer des déchets dans leur composition. La norme permet de choisir entre 2 types de lixiviations, les lixiviations avec renouvellement périodique du lixiviat et la percolation. Ces différents types de lixiviations sont détaillés dans les normes CEN/TS 16637-2 et CEN/TS 16637-3 et leurs annexes. La méthodologie permettant le choix de la méthode de lixiviation est présentée en Figure 26. Les lixiviations avec renouvellement périodique du lixiviat, que l'on appellera DSLT pour Dynamic Surface Leaching Test, sont menées sur les matériaux monolithiques et sur les matériaux granulaires qui laissent difficilement passer l'eau. Le volume de lixiviant est déterminé en fonction des surfaces. Le test de percolation (percolation Test) est mené en colonnes avec un volume de lixiviant qui dépend de la masse de matériaux testés.

2.3. Limites de ces référentiels

Les différents référentiels cités sont toutefois limités, ces limites sont reportées dans le Tableau 11. On peut aussi ajouter que ces référentiels se basent ou utilisent des seuils limites en substance dangereuses. Ces seuils sont fixés par la réglementation et sont indépendants des scénarios de valorisation et de la spéciation des éléments chimiques. Parmi les filières de valorisations sélectionnées, il n'y a pas de référentiels réglementaires spécifiques à la valorisation des sédiments de dragage.

Tableau 11. Récapitulatif des limites des référentiels existants

Référentiels existant	Guide Sétra	Guides Sédimatériaux	Arrêté du 12 Décembre 2014 (ISDI)	Norme CEN/TS 16637-1
Filières de valorisation	Technique routière	Technique routière	Produits de construction	Produits de construction
		Produits de construction		
Réglementaire ? (Oui/Non)	Oui	Non	Oui	Non
Spécifique aux sédiments? (Oui/Non)	Non	Oui	Non	Non
Spécifique à la filière de valorisation ? (Oui/Non)	Oui	Méthode unique applicable à plusieurs filières	Non	Oui
Prise en compte de l'écotoxicité hors étude de danger (HP14)? (Oui/Non)	Non	Oui	Non	Non
Méthodologie spécifique sur les matériaux à base de sédiments? (Oui/Non)	Non	Oui	Non	Non

3. Approches expérimentales disponibles

3.1. Étude du comportement à la lixiviation

Il existe différents facteurs influençant la lixiviation. Ces facteurs peuvent majoritairement être classés en 2 catégories : les facteurs intrinsèques au déchet et ceux qui n'y sont pas liés et qui peuvent dépendre du lieu de l'expérimentation, du protocole suivi ou même du manipulateur. La plus-part de ces paramètres sont reportés dans le Tableau 12.

Le pH, en particulier, joue un rôle déterminant sur la spéciation, ce qui est déterminant quant à la mobilité, la solubilité et la toxicité des contaminants (van der Sloot et al., 1997; van der Sloot and Kosson, 2012) (Figure 27). Chaque substance a donc sa propre courbe de relargage en fonction du pH dépendant de sa spéciation et des propriétés de ces espèces chimiques (van der Sloot and Dijkstra, 2004). En général, les ETMM sont très solubles aux pH très acides et très basiques (Weng et al., 2001).

La matière organique, sous forme dissoute et sous forme d'humus, peut influencer sur le relargage (van der Sloot and Dijkstra, 2004). Il s'agit de molécules complexes ayant une forte affinité pour les ETMM. Lorsque cette matière organique est sous forme insoluble, elle joue un rôle de protection du milieu en piégeant les ETMM. *A contrario*, lorsque les complexes

formés par les ETMM et la matière organique sont solubles, elle joue le rôle d'un vecteur de transfert de ces contaminants (Guérin et al., 2012).

Tableau 12. Principaux paramètres ayant une influence sur les substances lixiviées

Paramètres généraux	
Intrinsèques	Extérieurs
Nature du déchet/matériau (caractéristiques et substances spécifiques)	Température (contrôle de la diffusion, équation d'Arrhenius)
pH (solubilité des contaminants, une faible CNA rend le déchet/matériau sensible aux variations imposées par le site)	Degrés de contact avec l'eau (influence du contact avec l'eau, de la saturation du déchet/matériau, du rapport L/S)
Potentiel Redox (les propriétés réductrices d'un déchet/matériaux influent sur le comportement de constituants spécifiques)	Lixiviant (par convention on utilise de l'eau déminéralisée dans les essais normalisés, d'autres lixiviants avec une conductivité ou un pH différent par exemple, peuvent faire varier le relargage)
Vieillessement (variation des caractéristiques intrinsèques)	Temps de contact (le temps de contact est directement rapport avec la quantité totale lixiviée)
Matière organique (la présence de matière organique et en particulier d'humus peut influencer sur le relargage)	DOC/adsorption/ composition chimique totale (les autres substances présentes peuvent agir sur la spéciation d'une substance contaminante)
Paramètres spécifiques aux matériaux monolithiques	
Porosité, perméabilité et tortuosité (contrôle de la vitesse de transport par diffusion)	Forme, dimensions de l'éprouvette, érosion (la surface régulière disponible pour le relargage de constituants dépend de la forme de l'éprouvette, le choix des dimensions permet de prendre en compte l'appauvrissement du déchet/matériau en contaminant)
Paramètres spécifiques aux matériaux granulaires	
Granulométrie (variation de la surface de relargage)	Masse de déchet/matériau testé (permet de prendre en compte l'appauvrissement en contaminant)

Ce changement de solubilité dépend du pH, du potentiel redox et du type de matière organique. La teneur en matière organique dissoute (COD) est fortement corrélée au taux de cuivre dissous dans un milieu, ce qui va dans le sens d'un contrôle de la disponibilité des ETMM par la matière organique (Zhao et al., 2007a). On retrouve de la matière organique

dans les produits de construction naturels et certains déchets (dont les sédiments dans des proportions variables).

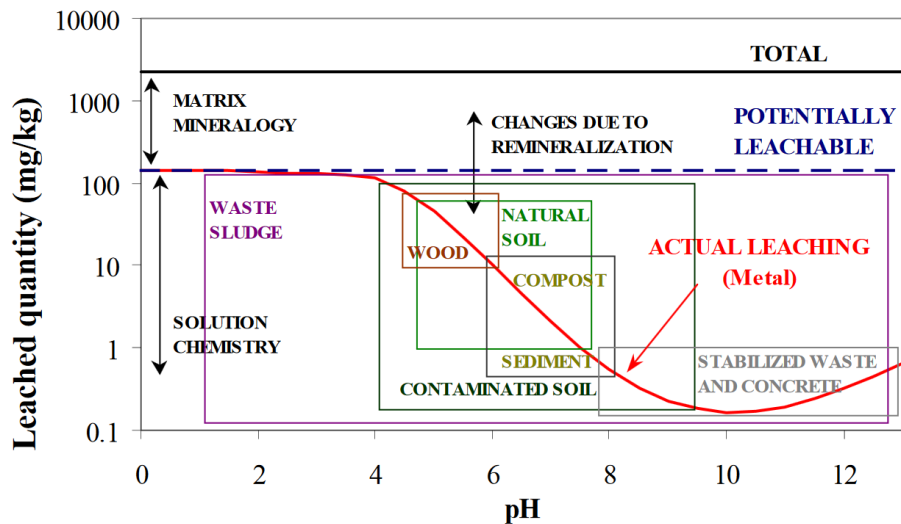


Figure 27. Quantité de contaminant lixiviée par rapport au pH et comparaison de différents milieux (van der Sloot et al., 1997)

Il est important de prendre le temps en compte lorsque l'on s'intéresse à la modification des propriétés du matériau ou du déchet puisqu'il influe sur les phénomènes lents. Cette modification, appelée vieillissement, peut influencer grandement sur le relargage.

La température joue un rôle majeur dans le relargage puisqu'elle augmente la solubilité de la plus-part de contaminants, elle joue aussi sur les autres paramètres en augmentant la vitesse des réactions chimiques et amplifie le relargage, notamment par diffusion (van der Sloot and Dijkstra, 2004).

Mécanismes chimiques en jeu à l'échelle moléculaire

Les réactions chimiques et les interactions statiques pouvant se produire à l'interface liquide / solide sont décrites par (Manceau et al., 2002) et sont présentées en Figure 28. Ce schéma de synthèse est le produit d'études d'interactions d'ETMM avec des oxydes de fer et représente le cheminement d'un ion entre la phase liquide et la phase minérale.

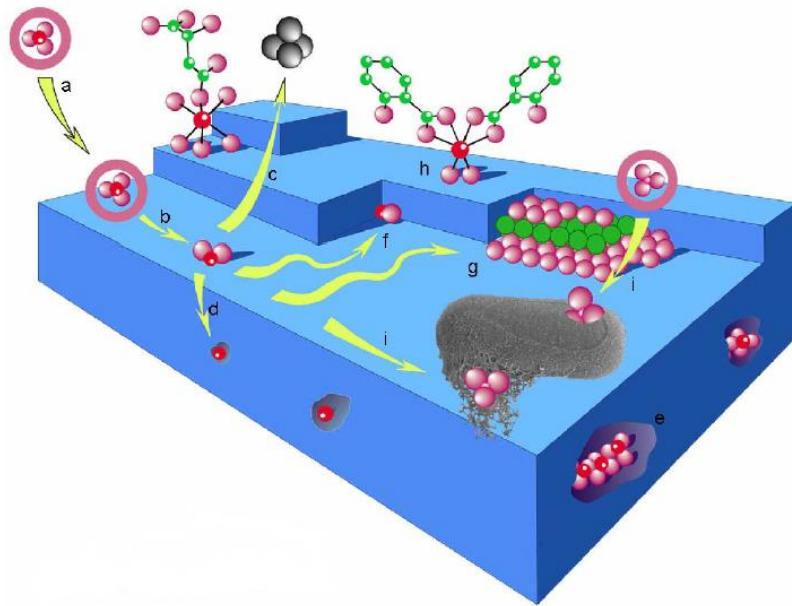


Figure 28. Schéma de synthèse illustrant les différents mécanismes de fixation d'un complexe aqueux chargé à l'interface liquide solide a) physisorption ; b) chimisorption ; c) détachement ; d) absorption ou inclusion (cas des ions ayant un rayon et une charge similaire à l'un des ions du cristal) ; e) occlusion (poche d'impureté littéralement piégée à l'intérieure du cristal en croissance) ; f) attachement d'une molécule complexe ; g) hétéro-nucléation (croissance épitaxiale) ; h) complexation organo-minérale ; i) complexation par des exopolymères bactérien. (Manceau et al., 2002)

La fixation d'un élément suit plusieurs étapes :

Une première étape de formation d'un complexe de sphère externe (a) : pour cette étape de physisorption, les ions gardent leur sphère d'hydratation et sont principalement maintenus en surface de la particule par des forces électrostatiques. Les ions fixés à cette étape sont donc encore relativement mobiles.

Une seconde étape de formation de complexe de sphère interne isolée en surface (b) : pour cette étape de chimisorption, les ions forment des liaisons chimiques avec les groupements de surface des particules. La force de cette liaison est variable et dépend de la structure électronique des ions et des ligands.

Une troisième étape de complexation multi-nucléaire en surface (g): pour cette étape la précipitation est initiée à la surface de minéraux après adsorption.

Une quatrième étape de précipitation homogène (e) : pour cette étape la précipitation a lieu directement en solution, lorsque la limite de solubilité de l'espèce chimique est atteinte. Les ETMM sont alors incorporés par co-précipitation.

Une cinquième étape de diffusion à travers le réseau cristallin (d) : pour cette étape les ions adsorbés à la surface peuvent combler des espaces du réseau ou se substituer à d'autres ions présents lorsque leur rayon ionique est semblable.

Les caractéristiques des sédiments tels que le pH, la température, l'humidité, l'activité bactérienne, la salinité, le potentiel d'oxydo-réduction, etc peuvent avoir des effets limitants sur les réactions élémentaires composants ces étapes. La compréhension de ces réactions au cœur des matrices sédimentaires permettrait donc de modéliser l'évolution de la spéciation des contaminants qui la compose via la modélisation. Il serait dès lors possible de conjecturer du devenir des contaminants en présence.

3.2. Principaux essais de lixiviation

On peut les distinguer en 3 catégories :

- essais de conformité,
- de caractérisation de base,
- de vérification sur site.

Ces catégories correspondent à des étapes spécifiques de la méthodologie de la norme NF EN 12920+A1 (2008). Les essais de conformité, qui permettent de décrire les matériaux, sont réalisés dans l'étape 3. Les essais de caractérisation de base, réalisés lors de l'étape 4, permettent de décrire le comportement des matériaux à la lixiviation dans des cas spécifiques. Les essais de vérification sur site ne sont pas nécessairement des essais de lixiviation et sont donc à distinguer des 2 autres catégories. Ils sont réalisés lors de l'étape 6.

Tous ces essais de lixiviation utilisent comme lixiviant de l'eau ayant un pH compris entre 5 et 7.5 et une conductivité inférieure à 0.5mS/m, éventuellement associés à un acide ou une base.

3.2.1. Essais de conformité

Les essais de conformité permettent de vérifier la correspondance entre un matériau et la législation le concernant. Les essais de conformité présentés dans ce paragraphe sont récapitulés dans le Tableau 13.

NF EN 12457-1 (2002)

Cette norme européenne a le statut de norme française et a pris effet le 20 décembre 2002. Elle s'applique aux déchets fragmentés et aux boues ayant une granulométrie inférieure à 4 millimètres, la réduction de la granulométrie pour répondre à ce critère étant possible. Pour appliquer cette norme, il est nécessaire que la teneur en matière sèche du matériau soit supérieure à 33%. Pour cette norme, on fait l'hypothèse que l'équilibre (ou quasi-équilibre) est atteint au cours de l'essai. Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer la teneur en matière sèche du déchet.

Une prise d'essai correspondant à 175 grammes ($\pm 5g$) de masse sèche est placée dans un flacon de 500 ml. La matière du flacon est choisie de sorte à limiter au maximum les interactions avec le déchet testé et en fonction des substances dosées lors de l'analyse de l'éluat. Le lixiviant utilisé est de l'eau ayant un pH compris entre 5 et 7.5 et une conductivité inférieure à 0.5mS/m (eau distillée, déminéralisée ou déionisée). La quantité de lixiviant à ajouter est déterminée de sorte à ce que le rapport liquide /solide (L/S en l/kg de matière sèche) soit de 2 ($\pm 2\%$). Le flacon est ensuite agité à l'aide d'un agitateur rotatif à retournement (Figure 29) réglé à 10 tours par minute pendant 24 heures ($\pm 30min$).

Au terme de l'essai, la séparation de l'éluat du solide se fait en 2 étapes. Dans un premier temps, on laisse le mélange décanter (pendant 15min \pm 5min) et ensuite on filtre l'éluat sur un filtre à membrane de 0.45 μm . Une étape de centrifugation peut être ajoutée en cas de problème.



Figure 29. Agitateur rotatif à retournement Heidolph REAX 20

NF EN 12457-2 (2002)

Cette norme européenne a le statut de norme française et a pris effet le 20 décembre 2002 tout comme la norme NF EN 12457-1 dont c'est la variante. Ces deux normes sont identiques à l'exception du rapport L/S qui est fixé à 10 plutôt qu'à 2, en conséquence la prise d'essai correspond à 90g (\pm 5g) et le flacon utilisé à un volume d'un litre.

NF EN 12457-3 (2002)

Cette norme européenne au statut de norme française depuis le 20 décembre 2002 reprend les normes NF EN 12457-1 et NF EN 12457-2 en permettant une lixiviation en 2 temps. D'abord, on suivra la norme NF EN 12457-1 pendant 6 heures (\pm 30 min). Au terme de cette première lixiviation, on obtient d'une part un premier éluat et d'autre part la matrice. La partie solide est transférée dans un flacon de 2 L accompagné des filtres ayant été utilisés pour le premier éluat et on ajoute du lixiviant de sorte à obtenir un L/S de 8 pour cette lixiviation et un L/S cumulé de 10 (\pm 2%). Cette deuxième lixiviation dure 18 heures (\pm 30 min).

NF EN 12457-4 (2002)

Cette norme européenne au statut de norme française depuis le 20 décembre 2002 présente une variante du protocole décrit dans la norme NF EN 12457-2. Ces deux normes sont identiques à l'exception de la granulométrie maximale des grains qui est fixée à 10 mm contre 4 mm dans l'autre norme.

NF X31-211 (2012)

Cette norme française a pris effet le 8 septembre 2012. Elle s'applique pour les déchets solides initialement massifs ou qui le sont devenus par un procédé de solidification. Pour cette norme, on fait l'hypothèse que l'équilibre est atteint au cours de l'essai. Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer la teneur en matière sèche du déchet.

La prise d'essai est un cylindre de 4 cm ($\pm 3\%$) de diamètre et de 8 cm ($\pm 3\%$) de hauteur. La poussière est éliminée en soufflant doucement dessus avec de l'air comprimée. La prise d'essai est placée dans un flacon à l'aide d'un support de sorte à ce qu'elle se situe au moins à 2 cm du fond. Le support doit être ajouré par des mailles d'ouverture d'au moins 5 mm. La matière du flacon est choisie de sorte à limiter au maximum les interactions avec le déchet testé et en fonction des substances dosées lors de l'analyse de l'éluat. Le lixiviant utilisé est de l'eau ayant un pH compris entre 5 et 7.5 et une conductivité inférieure à 0.5 mS/m (eau distillée, déminéralisée ou déionisée). On veille à ce que le lixiviant ne soit pas directement versé sur la prise d'essai. La quantité de lixiviant à ajouter est déterminée de sorte à ce que le rapport liquide /solide (L/S en l/kg de matière sèche) soit de 10 ($\pm 2\%$). Le volume du flacon est choisi de façon à s'adapter au mieux à la quantité de lixiviant ajouté et varie de 1 à 6 litres. L'agitation du mélange est réalisée à l'aide d'un agitateur magnétique tournant à 120 ± 20 tr/min. L'essai dure 16 ± 1 h si on prévoit des lixiviations successives, sinon il dure 24 ± 1 h.

Au terme de l'essai, la séparation de l'éluat du solide se fait en 2 étapes. Dans un premier temps, la prise d'essai est laissée à égoutter au-dessus de l'éluat pendant 5 min maximum. Ensuite, l'éluat est filtré au moyen d'une membrane de $0.45\mu\text{m}$. Une étape de centrifugation peut être ajoutée en cas de problème.

XP X30-410 (2000, annulé en 2015)

Cette norme expérimentale française, issue de la norme expérimentale de 1997 du même nom, a été publiée par l'AFNOR en avril 2000. Il s'agit d'une variante de la norme NF X 31-211 applicable lorsque le solide est granulaire et qu'il n'est pas possible de réaliser des éprouvettes de 4 cm ($\pm 3\%$) de diamètre pour 8 cm ($\pm 3\%$) de hauteur. La masse de la prise d'essai est de 100 ± 20 g et le rapport L/S ne change pas. Du fait de la nature granulaire mais massive de la prise d'essai, on opte pour une agitation sur table. L'amplitude de l'agitation est de 3 ± 0.5 cm avec une fréquence de 60 ± 2 cycles par minute.

XP CEN/TS 15862 (2012)

Cette norme expérimentale européenne, publiée en France par l'AFNOR en octobre 2012, est analogue à la norme NF X31-211. Ces deux normes présentent des essais de lixiviation de conformité pour des monolithes. A la différence de la norme NF X31-211, cette norme propose d'utiliser le rapport du volume de lixiviant et de la surface du déchet en contact avec celui-ci plutôt que le rapport du volume de lixiviant et de la masse du déchet. Ce rapport est fixé à 12. De plus, la prise d'essai pourra avoir une forme non cylindrique pourvu quelle mesure au moins 4 cm dans chaque dimension.

NF EN 1744-3 (2002)

Cette norme européenne au statut de norme française depuis Novembre 2002 décrit une méthodologie pour l'essai de conformité des granulats à la lixiviation. Cette norme n'est pas spécifique aux déchets, elle s'applique aux granulats de diamètre inférieur à 32 millimètres.

Pour cette norme, on fait l'hypothèse que l'équilibre, ou le quasi-équilibre, est atteint au cours de l'essai. Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer la teneur en matière sèche des granulats.

La fraction de granulats de diamètres compris entre 16 et 32 mm est isolée, on y ajoute les granulats de diamètre supérieurs à 32 mm concassés de manière à être désormais inférieur à 32 mm. Cette fraction est ajoutée à la fraction de granulat dont le diamètre est inférieur à 16mm dans les proportions initiales de la fraction de diamètre supérieure à 32 mm. La masse de la prise d'essai est d'environ 2 kg et est pesée à 0.1 g près. La prise d'essai est placée uniformément sur une grille adaptée à sa granulométrie, elle est ensuite délicatement immergée dans le lixiviant.

La matière du flacon est choisie de sorte à limiter au maximum les interactions avec le déchet testé et en fonction des substances dosées lors de l'analyse de l'éluat. Le lixiviant utilisé est de l'eau ayant un pH compris entre 5 et 7.5 et une conductivité inférieure à 0.5mS/m (eau distillée, déminéralisée ou déionisée). L'agitation est réalisée à l'aide d'un

agitateur mécanique ayant une vitesse de rotation de 500 ± 20 tours par minute. L'essai se conclue au bout de 24 heures ± 10 min.

Au terme de l'essai, la séparation de l'éluat du solide se fait en 2 étapes. Dans un premier temps, on laisse les granulats se déposer pendant 10 min. Ensuite, on mesure le pH et la conductivité, puis on filtre l'éluat sur un filtre à membrane de $0.45 \mu\text{m}$. Une étape de centrifugation peut être ajoutée si l'on prévoit de déterminer l'indice phénol.

Tableau 13. Récapitulatif des essais de conformités normés présentés

	Référence de la norme	Type de test	Type de matériau testé	Lixiviant	Rapport lixiviant/matériau	Durée de la lixiviation	Dispositif d'agitation
Essais de conformité	NF EN 12457-1 (2002)	Bâché unique à l'équilibre	granulaire ≤ 4 mm	eau d*	L/S** = 2	$24 \pm 0,5$ h	retournement (10 tr/min)
	NF EN 12457-2 (2002)	Bâché unique à l'équilibre	granulaire ≤ 4 mm	eau d*	L/S** = 10	$24 \pm 0,5$ h	retournement (10 tr/min)
	NF EN 12457-3 (2002)	Bâché double à l'équilibre	granulaire ≤ 4 mm	eau d*	L/S** = 2 et 8	24 ± 1 h	retournement (10 tr/min)
	NF EN 12457-4 (2002)	Bâché unique à l'équilibre	granulaire ≤ 10 mm	eau d*	L/S** = 10	$24 \pm 0,5$ h	retournement ou à rouleaux (10 tr/min)
	NF X31-211 (2012)	unique ou successives à l'équilibre	monolithique $\Phi 4, \text{h}8$ cm	eau d*	L/S** = 10	24 ± 1 h ou 16 ± 1 h (successifs)	magnétique
	XP X30-410 (2000 annulé en 2015)	unique ou successives à l'équilibre	massif granulaire	eau d*	L/S** = 10	25 ± 1 h ou 16 ± 1 h (successifs)	plateau (amplitude $3 \pm 0,5$ cm) 60 ± 2 tr/min
	XP CEN/TS 15862 (2012)	Bâché unique à l'équilibre	monolithique 4x4x4	eau d*	L/A*** = 12	$24 \pm 0,5$ h	magnétique
	NF EN 1744-3 (2002)	unique à l'équilibre	granulaire < 32 mm	eau d*	L/S** = 10	$24 \text{ h} \pm 10$ min	mécanique (500 ± 20 tr/min)

* eau d : eau déminéralisée, distillée ou déionisée

**L/S : rapport du volume de lixiviant sur la masse de matière sèche du déchet en l/kg

***L/A : rapport du volume de lixiviant sur la surface du déchet en ml/cm²

3.2.2. Essais de caractérisation de base

Les essais de caractérisation de base permettent d'évaluer l'influence d'un paramètre sur le comportement à la lixiviation d'un déchet. Les essais de caractérisation de base présentés dans ce paragraphe sont récapitulés dans le Tableau 17. Ces essais sont essentiels pour le développement de modèles prédictifs (Piantone et al., 2007).

NF EN 14429 (2015) et NF EN 14997 (2015) : lixiviation à différents pH fixés

Ces normes décrivent une méthodologie permettant d'étudier le comportement à la lixiviation d'un déchet granulaire (inférieur à 1 mm) à différents pH. Pour ce faire, on prépare au moins 8 lixiviations simultanées.

On ajoute un volume d'acide nitrique ou d'hydroxyde de sodium à une concentration déterminée entre 0,1 et 5 mol/l au lixiviant. Il est ajouté en 3 fractions de volume identiques au bout de 30 min puis de 2 h par rapport au début de l'essai. Le pH est vérifié au bout à 4 h, 44 h et 48 h après le début de l'essai pour la norme XP CEN/TS 14429, en continu pour la norme NF EN 14997. La première mesure permet de vérifier que la correction du pH est satisfaisante, les 2 suivantes permettent de vérifier la stabilité du pH (il faut une variation inférieure à 0,3 unités pH).

NF EN 15863 (2015) : « Dynamic Monolithic Leaching Test » DMLT

La prise d'essai n'a pas de forme définie mais doit être régulière et mesurer au moins 40 millimètres dans toutes les dimensions. La prise d'essai est placée dans un flacon à l'aide d'un support de façon à ce qu'elle se situe au moins à 2 cm du fond. Le support doit être ajouré pour laisser passer le lixiviant sur toutes les faces du solide. La quantité de lixiviant à ajouter est déterminée de sorte à ce que le rapport liquide /surface (L/A en ml/cm²) soit de 8 (± 2). Le volume du flacon est choisi de sorte à ce qu'il y ait au moins 2 cm de lixiviant au-dessus du solide immergé. L'agitation du mélange est permise par un agitateur magnétique. L'essai permet de déterminer le relargage des constituants issus du monolithe dans des conditions dynamiques en fonction du temps. Le renouvellement du lixiviant se fait à différentes périodes préétablies et reportée dans le Tableau 14.

Tableau 14. Intervalles de temps applicables au prélèvement des éluats pendant la DMLT selon la norme NF EN 15863 (2015)

Étape/ Fraction	Durée de l'intervalle de temps	Durée à partir du début de l'essai
1	6 h ± 15 min	6 h ± 15 min
2	18 h ± 45 min	1 jour ± 45 min
3	1 jour et 6 h ± 1 h	2 jours et 6 h ± 2 h
4	1 jour et 18 h ± 2 h	4 jours ± 4 h
5	5 jours ± 6 h	9 jours ± 10 h
6	7 jours ± 8 h	16 jours ± 18 h
7	20 jours ± 8 h	36 jours ± 42 h
8	28 jours ± 24 h	64 jours

XP CEN/TS 15864 (2016)

Cette norme expérimentale européenne, publiée en France par l'AFNOR le 01 octobre 2012, propose une méthodologie proche de celle développée dans la norme NF EN 15863. La principale différence avec cette norme est qu'ici le renouvellement du lixiviant se fait en continu par pompage. De ce fait, le débit surfacique induit devient le paramètre clé de l'essai et est fixé à 0.5 ± 0.07 cm/h. Ce changement implique que le rapport entre le volume de lixiviant et la surface du déchet devient secondaire, l'expérimentateur est libre de le choisir à sa convenance entre 2 et 10 ml/cm². Il convient de laisser ce rapport fixe pendant la durée de l'essai. Même si le renouvellement est continu, les éluats sont prélevés selon des périodes prédéfinies par la norme et présentées dans le Tableau 15. Un projet de révision de cette norme est en cours par la Commission Européenne de Normalisation, aucune date de publication n'a été communiquée à ce jour.

Tableau 15. Intervalles de temps applicables au prélèvement des éluats en DMLT à renouvellement continu dans la norme XP CEN/TS 15864 (2016)

Étape/ Fraction	Durée de l'intervalle de temps (en jours)	Durée à partir du début de l'essai (en jours)
1	0,08 ± 5%	0,08 ± 5%
2	0,92 ± 5%	1 ± 5%
3	1,25 ± 5%	2,25 ± 5%
4	5,75 ± 5%	8 ± 5%
5	6 ± 5%	14 ± 5%
6	14 ± 5%	28 ± 5%
7	8 ± 1	36 ± 0,25

NF CEN/TS 14405 (2005) : percolation à flux ascendant

Cette norme décrit une méthodologie permettant d'étudier le comportement à la lixiviation d'un déchet granulaire inférieur à 10 mm. Pour ce faire, on peut utiliser 2 types de colonnes, les colonnes étroites et les colonnes larges. Les colonnes étroites ont un diamètre de 5 cm et une hauteur de 30 ± 5 cm, il faut prévoir au moins 2.5 kg de matériau pour réaliser l'essai. Les colonnes larges ont un diamètre de 10 cm et une hauteur de 30 ± 5 cm, il faut prévoir au moins 10 kg de matériau pour réaliser l'essai. Lorsque le matériau testé a tendance à se colmater, il est préférable d'utiliser une colonne large. Les colonnes sont en verre ou en plastique selon les substances que l'on envisage d'analyser et sont équipées de filtres (pores de $0,45 \mu\text{m}$) dans l'embase et le couvercle. Le matériau est tassé dans la colonne de façon homogène. Il est nécessaire de déterminer la teneur en matière sèche du déchet au préalable de façon à déterminer la quantité de lixiviant nécessaire pour atteindre un rapport volume de lixiviant sur masse de matériau égale à 10.

Le lixiviant utilisé est de l'eau ayant un pH compris entre 5 et 7.5 et une conductivité inférieure à 0.5 mS/m (eau distillée, déminéralisée ou déionisée). Dans un premier temps, il est nécessaire de saturer la colonne en lixiviant et d'équilibrer le système. Puis, on utilise une pompe pour ajuster le débit de lixiviant de façon à ce que l'on ait une vitesse linéaire de 15 ± 2 cm/jour à travers la colonne à fût vide. Les éluats sont collectés en fonction du rapport L/S atteint. La correspondance entre ces fractions et le rapport L/S est présentée dans le Tableau 16. Avec une colonne de 30 cm de hauteur et 10 cm de diamètre, une vitesse linéaire de 15cm/jour et une masse volumique apparente du matériau de 1500 kg/m^3 , l'essai se conclue au bout de 30 jours.

Tableau 16. Volume de chaque fraction d'éluat prélevée en fonction de la masse sèche du matériau pour une percolation à écoulement ascendant selon la norme NF EN 14405 (2017)

Étape/ Fraction	Volume de la fraction en litre	Rapport L/S cumulé (l/kg MS)
1	$(0,1 \pm 0,02) \times m_0$	$0,1 \pm 0,02$
2	$(0,1 \pm 0,02) \times m_0$	$0,2 \pm 0,04$
3	$(0,3 \pm 0,05) \times m_0$	$0,5 \pm 0,08$
4	$(0,5 \pm 0,1) \times m_0$	$1,0 \pm 0,15$
5	$(1,0 \pm 0,2) \times m_0$	$2,0 \pm 0,3$
6	$(3,0 \pm 0,2) \times m_0$	$5,0 \pm 0,4$
7	$(5,0 \pm 0,2) \times m_0$	$10,0 \pm 0,1$

m_0 : masse sèche de matériau dans la colonne

XP CEN/TS 16660 (2015)

Elle permet l'étude des propriétés réductrices et de la capacité de réduction du matériau testé. Cet essai comprend 3 étapes qui peuvent être réalisées simultanément : une phase de détermination des propriétés réductrices, une phase de détermination des capacités de réduction du matériau solide et une phase de détermination de la capacité de réduction de l'éluat.

Pour la première étape, le lixiviant est de l'eau déminéralisée et désaérée. Au terme de l'essai, le potentiel redox du mélange est mesuré par une électrode. Le pH est aussi mesuré. On prépare une solution d'eau déminéralisée désaérée au même pH que le mélange et on mesure son potentiel redox. On compare le potentiel redox mesuré corrigé par rapport au potentiel d'hydrogène étalon et le potentiel redox de l'eau déminéralisée désaérée portée au même pH. Si le potentiel redox de l'eau déminéralisée désaérée portée au même pH est supérieur à plus de 50 mV du potentiel redox de la solution, cela signifie que le déchet a des propriétés réductrices et qu'il pourrait être observé des variations significatives de son comportement à la lixiviation en cas d'exposition à l'air.

Pour la seconde étape, le lixiviant est une solution de sulfate de Cérium (IV). On aura préalablement titré la solution de sulfate de Ce(IV) par une solution de sulfate de fer (II). Au terme de l'essai, on titre la suspension obtenue par la solution de sulfate de fer(II). Le potentiel redox est mesuré tout au long du titrage. On peut alors calculer la capacité de réduction du sédiment.

Pour la troisième étape, le lixiviant est de l'eau déminéralisée et désaérée. Au terme de l'essai, l'éluat est filtré. On ajoute $10 \pm 0,01$ ml de solution de sulfate de Ce(IV) à un volume défini d'éluat filtré. On titre ensuite le mélange avec la solution de sulfate de fer(II). On peut calculer la capacité de réduction de l'éluat.

D'autres essais, non normalisés, ont été mis au point pour déduire les mécanismes de relargage des déchets et des matériaux.

Tableau 17. Récapitulatif des essais normés présentés pour la caractérisation de base

Essai de caractérisation de base au sens de la norme NF EN 12920+A1 (2008)	Référence de la norme	Type de test	Paramètre étudié	Type de matériau testé	Lixiviant	Rapport lixiviant/matériau	Durée de la lixiviation	Dispositif d'agitation
	NF EN 14429 (2015)	multiples à l'équilibre	2<pH <12 (8 valeurs)	granulaire ≤ 1 mm	eau d* + acide/base	L/S** = 10	48 h + 7 jours max	retournement ou à rouleaux (10 tr/min)
	NF EN 14997 (2015)	multiple à l'équilibre	2<pH <12 (8 valeurs)	granulaire ≤ 1 mm	eau d* + acide/base	L/S** = 10	48 h + 7 jours max	magnétique
	NF EN 15863 (2015)	dynamique	renouvellement du lixiviant	monolithique 4x4x4	eau d*	L/A*** = 8	64 jours	magnétique
	XP CEN/TS 15864 (2016)	dynamique continue	renouvellement du lixiviant continu	monolithique 4x4x4	eau d*	L/A*** non prédéfini	36 jours	magnétique ou pompe recirculation
	NF EN 14405 (2017)	dynamique - flux ascendant	rapport L/S** croissant	granulaire ≤ 10 mm	eau d*	L/S** cumulé jusqu'à 10	Variable estimée à 33 jours	non
	XP CEN/TS 16660 (2015)	multiples à l'équilibre	capacités réductrices	granulaire ≤ 4 mm et une fraction ≤ 0,125mm	eau d* + sulfate de Ce (IV)	L/S** multiples	24 h	Plateau (amplitude min 5 cm)

* eau d : eau déminéralisée, distillée ou déionisée
 **L/S : rapport du volume de lixiviant sur la masse de matière sèche du déchet
 ***L/A : rapport du volume de lixiviant sur la surface du monolithe

3.2.3. Essais de vérification sur site

En Septembre 2015, le Cerema a édité une note d'information dans la continuité du guide SETRA (2011) relative à l'utilisation de planches d'essais et de plots expérimentaux dans le cas particulier de l'utilisation de matériaux alternatifs en technique routière (Vaillant et al., 2015).

Une étape intermédiaire entre le laboratoire et le terrain : la planche expérimentale

Les planches expérimentales sont des dispositifs expérimentaux intermédiaires entre l'échelle laboratoire classique et l'étude de terrain. Il s'agit de faire varier les paramètres des dispositifs expérimentaux de laboratoire de façon à s'approcher au plus près de la réalité. Les dimensions des planches expérimentales peuvent varier de la taille des dispositifs de laboratoire (quelques dizaines de centimètres) à l'échelle pilote. L'utilisation de planches expérimentales permet d'obtenir, au stade de l'étude en laboratoire, des résultats plus réalistes qu'avec l'utilisation seule des dispositifs classiques. Dès lors, il sera possible d'orienter l'étude terrain à la lumière de ces résultats. Par ailleurs, les résultats obtenus lors de l'étude en planche expérimentale peuvent permettre de réorienter un projet, le cas échéant, avant de débiter les tests à échelle réelle.

Pilotes expérimentaux

Fin Juin 2012, dans le cadre de la thèse d'Achour (Achour, 2013) l'entreprise Colas a construit une route avec une couche de fondation à base de sédiments marins Les étapes de construction sont illustrées sur la Figure 30. Cette route, appelée route du Freycinet 12, fait l'objet d'un suivi mécanique et environnemental régulier (Priez et al., 2017). Le suivi environnemental consiste en l'analyse du relargage de la couche de fondation prélevée par carottage. L'analyse du relargage passe par un essai normé de conformité (EN 12457-2) du comportement à la lixiviation du matériau.

Pour le suivi environnemental de ces planches et plots, il est précisé par le Cerema de détailler les conditions d'expositions observées pendant la période du suivi. Ces précisions sont très importantes pour les planches réalisées en extérieurs et les plots puisque plusieurs paramètres extérieurs peuvent influencer les résultats. Il est toutefois à noter que les matériaux cimentaires présentent une forte résistance aux facteurs extérieurs influant sur le pH (Schiopu et al., 2007). *A minima*, il est nécessaire de relever la pluviométrie, les périodes de gel et selon les sites les dates d'entretien saisonnier et le trafic. La température aussi est importante car elle joue un rôle sur la mobilité des espèces chimiques (Schiopu et al., 2007). Les résultats dépendent du bilan hydrique effectif durant la période de suivi, ce bilan

recoupe les volumes d'eau de percolation et de ruissellement, tous deux exprimés en fonction de la surface en l/m².

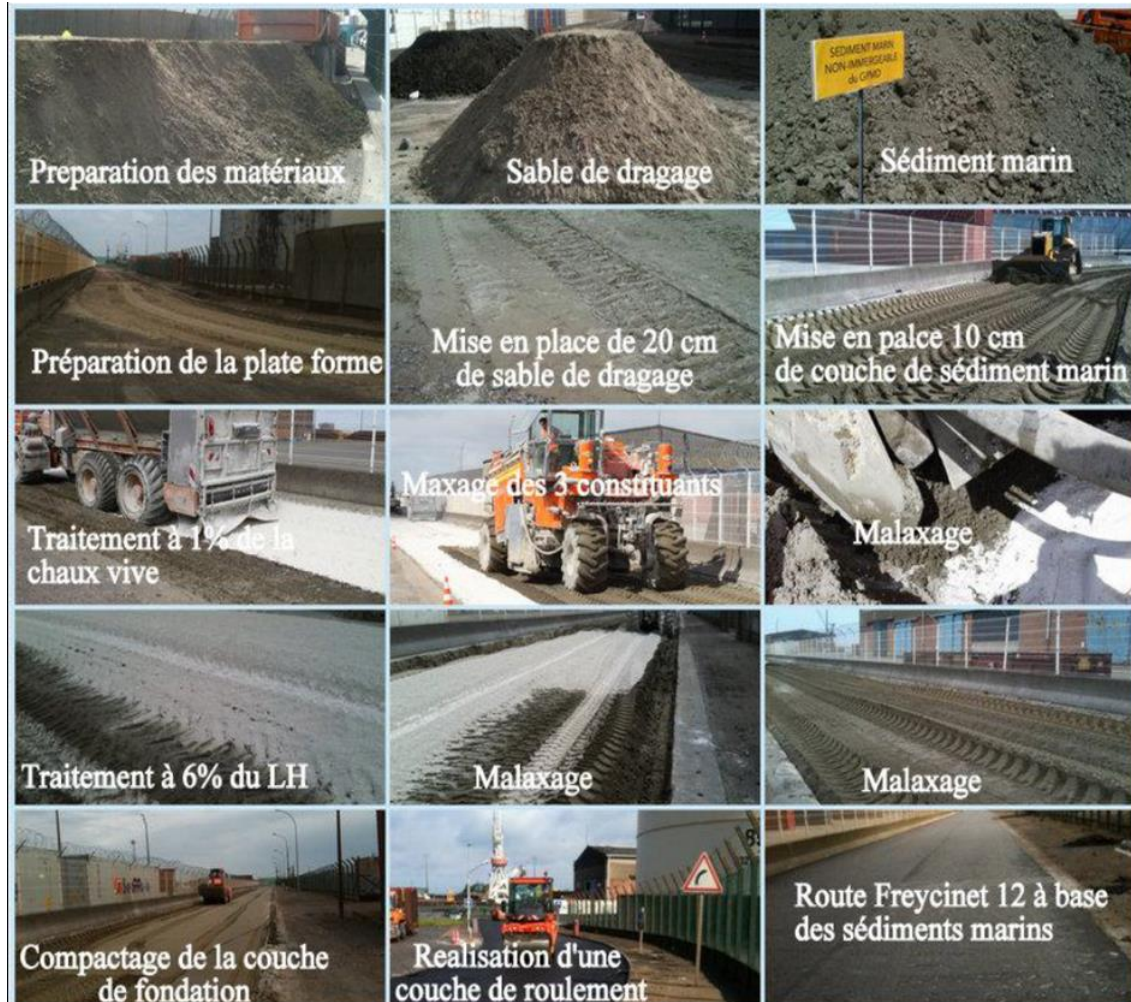


Figure 30. Étapes de construction de la route du Freycinet 12 à Dunkerque (Achour, 2013)

Les concentrations en contaminants relarguées sont données en mg/l pour chaque prélèvement et en mg/m² pour les concentrations cumulées, elles sont exprimées à la fois en fonction du temps et en fonction du ratio L/S cumulé (rapport du volume des éluats en litre sur la masse sèche du matériau en kg).

Sur cette base, le guide propose de vérifier 2 critères d'acceptabilité, un premier sur la valeur surfacique cumulé de 11 ETMM et de 3 anions (chlorures, fluorures et sulfates), ces valeurs sont ajustées en fonction du temps de suivi et des pluies effectivement observées sur

la durée de l'essai (Tableau 18). Le second critère repose sur les concentrations maximales des mêmes éléments analysés dans chaque éluat (Tableau 18).

Tableau 18. Critères d'acceptabilité des émissions globales en contaminants réglementaires pour les plots expérimentaux (Vaillant et al., 2015)

Paramètre	Quantité surfacique relarguée cumulée	Concentration maximale
	Valeur (mg/m ²)	Valeur (mg/l)
As	10	0.3
Ba	700	20
Cd	4	0.3
Cr total	50	2.5
Cu	625	30
Hg	1	0.03
Mo	70	3.5
Ni	20	3
Pb	10	3
Sb	5	0.15
Se	6	0.2
Zn	625	15
Fluorure	750	40
Chlorure	125 000	8 500
Sulfate	125 000	7 000

$\times \min(d ; \frac{P_{eff}}{P_{réf}})$

d est la durée du suivi (an)
P_{eff} est la pluie efficace mesurée sur la durée du suivi (mm).
P_{réf} est la pluie efficace annuelle de référence qui vaut :

- 100 mm/an dans le cas d'un usage revêtu
- 300 mm/an dans le cas d'un usage recouvert

À noter qu'il est aussi possible de rencontrer des variabilités dans les résultats obtenus à différentes échelles. Il est possible d'obtenir des résultats différents à cause de paramètres extérieurs non pris en compte, y compris des contaminations accidentelles (Méhu et al., 2005). La carbonatation par le CO₂ atmosphérique peut aussi rendre l'interprétation difficile (van der Sloot et al., 2007).

3.2.4. Principaux mécanismes de relargage

Les différents essais de caractérisation de base présentés permettent d'évaluer le relargage en fonction des différents paramètres. Ils sont aussi appelés essais paramétriques. Il est donc possible, en recoupant les résultats de ces essais de déterminer le mécanisme de

relargage impliqué. Plus précisément, il est possible de déterminer la forme (spéciation) et l'intensité (concentration) d'une contamination.

3.2.4.1. Mécanismes de relargage pour les produits monolithiques et granulaires

La valorisation en technique routière a fait l'objet de nombreux travaux principalement orienté vers la possibilité technique d'une telle valorisation (Achour, 2013; Dubois, 2006; Scordia, 2008; Tran, 2009) mais proposant aussi des études environnementales (Tribout, 2010). La plupart de ces études environnementales sont des tests de conformité.

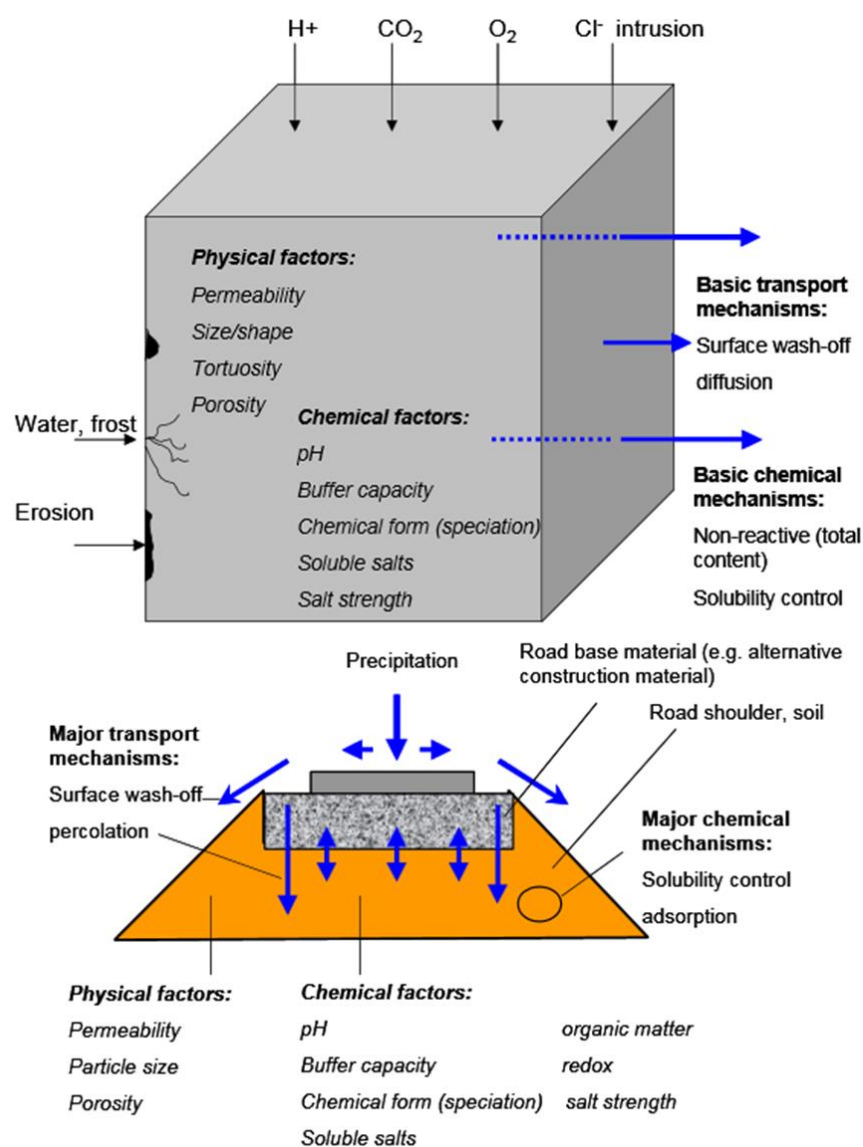


Figure 31. Paramètres spécifiques aux matériaux et externes influant sur le relargage de contaminants de matériaux monolithiques et granulaires dans l'usage routier (van der Sloot and Dijkstra, 2004)

On distingue les produits monolithiques des produits granulaires. Le relargage de contaminants présents dans des produits granulaires est contrôlé par la percolation. Le relargage des produits monolithiques est d'avantage contrôlé par la diffusion (van der Sloot and Dijkstra, 2004). Les principaux moteurs du relargage de contaminants par des monolithes sont rappelés sur la Figure 31. Ils peuvent être d'ordre physiques, chimiques ou biologiques (van der Sloot et al., 1997).

Pour les déchets stabilisés, il a été montré que, durant un essai de DMLT, toutes les réactions minéralogiques ont lieu dans une fine couche sous la surface du monolithe (moins de 2 mm) et que le relargage était principalement contrôlé par la diffusion pour Na, K et Cl; par la dissolution pour Ca et Si, et par un mélange de ces différents mécanismes pour Pb et SO_4^{2-} (De Windt and Badreddine, 2007). Les minéraux dissous issus de la matrice cimentaire sont principalement la Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), l'Ettringite ($\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$) et le sel de Friedel ($\text{Ca}_2\text{Al}(\text{OH})_6(\text{Cl}, \text{OH}) \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) (De Windt and Badreddine, 2007).

3.2.4.2. Compléments sur la diffusion

Pour la lixiviation de pâtes de ciment avec de l'eau déminéralisée dans un milieu semi-infini, le mécanisme principal de relargage impliqué est la diffusion (Adenot and Buil, 1992). Dans le cas de déchets stabilisés, la mobilité des ions est réduite dans la matrice cimentaire et les mécanismes de lixiviation principaux sont d'abord un lessivage de surface suivi de la diffusion (Malviya and Chaudhary, 2006). Dans l'hypothèse que l'on se place dans un milieu semi-infini avec des échantillons pour lesquels on peut négliger les concentrations à l'interface solide – liquide, une équation de diffusion de Fick simplifiée peut être employée (Godbee et al., 1980).

$$\left(\frac{\sum a_n}{A_0}\right) \left(\frac{V}{S}\right) = 2 \left(\frac{De}{\pi}\right)^{1/2} t_n^{1/2}$$

Pour cette équation, a_n est la masse en mg de contaminant lixiviée durant la période n , A_0 est la masse initiale de contaminant présent dans l'échantillon en mg, V est le volume de l'échantillon m^3 , S est la surface de l'échantillon en m^2 , t_n est la durée en seconde de la période de n et De est le coefficient de diffusion effectif en m^2/s .

Le principal mécanisme de lixiviation peut être mis en évidence avec un essai de lixiviation sur monolithe dynamique ou semi-dynamique comme par exemple l'essai normalisé NF EN 15863 (2015). Pour ce faire, on trace le logarithme de la concentration dans chaque éluat, en mg/m², par rapport au logarithme du temps écoulé depuis le début de l'essai (Malviya and Chaudhary, 2006). Plusieurs régressions linéaires peuvent être effectuées, afin de s'ajuster au mieux à la courbe obtenue. Pour une pente de la régression linéaire inférieure à 0,35 le mécanisme mis en évidence est le lessivage de surface, pour une pente comprise en 0,35 et 0,65 le mécanisme est la diffusion et pour une pente supérieure à 0,65 le mécanisme mis en évidence est la dissolution (Malviya and Chaudhary, 2006).

3.2.4.3. Méthodologie décrite dans la norme NF EN 15863

Cette méthode permet de distinguer la prédominance de deux mécanismes de relargage : la diffusion et la dissolution. Elle permet aussi de mettre en évidence les lessivages de surface. Le relargage contrôlé par la diffusion a une relation linéaire avec la racine carré du temps. Dans le cadre de la norme NF EN 15863, l'espacement des prélèvements a été choisi tel que si le relargage est contrôlé par la diffusion (Tableau 15). Les quantités relarguées dans les prélèvements des fractions 5 et 6 sont similaires et 2 fois plus élevés que celles relarguées dans les 4 premières fractions et les quantités relarguées dans les 7^{ème} et 8^{ème} fractions sont-elles mêmes 2 fois plus élevés que celles des 5^{ème} et 6^{ème} fractions. Dans le cas où le relargage est contrôlé par la dissolution, les quantités relarguées sont invariantes quel que soit le prélèvement.

Toutefois, il est rare que le mécanisme contrôlant le relargage d'une substance d'un produit de construction soit aussi facilement identifiable, il peut aussi y avoir une combinaison de mécanismes. Dans ce cas, la norme propose un mode opératoire afin d'identifier ce ou ces mécanismes (Figure 32).

Dans un premier temps, voir le point A de la Figure 32, on admet qu'il ne sera pas possible de déterminer de façon satisfaisante les mécanismes contrôlant le relargage lorsque les concentrations dans les différents prélèvements sont trop proches des limites de quantification. On considérera qu'il faut :

$$C_{2-8} > LQ \times 1,5$$

Avec C_{2-8} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 2 à 8 exprimée en $\mu\text{g/l}$ et LQ , la limite de quantification pour la substance étudiée exprimée en $\mu\text{g/l}$.

Dans un second temps, voir point B de la Figure 32, il est conseillé de vérifier si un lessivage de surface n'a pas eu lieu. Il s'agit d'une forme de dissolution ayant pour conséquence un relargage importants pour les premiers prélèvements suivi d'un faible relargage pour le reste de l'essai. Pour vérifier cette possibilité, les 2 conditions suivantes doivent être établies :

$$C_1 > 1,8 \times C_{3-7}$$

et

$$C_{5-8} < LQ \times 1,5$$

Avec C_1 , la concentration dans le prélèvement 1 exprimée en $\mu\text{g/l}$, C_{3-7} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 3 à 7 exprimée en $\mu\text{g/l}$, C_{5-8} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 5 à 8 exprimé en $\mu\text{g/l}$ et LQ , la limite de quantification pour la substance étudiée exprimée en $\mu\text{g/l}$.

Pour l'étape suivante, voir le point C de la Figure 32, on vérifie si le relargage est contrôlé par la diffusion. Dans un premier temps, il est demandé de vérifier si un appauvrissement a lieu ou non, afin de sélectionner le calcul de l'erreur quadratique. Pour l'étape CI :

Si $\frac{C_8}{C_7} \geq 0,9$ on considère qu'il n'y a pas d'appauvrissement, si $\frac{C_8}{C_7} < 0,9$ on considère qu'il y a un appauvrissement.

Avec C_8 , la concentration dans le prélèvement 8 et C_7 la concentration dans le prélèvement 7 exprimées en $\mu\text{g/l}$.

Pour l'étape CII, s'il n'y a pas appauvrissement, on se base sur les prélèvements 2 à 8, si l'équation suivante est vérifiée, on considère que le relargage est contrôlé par la diffusion :

$$\sqrt{\frac{\left(\frac{C_2}{C_{2-8}} - 0,467\right)^2 + \left(\frac{C_3}{C_{2-8}} - 0,467\right)^2 + \left(\frac{C_4}{C_{2-8}} - 0,467\right)^2 + \left(\frac{C_5}{C_{2-8}} - 0,933\right)^2 + \left(\frac{C_6}{C_{2-8}} - 0,933\right)^2 + \left(\frac{C_7}{C_{2-8}} - 1,867\right)^2 + \left(\frac{C_8}{C_{2-8}} - 1,867\right)^2}{7}} < 0,4$$

Avec $C_2, C_3, C_4, C_5, C_6, C_7$ et C_8 les concentrations des prélèvements 2 à 8 et C_{2-8} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 2 à 8 exprimées en $\mu\text{g/l}$.

S'il y a un appauvrissement, on se base sur les prélèvements 2 à 7, si l'équation suivante est vérifiée, on considère que le relargage est contrôlé par la diffusion également :

$$\sqrt{\frac{\left(\frac{C_2}{C_{2-7}} - 0,545\right)^2 + \left(\frac{C_3}{C_{2-7}} - 0,545\right)^2 + \left(\frac{C_4}{C_{2-7}} - 0,545\right)^2 + \left(\frac{C_5}{C_{2-7}} - 1,091\right)^2 + \left(\frac{C_6}{C_{2-7}} - 1,091\right)^2 + \left(\frac{C_7}{C_{2-7}} - 2,182\right)^2}{6}} < 0,4$$

Avec C_2, C_3, C_4, C_5, C_6 et C_7 les concentrations des prélèvements 2 à 7 et C_{2-7} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 2 à 7 exprimées en $\mu\text{g/l}$.

Pour l'étape CIII, s'il y a un lessivage de surface précédant le relargage contrôlé par la diffusion, la condition suivante doit être établie :

$$C_1 > 1,8 \times C_{3-4}$$

Avec C_1 , la concentration dans le prélèvement 1 exprimée en $\mu\text{g/L}$ et C_{3-4} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 3 et 4 exprimée en $\mu\text{g/l}$.

Si la diffusion n'est pas établie, la possibilité que le relargage soit contrôlé par la dissolution est étudiée, soit l'étape D de la Figure 32. Pour ce faire, il est nécessaire de vérifier que le pH est stable (DI) et que les concentrations relarguées sont stables entre les différents prélèvements (DII). Pour ce faire, il faut que les 2 conditions suivantes soient vérifiées :

$$\sigma_{pH} < 0,25$$

et

$$\sigma_C < 0,25 \times C_{1-8}$$

Avec σ_{pH} , l'écart-type du pH de l'ensemble des prélèvements, C_{1-8} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 1 à 8 exprimée en $\mu\text{g/l}$ et σ_C , l'écart-type des concentrations pour une même substance de l'ensemble des prélèvements.

Dans le cas où ni la diffusion ni la dissolution n'ont pu être mis en évidence comme mécanisme contrôlant le relargage, le lessivage de surface et l'appauvrissement peuvent être mis en évidence. Pour vérifier si le lessivage de surface a une incidence sur le relargage d'une substance dans le cas où le mécanisme principal contrôlant le relargage n'est pas identifié (étape E), il est nécessaire de vérifier que le pH est relativement stable (EI) et que les concentrations dans les prélèvements 2 à 4 sont bien inférieures à la concentration relarguée dans le premier prélèvement (EII).

Pour ce faire, il faut que les 2 conditions suivantes soient satisfaites :

$$|pH_1 - pH_{2-8}| < 0,5$$

Et

$$C_1 > 1,8 \times C_{2-4}$$

Avec pH_1 , le pH relevé dans le premier prélèvement, pH_{2-8} , la moyenne des pH relevés dans les prélèvements 2 à 8, C_1 , la concentration dans le prélèvement 1 exprimée en $\mu\text{g/l}$ et C_{2-4} , la moyenne des concentrations pour une même substance dans les prélèvements 2 à 4 exprimée en $\mu\text{g/L}$.

Pour la dernière étape F, il s'agit de vérifier si l'appauvrissement a une incidence sur le relargage. Pour ce faire, il faut que les 2 conditions suivantes soient satisfaites :

$$C_8 < 0,9 \times C_7$$

Et

$$C_6 < 0,9 \times C_5$$

Avec C_8 , C_7 , C_6 et C_5 les concentrations des prélèvements 8, 7, 6 et 5 pour une même substance exprimées en $\mu\text{g/l}$. Dans le cas où la substance est sensible aux variations du pH, ce qui est généralement le cas à quelques exceptions comme les bromures et les chlorures, l'appauvrissement n'est établi que si :

$$\sigma_{pH} < 0,25$$

Avec σ_{pH} , l'écart-type du pH de l'ensemble des prélèvements.

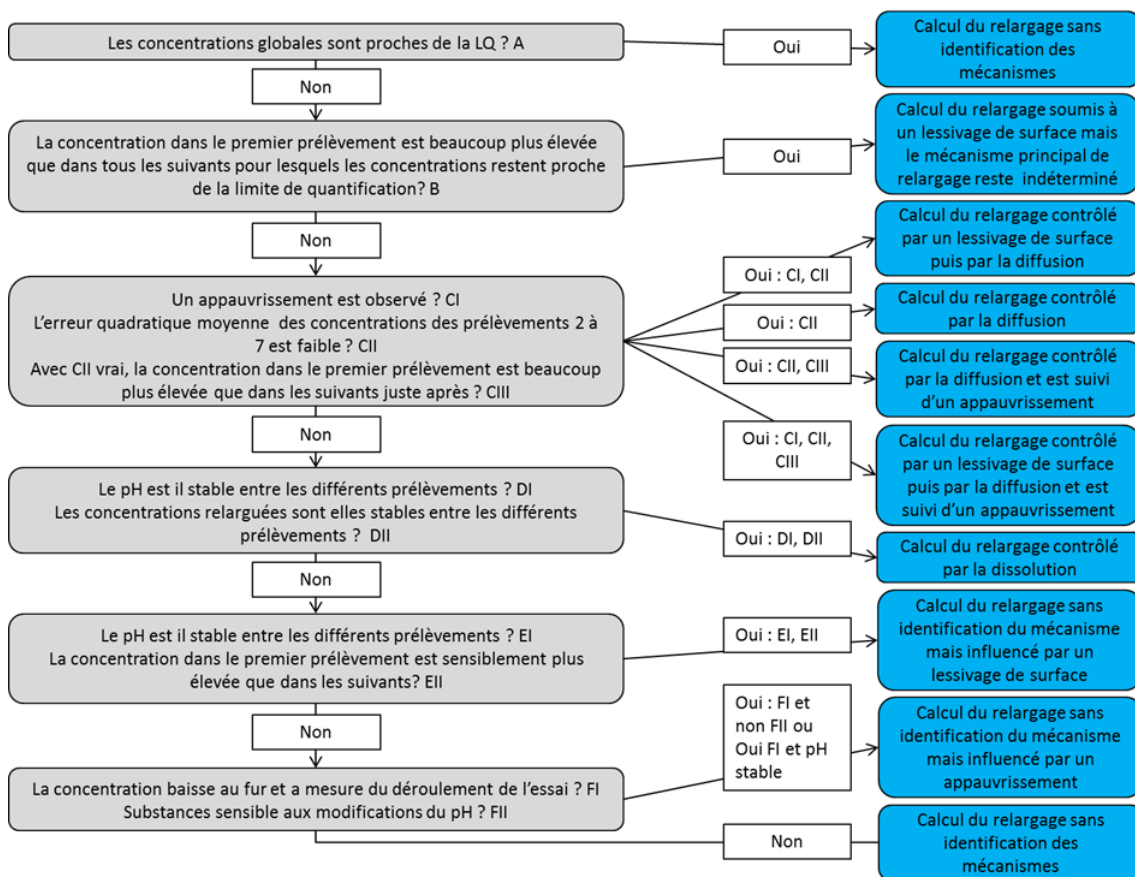


Figure 32. Identification du principal mécanisme contrôlant le relargage d'une substance à partir des résultats de l'essai normé NF EN 15863 DMLT

3.3. Écotoxicité des sédiments

3.3.1. Notions

Initialement, l'approche écotoxicologique a été développée pour répondre au problème posé par les pesticides organochlorés (années 1960) qui ont des effets insidieux sur des espèces non ciblées selon Carson, 1962 (Pelletier and Campbell, 2008). La définition de l'écotoxicologie retenue par Pelletier et Campbell (Pelletier and Campbell, 2008) est la suivante « la science qui cherche à prédire les impacts sur l'écosystème des apports en substances potentiellement toxiques ». Des stressseurs (c'est-à-dire des agents à l'origine de perturbation d'organismes vivants) autres que des contaminants peuvent aussi être inclus dans le domaine de l'écotoxicologie selon les définitions.

L'aspect écotoxique diffère donc du relargage du polluant dans l'environnement. Il est donc nécessaire d'étudier cet aspect pour déterminer l'impact sur l'environnement. En effet, tous les polluants n'ont pas les mêmes effets sur les écosystèmes. La dose est aussi importante pour déterminer ces effets même s'il n'existe pas toujours de corrélation entre les effets toxiques d'un sédiment et son contenu total en substances toxiques (Lors et al., 2010, 2011, 2017, 2018; Mamindy-Pajany et al., 2011). En effet, il n'est pas possible d'analyser tous les contaminants d'une matrice et on ignore donc les concentrations en contaminants non analysés.

La biodisponibilité des contaminants joue donc un rôle essentiel. Les éléments chimiques présents dans l'environnement ne sont toxiques que dans la mesure où ils interagissent avec le biotope et la biocénose. La biodisponibilité des substances toxiques renvoie à la fraction de substances totales présentes dans le biotope qui peut interagir avec la biocénose (Ramade, 2007), c'est-à-dire, la fraction de contaminants capable de franchir la barrière biologique et d'être assimilé par un organisme (Pelletier and Campbell, 2008; Worms et al., 2006). Une même substance peut avoir des effets différents et plus ou moins puissants en fonction de sa spéciation. De nombreux paramètres jouent sur la toxicité d'une substance, sa spéciation, mais aussi sur la composition du milieu dans lequel elle se trouve et les espèces, il peut y avoir des effets d'antagonisme, de synergie ou de concurrence entre les différents contaminants.

Le caractère écotoxique a été évalué lors de l'étude de la dangerosité (critère HP14 voir Chapitre réglementation). Néanmoins, le caractère écotoxique du sédiment varie lors de

sa mise en dépôt (Piou, 2005). D'autant plus, que l'étude de la toxicité sur l'environnement concerne autant le sédiment brut que son produit valorisé qui sera directement en contact avec l'environnement.

3.3.2. Bioessais

Il existe différents bioessais qui permettent d'étudier différents aspects de la toxicité. Les plus simples sont les tests de toxicité aiguë. Ils permettent d'évaluer la toxicité d'un polluant sur un organisme dans des conditions spécifiques pour une forte concentration de polluant et une période réduite. L'effet toxique peut varier mais en règle générale, pour une toxicité aiguë, l'effet observé est la létalité. On peut donc obtenir une courbe dose-réponse en faisant varier la concentration des polluants. Les effets sur l'adaptation et la régénération des organismes ne sont pas observables aux fortes concentrations en polluants à cause des potentiels effets aigus observés et de la courte durée du test. Dans le cas de l'étude d'un sédiment, on adoptera une démarche matrice, c'est-à-dire que l'on fera varier la quantité de sédiment en contact avec l'organisme plutôt que de faire varier la concentration d'un seul polluant.

Les tests de toxicité chroniques permettent d'étudier des effets à plus long terme et avec des quantités moins importantes de substances toxiques. Du fait de ce temps long, ils sont en général plus difficiles à mettre en œuvre que les tests de toxicité aiguë pour des raisons de délais, de logistique et de coûts. Dans le cas des sédiments et de leurs faibles concentrations en polluants (en règle générale) les tests de toxicité chronique semblent plus adaptés.

Les tests de génotoxicité sont des tests qui permettent d'évaluer l'impact des polluants sur le génome et peuvent être réalisés sur des cellules seules.

D'autres tests, qui ne sont pas à proprement parler des tests d'écotoxicité, puisqu'aucun organisme n'est soumis spécifiquement aux polluants, permettent de juger du bon état d'un milieu. Ces tests, dits de qualités, permettent de rendre compte du bon fonctionnement écologique d'un milieu. Lorsqu'un polluant, ou une matrice contenant des polluants, est introduit dans ce milieu, on peut donc juger de son effet sur les fonctions biologiques du milieu.

Plusieurs normes et projets conseillent des tests normalisés. Parmi les normes, on retrouve la norme NF EN 14735 (2006) qui donne des consignes pour préparer les déchets aux tests d'écotoxicité et fournit un catalogue de tests normalisés recommandés. Il existe une norme équivalente pour préparer des échantillons de sol ou de matériaux du sol aux tests d'écotoxicité, la norme NF ISO 15799 (2004, en cours de révision). Cette norme préconise en majorité les mêmes tests que celle spécifique aux déchets en y ajoutant des tests de qualité du sol.

Le ring test est un projet européen qui vise à harmoniser les tests d'écotoxicité à utiliser pour la détermination du critère de danger « écotoxique » (HP14, Chapitre II). Pour ce faire, les différents tests préconisés par la norme NF EN 14735 ont été testés sur différents types de déchets, du sol contaminé par des HAP, du bois et des cendres de centre d'incinération des ordures ménagères (Becker et al., 2007). Sont ajoutés aux tests normalisés, le test sur *Arthrobacter* et le test d'évitement sur les vers de terre. Ce dernier, encore peu utilisé à l'époque, a l'avantage d'être rapide tout en démontrant des effets plutôt chroniques. Pour de faibles concentrations, les vers de terre sont introduits dans un milieu non pollué à proximité d'un milieu pollué. Au bout de 2 jours, on comptabilise le nombre de vers de terre du côté contaminé.

Le projet SEDIGEST, portant sur l'évaluation des risques environnementaux liés à l'utilisation de sédiments de dragage pour combler les carrières, propose un certain nombre de test d'écotoxicité adaptés aux sédiments et à cette filière de valorisation.

L'ensemble de ces tests sont présentés sur la Figure 33. Certains tests normalisés ne sont préconisés ni par les normes ni par les projets énoncés. Il est conseillé d'utiliser plusieurs tests avec des organismes différents pour tester un polluant, un seul test n'étant pas suffisant pour juger de la toxicité d'une substance sur l'environnement en général (Lors et al., 2010). La norme FD CEN/TR 16110 (2011) propose des lignes directrices pour l'utilisation de tests d'écotoxicité sur des déchets.

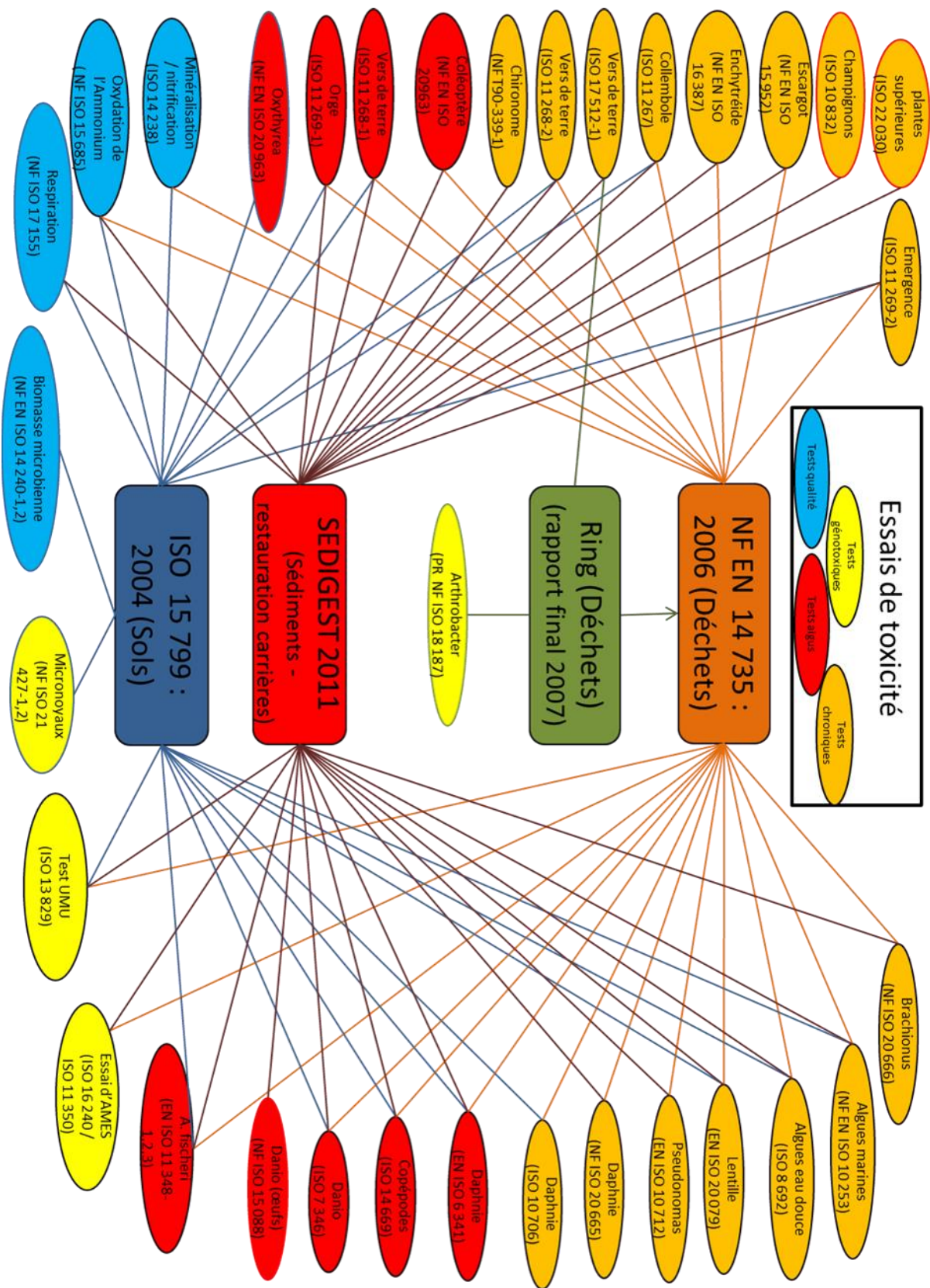


Figure 33. Principaux tests d'écotoxicité normalisés utilisés pour l'évaluation des sédiments.

Cette norme recommande d'utiliser les mêmes essais de lixiviation pour réaliser une analyse chimique du relargage du déchet et pour réaliser les tests d'écotoxicité afin de faciliter l'interprétation des résultats. Cette norme expose donc dans un premier temps les différents avantages et inconvénients des techniques utilisées en lixiviation de façon à ce que l'on choisisse d'emblée des essais qui pourront servir à l'analyse chimique et aux tests d'écotoxicité. Le caractère statique ou dynamique de la lixiviation, son rapport L/S, le type de lixiviant et le mode de séparation de l'éluat de la matrice solide sont abordés. La norme aborde ensuite la hiérarchie des critères de sélection selon l'usage que l'on veut avoir des déchets. Dans le cas où l'on veut valoriser les déchets en amendement agricole ou en technique routière, on obtient le classement présenté sur la Figure 34.

Hiérarchie des critères de sélection des essais d'écotoxicité en vue d'une réutilisation des déchets d'après la norme CEN /TR 16 110		
+++ :	++ :	+ :
Structure de la batterie (≠ niveaux trophiques, types et critères d'effets et voies d'exposition), Sensibilité (y compris en fonction du polluant), pertinence écologique	Rapidité du temps de réponse, facilité de mise en œuvre, reproductibilité, normalisation, absence de redondance des résultats et bon rapport coût/efficacité	Capacité de discrimination entre les échantillons soumis à l'essai

Figure 34. Hiérarchie des critères de sélection des essais d'écotoxicité en vue d'une réutilisation des déchets d'après la norme FD CEN /TR 16 110

Pour répondre à cette hiérarchisation, les essais normés ont été classés en fonction du niveau trophique de l'organisme d'essai (Figure 35).

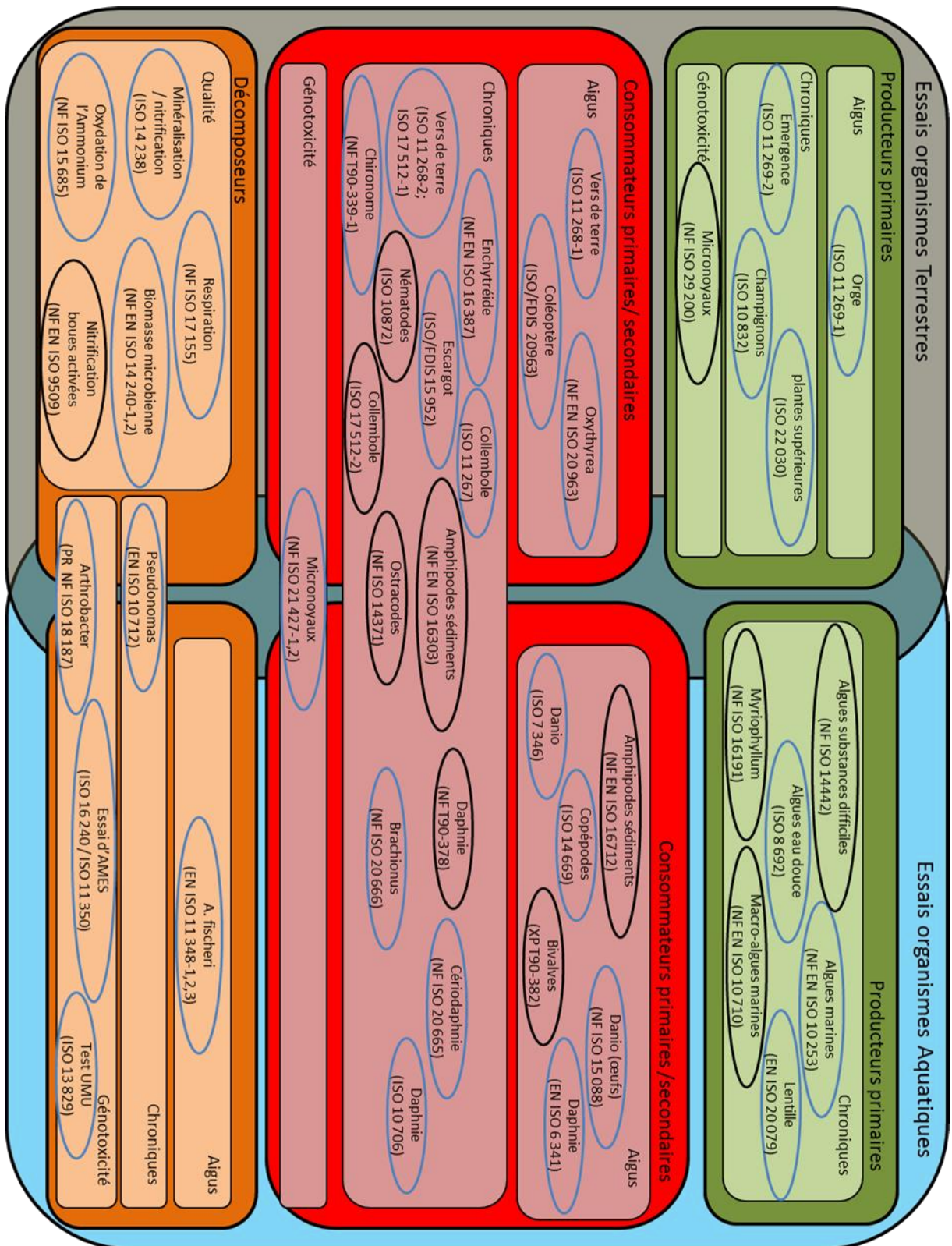


Figure 35. Cartographie des tests d'écotoxicité normés en fonctions des principaux paramètres structurant une batterie de tests d'après la norme FD CEN/TR 16110

Les différents critères structuraux retenus pour la batterie sont le milieu d'appartenance de l'organisme testé (terrestre ou aquatique), le niveau trophique auquel se situe l'organisme testé (producteur primaire, consommateur primaire/secondaire, décomposeur) et le type de test choisi (aigüe, chronique, génotoxique, qualitatif). Sur cette base, la norme FD CEN/TR 16110 recommande des batteries de tests d'écotoxicité pour l'usage de déchet en technique routière (Figure 36).

- **Technique routière FD CEN TR 16 110**

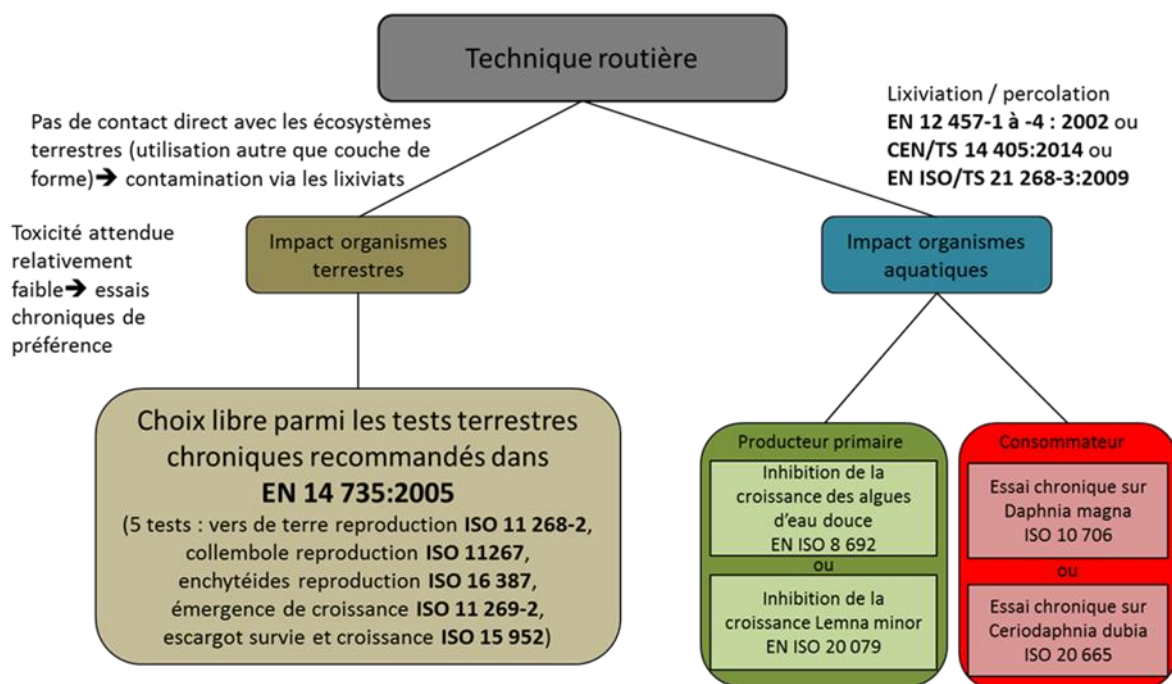


Figure 36. Batterie de tests d'écotoxicité pour l'étude d'un déchet voué à un usage en technique routière (d'après la norme FD CEN/TR 16110)

Le choix des tests d'écotoxicité passe par l'identification des voies de contact entre les substances polluantes et les écosystèmes cibles atteints lors de la réalisation du projet. La toxicité attendue pour les déchets et en particulier pour les sédiments est relativement faible. En conséquence, les tests de toxicité chronique seront privilégiés. Ensuite, les tests sont choisis de façon à représenter l'ensemble de la chaîne trophique.

La norme propose d'utiliser une batterie de tests bien structurée plutôt qu'un test sur un unique organisme dans le but d'obtenir un impact plus représentatif de l'impact subi par la biocénose exposée.

Pour aller vers une meilleure représentation des biocénoses, on peut aussi étudier l'impact du déchet sur des microcosmes. Les microcosmes, appelés LAM (Laboratory Aquatic Microcosm), développés par Clément et Cadier (Clément and Cadier, 1998) sont réalisés au laboratoire. L'essai LAM permet de mettre en évidence les effets d'un polluant ou d'une matrice polluée sur 5 espèces d'organismes d'eau douce simultanément dans un mini écosystème composé d'eau et de sédiment artificiel. Les organismes choisis correspondent à des organismes couramment utilisés seuls et décrivent bien la chaîne trophique (l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata*, la lentille d'eau *Lemna minor*, la daphnie *Daphnia magna*, l'amphipode *Hyalella azteca* et l'insecte *Chironomus riparius*). Le volume des microcosmes peut varier de 2 à 100 litres (Cauzzi, 2007; Triffault-Bouchet, 2004). Par rapport aux essais mono-spécifiques standards, le LAM permet d'exposer simultanément et sous les mêmes conditions différents organismes au polluant, les interactions entre les polluants et les différents organismes et entre les polluants et le milieu sont donc prises en compte. La répartition des polluants dans les différentes phases d'un même milieu, ainsi que les voies d'exposition des organismes aux polluants, sont plus proches de la réalité pour les essais LAM que pour les essais mono-spécifiques. De plus, il n'est pas nécessaire de modifier le milieu pour l'adapter à un organisme en particulier. Cependant, le LAM demande beaucoup de moyens logistiques et financiers et a des problèmes de répliquabilité et de répétabilité. De plus, sa complexité pose des problèmes d'interprétation des résultats tandis que les conditions artificielles de l'essai lui donnent un manque de représentativité des écosystèmes réels. Cet essai a toutefois été amélioré par la thèse de Delhaye (Delhaye, 2012).

Chapitre III

*Caractérisation écotoxicologique des
sédiments, de la réglementation à la mise en
évidence d'essais discriminants*

1. Introduction

Selon les conditions de valorisation du sédiment, des toxicités plus fines, ou visibles à plus long terme, que celles qui peuvent être détectées par la batterie de bioessais mise en place dans le cadre de l'évaluation du HP14, pourraient potentiellement impacter les écosystèmes terrestres et aquatiques. Le cadre normatif, au travers de la norme FD CEN/TR 16110, propose des lignes directrices pour l'utilisation des essais d'écotoxicité appliqués aux déchets. Dans cette norme, les choix du mode d'extraction et de la batterie des bioessais à appliquer aux déchets sont évalués et hiérarchisés pour la constitution d'une batterie de bioessais (Figure 34). Les critères de sélection proposés concernent la caractérisation écotoxicologique de base mais aussi la gestion des déchets en décharge et leur réutilisation. La réutilisation de déchets minéraux pour la construction des routes y figure en exemple et des pistes y sont données afin d'élaborer une batterie de bioessais adaptée à ce type de valorisation. Ces préconisations sont résumées dans la Figure 36.

Cette norme n'ayant pas de valeur réglementaire, la caractérisation écotoxicologique des déchets en vue de leur valorisation n'est pas réglementée. Cependant, au niveau de la législation européenne, le RCP, Règlement sur les Produits de Construction (Règlement n°305/2011) le règlement européen d'harmonisation sur les produits de construction, a été adopté. Lors d'un atelier d'experts, il a été décidé d'inclure l'étude de l'écotoxicité et de la biodégradabilité aux travaux du CEN/TC 351, afin de répondre aux exigences du RCP concernant « l'hygiène, la santé et l'environnement » décrites dans son annexe 1 (Norme FD CEN/TR 17105). De nombreux travaux allemands ont visés à caractériser les produits de construction d'un point de vue écotoxicologique (Gartiser et al., 2017a, 2017b). C'est dans ce cadre que la législation allemande a pris des dispositions en 2009 et 2011 (DIB-Mitteilungen) pour prendre en compte la biodégradabilité et les effets écotoxicologiques des constituants mobilisables des ouvrages de construction sur les eaux de surfaces et souterraines et les sols. Il est défini par ces dispositions que des essais d'évaluation des effets écotoxicologiques sont à réaliser lorsque par contraintes analytiques, certains constituants des éluats ne peuvent pas être analysés, lorsque des seuils d'acceptabilité de substances organiques libérées ne sont pas disponibles et lorsque la toxicité des constituants lixiviables ne peut pas être prédite. De la même façon qu'il est préconisé dans la norme FD CEN/TR 16110, la législation allemande prévoit d'utiliser des essais des différents niveaux trophiques. Dans la perspective d'une

intégration des sédiments dans certains produits de construction comme matière première secondaire et d'une évolution en ce sens de la réglementation européenne, ces essais pourraient devenir courant sur sédiment en vertu de leur complexité, rendant difficile la prévision de la toxicité de leurs constituants.

Par ailleurs, les produits de construction sont aussi soumis à la réglementation européenne REACH, qui spécifie que les fabricants et importateurs de substances (dont les mélanges utilisés pour les produits de construction) doivent démontrer que l'utilisation de leur produits est sans danger tout au long du cycle de vie du produit. Cette réglementation est dépendante du tonnage importé et des PNEC (Predicted No Effect Concentration, c'est-à-dire la plus forte concentration sans risques pour l'environnement) doivent être établies à partir de 10 tonnes. Dans le but de répondre à ces exigences, une méthodologie a été proposée par l'Université de Lisbonne (Rodrigues et al., 2017). Il a également été mis en évidence que des matériaux pouvaient avoir un potentiel écotoxique même s'il n'avait pas été mis en évidence de toxicité pour les matières premières (Rodrigues et al., 2017). Dans ce contexte, une évaluation plus fine de l'écotoxicité des sédiments selon la valorisation envisagée serait une donnée valorisable dans REACH ; ce qui permettrait une incorporation facilitée des sédiments dans les produits de construction à l'échelle européenne.

L'évaluation de l'écotoxicité des sédiments s'intègre également dans les démarches volontaires de caractérisation environnementale des sédiments en vue de leur valorisation. La démarche ecolabel propose une méthodologie d'évaluation environnementale de produits sur l'ensemble de leur cycle de vie en proposant un score auquel un facteur de toxicité intervient sur la base des NOEC (No Observed Effect Concentration, c'est-à-dire, la plus forte concentration pour laquelle aucun effet n'a été observé) connues. Des travaux ont également été menés sur le mode d'extraction à employer sur les produits de construction et sur la mise en relation des résultats obtenus avec des PNEC connues (Duester et al., 2017). Une démarche complémentaire a été développée dans USETox® (Figure 37) en prenant en compte l'exposition aux cibles potentielles et les transferts de contaminants, adoptant une approche d'évaluation de risque également sur l'ensemble du cycle de vie et en utilisant des données de EC50 disponibles (Saouter et al., 2018).

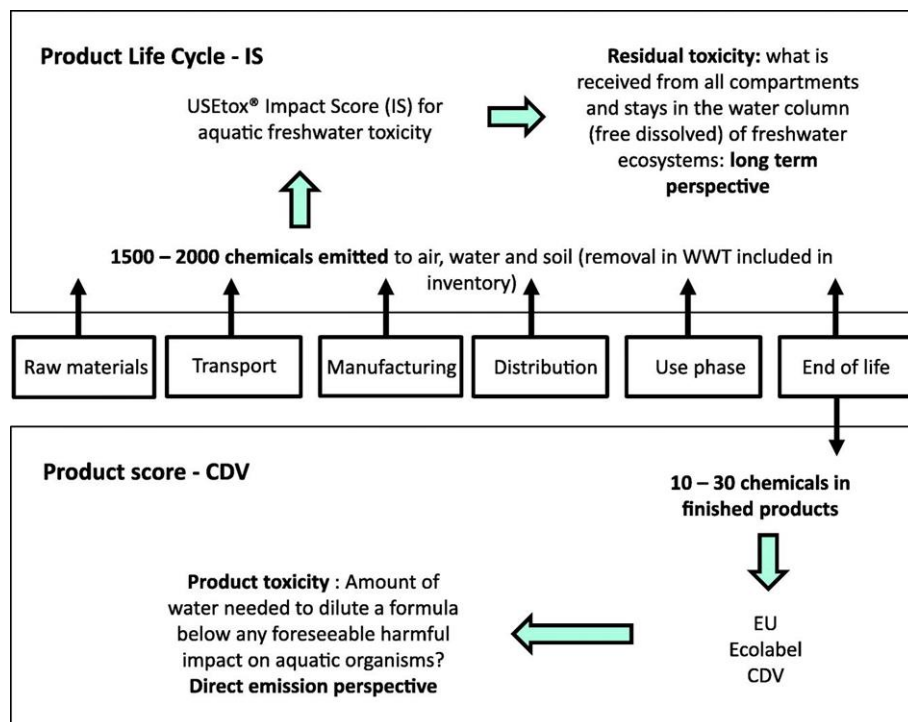


Figure 37. Représentation schématique du score de toxicité des produits obtenue par USEtox® (Impact Score IS) et par l'Écolabel Européen (CDV) (Saouter et al., 2018)

La démarche Sédimatériaux est également une démarche volontaire dont l'enjeu principal est la valorisation des sédiments. Pour le moment, la prise en compte de l'écotoxicité des sédiments n'intervient que dans la partie réglementaire concernant la dangerosité des sédiments. C'est dans ce cadre qu'une première étude réalisée pour le CD2E (Bazin and Vernus, 2015) a testé des méthodes de caractérisation plus fines de la toxicité des sédiments, dans le but de sécuriser le choix des filières de valorisation des sédiments sans toutefois avoir vocation à se substituer aux démarches d'évaluation de risques environnementaux et sanitaires en scénario. Dans la continuité directe de l'étude pour le CD2E, une démarche complémentaire a été menée sur 4 sédiments d'origine fluviale, un sédiment de barrage, un sédiment lacustre et 4 sédiments marins. Le but de cette étude étant d'identifier des essais sensibles pour l'évaluation de la toxicité des sédiments et non l'évaluation de la pertinence écologique de la valorisation par une batterie complète d'essais. Cette étude repose donc sur la réalisation de bioessais normalisés et en cours de normalisation, complémentaires à ceux déjà réalisés dans le cadre du HP14 ainsi que sur la variation du mode et du ratio d'extraction aqueux pour les bioessais aquatiques.

2. Matériels et méthodes

2.1. Méthodologie écotoxicologique mise en œuvre

2.1.1. Enseignements de l'étude préliminaire

Cette étude a été menée, par PROVADEMSE à la demande du CD2E dans le cadre de la démarche SEDIMATERIAUX (Bazin and Vernus, 2015), sur un sédiment marin issu du Grand Port Maritime de Dunkerque (GPMD) et un Sédiment fluvial issu de la Métropole lilloise (MEL).

Dans un premier temps, la dangerosité des sédiments par rapport à la propriété de danger HP14 « écotoxique » a été évaluée en suivant la batterie de bioessais commune aux déchets et celle employée spécifiquement sur les sédiments. Les essais ont été réalisés aux seuils et à la concentration maximale pour étudier la possibilité d'optimiser la démarche d'évaluation de la propriété HP14.

D'autres essais ont été menés sur ces sédiments dans un second temps sur les mêmes organismes que ceux utilisés dans les batteries HP14 mais avec des conditions de réalisation optimisées augmentant leur sensibilité. Des essais impliquant des organismes plus spécifiques aux sédiments ont aussi été réalisés. Parmi ces essais, l'inhibition de la reproduction des vers de terre *Eisenia fetida* ainsi que l'essai d'évitement réalisé sur le même organisme ont démontré une sensibilité importantes aux sédiments testés. L'essai d'inhibition de la croissance du végétal *Myriophyllum aquaticum* a démontré une sensibilité importante au sédiment marin, et des effets positifs ont également été observés pour le sédiment fluvial. L'essai d'inhibition de la croissance du crustacé *Heterocypris incongruens* a permis de mettre en évidence la pertinence de cet essai.

L'impact du ratio L/S sur la sensibilité des bioessais menées a été étudié avec des essais de percolation en flux ascendant (NF EN 14405). Il a été montré avec ces essais que le ratio L/S de 10, utilisé lors de la lixiviation en batch (NF EN 12457), masque la possible toxicité du sédiment par une dilution trop importante. Il est donc recommandé, à la suite de ces essais, d'utiliser un ratio d'extraction liquide/ solide de 2 pour la percolation, permettant à la fois d'observer la toxicité maximale et de fournir une quantité suffisante de lixiviats pour la réalisation de ces essais. Il a été également montré que lors des démarches complémentaires, c'est-à-dire une fois la batterie HP14 déployée et la non dangerosité du

sédiment démontrée, que les essais d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* et d'inhibition de la luminescence d'*Aliivibrio fischeri* sont alors trop peu sensibles et peuvent alors être négligés.

L'utilisation de cycle d'« humidification/ressuyage » associée aux bioessais d'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* et de *Ceriodaphnia dubia* a permis de montrer une baisse de l'écotoxicité avec le vieillissement des sédiments. Pour l'essai de reproduction de *Brachionus calyciflorus*, la toxicité est éliminée au bout du 3^{ème} ressuyage pour le sédiment fluvial et au bout du 8^{ème} pour le sédiment marin. L'essai réalisé sur *Ceriodaphnia dubia* a permis de mettre en évidence une disparition totale de la toxicité des percolats au bout du 3^{ème} ressuyage pour les deux sédiments.

Dans le cadre de la présente étude, les essais d'écotoxicologie ont été réalisés au sein des locaux de PROVADEMSE à l'INSA de Lyon. Les résultats obtenus pour les sédiments SM1 et SF2 sont issus de l'étude préliminaire, réalisée dans le cadre de la démarche SEDIMATERIAUX, pour les essais suivant : inhibition de la croissance de la population des algues (*Pseudokirchneriella subcapitata*), inhibition de la luminescence des bactéries (*Aliivibrio fischeri*), inhibition de la mobilité des daphnies (*Daphnia magna*), inhibition de la reproduction des rotifères (*Brachionus calyciflorus*), létalité des vers de terre (*Eisenia fetida*) et inhibition de la germination et de la croissance du blé tendre (*Triticum aestivum*) et du radis noir (*Raphanus sativus*) en microplaques.

2.1.2. Méthodologie appliquée

Dans un premier temps, les méthodologies de caractérisation de la propriété de danger HP14 ont été appliquées aux sédiments non-immérgeables étudiés. Puis, des essais plus sensibles ont été réalisés en suivant les recommandations du rapport du CD2E (Bazin and Vernus, 2015). L'essai sur ostracodes (*Heterocypris incongruens*) a été ajouté du fait qu'il est reconnu pour être particulièrement sensible à la toxicité des sédiments en tant qu'organisme benthique, davantage que l'essai sur larves de chironome (*Chironomus riparius*) et que celui les gammares (*Hyaella azteca*) (Belgis et al., 2003). L'impact du ratio d'extraction a ensuite été étudié en réalisant des essais chroniques d'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* a différents ratio liquide/ surface en lixiviation, en percolation à flux

ascendant, sur la base de l'essai normalisé NF EN 14405. La méthodologie suivie est représenté par le logigramme de la Figure 38.

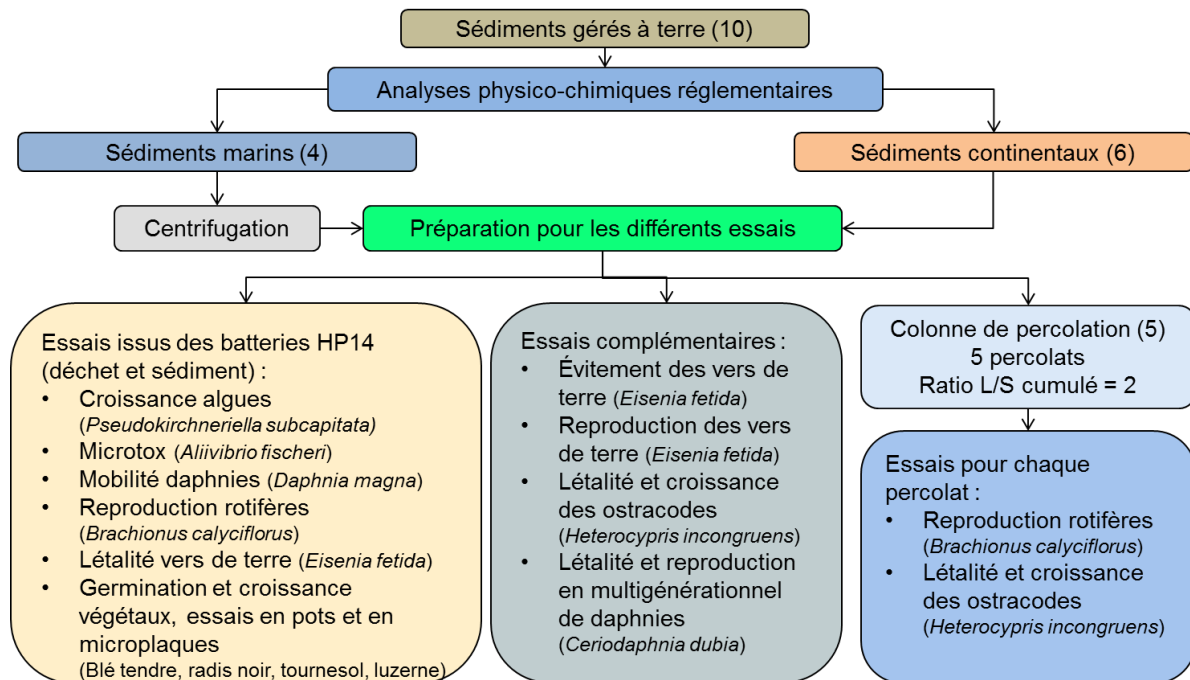


Figure 38. Méthodologie écotoxicologique suivie lors de cette étude

2.2. Origine des sédiments de l'étude

Les 4 sédiments marins utilisés sont issus du GPMD (Grand Port Maritime de Dunkerque). Parmi eux, les sédiments notés SM1 et SM2 sont des sédiments frais, le premier étant celui ayant déjà été utilisé pour l'étude de PROVADEMSE, le second ayant été prélevé en 2015. Le sédiment SM3 a été prélevé sur le site du GPMD par la chaire Ecosed après un traitement mécanique par retournement en andains. Le sédiment SM4 est également un sédiment traité de la même façon du GPMD ayant été sélectionné pour une valorisation en substitut de la fraction sableuse pour l'élaboration d'une piste cyclable.

Les 4 sédiments fluviaux sont d'origines diverses : le sédiment SF1 est un sédiment fourni par EDF, le sédiment SF2 a été fourni par la Métropole Européenne de Lille (MEL), il s'agit du sédiment fluvial ayant déjà été utilisé pour l'étude de PROVADEMSE. Le sédiment SF3 est issu d'un site de stockage de VNF et le sédiment SF4 a été prélevé dans la Deûle.

Le sédiment lacustre est issu d'une campagne de prélèvement dans un parc situé sur le territoire de la MEL.

Le sédiment de barrage a été fourni par EDF.

2.3. Méthodes d'extraction

2.3.1. Lixiviation en batch

Pour les essais concernés, il s'agit du protocole de lixiviation en batch normalisé NF EN 12457-2, déjà décrit par ailleurs dans cette thèse.

2.3.2. Lixiviation en colonne

L'essai de percolation s'appuie sur la norme NF EN 14405 à la différence que la colonne utilisée n'est pas de dimensions normalisées. Au lieu d'utiliser des colonnes de 10 cm de diamètre pour 30 cm de hauteur, les colonnes choisies ont 20 cm de diamètre pour 30 cm de hauteur, dans le but d'augmenter le volume de percolat disponible pour les toutes premières fractions pour lesquelles le ratio liquide/ solide vaut 0,1. À la différence de la norme, on s'arrête à un ratio L/S de 2 en cohérence avec l'étude préliminaire de PROVADEMSE (Bazin and Vernus, 2015). Parmi l'ensemble des sédiments étudiés, 5 ont pu être lixiviés par percolation en flux ascendant. L'équivalent de 9 kg sec des sédiments SF2, SF3, SF4, SL et SM1 ont été disposés en colonne. La vitesse d'écoulement est de 15 cm par jour comme indiqué dans la norme. Le détail des temps de collecte est présenté dans le Tableau 19.

Tableau 19. Volumes et temps de percolation pour les extractions en colonne

Désignation du percolat collecté	Ratio L/S cumulé	Volume de percolat collecté par fraction (litre)	Temps de percolation pour la fraction	Temps total de percolation
P1	0,1	1	4h35	4h35
P2	0,2	1	4h35	9h10
P3	0,5	3	13h45	22h55
P4	1	5	22h55	45h50
P5	2	10	45h50	91h40

2.4. Rappels sur le protocole HP14

2.4.1. Protocole classique appliqué aux déchets

Le protocole d'évaluation de la propriété de danger HP14 « écotoxicité » pour les déchets n'est pas réglementé mais fait l'objet d'une codification, la méthodologie officielle étant celle proposée par Pandard (Pandard et al., 2006) qui est détaillée sur la Figure 3.

Pour être considéré comme non écotoxique au sens de l'évaluation de la propriété HP14, un déchet évalué par cette méthode doit présenter des résultats négatifs à chacun des bioessais indiqués sur la Figure 3.

Les essais effectués sur éluat, c'est-à-dire les essais d'inhibition de la luminescence d'*Alivibrio fischeri*, d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna*, d'inhibition de la croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* et d'inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia*, sont réalisés après une lixiviation en batch de ratio liquide/solide de 10 suivant la norme NF EN 12457-2.

Pour les essais de toxicité aiguë, c'est-à-dire les essais d'inhibition de la luminescence d'*Alivibrio fischeri*, d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna*, de mortalité d'*Eisenia fetida* et d'émergence et d'inhibition de la croissance de *Lactuca sativa*, il faut, pour que le déchet soit considéré comme non toxique, que la CE50 soit obtenue pour une exposition à plus de 10% du déchet. La CE50 étant la concentration qui induit une réponse de 50% par rapport aux contrôles.

Pour les essais de toxicité chronique, c'est-à-dire les essais d'inhibition de la croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* et d'inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia*, il faut, pour que le déchet soit considéré comme non toxique, que la CE20 soit obtenue pour une exposition à plus de 1% du déchet. La CE20 étant la concentration qui induit une réponse de 20% par rapport aux contrôles.

2.4.2. Protocoles spécifiques aux sédiments

Une évolution de ce protocole adapté aux sédiments, et notamment à leur nature saline, est présenté par le BRGM (Mouvet, 2012; Mouvet et al., 2013). Ce protocole est décrit par la Figure 4.

Afin de limiter le volume de sédiment soumis à cette batterie, une première sélection est effectuée à la fois sur les sédiments marins et sur les sédiments continentaux sur le respect des seuils S1, définis par l'arrêté du 9 août 2006 sur la base de résultats écotoxicologiques (Mouvet, 2012). Lorsqu'un des seuils S1 n'est pas respecté, la batterie s'applique au sédiment tamisé et centrifugé, de façon à limiter les effets du sel sur les bioessais qui y sont sensibles.

Les essais d'écotoxicité sont réalisés en cascade de sorte à ce que l'ensemble de la batterie ne soit pas nécessairement mise en œuvre dans son intégralité pour attribuer la propriété HP14 «écotoxique» à un sédiment. Dans l'ordre, l'essai de toxicité aiguë d'inhibition de la luminescence d'*Alivibrio fischeri*, puis un l'essai de l'écotoxicité chronique sur le rotifère *Brachionus calyciflorus* et enfin un essai de l'écotoxicité aiguë d'émergence et d'inhibition de la croissance d'*Avena sativa*. Les essais de l'écotoxicité aiguë et chroniques sont validés de la même façon que pour le protocole HP14 (Pandard et al., 2006).

Des propositions d'optimisation de ce protocole ont été faites (Bazin and Vernus, 2014) et ont été suivies pour cette étude. Il s'agit de réaliser les bioessais directement aux seuils (10% pour les essais de toxicité aiguë et 1% pour les essais de toxicité chronique) et à proportion maximale de façon à réduire la quantité de sédiment nécessaire pour réaliser les différents bioessais. Dans cette optique et également pour gagner du temps, Bazin et Vernus ont proposé de réaliser les essais végétaux sur microplaques (Bazin and Vernus, 2015), pour cette étude, les essais de toxicité sur végétaux ont été réalisés en pot et sur microplaques.

2.5. Bioessais mis en œuvre

Pour chaque bioessai réalisé, des essais témoins positifs ont été réalisés en amont sur les organismes utilisés par l'organisme d'accueil (PROVADEMSE). Ces témoins sont spécifiques à chaque essai d'écotoxicité et permettent de s'assurer de la qualité de la réponse en cas de toxicité avérée.

2.5.1. Préparation des sédiments

Pour chacun des essais réalisés, les sédiments ont subi une préparation commune se composant d'une homogénéisation mécanique, d'un tamisage à 4 mm et éventuellement d'un séchage à l'air libre en fonction de la teneur en eau maximale nécessaire à la réalisation de l'essai. Les sédiments marins ont été centrifugés pendant 30 min à 9000 tr/min.

2.5.2. Essais d'écotoxicité faisant partie de la batterie du HP14

Parmi les essais recommandés dans la batterie du HP14, l'essai d'inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia* n'a pas été réalisé puisque, parmi les essais plus sensibles, une nouvelle version de cet essai est en cours de normalisation. Il a été réalisé en cohérence avec les conclusions du rapport de commande du CD2E (Bazin and Vernus, 2015). De même, les essais d'émergence et d'inhibition de la croissance de plantes n'ont pas été réalisés sur *Lactuca sativa* mais sur un organisme monocotylédone et un organisme dicotylédone en cohérence avec les choix fait par MATE98 et le BRGM pour le protocole HP14.

2.5.2.1. Essais de mortalité sur vers de terre *Eisenia fetida*

Il s'agit d'un essai de toxicité aiguë sur matériaux solides, qui consiste en une évaluation de la mortalité de vers de terre *Eisenia fetida* au contact du déchet au bout de 2 semaines. Il s'agit de l'essai normalisé NF ISO 11268-1. Les organismes utilisés pour cet essai sont des vers de terre d'élevage âgés d'au moins 2 mois et ayant atteint leur maturité sexuelle et dont la masse est comprise entre 300 et 600 mg. La maturation sexuelle est visible par la présence d'un clitellum du 33^{ème} au 38^{ème} segment.

Pour chaque sédiment, quatre répliques de l'essai ont été réalisées avec le sédiment non dilué, et de même avec une dilution à 10% du sédiment dans du sol ISO. Quatre répliques avec uniquement du sol ISO ont été également réalisées en témoin.

Le sol ISO est obtenu par le mélange de 10% de tourbe de sphaigne finement moulue, 20% de kaolin et de 70% de sable de Fontainebleau, le pH est ajusté à $6,0 \pm 0,5$ avec du CaCO_3 et le sol est ensuite humidifié avec de l'eau déminéralisée. La teneur en eau des matériaux est

ajustée, de façon à avoir entre 40 et 60 % de la capacité totale de rétention en eau préalablement déterminée.

Pour chaque essai, l'équivalent de 500 g de matériau sec est introduit dans des récipients avec couvercles percés. Les vers sont placés par 10 en suivant une répartition homogène des individus (la somme des masses des individus par récipients sont égales à 100 mg près). Les récipients sont incubés à $20 \pm 2^\circ\text{C}$ avec un cycle lumière/ obscurité de 16 heures de jour pour 8 heures de nuit. Après 14 jours, les vers sont récupérés dans chaque récipient, les vers vivants sont décomptés et pesés.

2.5.2.2. *Inhibition de la germination et de la croissance de plante monocotylédones et dicotylédones*

Il s'agit d'un essai d'écotoxicité aiguë sur matériaux solides, qui consiste en une évaluation de l'inhibition de la germination dans un premier temps puis de l'inhibition de la croissance des parties aériennes des végétaux dans un second temps. Il s'agit de l'essai normalisé NF EN ISO 11269-2. Les organismes utilisés pour cet essai sont le blé tendre *Triticum aestivum* et la luzerne *Medicago sativa* comme espèces monocotylédones. Pour les espèces dicotylédones, le radis noir *Raphanus sativus* et le tournesol *Helianthus annuus* ont été retenues.

Le blé tendre et le radis noir sont des exemples d'espèces monocotylédones et dicotylédones couramment utilisées pour cet essai, et ont donc été employés lors de l'étude préliminaires (Bazin and Vernus, 2015) et pour cette étude également.

Dans le but de palier aux effets du sel (NaCl) dans les essais de germination et de croissance de végétaux avec des sédiments marins, il a été proposé d'utiliser pour ces essais une espèce tolérante au sel. Il existe plusieurs études sur la tolérance et l'adaptation à la présence de sel dans les eaux d'irrigation de la luzerne (*Medicago sativa*), notamment au Maroc (Birouk et al., 1989) et en Tunisie (Mezni et al., 1999). Bien qu'il existe des différences de tolérance au sel entre les différents génotypes de *Medicago sativa*, cette espèce a tout de même été retenue comme espèce complémentaire dans la mesure où sa germination est inhibée par une concentration de 260 mmol/L dans les eaux d'irrigation (Lachhab et al.,

2013), ce qui est le cas pour des concentrations inférieures pour la plupart des variétés de blé (Alaoui et al., 2013).

Le tournesol, quant à lui, est réputé pour son adaptation aussi bien aux sols sablonneux qu'argileux (Gouvernement du Canada, 2012), il a donc été sélectionné comme espèce complémentaire pour pallier aux effets possibles dus aux différences de texture des sédiments.

Pour chaque sédiment, quatre répliques de l'essai ont été réalisées avec le sédiment non dilué, et de même avec une dilution à 10% du sédiment dans du sol ISO. Quatre répliques avec uniquement du sol ISO ont été également réalisées comme témoin. Le sol ISO est préparé de façon identique à celle décrite précédemment. Les teneurs en eau sont ajustées de sorte à atteindre 60 à 80 % de la capacité totale de rétention d'eau.

Des mèches de gazes sont ajustées dans les pots, de façon à faciliter l'irrigation des matériaux pendant l'essai. Les pots sont placés dans une pièce thermostatée à 23 ± 3 °C et les végétaux sont irrigués par un ajustement quotidien du niveau d'eau dans les coupelles. Les pots sont placés à environ 1 m sous des néons permettant un éclairage le plus uniforme possible de 7000 lux. Les pots sont intervertis chaque jour, afin de limiter au maximum l'impact de la différence d'exposition à la lumière et à la chaleur entre les pots. Le système d'éclairage est périodique et la photopériode choisie comprend 16h d'éclairage pour 8 h d'obscurité.

Chaque pot contient 500 g de matériau en équivalent sec et 10 semences sont déposées à équidistance à la surface. Au bout de 3 jours, la germination ou non des semences sont constatées. Afin d'étudier dans de bonnes conditions l'inhibition de la croissance des parties supérieures des végétaux, 6 semences ayant germées au maximum sont laissées dans les pots. Après 24 jours de croissance, les parties supérieures sont collectées et les 5 plantes ayant la croissance la plus importantes sont pesées et séchées en étuve, afin de peser leur masse sèche. Un exemple de pots à la fin de l'essai (avant collecte des parties supérieures) est présenté sur la Figure 39 pour chaque semence testée.

Ces essais ont également été réalisés sur microplaques. Il s'agit d'un essai en cours de normalisation ayant vocation à remplacer l'essai en pot de la procédure classique. Cet essai se rapproche de l'essai normalisé NF EN ISO 11269-1, puisqu'il s'agit d'évaluer l'inhibition

de la germination et de la croissance racinaire des végétaux. Pour cet essai, 125 g de matériau en équivalent sec sont placé dans la partie inférieure de chaque microplaque avec 4 répliques par condition. Le sédiment est testé sans dilution et avec une dilution à 10% du sédiment dans du sol ISO. Un filtre de papier noir, pour faciliter la lecture du résultat (Figure 40), est placé sur les matériaux et 10 semences sont disposées au niveau supérieur de la partie contenant l'échantillon de façon à ce que la partie supérieure des végétaux ait suffisamment de place pour se développer.



Figure 39. Pots en fin d'essais de croissance avec de gauche à droite et de haut en bas, les pots de blé tendre, de radis noir, de tournesol et de luzerne

Les microplaques sont fermées et incubées à la verticale dans l'obscurité à $20 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 72 heures. Au terme de l'essai, l'inhibition de la germination est évaluée par comparaison des semences germées pour les matériaux testés et pour les témoins.



*Figure 40. Microplaques en fin d'essais de germination et de croissance racinaire du tournesol *Helianthus annuus**

Les longueurs des racines sont comparées entre elles pour évaluer l'inhibition de la croissance racinaire. Un exemple de microplaques au terme de l'essai est présenté sur la Figure 40.

*2.5.2.3. Essais de mobilité sur *Daphnia magna**

Il s'agit d'un essai de toxicité aiguë sur éluat, qui consiste en une évaluation de l'inhibition de la mobilité de daphnies *Daphnia magna* néonates au terme de 48 heures. Il s'agit de l'essai normalisé NF EN ISO 6341.

Les sédiments subissent une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 et les éluats sont utilisés pour les bioessais dès que la lixiviation est terminée. Les daphnies utilisées sont des daphnies d'élevage, qui ont moins de 24 heures. Cinq néonates sont introduites dans un tube à essai contenant 10 mL d'éluat pour l'essai à 100%, 1 mL d'éluat et 9 mL de milieu de culture pour les essais à 10% et 10 mL de milieu de culture pour les essais témoins. Chaque condition est réalisée 4 fois. Les tubes sont incubés à $20 \pm 2^\circ\text{C}$. Les daphnies mobiles sont comptabilisées à 24h et à 48h.

*2.5.2.4. Essais d'inhibition de la reproduction du rotifère *Brachionus calyciflorus**

Il s'agit d'un essai de toxicité chronique sur éluat, qui consiste en une évaluation de l'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* néonates au terme de 48 heures. Il s'agit de l'essai normalisé NF ISO 20666. Les sédiments subissent une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 et les éluats sont utilisés pour les bioessais dès que la lixiviation est

terminée. Les individus utilisés pour l'essai sont des femelles de moins de 2 heures provenant de sporocystes du commerce (toxkit). Les essais sont réalisés sur microplaques.

Avant le début de l'essai, les cystes sont incubés dans du milieu de culture et placés dans une enceinte thermostatée à $25 \pm 1^\circ\text{C}$ sous une source lumineuse continue les exposant à 3000-4000 lux. L'éclosion survient après 16 à 18 h d'incubation. Il convient alors de les pré-nourrir à l'aide d'une solution algale (de 2×10^8 algues par ml) exactement 2 heures avant le début de l'essai.

Pour la durée de l'essai, les rotifères sont nourris mais dans une moindre mesure que précédemment (milieu contenant 2×10^6 algues par mL). L'essai est mené sur éluat, sur éluat dilué à 1% dans du milieu de culture et dans du milieu de culture (témoin). L'essai est répliqué 8 fois par conditions. Pour chaque réplique, un individu est introduit seul dans un puits, une fois les puits complétés, les microplaques sont déposées pour incubation en enceinte thermostatée à $25 \pm 1^\circ\text{C}$ dans l'obscurité pour une durée de 48 heures.

Au terme de l'essai, les rotifères sont comptés dans chaque puits sous loupe binoculaire et sont collectés pour comptage. Ils peuvent être immobilisés au lugol pour leur dénombrement. L'inhibition de la reproduction est déterminée par comparaison des conditions testées aux puits témoins.

2.5.2.5. Essais d'inhibition de la croissance de la population des algues *Pseudokirchneriella subcapitata*

Il s'agit d'un essai d'écotoxicité chronique sur éluat, qui consiste en une évaluation de l'inhibition de la croissance de la population de *Pseudokirchneriella subcapitata*. Il s'agit de l'essai NF EN ISO 8692. Les organismes utilisés sont des algues vertes planctoniques unicellulaires cultivées en laboratoire à partir d'une pré-culture de 2 à 4 jours.

Les algues sont cultivées dans un milieu nutritif spécifique, l'inoculum de départ permet d'avoir une phase de croissance continue de la population avant le début de l'essai (de 0,5 à 1×10^3 cellules par mL). L'essai est mené sur éluat, sur éluat dilué à 1% dans du milieu de culture et dans du milieu de culture (témoin). Néanmoins les algues étant elles-mêmes contenues dans du milieu de culture, il n'est pas possible de tester l'éluat pur et donc la concentration maximale testée est de 80%.

Au début de l'essai, du milieu de culture avec algues est ajouté aux solutions testées de façon à obtenir une concentration cellulaire maximale de 10^4 cellules par mL dans chaque tube. Chaque condition est répliquée 3 fois sauf le témoin qui est répliqué 6 fois. Les tubes à essai sont incubés en enceinte thermostatée à 23 ± 2 °C sous des lampes fluorescentes blanches prodiguant de 4400 à 6700 Lux. Au terme des 72 ± 2 heures de croissance, les algues sont comptées 10 fois par tube au moyen de cellules de Malassez.

2.5.2.6. Essais d'inhibition de la luminescence des bactéries *Aliivibrio fischeri*

Il s'agit d'un essai de toxicité aigüe sur éluat, qui consiste en une évaluation de l'inhibition de la luminescence d'*Aliivibrio fischeri*, appelé couramment essai Microtox. Il s'agit de l'essai normalisé NF EN ISO 11348-3. Il est réalisé avec des bactéries marines luminescentes lyophilisées du commerce.

Pour cet essai, il convient d'ajouter du sel (NaCl) aux échantillons, afin d'obtenir une concentration en NaCl de 20 g/L. lorsque la concentration de l'échantillon à tester contient entre 20 et 50g/l de NaCl, il n'est pas nécessaire d'en ajouter. Lorsque la concentration en NaCl est supérieure à 35 g/L, il est nécessaire de s'assurer que les dilutions de l'échantillon permettront de ne pas dépasser ce seuil pour les essais (seuil d'osmolarité). Le pH doit être compris entre 6,0 et 8,5 ou être ajusté.

Les solutions testées sont deux témoins et une gamme de dilution d'un éluat obtenu après filtration à 0,45 µm d'une lixiviation en batch suivant la norme NF EN 12457-2. La dilution maximale possible étant 75% pour la même raison que pour l'essai d'inhibition de la croissance de la population d'algues. La luminescence de chaque échantillon est mesurée à l'aide d'un photomultiplicateur. La luminescence de chaque cuve est mesurée après 15 min et après 30 min par rapport au début de l'essai. La comparaison par rapport aux témoins permet de calculer l'inhibition de la luminescence.

2.5.3. Essais d'inhibition de la croissance des ostracodes *Heterocypris incongruens*

Il s'agit d'un essai d'écotoxicité à moyen terme sur matériaux solides, qui consiste en une évaluation de la mortalité et de l'inhibition de la reproduction de *Heterocypris incongruens*. Il s'agit de l'essai normalisé NF ISO 14371. Il s'agit d'une espèce d'ostracode ubiquiste couramment utilisée pour les essais de d'écotoxicité sur sédiment brut (Casado-

Martinez et al., 2016; Gheorghe et al., 2013; González et al., 2015; Mankiewicz-Boczek et al., 2008; Oleszczuk, 2007, 2008a, 2008b, 2008c). Il s'agit d'un essai relativement court puisqu'il se déroule sur 6 jours.

Avant le début de l'essai, des œufs quiescents (cystes) sont incubés pendant 52 h à $25 \pm 1^\circ\text{C}$ sous une source lumineuse procurant de 3000 à 4000 lux. Après 48 h d'incubation, les néonates sont pré-nourries avec une solution de spiruline.

Au début de l'essai, 10 individus sont prélevés à l'aide d'une pipette en verre aux parois internes très lisse, de façon à ce que les ostracodes s'y accrochent le moins possible. Du lugol est ensuite ajouté, de façon à les immobiliser pour les mesurer au microscope. En moyenne, les néonates mesurent de 150 à 250 μm . Chaque essai est réalisé en 6 répliques. Pour chaque réplique, 10 individus sont introduits dans un puit contenant 1 mL de sédiment brut, 2 mL de suspension d'algues ($1,5 \times 10^7$ cellules par mL) et 5 mL de milieu de culture. Pour les puits témoins, le sédiment est remplacé par du sable de Fontainebleau. Les puits sont ensuite incubés dans l'obscurité à $25 \pm 1^\circ\text{C}$ pour une durée de 6 jours.

Au terme de l'essai, les ostracodes sont collectés au moyen d'une table lumineuse, d'un tamis et d'une pipette en verre. La différence entre le nombre d'individus collectés et le nombre d'individus introduits correspond à la mortalité de l'essai. Lorsque la mortalité obtenue est inférieure à 30%, on peut déterminer l'inhibition de la croissance. Les ostracodes collectés sont alors immobilisés au moyen du lugol et sont mesurés sous microscope, un exemple de photographie d'ostracodes permettant la mesure de leur longueur est donné sur la Figure 41.

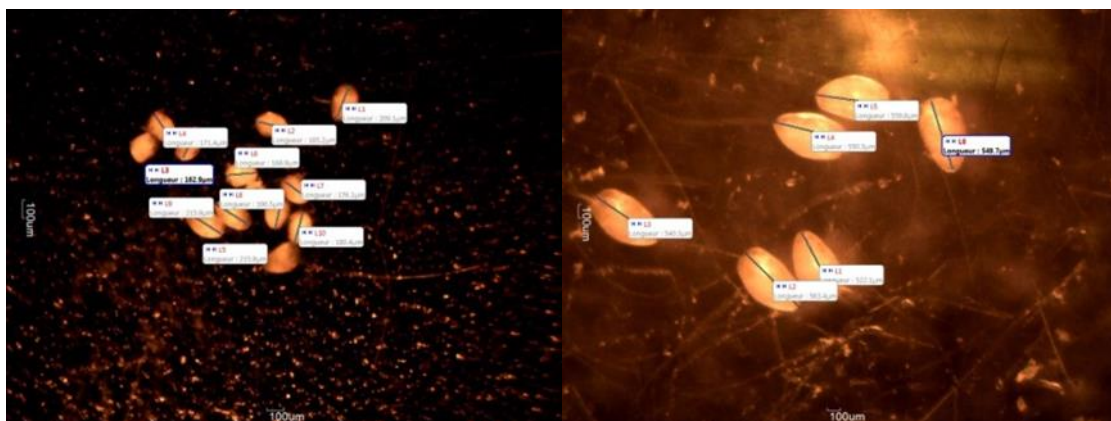


Figure 41. Ostracodes observés avant le début de l'essai à gauche et ostracodes restant au terme de l'essai à droite

La croissance des ostracodes est obtenue par comparaison de leur longueur moyenne au bout de 6 jours et celle déterminée avant la réalisation de l'essai. L'inhibition de la croissance est obtenue en rapportant sur 100 le rapport entre la croissance obtenue pour le sédiment testé et la croissance des témoins. Ces essais ont été réalisés au moyen d'ostracodtoxkits (Belgis and Persoone, 2002c, 2002a, 2002b).

2.5.4. Essais d'inhibition de la reproduction des vers de terre *Eisenia fetida*

Il s'agit d'un essai de toxicité chronique sur matériaux solides, qui consiste en une évaluation de l'inhibition de la reproduction des vers de terre *Eisenia fetida*. Il s'agit de l'essai normalisé NF EN ISO 11268-2. L'essai se déroule dans des conditions proches de celles décrites pour l'essai de létalité, à la différence que les vers de terre sont ici exposés pendant 8 semaines aux matériaux. Les organismes sélectionnés pour l'essai pèsent entre 300 et 600 mg et sont munis d'un clitellum. Les matériaux sont préparés de la même façon que pour l'essai de létalité avec en plus un ajout de crottin de cheval à chaque condition pendant les 4 premières semaines. Les matériaux testés sont le sédiment brut, le sédiment dilué à 10% avec du sol ISO et le sol ISO.

Chaque condition est répliquée 5 fois et 10 vers de terre sont introduits par condition. Les récipients sont incubés à $20 \pm 2^\circ\text{C}$ avec un cycle lumière/obscurité de 16 h /8 h. Chaque semaine et pour toute la durée d'essai, le taux d'humidité est ajusté. Au terme des 4 premières semaines, les vers adultes sont retirés des récipients d'essai, pour évaluer les effets sur la mortalité et la biomasse par comptage et pesé. Les 4 semaines suivantes permettent de laisser le temps aux cocons issus de la reproduction des vers adultes d'éclore et aux jeunes vers de terre de se développer suffisamment pour être dénombrés. Il est donc possible de déterminer l'inhibition de la reproduction des vers de terre.

2.5.5. Essais d'évitement des vers de terre *Eisenia fetida*

Il s'agit d'un essai d'écotoxicité aiguë et chronique sur matériaux solides, qui consiste en une évaluation de la réaction d'évitement des vers de terre *Eisenia fetida* d'un substrat testé par rapport à un sol témoin. Il s'agit de l'essai normalisé NF ISO 17512-1. Cet essai a été normalisé, dans le but de se substituer aux essais de létalité et d'inhibition de la reproduction des vers de terre du fait de sa rapidité de mise en œuvre (48 heures) et de sa sensibilité.

De la même façon que pour les essais de létalité, d'inhibition de la reproduction, les organismes sélectionnés pour cet essai sont des vers de terre âgés d'au moins 2 mois, munis d'un clitellum et dont la masse est comprise entre 300 et 600 mg. Les individus sont choisis, afin de constituer des lots homogènes de 10. L'humidité des substrats est ajustée de la même manière que pour les autres essais sur vers de terre. Pour chaque sédiment testé, 4 répliques sont mises en œuvre. Les récipients sont complétés avec les différents substrats à l'aide d'une séparation amovible pour éviter le mélange du sédiment et du sol ISO lors de la préparation de l'essai, puis elles sont enlevées permettant ainsi d'obtenir des séparations nettes entre les substrats. Dans un premier temps, une séparation simple en deux compartiments a été réalisée puis pour limiter les effets d'exposition, six compartiments agencés en quinconce ont été effectués. Les 10 vers de terre sont déposés à la limite entre les deux substrats au début de l'essai. Les récipients sont fermés à l'aide de couvercles percés et sont incubés à $20 \pm 2^\circ\text{C}$ sous un éclairage artificiel respectant un cycle de 16 h de lumière pour 8 h d'obscurité.

Au terme de l'essai, les récipients sont renversés délicatement pour éviter de mélanger les deux substrats qui sont alors séparés. Les vers de terre présents dans chaque substrat sont décomptés, ce qui permet de caractériser un taux d'évitement des vers de terre pour le sédiment. L'opération de comptage des vers en fin d'essai est représentée sur la Figure 42 par une série de photo qui montre les récipients contenant deux compartiments dans la première photo de gauche, puis les substrats une fois renversés et le comptage dans les compartiments séparés.



Figure 42. Comptage des vers de terre *Eisenia fetida* au terme d'un essai d'évitement

Les essais ont été menés en comparant la préférence des vers entre les sédiments et le sol ISO et entre les sédiments dilués à 10% avec le sol ISO et ce dernier. Il est précisé dans la norme que l'on considère, qu'il y a un impact négatif sur la fonction habitat du sol, sur la

biocénose des sols (représenté par les vers dans cet essai) à partir d'un évitement de 80% des vers pour le substrat testé.

2.5.6. Essais d'inhibition de la reproduction multigénérationnel sur *Ceriodaphnia dubia*

Il s'agit d'un essai d'écotoxicité chronique sur éluat, qui consiste en une évaluation de l'inhibition de la reproduction de la daphnie *Ceriodaphnia dubia*. Il s'agit d'un essai en cours de normalisation basé sur l'essai normalisés NF ISO 20665 en introduisant un aspect multigénérationnel. Les organismes utilisés pour cet essai sont des néonates issus d'un élevage de laboratoire maintenu à PROVADEMSE. Les essais sont réalisés sur des éluats obtenus après une lixiviation en batch des sédiments en suivant la norme NF EN 12457-2. Les essais sont réalisés sur des éluat bruts, sur des éluats dilués à 1% avec du milieu de culture et sur le milieu de culture. Les essais sont réalisés en 6 répliques par condition. Les daphnies sont placées seules dans un puit de 10 mL, et sont incubées à 25 ± 2 °C sous un éclairage prodiguant 100 à 600 lux avec une photopériode de 16 h de lumière pour 8 h d'obscurité.

À partir du 3^{ème} jour, les milieux sont renouvelés quotidiennement. Les nouveaux nées sont dénombrés et retirés de l'essai et les adultes sont nourries. Le 7^{ème} jour, les néonates présentes sont prélevées et font l'objet d'un nouvel essai dans les mêmes conditions. La première génération est maintenue jusqu'à 10 jours pour continuer à prendre en compte leur capacité reproductrice. L'essai de génération 2 suit le même protocole que pour la génération 1 et l'essai se termine lorsque la génération 3 (s'il y en a une) atteint son 10^{ème} jour. L'inhibition de la reproduction est ensuite calculée sur chaque génération par rapport à son témoin.

3. Résultats

3.1. Résultats des analyses physico-chimiques des sédiments

3.1.1. Répartition granulométrique

La répartition granulométrique des sédiments est présentée dans le Tableau 20. Plus précisément, les fractions $< 20 \mu\text{m}$, comprises entre 20 et $63 \mu\text{m}$, entre $63 \mu\text{m}$ et 2 mm et $>2 \text{ mm}$ représentent, respectivement, les argiles et les limons fins, les limons grossiers, les

sables et les graviers. La répartition granulométrique du sédiment lacustre (SL) et du sédiment de barrage (SB) sont proches. En effet, ils contiennent majoritairement une fraction fine < 20 µm, puis une fraction comprise entre 20 et 63 µm d'environ 35%. Les fractions les plus grossières sont les moins représentées pour ces sédiments.

Les sédiments fluviaux SF1, SF3 et SF4 ont des répartitions granulométriques semblables, à l'exception de la fraction comprise entre 63 µm et 2 mm, qui est un peu sous représentée pour le sédiment SF3 par rapport aux sédiments SF1 et SF4. Le sédiment SF2 a une répartition granulométrique différente des autres sédiments fluviaux puisque la fraction comprise entre 63 µm et 2 mm y est plus représentée et les fractions plus fines (< 20 µm et comprise entre 20 µm et 63 µm) y sont, au contraire, moins représentées. Les sédiments marins présentent 3 types de répartition granulométrique : SM1 présente une fraction inférieure à 20 µm plus élevée par rapport aux autres fractions granulométriques. Les sédiments SM2 et SM3 présentent des répartitions granulométriques proches avec des fractions très fines (< 20 µm) et sableuse (comprise entre 63 µm et 2 mm) les plus représentées et une fraction comprise entre 20 et 63 µm faible. Le sédiment SM4 présente une répartition granulométrique différente des trois autres sédiments marins avec une fraction sableuse (63 µm à 2 mm) prédominante (78,1%) et des fractions fines plus faibles.

Tableau 20. Répartition granulométrique des sédiments en %

Sédiments	< 20 µm	20-63 µm	63 µm - 2 mm	> 2 mm
SF1	37,4	33,2	27,6	1,7
SF2	29,4	18,8	51,3	0,6
SF3	41,3	37,2	17,9	3,6
SF4	42,9	24,8	32,3	0,1
SB	55,7	37,1	7,1	0,0
SL	62,3	33,7	3,6	0,4
SM1	68,6	10,2	21,2	0,0
SM2	40,8	8,6	50,6	0,0
SM3	33,9	5,0	59,3	1,8
SM4	5,6	14,6	78,1	1,7

La répartition granulométrique est un paramètre à prendre en compte car on sait que cette dernière influe sur leur affinité avec les contaminants (Ujević et al., 2000; Yuan et al., 2014) ; ce qui aura une influence sur les éventuels effets écotoxiques constatés.

3.1.2. Contenus totaux en contaminants des sédiments

Les sédiments d'étude ont été minéralisés de façon à connaître leur composition en éléments traces métalliques et métalloïdes (ETMM).

Les résultats des ETMM contenus dans les sédiments sont présentés dans le Tableau 21. Les teneurs en contaminants supérieures aux seuils S1 pour les sédiments SF, SB et SL et supérieures aux seuils N1 pour les sédiments SM sont en gras. Les valeurs supérieures aux 3^{èmes} quartiles des résultats obtenus pour les sédiments de France est de Belgique (Wallonie) (Padox et al., 2010a, 2010b) sont en italiques.

Les contaminations des différents sédiments en ETMM sont très variables. Les sédiments SF1 et SB ne présentent pas de contamination élevée en ETMM. Le sédiment SF3 présente une contamination notable en Zn. Le sédiment SF4 en particulier mais aussi les sédiments SF2 et SM1, SM2 et SM3 présentent des contaminations importantes, notamment en As, Hg, Pb et Zn. Le sédiment SM4 présente une contamination notable en Ni.

Tableau 21. Résultats des analyses en contenu total en ETMM des sédiments exprimés en mg/kg sec

Sédiments	SF1	SF2	SF3	SF4	SB	SL	SM1	SM2	SM3	SM4
Ag	< 0,05	16,29	0,57	5,08	< 0,05	< 0,05	0,67	-	0,53	-
As	4,16	7,08	6,99	99,44	17,01	8,39	24,72	25	15,75	4,17
Ba	252,9	1144,9	393,5	599,4	477,7	381,8	229,5	192,0	143,5	75,0
Cd	0,24	3,33	0,76	306,38	0,00	0,49	1,98	2,00	1,09	<0,07
Co	5,71	10,57	8,87	10,61	13,55	10,60	6,38	-	4,17	<0,09
Cr	35,5	102,8	56,2	63,9	44,0	69,3	94,8	82,0	54,4	93,8
Cu	19,4	189,7	67,5	117,7	29,1	28,6	57,0	68,0	43,6	35,5
Hg	< 0,05	3,52	< 0,05	23,08	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,12	0,15
Mn	342,8	233,0	560,5	167,5	717,0	393,5	536,4	-	294,7	-
Mo	< 1,00	2,95	1,71	< 1,00	< 1,00	< 1,00	< 1,00	< 1,00	1,09	7,62
Ni	23,1	48,4	25,5	27,1	42,1	35,8	20,8	21,0	15,3	46,1
Pb	13,9	610,4	82,6	3646,2	18,8	64,5	185,7	261,0	247,1	52,0
Sb	< 3,00	8,99	< 3,00	26,06	< 3,00	< 3,00	4,79	< 3,00	< 3,00	< 3,00
Se	3,82	3,98	4,19	6,28	5,73	5,84	4,56	< 3,00	< 3,00	< 3,00
Sn	< 3,00	30,62	6,53	20,76	< 3,00	4,88	11,70	-	5,46	3,78
V	28,33	34,50	-	-	20,09	-	67,62	-	-	6,48
Zn	93,9	1450,9	395,7	4194,2	109,1	160,0	793,9	613,0	378,6	202,6

Les contaminants organiques contenus dans les sédiments d'étude sont présentés en Tableau 22. Les contaminations en PCB des sédiments sont globalement faibles, à l'exception des sédiments SF2 et SM3. Les contaminations au 3^{ème} quartile en PCB (somme des PCB) des

sédiments de France et de Belgique (Wallonie) sont de 0,07 mg/kg sec pour les sédiments fluviaux et de 0,126 mg/kg sec pour les sédiments marins (Padox et al., 2010a, 2010b).

Les sédiments SF2, SF3, présentent une contamination notable en HAP totaux (respectivement 25,4 mg/kg et 9,0 mg/kg), supérieure au seuil S1 pour SF2 et supérieure au 3^{ème} quartile des concentrations obtenues sur les sédiments de France et de Belgique (Wallonie) (Padox et al., 2010a, 2010b). Les sédiments SM1, SM2 et dans une moindre mesure SM3 présentent une contamination en HAP totaux (respectivement 4,7 mg/kg, 6,7 mg/kg et 3,8 mg/kg). Les contaminations au 3^{ème} quartile des sédiments en France et en Belgique (Wallonie) en HAP sont de 5,04 mg/kg sec pour les sédiments fluviaux et 3,96 mg/kg sec pour les sédiments marins (Padox et al., 2010a, 2010b).

Tableau 22. Résultats des analyses en contenu total en contaminants organiques (PCB et HAP) des sédiments exprimés en mg/kg sec

Sédiments	SF1	SF2	SF3	SF4	SB	SL	SM1	SM2	SM3	SM4
PCB 28	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01		<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
PCB 52	<0,01	0,03	<0,01	<0,01		<0,01	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
PCB 101	<0,01	0,05	<0,01	0,01		<0,01	<0,01	0,01	0,02	<0,01
PCB 118	<0,01	0,04	<0,01	<0,01		<0,01	<0,01	0,01	0,01	<0,01
PCB 138	<0,01	0,09	<0,01	0,01		<0,01	<0,01	<0,01	0,02	<0,01
PCB 153	<0,01	0,12	0,01	<0,01		<0,01	<0,01	0,02	0,03	<0,01
PCB 180	<0,01	0,07	<0,01	<0,01		<0,01	<0,01	0,01	0,02	<0,01
Somme PCB	<0,01	0,40	0,02	0,03		<0,01	<0,07	0,05	0,10	<0,01
Naphtalène	<0,1	0,50	0,32		0,03	<0,1	<0,33	0,39	0,10	0,20
Acénaphtylène	<0,1	0,18	0,05		<0,1	<0,1	<0,33	0,23	<0,1	<0,1
Acénaphène	<0,005	0,13	0,10		0,01	<0,005	<0,33	0,10	<0,005	<0,005
Fluorène	0,01	0,21	0,13		0,01	0,06	<0,33	0,16	0,05	0,09
Phénanthrène	0,08	1,62	0,38		0,03	0,53	0,59	0,61	0,32	0,41
Anthracène	0,01	0,42	0,15		0,00	0,13	<0,33	0,21	0,07	0,06
Fluoranthène	0,17	2,58	1,40		0,03	1,00	0,51	0,46	0,40	0,29
Pyrène	0,16	2,15	1,20		0,02	0,83	0,60	0,77	0,53	0,33
Benzo(a) Anthracène	0,10	1,22	0,44		0,01	0,41	0,87	0,50	0,32	0,20
Chrysène	0,10	2,17	0,57		0,02	0,39	0,89	0,52	0,33	0,22
Benzo(b) Fluoranthène	0,13	5,40	1,40		0,01	0,37	0,79	0,96	0,40	0,20
Benzo(k) Fluoranthène	0,07	1,40	0,50			0,21	<0,33	0,33	0,23	0,11
Benzo(a) Pyrène	0,14	2,40	0,63		0,01	0,47	0,42	0,51	0,41	0,29
Dibenzo (a,h) anthracène	0,03	1,00	0,30		0,01	0,01	<0,33	0,19	0,02	<0,005
Benzo (ghi) Pérylène	0,09	2,27	0,67		0,00	0,35	<0,33	0,37	0,32	0,19
Indeno (1,2,3-cd) Pyrène	0,09	1,80	0,78		0,01	0,22	<0,33	0,43	0,28	0,08
Somme des 16 HAP	1,2	25,4	9,0		0,2	5,0	4,7	6,7	3,8	2,7

3.1.3. Contenus des éluats en contaminants

Des lixiviations ont été réalisées sur les sédiments, dans le but de réaliser les bioessais sur éluat. Les analyses de ces éluats en ETMM sont présentées dans le Tableau 23.

La comparaison de ces niveaux de relargage avec le seuil d'acceptabilité des déchets en ISDI (Arrêté du 28 octobre 2010) permet de mettre en évidence le caractère non inerte des sédiments SF2, SF4 et SM2. Les niveaux de relargage supérieurs aux 3^{èmes} quartiles des résultats obtenus pour les sédiments de France est de Belgique (Wallonie) (Padox et al., 2010a, 2010b) sont en italiques.

Tableau 23. Résultats des analyses des éluats obtenus par lixiviation (essai normalisé NF EN 12457-2) des sédiments en ETMM exprimés en mg/kg sec

Sédiments	SF1	SF2	SF3	SF4	SB	SL	SM1	SM2	SM3	SM4	Seuil inerte
As	0,039	0,010	0,010	<i>0,238</i>	0,010	0,010	0,010	<i>0,167</i>	0,010	0,080	0,5
Ba	0,814	0,925	0,776	0,486	1,095	1,233	0,563	0,373	0,706	0,270	20
Cd	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	2,530	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,011</i>	<i>0,010</i>	<i>0,004</i>	0,04
Co	0,010	0,025	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	-	0,010	-	
Cr	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	<i>0,160</i>	0,010	0,010	0,5
Cu	0,113	0,484	0,253	0,338	0,094	<i>0,244</i>	<i>0,196</i>	<i>0,424</i>	<i>0,202</i>	<i>0,230</i>	2
Hg	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<i>0,010</i>	<0,05	0,010	<0,05	0,01
Mo	0,046	0,239	0,041	0,010	0,010	0,050	0,558	0,882	0,444	0,170	0,5
Ni	0,010	<i>0,382</i>	0,022	0,047	0,010	0,048	0,045	<i>0,219</i>	0,010	0,020	0,4
Pb	<0,022	<0,022	<0,022	<i>0,370</i>	<0,022	<0,022	<0,022	<0,022	<0,022	<0,022	0,5
Sb	<0,062	0,193	<0,062	0,419	<0,062	<0,062	0,027	0,099	<0,062	<0,062	0,06
Se	0,010	0,010	0,010	0,215	0,010	0,010	0,010	0,053	0,069	0,090	0,1
Sn	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010	-	0,010	-	
V	0,034	0,029	0,048	0,012	0,010	0,140	0,064	-	0,040	-	
Zn	<0,038	5,787	0,141	18,327	<0,038	0,048	0,297	<i>3,564</i>	<i>0,184</i>	<0,038	4

Les sédiments SF1, SF3 et SB, présentent de faibles niveaux de relargage en ETMM. Le sédiment SF2 présente un relargage élevé en Sb (0,193 mg/kg) et relativement élevé en Ni (0,382 mg/kg). Le sédiment SF4 présente un relargage élevé en Cd (2,530 mg/kg), Sb (0,419 mg/kg), Se (0,215 mg/kg) et Zn (18,327 mg/kg) et relativement élevé en As (0,238 mg/kg), Hg (0,010 mg/kg) et Pb (0,370 mg/kg). Le sédiment SL présente, globalement, de faibles relargages en ETMM à l'exception de Cu qui est relativement élevé (0,244 mg/kg). Le sédiment SM1 présente un relargage élevé en Mo (0,558 mg/kg) et un relargage relativement élevé en Cu (0,196 mg/kg). Le sédiment SM2 présente un relargage élevé en Mo (0,882

mg/kg) et en Sb (0,099 mg/kg) et un relargage relativement élevé en As (0,167 mg/kg), Cd (0,011 mg/kg), Cr (0,160 mg/kg), Cu (0,424 mg/kg), Ni (0,219 mg/kg) et Zn (3,564 mg/kg). Le sédiment SM3 présente des relargages relativement élevés en Ba (0,706 mg/kg), Cu (0,202 mg/kg) et Zn (0,184 mg/kg). Le sédiment SM4 présente un relargage relativement élevé en Cu (0,230 mg/kg).

3.1.4. Synthèse

Les contaminations prépondérantes pour chaque sédiment ainsi que le pourcentage de fines (fraction granulométrique < 63 µm) sont rappelés dans le Tableau 24.

Lorsqu'aucune contamination supérieure à un seuil ou au 3^{ème} quartile des valeurs des sédiments de France et de Belgique (Wallonie) (Padox et al., 2010a, 2010b), les contaminants sont indiqués entre guillemets et correspondent aux valeurs médianes des sédiments de France et de Belgique (Wallonie) ou sont relativement élevés par rapport aux valeurs des autres sédiments.

Afin de décrire les sédiments du panel les uns par rapport aux autres, une ACP a été réalisée. Les variables sélectionnées sont le pH et la conductivité des sédiments et de leurs éluats (lixiviation normalisée NF EN 12457-2), les contenus totaux en contaminants (ETMM, HAP, PCB) et les contenus des éluats en contaminants (ETMM). Trois axes sont sélectionnés pour atteindre une variabilité cumulée de 77,7%. Afin de donner un sens à ces axes, les valeurs de contribution aux axes des variables sont triées, de façon à ne conserver que les variables contribuant aux axes de façon significative. Pour être prise en compte, la contribution de la variable, pour un axe, doit être supérieure en valeur absolue à la contribution moyenne (égale à l'inverse de la racine carrée du nombre de variables). La valeur de cosinus carré indique la qualité de la représentation de la variable selon l'axe. Les variables contribuant au même axe sont corrélées. Lorsque le signe des valeurs de contribution est identique, les variables sont corrélées positivement, sinon elles le sont négativement.

Tableau 24. Récapitulatif de la fraction fine, des principaux contaminants et des ETMM dans les éluats par sédiment

Sédiments	Fraction <63 µm	ETMM	PCB	HAP	ETMM lixiviés
SF1	70,6%	« Ba, Cr, Cu, Ni »	-	-	Cd, Hg, « Ba »
SF2	48,2%	Cu, Hg, Pb, Zn, Cr, Ni, « Ba, Co, Sn »	Somme	Somme	Sb, Zn, Cd, Ni, « Co, Mo »
SF3	78,5%	Zn, Cu, Pb, « Mn »	-	Somme	Cd, « Ba, Cu »
SF4	67,7%	As, Cd, Cu, Hg, Pb, Zn, Cr, « Ba, Co, Sb, Sn »	-	-	Cd, Sb, Se, Zn, Pb, « Cu »
SB	92,8%	As, Ni, « Ba, Co, Mn, Se »	-	-	Cd, Cu, « Ba »
SL	96,0%	Zn, Cr, Ni, « Co, Se »	-	« Somme »	Cd, Cu, « Ba, V »
SM1	78,8%	Cd, Cr, Cu, Pb, Zn, As, « Mn, Sn, V »	-	Phénanthrène, Pyrène, Chrysène, Benzo (b, k) Fluoranthène, Benzo (a) Anthracène	Mo, Cd, Cu
SM2	49,4%	As, Cd, Cu, Pb, Zn, Cr	-	Phénanthrène, Naphtalène, Chrysène, Acénaphthylène, Acénaphène, Fluorène, Anthracène, Pyrène, Benzo(a) Anthracène, Benzo (b, k) Fluoranthène, Benzo (a) Pyrène, Dibenzo (a,h) anthracène	Mo, Sb, Cd, Cr, Cu, Ni, Zn
SM3	38,9%	Cd, Pb, Zn, As, « Sn »	PCB 153, PCB180	Phénanthrène, Pyrène, Benzo (a) Anthracène, Benzo (b, k) Fluoranthène	Cd, Cu, Zn, « Ba, Mo »
SM4	20,2%	Ni, Cr, « Mo »	-	Phénanthrène	Cd, Cu

La représentation des variables de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques des sédiments sont présentées respectivement en Figure 43 et en Figure 44. L'axe F1 représente le pH sur sa partie négative et la contamination en ETMM (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Se, Zn) sur sa partie positive (sédiment et éluats). L'axe F2 représente la granulométrie fine sur sa partie négative alors que sur la partie positive de l'axe sont représentés le Cr total, la contamination organique (Sommes PCB et HAP) et les ETMM dans les éluats (Ni, Co, Cu). L'axe F3 représente les conductivités (éluats et sédiments) et les ETMM dans les éluats (Mo et Cr) pour sa partie négative alors que sa partie positive est représentée par la granulométrie fine, les ETMM totaux (Co et Se) et les ETMM dans les éluats (Ba et Hg).

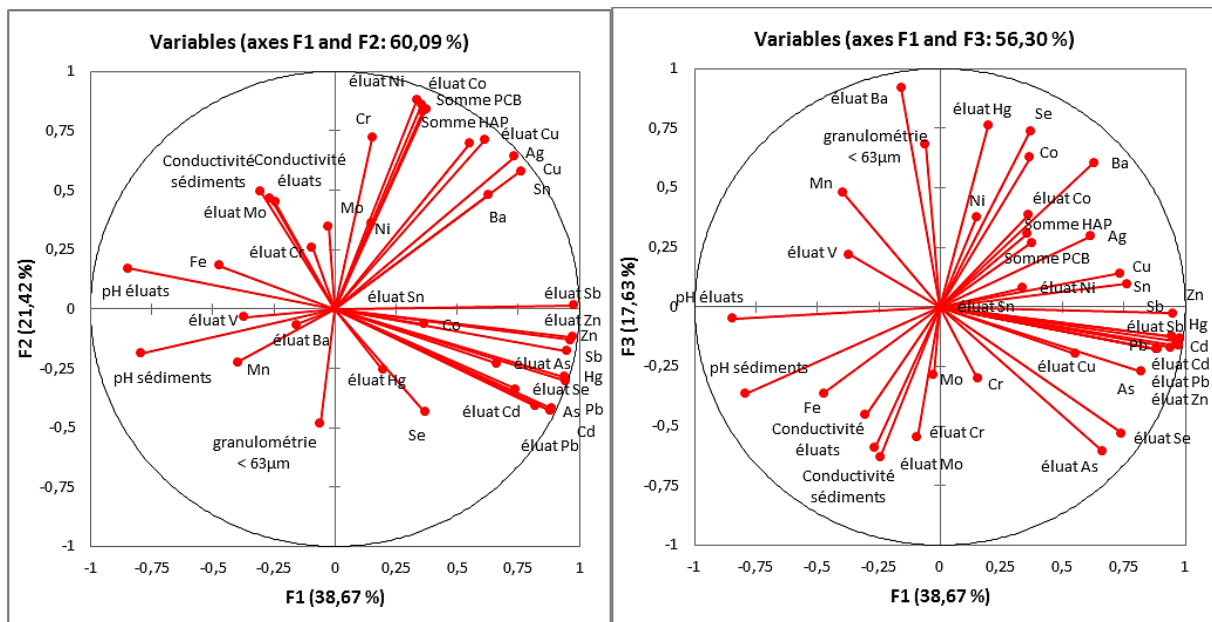


Figure 43. Représentation des variables de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques des sédiments

La représentation des sédiments par rapport à ces axes (Figure 44) met en évidence les similitudes entre eux. La représentation par rapport aux axes F1 et F2 montre la particularité du sédiment SF4 et dans une moindre mesure SF2 par rapport à leur contamination en ETMM (sédiments et éluats). Ils sont classés par rapport à l'axe en fonction de leur pourcentage de particules inférieures à 63 µm.

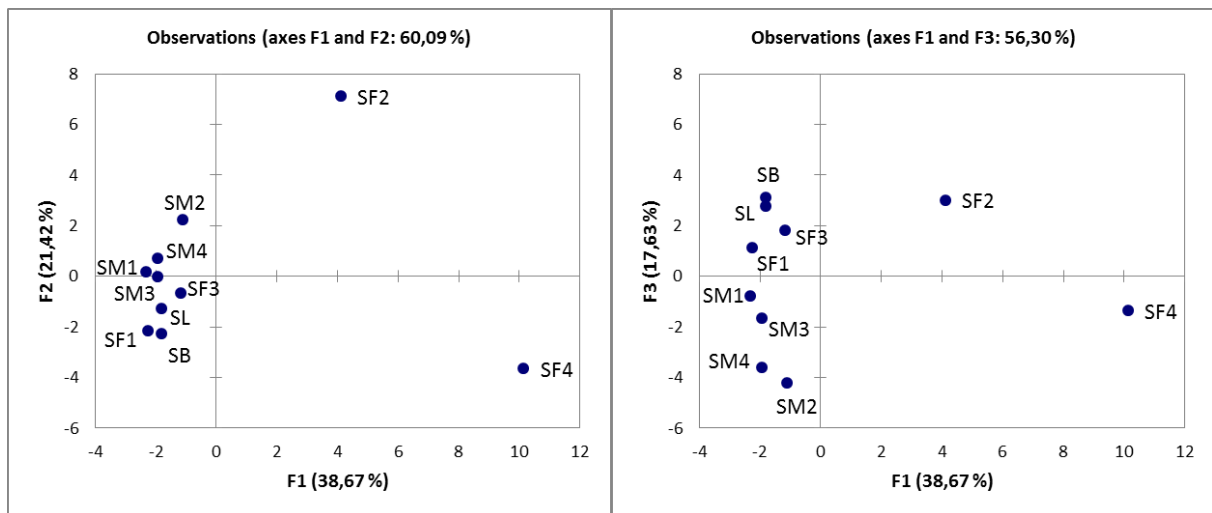


Figure 44. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir de leurs paramètres physico-chimiques

La représentation selon les axes F1 et F3 rapproche les sédiments en fonction de leur origine puisque l'ensemble des sédiments marins et uniquement ceux-ci sont représentés pour F1 et F3 négatifs. De même, les sédiments d'origine fluviale, d'origine lacustre ainsi que le sédiment de barrage sont représentés pour F1 négatif et F3 positif. Les sédiments SF2 et SF4 sont à l'écart du fait de leur contamination plus importante représentée par l'axe F1.

3.2. Résultats des essais écotoxicologiques

3.2.1. Résultats des essais issus des batteries de bioessais permettant l'évaluation de la propriété HP14 « écotoxicité »

3.2.1.1. Résultats de bioessais réalisés sur éluats

(a) Résultats des essais d'inhibition de la croissance de la population des algues *Pseudokirchneriella subcapitata*

Les résultats des essais d'inhibition de la croissance de l'algue *Pseudokirchneriella subcapitata* sont donnés dans le Tableau 25.

Tableau 25. Résultats d'inhibition de la croissance de la population des algues pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec la dilution minimum (80%) et la dilution au seuil (1%)

Sédiments	Éluat brut		% d'inhibition de la croissance	
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	Éluat dilué à 80%	Éluat dilué à 1 %
SF1	8,1	287,6	-0,4	2,9
SF2	7,6	2168	> CE20	2,2
SF3	7,7	764,1	7,4	0,3
SF4	6,9	67,1		
SB	7,9	415,7	-1,3	0,2
SL	7,8	606,4		
SM1	8,4	3955	> CE20	2,1
SM2	8,1	3050,2	-2,7	1,2
SM3	7,7	4076,2	5,6	-0,4
SM4	7,8	1443	1	-1,4

Pour les sédiments étudiés, les effets toxiques observés sont très faibles pour les éluats dilués à 1% (maximum observé égal à 2,9% pour l'éluat dilué à 1% de SF1) comme pour les éluats dilués à 80% (maximum observé égal à 7,4% pour l'éluat dilué à 80% de SF3). Cet essai ne permet donc pas de discriminer les sédiments, il n'est donc pas retenu pour l'étude.

(b) Résultats des essais d'inhibition de la luminescence des bactéries Aliivibrio fischeri

Les résultats des essais d'inhibition de la luminescence des bactéries *Aliivibrio fischeri* sont présentés dans le Tableau 26.

Tableau 26. Résultats d'inhibition de la luminescence des bactéries pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec la dilution minimum (75%) et la dilution au seuil (10%)

Sédiments	Éluat brut		% d'inhibition de la luminescence	
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	Éluat dilué à 75%	Éluat dilué à 10 %
SF1	8,1	287,6	-0,6	-2
SF2	7,6	2168	0	0
SF3	7,7	764,1	-2,5	-5,3
SF4	6,9	67,1		
SB	7,9	415,7	-2,6	-5,3
SL	7,8	606,4		
SM1	8,4	3955	0	0
SM2	8,1	3050,2	-10,1	-9,2
SM3	7,7	4076,2	-17,2	-20
SM4	7,8	1443	-5,2	-6,8

Pour tous les sédiments étudiés, aucune écotoxicité n'a été détectée. Au contraire, des effets stimulants peuvent être observés. Cet essai ne permet pas de différencier la toxicité des sédiments, il n'est pas discriminant et n'est donc pas retenu pour l'étude.

(c) Résultats des essais d'inhibition de la mobilité sur *Daphnia magna*

Les résultats des essais d'inhibition de la mobilité des daphnies *Daphnia magna* sont présentés dans le Tableau 27. Pour tous les sédiments étudiés, aucune toxicité n'a été détectée sur les éluats bruts et dilués. Cet essai ne permet pas de différencier l'écotoxicité des sédiments, il n'est pas discriminant et n'est donc pas retenu pour l'étude.

Tableau 27. Résultats d'inhibition de la mobilité des daphnies pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec la dilution minimum (90%), une dilution intermédiaire (62%) et la dilution au seuil (10%)

Sédiments	Éluat brut		% d'inhibition de la mobilité		
	pH	Conductivité μS/cm	Éluat dilué à 90%	Éluat dilué à 62%	Éluat dilué à 10 %
SF1	8,1	287,6	0	0	0
SF2	7,6	2168	0	0	0
SF3	7,7	764,1	0	0	0
SF4	6,9	67,1	0	0	0
SB	7,9	415,7	0	0	0
SL	7,8	606,4	0	0	0
SM1	8,4	3955	0	0	0
SM2	8,1	3050,2	0	0	0
SM3	7,7	4076,2	0	0	0
SM4	7,8	1443	0	0	0

(d) Résultats des essais d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus*

Les résultats des essais d'inhibition de la reproduction du rotifère *Brachionus calyciflorus* sont présentés dans le Tableau 28.

Pour les sédiments étudiés, les effets toxiques observés sont variables. Les résultats observés pour les sédiments SF1 et SM2 montrent une écotoxicité pour l'éluat dilué (de 19,4% pour SF1 et de 11,5% pour SM2) supérieure à l'écotoxicité observée pour l'éluat non dilué (de 3,2% pour SF1 et de -3,9% pour SM2). Ces résultats semblent contre intuitifs et sont difficilement explicables. Il est par conséquent souhaitable de renouveler l'essai afin de vérifier ces résultats. Pour les sédiments SF3, SF4, SL et SM4, la toxicité observée est non

négligeable pour les éluats non dilués (respectivement 24%, 64,5%, 43,9% et 60%) et plus faible pour les éluats dilués (respectivement 4%, 16,1%, 15,2% et -4%).

Tableau 28. Résultats de l'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus* pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec l'éluat non dilué et l'éluat dilué au seuil (1%)

Sédiments	Éluat brut		% d'inhibition de la reproduction	
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	Éluat non dilué	Éluat dilué à 1 %
SF1	8,1	287,6	3,2	19,4
SF2	7,6	2168	> CE20	4,3
SF3	7,7	764,1	24	4
SF4	6,9	67,1	64,5	16,1
SB	7,9	415,7	16,1	16,1
SL	7,8	606,4	43,9	15,2
SM1	8,4	3955	< CE20	0
SM2	8,1	3050,2	-3,9	11,5
SM3	7,7	4076,2	7,7	0
SM4	7,8	1443	60	-4

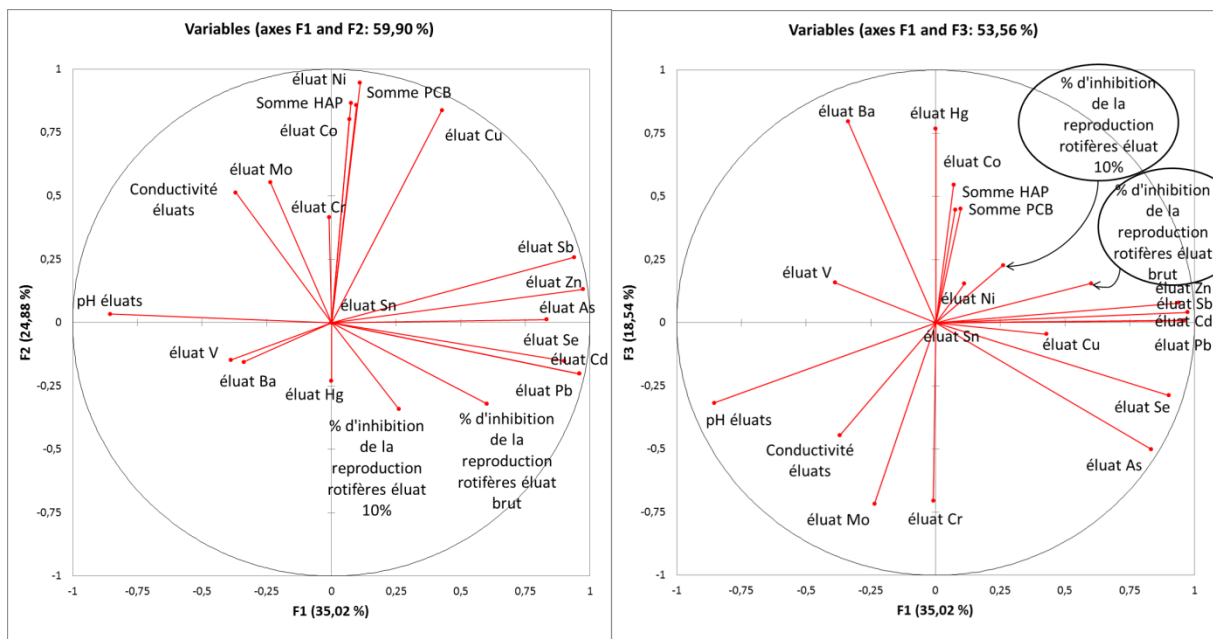


Figure 45. Représentation des variables de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques et résultats des essais d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus* pour les sédiments de l'étude

Afin de corréliser les résultats de cet essai écotoxicologique aux caractéristiques physico-chimiques des sédiments d'étude, une Analyse en Composantes Principales (ACP) est réalisée. Les données utilisées sont les pH et la conductivité des éluats, les résultats de

l'essai d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus*, les analyses en contenus totaux en HAP et PCB dans les sédiments ainsi que les analyses d'ETMM dans les éluats. Les trois axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 78,4%.

Les représentations des variables choisies pour l'ACP par rapports aux axes sont présentées en Figure 45. Ces représentations montrent que l'axe F1 représente principalement le pH des éluats sur sa partie négative et les ETMM lixiviés (As, Cd, Pb, Sb, Se, Zn) sur sa partie positive. L'axe F2 ne représente pas significativement de variables sur sa partie négative et représente pour sa partie positive la contamination totale en HAP et PCB dans les sédiments et en ETMM dans les éluats (Co, Cu, Ni). L'axe 3 représente les contaminations en ETMM pour sa partie négative (Cr, Mo) et les contaminations totales en HAP et PCB dans les sédiments ainsi qu'en ETMM dans les éluats (Co, Hg) pour sa partie positive.

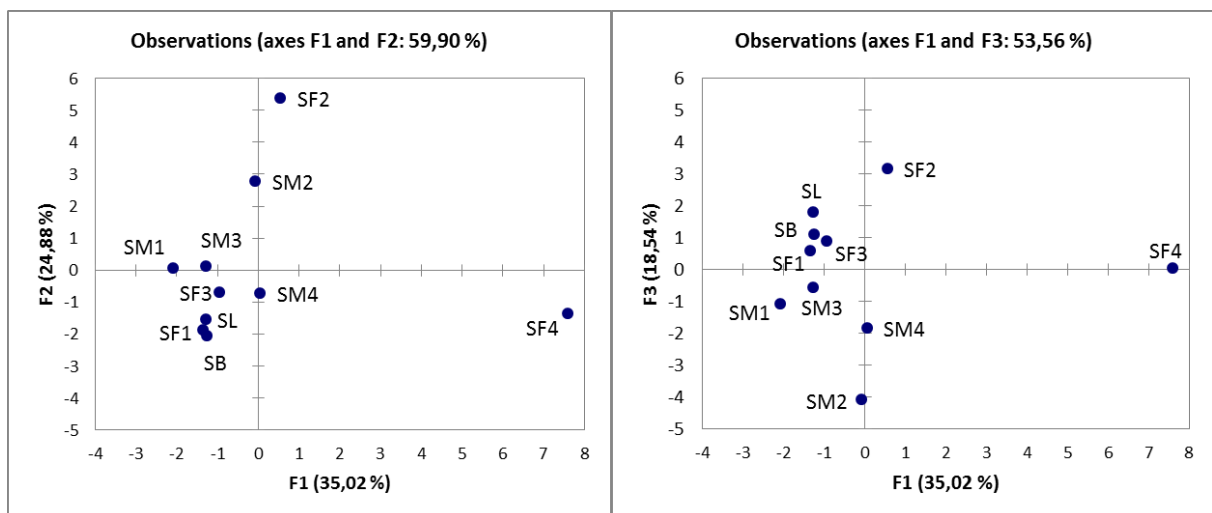


Figure 46. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques et des résultats des essais d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus*

La représentation des résultats des essais d'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* sur ces axes est éloignée du cercle des corrélations et n'est pas bien représentée par un axe en particulier. Il n'est donc pas possible sur cette base de corrélérer ces résultats à une composition chimique particulière d'éluat.

La représentation des sédiments par rapport aux axes déterminés pour cette ACP (Figure 46) est semblable à celle ne prenant en compte que les caractéristiques physico-

chimiques des sédiments (Figure 44). Les résultats de l'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* sont représentés par l'axe F1 ce qui laisse penser que ces résultats sont corrélés aux paramètres décrits par la partie positive de cet axe, c'est-à-dire les ETMM lixiviés (As, Cd, Pb, Sb, Se, Zn).

3.2.1.2. Résultats de bioessais réalisés sur matrice solide

(a) Résultats des essais de mortalité sur vers de terre

Les résultats des essais de mortalité des vers de terre *Eisenia fetida* sont présentés dans le Tableau 29. Pour ces sédiments, aucune toxicité n'a été détectée pour les essais réalisés au seuil (10% de dilution). Cet essai, réalisé avec un substrat dilué à 10%, ne permet donc pas de discriminer les sédiments toxiques.

En revanche, on remarque que pour les sédiments marins non dilués, la mortalité est de 100% pour cet essai. Il est probable que cette mortalité soit due à la présence de sels résiduels (De Lisle and Roberts, 1988, 1994; FAO, 1990; Jones et al., 1976; Jones, 1973; Ozoh and Jones, 1990) en dépit de l'opération initiale de centrifugation. On sait également que la salinité a une synergie avec le Cd dans les sols (Raiesi et al., 2018). Le sédiment SF4 montre également une mortalité de 76,9% pour le sédiment non dilué ; ce qui laisse à penser que ce sédiment est potentiellement impactant en fonction de ses modalités de valorisation.

Tableau 29. Résultats de la létalité sur vers de terre pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO

Sédiments	Sédiments pour essai		% de mortalité	
	pH	Conductivité μS/cm	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 % dans du sol ISO
SF1	7,8	375,5	0	0
SF2	6,9	2925		0
SF3	7,2	827,7	0	0
SF4	6,9	91,7	76,9	0
SB	7,5	487,8	0	0
SL	7,8	606,4	2,5	0
SM1	8,0	4229,1		0
SM2	7,6	3399,5	100	0
SM3	7,8	4571,8	100	0
SM4	8,1	2182,2	100	0

Afin de corrélérer les résultats de l'essai de mortalité des vers de terre aux caractéristiques physico-chimiques des sédiments d'étude, une Analyse en Composantes Principales (ACP) est réalisée. Les données utilisées sont les pH et la conductivité (sédiments et éluats), les résultats de l'essai de mortalité des vers de terre pour les sédiments non dilués (SF, SL et SB), les analyses en contenus totaux en HAP et PCB présents dans les sédiments ainsi que les analyses d'ETMM (sédiments et éluats). Les deux axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 84,6%.

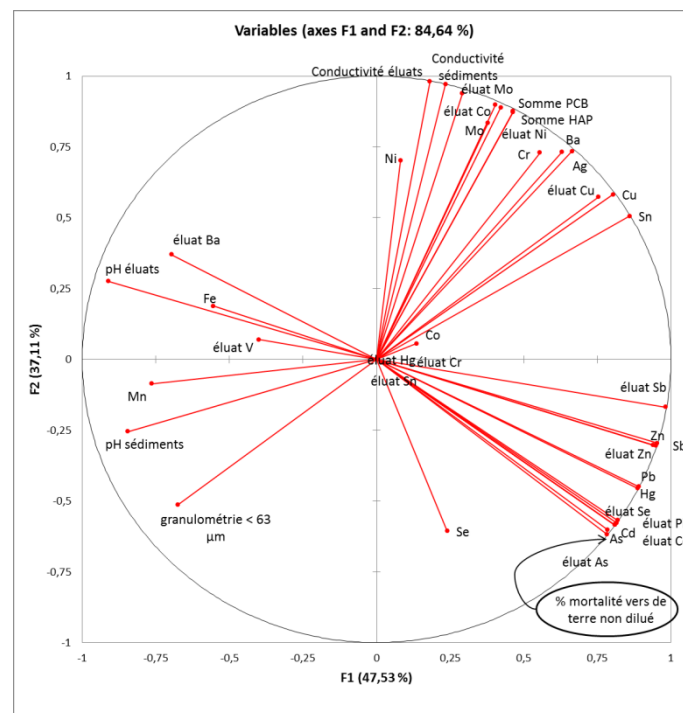


Figure 47. Représentation des variables de l'ACP réalisée à partir des paramètres physico-chimiques et des résultats des essais de mortalité des vers de terre pour les sédiments non dilués SF, SB et SL

La représentation des variables choisies pour l'ACP par rapports aux axes est présentée en Figure 47. L'axe F1 représente le pH (sédiment et éluat), la teneur en Mn dans les sédiments et la teneur en Ba dans les éluats pour sa partie négative et le contenu en Sb et Zn (sédiments et éluats) pour sa partie positive. L'axe F2 représente le Se dans les sédiments pour sa partie négative et pour sa partie positive la conductivité (sédiment et éluat), la teneur totale en Mo, en ETMM dans les éluats (Co, Mo et Ni) et le contenu total en HAP et PCB. De nombreuses variables sont représentées à l'équidistance des 2 axes tout en étant au niveau

du cercle des corrélations. Cette représentation met donc en évidence une corrélation entre les résultats de l'essai de mortalité des vers de terre et les teneurs en ETMM dans les sédiments (As, Cd, Hg, Pb) et dans les éluats (As, Cd, Pb, Se).

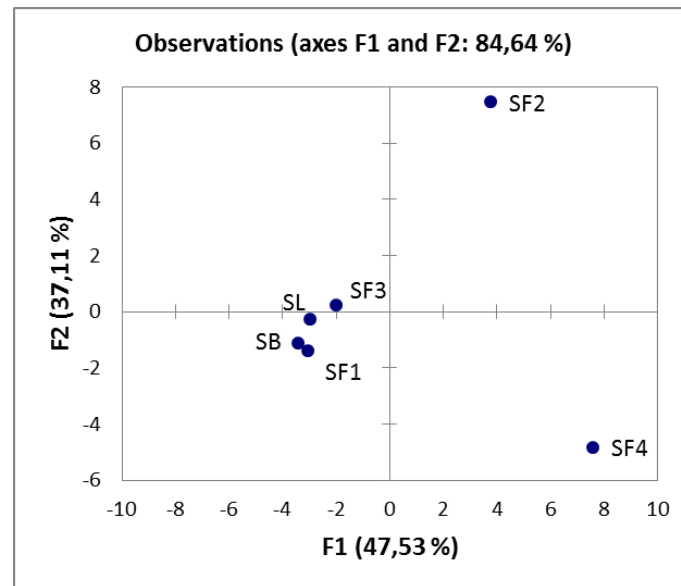


Figure 48. Représentation des sédiments (SF, SL et SB) en fonction des axes de l'ACP des paramètres et des résultats des essais de mortalité des vers de terre *Eisenia fetida*

La représentation des sédiments (SF, SL et SB) par rapport aux axes déterminés pour l'ACP à partir des paramètres physico-chimique et des résultats des essais de mortalité des vers de terre *Eisenia fetida* pour les sédiments non dilués distingue également les sédiments SF2 et SF4. Cet essai ne permet pas de distinguer les autres sédiments. Etant donné que des effets toxiques ne sont principalement observés que pour le sédiment SF4, cet essai ne permet pas de mettre en évidence d'effets toxiques fins, cet essai n'est pas conservé pour l'évaluation intrinsèque de l'écotoxicité des sédiments.

(b) Résultats des essais d'inhibition de la germination et de la croissance de plantes monocotylédones et dicotylédones

Les résultats des essais d'inhibition de la germination et de la croissance de plantes (blé tendre monocotylédone et radis noir pour les dicotylédones) sont présentés dans le Tableau 30 pour la germination et dans le Tableau 31 pour l'inhibition de la croissance.

Pour les sédiments testés, les effets écotoxiques observés sur la germination sont compris entre -15,2% et 12,5% pour les essais réalisés au seuil (10% de dilution). Pour le sédiment SB, l'écotoxicité mesurée est de 27,5% lorsque l'essai est réalisé sur sédiment non dilué. Pour les essais réalisés avec le sédiment non dilué, le pourcentage d'inhibition de la germination pour les sédiments marins est de 100%, il est probable que cette inhibition soit due à la présence de sels résiduels (De Lisle and Roberts, 1988, 1994; FAO, 1990; Jones et al., 1976; Jones, 1973; Ozoh and Jones, 1990) en dépit de l'opération initiale de centrifugation. Lorsque le sédiment est dilué à 10%, l'écotoxicité diminue significativement, passant de 100% à 7,5% pour les sédiments SM2 et SM4 et à 2,5% pour le sédiment SM3. La synergie entre la salinité et le Cd est réduite en présence de plantes (Raiesi et al., 2018) ; ce qui peut expliquer la faible inhibition de la germination du blé tendre et du radis noir du sédiment SF4 non dilués.

Tableau 30. Résultats de l'inhibition de la germination du blé tendre et du radis noir dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO

Sédiments	Sédiments pour essai		% d'inhibition de la germination du blé tendre		% d'inhibition de la germination du radis noir	
	pH	Conductivité μS/cm	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %
SF1	7,8	375,5	10,5	5,3	5	5
SF2	6,9	2925				
SF3	7,2	827,7	7,9	10,5	5	12,5
SF4	6,9	91,7	7,7	5,1	0	-15,2
SB	7,5	487,8	39,5	7,9	27,5	12,5
SL	7,8	606,4	2,6	0	-15,2	-15,2
SM1	8,0	4229,1				
SM2	7,6	3399,5	100	-2,6	100	7,5
SM3	7,8	4571,8	100	0	100	2,5
SM4	8,1	2182,2	100	0	100	7,5

Une inhibition de la germination du blé tendre et du radis est observée pour le sédiment SB égale, respectivement, à 39,5 % et à 27,5% pour le sédiment non dilué. Cette écotoxicité modérée observée ne peut pas être attribuée aux contaminants recherchés (car présents en faibles teneurs) mais peut être due à d'autres contaminants présents dans les sédiments ou à d'autres facteurs physico-chimiques pouvant influencer les réponses des organismes vivants testés et générer des faux positifs (Postma et al., 2002).

Tableau 31. Résultats de l'inhibition de la croissance du blé tendre et du radis noir dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO

Sédiments	Sédiments pour essai		% d'inhibition de la croissance du blé tendre		% d'inhibition de la croissance du radis noir	
	pH	Conductivité $\mu\text{S/cm}$	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %
SF1	7,8	375,5	-16,4	0,6	-46,8	-14,8
SF2	6,9	2925				
SF3	7,2	827,7	-17,2	4,7	-34,3	-30,3
SF4	6,9	91,7	70,9	36,3	53,9	-15,3
SB	7,5	487,8	37,6	8,5	33,7	-7,0
SL	7,8	606,4	-32,2	-23,1	-5,3	-8,6
SM1	8,0	4229,1				
SM2	7,6	3399,5	-	11,2	-	-13,6
SM3	7,8	4571,8	-	4,9	-	-41,8
SM4	8,1	2182,2	-	1,9	-	-47,7

Pour les sédiments marins, seuls les essais sur sédiment dilué sont réalisés puisqu'il n'y a pas eu de germination pour les sédiments non dilués. Pour les sédiments marins dilués à 10% seuls les essais sur le blé tendre permettent d'observer des effets toxiques (de 1,9% pour SM4 à 11,2% pour SM2). Les résultats obtenus pour le blé tendre et pour le radis sont semblables. Pour les sédiments SF1, SF3 et SL il n'y a pas de toxicité observée et mis à part pour le blé avec le sédiment dilué à 10% (4,7% d'inhibition observé). Les effets observés sont stimulants pour la croissance des espèces végétales testées. Pour les sédiments SF4 et SB des effets écotoxiques sont observés pour le sédiment non dilué (respectivement 70,9% et 37,6% pour le blé tendre et 53,9 et 36,3% pour le radis noir), pour les sédiments dilués, des effets toxiques ne sont observés que pour le blé tendre (36,3% pour SF4 et 8,5% pour SB).

Afin de corrélérer les résultats de ces essais écotoxicologiques aux sédiments d'étude, une Analyse en Composantes Principales (ACP) est réalisée pour les résultats de l'essai d'inhibition de la germination d'une part et pour ceux des essais d'inhibition de la croissance d'autre part. Les données utilisées sont les pH et la conductivité (sédiment et éluats), les résultats de l'essai de germination et de la croissance du blé tendre et du radis noir (selon l'ACP), les analyses en HAP et PCB totaux dans les sédiments ainsi que les analyses d'ETMM (sédiments et éluats). Les deux axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 70,1% pour la germination et 69,6% pour la croissance.

La représentation des variables choisies pour l'ACP à partir des résultats de l'inhibition de la germination et de l'inhibition de la croissance du blé tendre et du radis noir par rapports aux axes sont présentées en Figure 49.

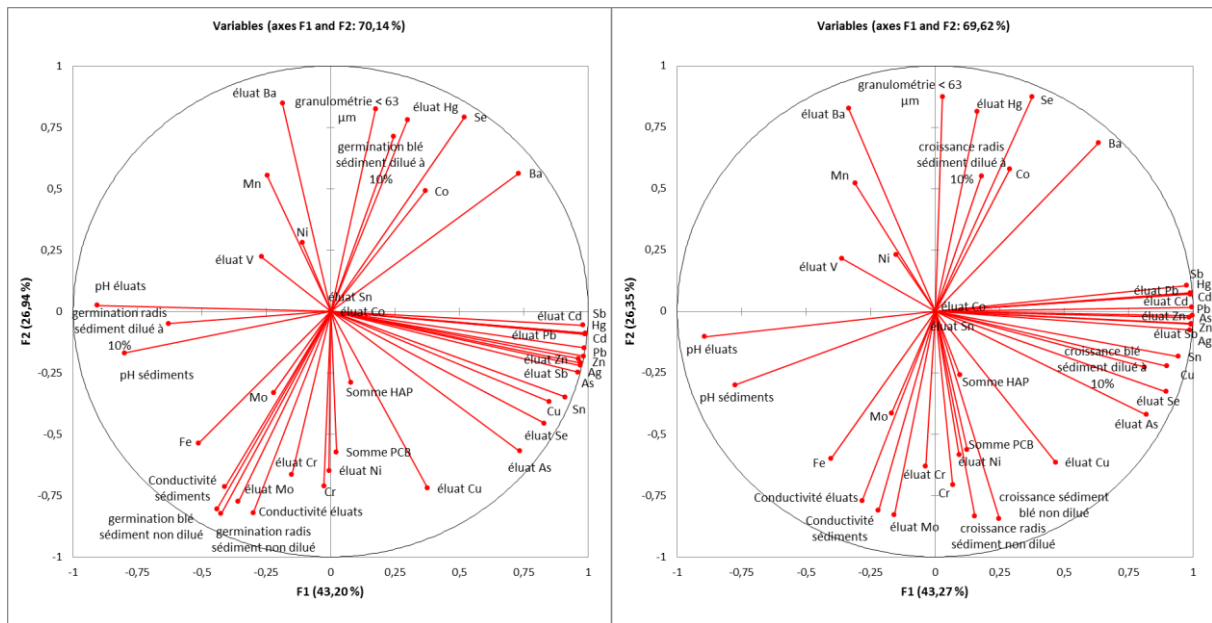


Figure 49. Représentation des variables de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques et les résultats des essais d'inhibition de la germination (à gauche) et de la croissance (à droite) du blé tendre et du radis noir pour les sédiments de l'étude

Pour l'inhibition de la germination, l'axe F1 représente le pH (sédiments et éluats) et le résultat de l'essai de germination du radis noir pour le sédiment dilué à 10% pour sa partie négative alors que pour sa partie positive sont représentés les teneurs en ETMM dans les sédiments (Ag, As, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn, Zn) et dans les éluats (As, Cd, Pb, Sb, Se, Zn). L'axe F2 représente pour sa partie négative la conductivité (sédiment et éluats), les résultats de l'essai de germination du blé tendre et du radis noir sur des sédiments non dilués, les contenus des éluats en ETMM (Cr, Cu, Mo, Ni) et les contenus en PCB et HAP totaux dans les sédiments. Pour sa partie positive, l'axe F2 représente la fraction granulométrique inférieure à 63 μm , le résultat de l'essai de germination du blé tendre pour les sédiments dilués à 10% et les contenus des éluats en ETMM (Ba et Hg).

Pour l'inhibition de la croissance, l'axe F1 représente le pH (sédiments et éluats) pour sa partie négative et le résultats de la croissance du blé pour le sédiment dilué à 10%, alors que sa partie positive est représentée par les teneurs en ETMM des sédiments (Ag, As, Cd,

Cu, Hg, Pb, Sb, Sn, Zn) et dans les éluats (As, Cd, Pb, Sb, Se, Sn, Zn). L'axe F2 représente la conductivité (sédiment et éluat), les résultats de l'inhibition de la croissance du blé tendre et du radis noir pour les sédiments non dilués, les contaminants des sédiments (PCB, HAP, Cr, Mo) et les teneurs en ETMM dans les éluats (Cr, Cu, Mo, Ni).

La représentation des sédiments par rapport aux axes déterminés pour l'ACP réalisée à partir des paramètres physico-chimiques et des résultats des essais de germination et de croissance du blé tendre et du radis noir pour les sédiments étudiés est présenté en Figure 50.

Ces ACP montrent une forte corrélation entre les résultats obtenus, pour une même dilution, entre l'inhibition de la germination et de la croissance du blé tendre et l'inhibition de la germination et de la croissance du radis noir. L'utilisation de ces deux semences conjointement semble donc peu pertinente.

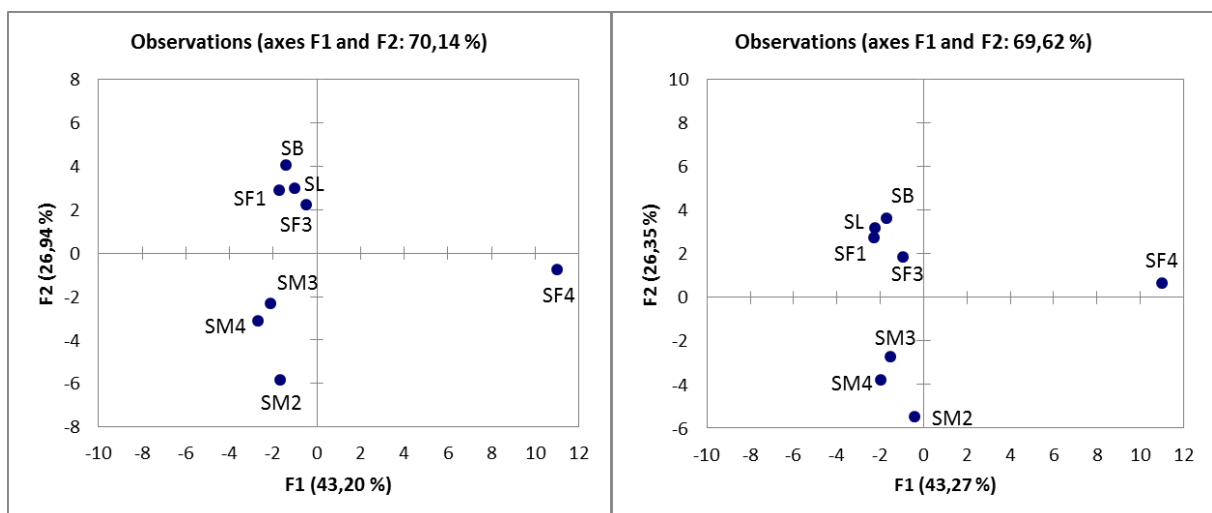


Figure 50. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir des paramètres physico-chimiques des sédiments étudiés et des résultats des essais de germination (à gauche) et de la croissance (à droite) du blé tendre et du radis noir

3.2.1.3. Conclusions sur l'utilisation des essais de la batterie HP14 pour discriminer les sédiments d'un point de vue écotoxique

Afin de synthétiser les différents effets toxiques observés en fonction des essais réalisés et des sédiments étudiés, une classe de toxicité est attribuée à chaque sédiment pour chaque essai. Cette classe est choisie en fonction des effets observés sur la base de la répartition des effets observés utilisées par Lors *et al* pour l'attribution de l'écoscore (Lors et

al., 2010, 2011). La classe est attribuée aux sédiments pour les essais pour lesquels il présente les inhibitions suivantes :

- Classe I, pas d'effet : inhibition \leq 5%
- Classe II, effet faible : 5% < inhibition \leq 20%
- Classe III, effet moyen : 20% < inhibition \leq 60%
- Classe IV, effet élevé : 60% < inhibition \leq 60%

Pour les essais réalisés sur éluats, ce récapitulatif est présenté dans le Tableau 32.

Tableau 32. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais réalisés sur éluats issus de la batterie HP14 pour l'ensemble des sédiments de l'étude

Essais d'écotoxicité	Dilution	Sédiments									
		SF1	SF2	SF3	SF4	SB	SL	SM1	SM2	SM3	SM4
Inhibition de la croissance de <i>Pseudokirchneriella subcapitata</i>	10%	I	I	I		I		I	I	I	I
	80%	I	III ou IV	II		I		III ou IV	I	II	I
Inhibition de la luminescence <i>Aliivibrio fischeri</i>	10%	I	I	I		I		I	I	I	I
	75%	I	I	I		I		I	I	I	I
inhibition de la mobilité de <i>Daphnia magna</i>	10%	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
	62%	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
	90%	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
Inhibition de la reproduction de <i>Brachionus calyciflorus</i>	1%	II	I	I	II	II	II	I	II	I	I
	100%	I	III ou IV	III	IV	II	III	III ou IV	I	II	III

Les essais d'inhibition de la luminescence d'*Aliivibrio fischeri* et l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* ne permettent pas de mettre en évidence des effets écotoxiques supérieurs à la classe I pour les sédiments étudiés. L'essai d'inhibition de la croissance de *Pseudokirchneriella subcapitata* semble moins sensible que l'essai d'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* puisque les classes d'écotoxicité observées sont plus élevées pour l'essai réalisé sur *Brachionus calyciflorus*.

Dans l'optique de mettre en évidence la toxicité intrinsèque des sédiments de l'étude, il semble que l'essai d'inhibition de la reproduction de *Brachionus calyciflorus* puisse être intégré à cette batterie.

De la même façon, pour les essais issus de la batterie HP14 réalisés sur les éluats, le Tableau 33 synthétise les résultats observés pour les essais issus de la batterie HP14 réalisés sur les substrats. Pour le sédiment SF1, seul l'essai d'inhibition de la germination réalisé sur le blé tendre permet d'observer des effets légèrement écotoxiques (Classe II identifiée).

Tableau 33. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais réalisés sur éluats issus de la batterie HP14 pour l'ensemble des sédiments de l'étude

Essais d'écotoxicité	Dilution	Sédiments									
		SF1	SF2	SF3	SF4	SB	SL	SM1	SM2	SM3	SM4
Mortalité d' <i>Eisenia fetida</i>	10%	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
	100%	I	-	I	IV	I	I	-	IV	IV	IV
Inhibition de la germination blé tendre en pot	10%	II	-	II	II	II	I	-	I	I	I
	100%	II	-	II	II	III	I	-	IV	IV	IV
Inhibition de la germination radis noir en pot	10%	I	-	II	I	II	I	-	II	I	II
	100%	I	-	I	I	III	I	-	IV	IV	IV
Inhibition de la croissance du blé tendre en pot	10%	I	-	I	III	II	I	-	II	I	I
	100%	I	-	I	IV	III	I	-	-	-	-
Inhibition de la croissance du radis noir en pot	10%	I	-	I	I	I	I	-	I	I	I
	100%	I	-	I	III	III	I	-	-	-	-

Les effets écotoxiques observés pour le sédiment SF3 sont comparables, la seule exception observée étant pour l'essai d'inhibition de la germination du radis noir pour le substrat dilué à 10%. Le sédiment SF4 présente des effets écotoxiques pour l'ensemble des essais réalisés sur le substrat à l'exception de l'essai d'inhibition de la germination du radis noir. Pour le sédiment de barrage, SB, des effets écotoxiques sont observés sur l'ensemble des essais réalisés sur substrats à l'exception de l'essai de mortalité des vers de terre.

Le Tableau 33 met en évidence qu'aucun des essais issus de la batterie HP14 réalisé sur le sédiment ne permet de mettre en évidence d'effets écotoxiques pour le sédiment SL.

Pour les sédiments marins, SM, les effets écotoxiques observés sont maximaux pour le sédiment non dilué. Pour les sédiments dilués à 10%, des effets écotoxiques sont plus

modérés pour les essais d'inhibition de la germination du radis noir et pour les essais d'inhibition de la croissance du blé tendre.

Dans l'optique de mettre en évidence la toxicité intrinsèque des sédiments de l'étude, il semble que les essais de mortalité des vers de terre ne présentent pas une sensibilité suffisante contrairement aux essais réalisés sur végétaux.

Afin d'appuyer ces conclusions, une ACP a été réalisée entre les différents résultats de ces essais (à l'exception de l'essai d'inhibition de la mobilité de la daphnie *Daphnia magna* et de l'essai de mortalité des vers de terre dilué à 10% qui ne permettent d'observer aucun effet écotoxique pour les sédiments étudiés). Les trois axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 77,7%.

La représentation des variables choisies pour l'ACP par rapports aux axes est présentée en Figure 51.

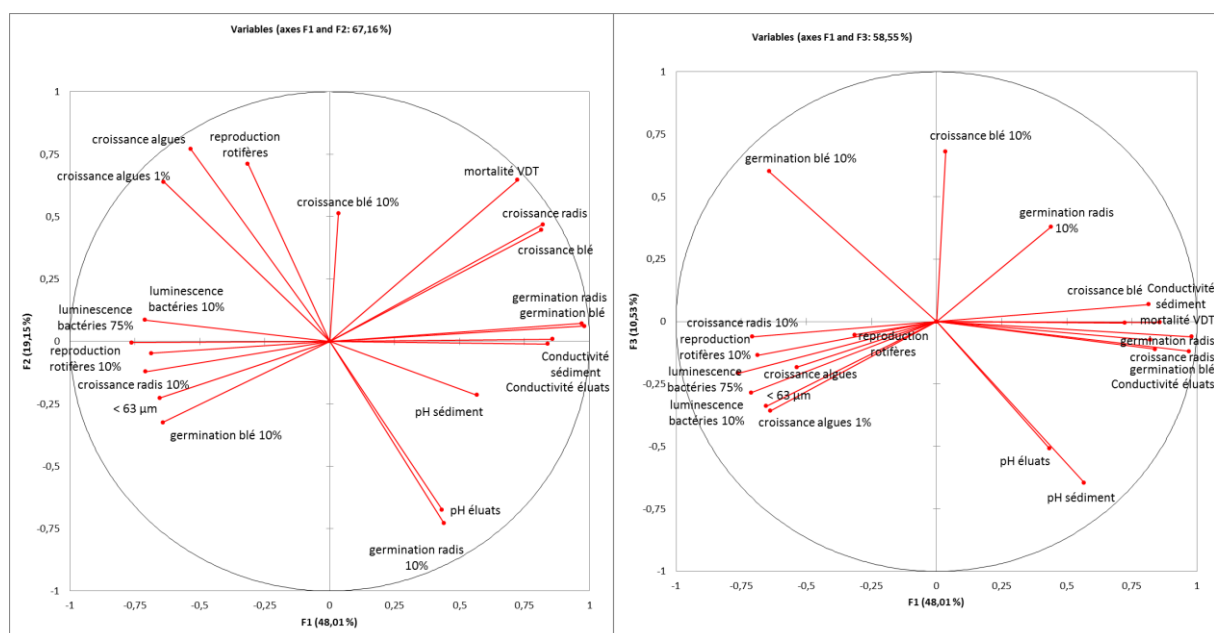


Figure 51. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais issus de la batterie HP14 réalisés pour cette étude (hors l'essai d'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna*) pour les sédiments étudiés

L'axe F1 représente pour sa partie négative les résultats de l'essai d'inhibition de la luminescence des bactéries *Aliivibrio fischeri* (à 75 et 10%), de l'essai d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus* (10%), de l'essai d'inhibition de la

germination du blé tendre (10%), de l'essai d'inhibition de la croissance du radis noir (10%) et de la fraction granulométrique inférieure à 63 µm. La partie positive de l'axe F1 représente les résultats de l'essai de mortalité des vers de terre (sédiment non dilué), de l'essai d'inhibition de la croissance et de la germination du blé tendre et du radis noir (sédiment non dilué) et la conductivité (sédiments et éluats). L'axe 2 représente le pH des éluats et les résultats de l'essai de germination du radis noir (10%) pour sa partie négative et de l'essai d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus* pour sa partie positive. L'axe 3 ne représente pas de variables particulières sur sa partie négative alors que sa partie positive est représentée par les résultats de l'essai d'inhibition de la croissance du blé tendre (10%).

Les sédiments sont représentés par rapport aux axes déterminés par l'ACP réalisée à partir des résultats des essais issus de la batterie du HP14 en Figure 52.

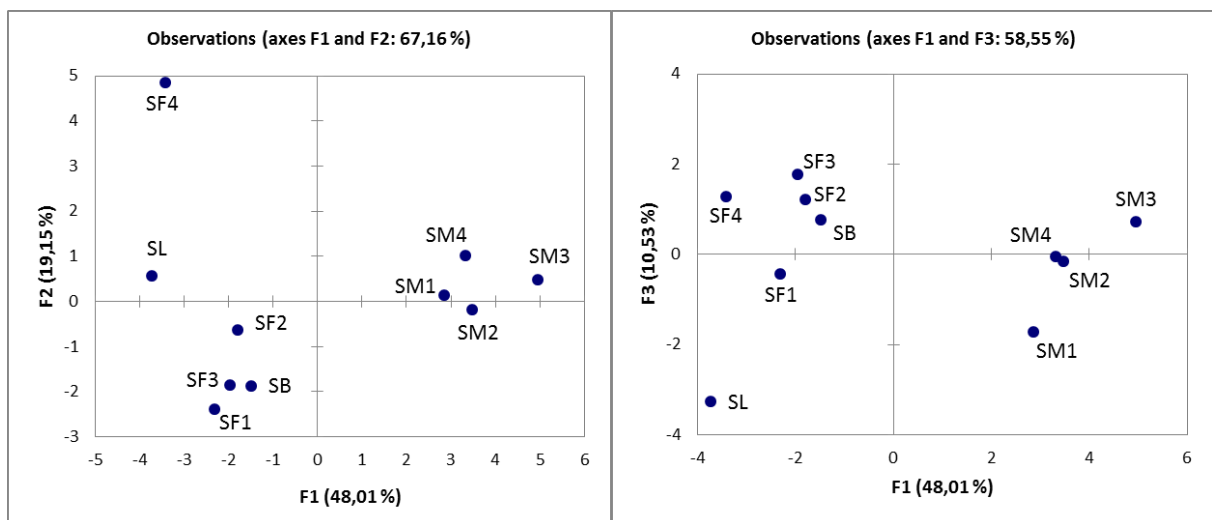


Figure 52. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP à partir des résultats des essais issus de la batterie HP14 réalisés

Cette représentation met en évidence des similitudes entre plusieurs sédiments en fonction des résultats obtenus aux essais écotoxicologiques issus de la batterie HP14 réalisés. Le sédiment SF4 est représenté à l'écart des autres sédiments en cohérence avec sa contamination qui le différencie également des autres sédiments de l'étude. Le sédiment SF2 est également distinct des autres sédiments du fait de sa contamination chimique. (Figure 44) Il est pourtant représenté avec les autres sédiments fluviaux.

Parmi les essais issus des batteries HP14 testées, les essais d'inhibition de la croissance des rotifères *Brachionus calyciflorus* pour les éluats et de croissance des végétaux (blé tendre et radis noir) sont retenus du fait de leur capacité à discriminer les sédiments en fonction de leur écotoxicité. L'essai de mortalité des vers de terre *Eisenia fetida* pourrait être pertinent mais pose problème pour les sédiments marins puisqu'il n'est sensible que lorsqu'il est testé non dilué. Par ailleurs, la seule mortalité importante mesurée pour cet essai (hors sédiments marins) est celle obtenue pour le sédiment SF4, qui présente une contamination au cadmium environ 100 fois supérieure aux autres sédiments. Il semblerait que les vers de terre soient particulièrement sensibles à ce métal lorsqu'il est présent à forte concentration. Cet essai permet donc de mettre en évidence des contaminations élevées mais ne permet pas de distinguer des sédiments présentant des contaminations plus réduites.

3.2.2. Résultats des essais complémentaires réalisés sur sédiment

3.2.2.1. Résultats des essais sur végétaux

(a) Introduction d'espèces végétales supplémentaires

Les résultats des essais d'inhibition de la germination du tournesol et de la luzerne en pots sont présentés dans le Tableau 34.

Tableau 34. Résultats de l'inhibition de la germination du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO

Sédiments	Sédiments pour essai		% d'inhibition de la germination du tournesol		% d'inhibition de la germination de la luzerne	
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %
SF1	7,8	375,5	5,9	20	-5,9	20
SF2	6,9	2925				
SF3	7,2	827,7	-8,8	0	20	7,5
SF4	6,9	91,7	19,4	-2,8	46,2	12,8
SB	7,5	487,8	-8,8	-14,7	2,5	0
SL	7,8	606,4	-2,8	-8,3	43,6	7,7
SM1	8,0	4229,1				
SM2	7,6	3399,5	100	-2,9	100	12,5
SM3	7,8	4571,8	100	2,9	100	2,5
SM4	8,1	2182,2	100	2,9	100	5

Les germinations du tournesol et de la luzerne semblent être plus sensibles au sédiment SF1 lorsqu'il est dilué à 10% que sur la matrice brute (20% d'inhibition pour le sédiment dilué pour le tournesol et la luzerne et 5,9 pour le sédiment non dilué pour le tournesol et -5,9 pour la luzerne). Cette différence peut s'expliquer par la présence conjointe de nutriments en quantité supérieure à ceux présents dans les témoins et de contaminants.

Pour le sédiment SF3, une inhibition modérée de la germination est observée pour la luzerne (20% sur le sédiment non dilué et 7,5% sur le sédiment dilué) mais pas pour le tournesol.

Pour le sédiment SF4, une écotoxicité modérée est observée pour le tournesol (19,4%) alors qu'elle est plus élevée pour la luzerne (46,2%) quand le sédiment est non dilué. Pour le sédiment dilué, des effets écotoxiques faibles sont observés uniquement pour la luzerne (12,8%).

Pour les sédiments marins, l'inhibition de la germination du tournesol et de la luzerne est totale pour les essais réalisés sur les sédiments non dilués. Ces effets écotoxiques sont probablement dues à la concentration en sel (NaCl) mais sans certitude puisque l'on observe des effets similaires sur la luzerne, qui a pourtant été sélectionnée pour sa tolérance relative aux chlorures de sodium. Pour les sédiments marins dilués à 10%, aucun effet écotoxique n'est observé sur la germination du tournesol (entre -3 et 3% effets) mais une écotoxicité faible est observée sur la luzerne (12,5% pour SM2).

Les résultats de l'inhibition de la croissance des parties supérieures des végétaux sont reportés dans le Tableau 35 pour les essais avec le tournesol et la luzerne en pots.

Pour les sédiments fluviaux SF1 et SF3, présentent des effets semblables sur le tournesol et la luzerne, à l'exception du tournesol pour le sédiment dilué où 9,4% des effets écotoxiques sont observés pour SF3 contre -0,9% pour SF1. Globalement, pour ces sédiments, une écotoxicité modérée (de l'ordre de 25%) a été mise en évidence par l'essai réalisé sur la luzerne. Pour ces sédiments, la luzerne semble plus sensible que le tournesol.

Pour le sédiment SF4, une écotoxicité est détectée par le tournesol comme par la luzerne. Néanmoins, les effets observés sur la luzerne sont plus élevés autant pour le sédiment dilué (38,1% contre 7,7%) que non dilué (75,8% contre 24,5%).

Pour les sédiments SB et SL, les effets écotoxiques observés sur la croissance du tournesol et de la luzerne sont semblables (environ 60% d'effets observés sur la luzerne

pour le sédiment non dilué et 30% pour le sédiment dilué ; pour le tournesol environ 9% d'effets observés sur le sédiment dilué), à l'exception de l'essai sur les sédiments non dilués sur le tournesol (12,4% d'effet sur SB contre -48,4% sur SL).

Tableau 35. Résultats de l'inhibition de la croissance du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO

Sédiments	Sédiments pour essai		% d'inhibition de la croissance du tournesol		% d'inhibition de la croissance de la luzerne	
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %
SF1	7,8	375,5	-35,6	-0,9	26,2	10,9
SF2	6,9	2925				
SF3	7,2	827,7	-19,2	9,4	25,2	13
SF4	6,9	91,7	24,5	7,7	75,8	38,1
SB	7,5	487,8	12,4	9	56,1	33,2
SL	7,8	606,4	-48,4	8,4	67,3	23,9
SM1	8,0	4229,1				
SM2	7,6	3399,5	-	-36	-	27,7
SM3	7,8	4571,8	-	-41,8	-	28,9
SM4	8,1	2182,2	-	-48,7	-	0,9

Pour le sédiment SL, des effets écotoxiques sont observés avec le sédiment dilué à 10% alors qu'une stimulation de la croissance du tournesol est observée pour le sédiment non dilué. Il est possible que la matrice de dilution puisse apporter des éléments pouvant perturber la croissance de cette plante.

Pour les sédiments marins non dilués, l'inhibition de la germination étant maximale, l'inhibition de la croissance du tournesol et la luzerne ne peuvent pas être étudiés. Pour les sédiments marins dilués à 10%, aucun effet écotoxique n'est observé pour le tournesol, mais une écotoxicité est observée sur la luzerne (27,7% pour SM2 et 28,9% pour SM3), en cohérence avec les résultats de germination.

Pour les essais d'inhibition de la germination, les sédiments, pour lesquels les pourcentages d'effets observés sont les plus élevés avec la luzerne sont SF3 (20% pour le sédiment non dilué), SF4 (46,2% pour le sédiment non dilué, 19,4% dans les mêmes conditions pour le tournesol), et SL (43,6% pour le sédiment non dilué). Pour le sédiment SB,

les pourcentages d'inhibition de la germination les plus élevés sont observés pour le blé tendre et le radis noir (39,5% et 27,5% respectivement pour le sédiment non dilué). Pour les sédiments marins, les résultats sont semblables quelles que soient les plantes utilisées, l'inhibition de la germination étant maximale pour les sédiments non dilués. Pour les sédiments dilués, les effets observés varient de -2,9 % (pour SM2 avec le tournesol) à 12,5 % (pour SM2 avec la luzerne).

Pour les essais d'inhibition de la croissance, les sédiments, pour lesquels les pourcentages d'effet observés sont les plus élevés avec la luzerne, sont SF3 (25,2% pour le sédiment non dilué), SL (67,3% pour le sédiment non dilué) et les sédiments SM2 et SM3 dilués (environ 28% d'effet observés). Pour les sédiments SF4 et SB, des effets sont observés pour l'ensemble des espèces végétales utilisées mais les espèces les plus sensibles sont différentes (luzerne et blé pour SF4 et radis et luzerne pour SB).

Les sédiments SB et SF4 étant très différents d'un point de vue physico-chimique (Figure 44), il est possible de choisir les espèces végétales en fonction de ces paramètres.

Afin de corrélérer les résultats obtenus entre les essais de germination et de croissance du tournesol et de la luzerne et les contaminations des sédiments, des ACP sont réalisées et représentées en Figure 53.

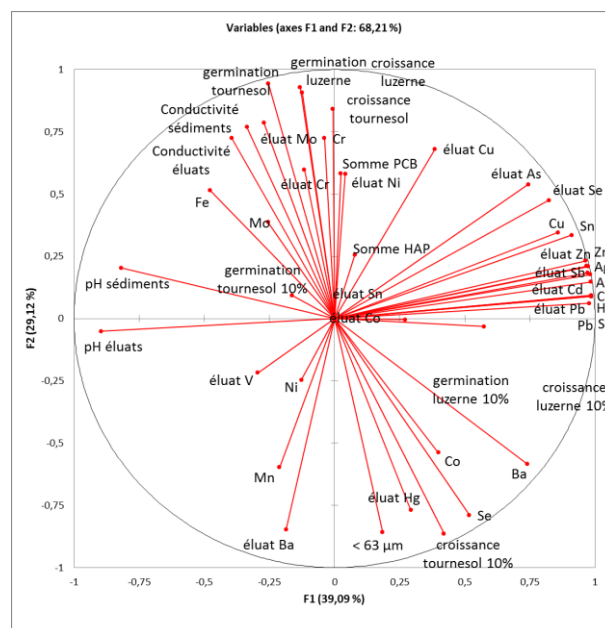


Figure 53. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la germination et d'inhibition de la croissance du tournesol et de la luzerne pour les sédiments de l'étude

Les données utilisées sont le pH et la conductivité (sédiment et éluats), les résultats des essais de germination et de la croissance du tournesol et de la luzerne, les analyses en HAP et PCB totaux des sédiments ainsi que les analyses d'ETMM (sédiment et éluats). Les deux axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 68,2%.

L'axe F1 représente le pH (sédiment et éluat) pour sa partie négative, et pour sa partie positive la contamination en ETMM dans les sédiments (Ag, As, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Sn et Zn) et dans les éluats (Cd, Pb, Sb et Zn) et les résultats de germination et de la croissance de la luzerne pour le sédiment dilué. L'axe F2 représente la fraction granulométrique inférieure à 63 µm et la contamination des éluats en ETMM (Ba et Hg) pour sa partie négative et les résultats de germination et de croissance du tournesol et de la luzerne pour le sédiment non dilué, la conductivité (sédiment et éluat) la contamination des sédiments en ETMM (Cr) et dans les éluats (Cr, Cu, Mo et Ni) et la contamination des sédiments en PCB pour sa partie positive.

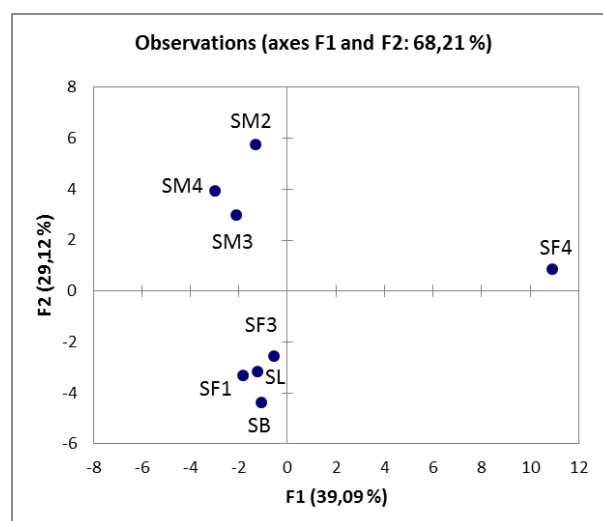


Figure 54. Représentation des sédiments en fonction des axes de l'ACP des résultats des essais d'inhibition de la germination et d'inhibition de la croissance du tournesol et de la luzerne

La représentation des sédiments par rapport aux axes déterminés pour l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la germination et de la croissance du tournesol et de la luzerne pour les sédiments est présenté en Figure 54. Cette représentation est proche de celle obtenue pour le blé et le radis (Figure 54). Les sédiments marins sont donc représentés à proximité les uns des autres et de même pour les sédiments fluviaux et le sédiment lacustre et le sédiment de barrage à l'exception du sédiment SF4 qui est à l'écart.

(b) Résultats des essais de germination et de croissance sur microplaques

Les résultats des essais d'inhibition de la germination et de la croissance du blé tendre, du radis noir, du tournesol et de la luzerne en microplaques sont présentés respectivement dans le Tableau 36 et dans le Tableau 37.

Tableau 36. Résultats de l'inhibition en microplaque de la germination du blé tendre, du radis noir, du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO

Sédiments	% d'inhibition de la germination du blé tendre		% d'inhibition de la germination du radis noir		% d'inhibition de la germination du tournesol		% d'inhibition de la germination de la luzerne	
	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %
SF1	3,3	3,3	0	0	12,5	4,2	3,3	0
SF2	3,3	0	0	0				
SF3	0	3,3	0	0	4,2	4,2	0	0
SF4								
SB	3,3	0	3,3	0	4,2	12,5	0	0
SL	-2,6	5,1	-2,6	0	-2,9	-14,3	-2,6	-2,6
SM1	70	3,3	67	0				
SM2	0	6,7	100	0	100	4,2	100	0
SM3	100	3,3	100	3,3	100	4,2	100	3,3
SM4	10	3,3	50	0	37,5	4,2	60	-1,4

À la différence des essais en pots, les sédiments fluviaux SF1 et SF3 ne permettent pas d'observer d'écotoxicité que ce soit pour le sédiment brut ou dilué à 10%. Pour le sédiment SB, l'écotoxicité que l'on suppose due à la répartition granulométrique n'est pas observée, ce qui est cohérent puisqu'en microplaque, les graines ne sont pas en contact directe avec le substrat. Pour le sédiment SL, aucune écotoxicité n'a pu être observée sur microplaque, même en ce qui concerne la luzerne quand bien même des effets écotoxiques non négligeables étaient observés en pots.

Pour les sédiments marins, les essais en microplaques, à la différence des essais en pots permettent la germination du sédiment non dilué pour le blé pour SM2 et pour l'ensemble des végétaux pour SM4 (qui a la conductivité la plus faible des sédiments marins testés).

Tableau 37. Résultats de l'inhibition en microplaque de la croissance du blé tendre, du radis noir, du tournesol et de la luzerne dans les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué au seuil (10%) avec du sol ISO

Sédiments	% d'inhibition de la croissance du blé tendre		% d'inhibition de la croissance radis noir		% d'inhibition de la croissance du tournesol		% d'inhibition de la croissance de la luzerne	
	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %	Sédiment non dilué	Sédiment dilué à 10 %
	SF1	14	-6	13,6	-7,1	-18,6	-23,5	8,6
SF2	33	0	16	0,3				
SF3	6,2	-26,4	1,7	-5,1	-46,5	4,5	-14,6	-17,8
SF4								
SB	-2,7	-22,4	-1,9	-18,6	-37,2	-24,3	-3	12,2
SL	-5,2	-21,6	-42,2	-40,8	-59,2	-58,2	-12,7	-6,9
SM1	98	18,4	98	4,5				
SM2	90,3	6,3	-	11,4	-	8,2	-	-4,1
SM3	-	30,3	-	23	-	-6,7	-	-13,6
SM4	82,8	-13,6	95	-20,6	88,1	4,4	70,9	-1,4

Afin de comparer entre eux les différents essais réalisés en microplaque, une ACP est réalisée sur ces résultats. Les deux axes sélectionnés permettent d'atteindre une variabilité cumulée de 75,8%. Cette ACP est représentée en Figure 55.

L'ensemble des essais sur végétaux est représenté sur la partie positive de l'axe F1 à l'exception de l'essai de croissance de la luzerne sur le substrat dilué. Les essais représentés sur la partie négative de l'axe F2 ont tous été réalisés sur le substrat dilué. La représentation des essais réalisés sur les sédiments non dilués met en évidence une corrélation entre les effets écotoxiques observés sur l'ensemble des espaces végétales utilisées.

Au terme de ces essais sur microplaques, il a été confirmé certains avantages et inconvénients de ce dispositif par rapport aux essais en pots. Tout d'abord, il est à mettre au crédit de ce dispositif qu'il est plus rapide et plus facile à réaliser que les essais en pots puisque l'essai se déroule sur 3 jours uniquement, qu'il ne nécessite pas de suivi quotidien, qu'il prend moins d'espace en laboratoire et qu'il est possible de différer l'analyse des résultats en utilisant des photographies des microplaques. Les résultats obtenus font intervenir 10 plants contre 6 au maximum pour les pots, ce qui permet de rendre le résultat

plus robuste. Cependant, ces essais semblent moins sensibles que les essais en pots au moins pour ce qui est des sédiments fluviaux, du sédiment de barrage et du sédiment lacustre. L'utilisation de microplaques n'est pas encore intégrée aux protocoles officiels d'évaluation de la toxicité.

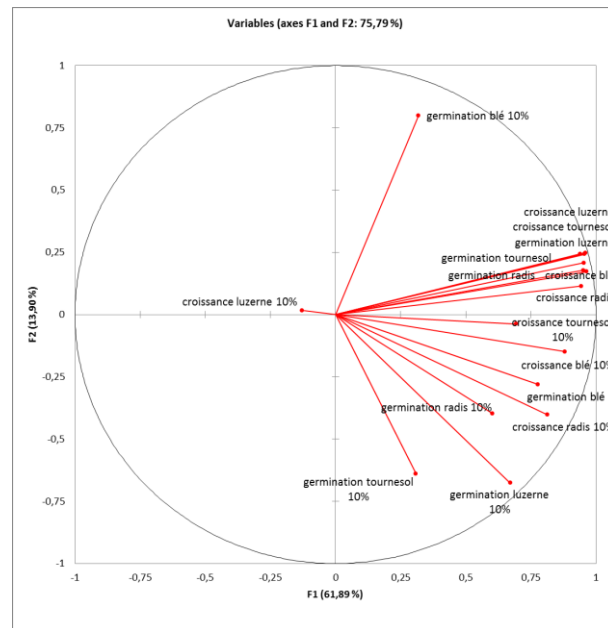


Figure 55. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la germination et d'inhibition de la croissance du blé tendre, du radis noir, du tournesol et de la luzerne en microplaque pour les sédiments de l'étude

3.2.2.2. Résultats des essais sur ostracodes

Les résultats des essais de mortalité et d'inhibition de la croissance des ostracodes *Heterocypris incongruens* sont présentés dans le Tableau 38. Les pH et la conductivité des sédiments sont indiqués pour information.

Il faut rappeler que pour une létalité de 30% et plus, les résultats obtenus pour l'inhibition de la croissance ne peuvent pas être validés. Le pourcentage d'inhibition de la croissance observé pour le sédiment SF1 ne peut donc pas être pris en compte, la létalité observée étant de 51,7%. De même, l'inhibition de la croissance pour le sédiment SF4 n'a pas pu être établie du fait de la mortalité de 100% des ostracodes pour ce sédiment. La toxicité particulièrement élevée du sédiment SF4 pour les ostracodes peut s'expliquer par son contenu en contaminants (y compris dans les éluats).

Tableau 38. Résultats de mortalité et de croissance des ostracodes pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué

Sédiments	Sédiments pour essai		% de létalité	% d'inhibition de la croissance
	pH	Conductivité $\mu\text{S/cm}$		
SF1	7,8	375,5	51,7	7,1
SF2	6,9	2925	0,0	9,8
SF3	7,2	827,7	11,7	40,1
SF4	6,9	91,7	100,0	-
SB	7,5	487,8	-3,3	40,6
SL	7,8	606,4	-5,0	-6,7
SM1	8,0	4229,1	16,7	42,0
SM2	7,6	3399,5	-6,7	21,2
SM3	7,8	4571,8	6,7	-13,8
SM4	8,1	2182,2	0,0	-25,0

Pour les sédiments SL, SM3 et SM4, cet essai ne met pas d'effets toxiques en évidence. Pour les autres sédiments, les effets toxiques sont variables de 9,8% (pour SF2) à 42% pour SM1.

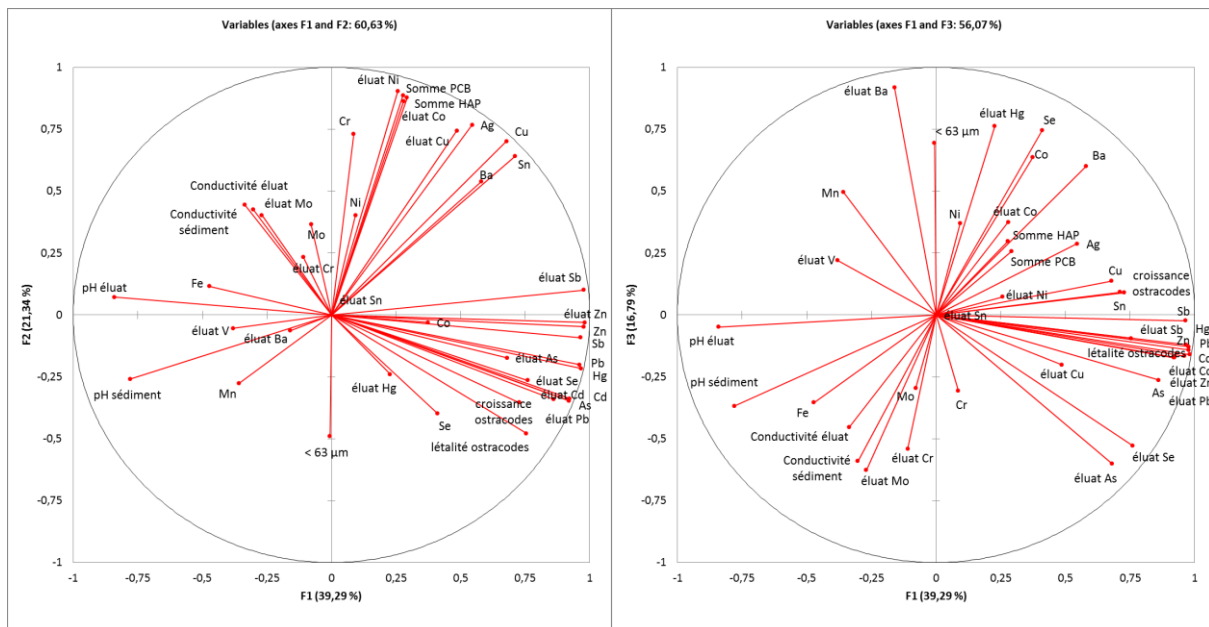


Figure 56. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la croissance des ostracodes *Heterocypris incongruens* pour les sédiments de l'étude

Ces résultats montrent une sensibilité importante de cet essai pour les sédiments testés, la gamme de résultats obtenus allant de la stimulation des organismes par la présence du sédiment à la létalité.

Afin de mettre en évidence des liens entre les effets toxiques observés et les contaminations des sédiments, une ACP est réalisée sur les résultats de cet essai avec les paramètres physico-chimiques des sédiments. Les trois axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 77,4%.

La représentation des variables de l'ACP par rapport aux axes F1, F2 et F3 est présenté sur la Figure 56.

L'axe F1 représente le pH (sédiment et éluat) pour sa partie négative et les contaminations en ETMM totaux (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Zn) et dans les éluats (As, Cd, Pb, Se, Zn) pour sa partie positive. L'axe F2 représente la fraction granulométrique inférieure à 63 µm pour sa partie négative et sa contamination en PCB et HAP totaux, sa teneur totale en Cr et en ETMM dans les éluats (Co et Ni). Cette représentation permet de mettre en évidence une corrélation entre les résultats de létalité et de croissance des ostracodes et les contenus totaux en ETMM (As et Se) et dans les éluats (Cd, Pb, Se). L'axe F3 représente les teneurs en Cr et Mo dans les éluats pour sa partie négative et la fraction granulométrique inférieure à 63 µm et le contenu en Ba et Hg dans les éluats pour sa partie positive. L'ajout de cet axe permet de mettre en évidence une corrélation entre la létalité et l'inhibition de la croissance des ostracodes et les ETMM dans les sédiments (As, Cd, Cu, Hg, Pb, Sb, Zn) et dans les éluats (Cd, Pb, Sb, Zn).

En comparaison avec l'essai chronique d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus*, cet essai permet de mettre clairement en évidence des effets toxiques des sédiments SF1, SF3, SB, SM1 et SM2 ; les ostracodes apparaissent clairement plus sensibles que les rotifères. Néanmoins, l'essai sur rotifère mettait en évidence une toxicité du sédiment SL pour l'essai sur sédiment non dilué, ce qui n'est pas le cas pour cet essai.

3.2.2.3. Résultats des essais sur vers de terre

(a) Essais d'inhibition de la reproduction

Les résultats des essais de perte de masse, de mortalité et d'inhibition de la reproduction des vers de terre *Eisenia fetida* sont présentés dans le Tableau 39. Pour les sédiments testés, la perte de masse n'est observée que pour les sédiments SF3 et SL lors de l'essai sur sédiment non dilué. Les sédiments dilués et non dilués n'entraînent pas de létalité. L'inhibition de la reproduction est comprise entre 10 et 40 % pour les sédiments non dilués et

est observé pour SF1 dilué à 10%. Pour SF3 et SL, la reproduction est stimulée en présence d'un substrat contenant 10% de sédiment.

L'inhibition de la reproduction est observée pour les sédiments testés non dilués avec un maximum de 99% pour le sédiment SM1 dilué à 25%. La conductivité obtenue après cette dilution est de 1318 $\mu\text{S}/\text{cm}$; ce qui permet de penser que les effets observés ne sont pas due à la teneur en sel (NaCl).

Tableau 39. Résultats de la perte de masse, de la mortalité et de l'inhibition de la reproduction des vers de terre pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué et le sédiment dilué à 10% avec du sol ISO

Sédiments	Sédiments pour essai			Sédiment non dilué		Sédiment dilué à 10% dans du sol ISO		
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	% d'inhibition de prise de biomasse	% de létalité	% d'inhibition de la reproduction	% d'inhibition de prise de biomasse	% de létalité	% d'inhibition de la reproduction
SF1	7,8	375,5	-53,8	0	25,2	-9,2	0	6,7
SF2	6,9	2925	-19,7	0	38			
SF3	7,2	827,7	21,9	0	13,6	-18,5	0	-12
SL	7,8	606,4	18,0	2,5	20,4	-18,4	0	-27,9
SM1*	7,6*	1318*	-29,2*	0 *	99*			

*Sédiment dilué à 25%

Afin de mettre en évidence des liens entre les effets toxiques observés et les contaminations des sédiments, une ACP est réalisée sur les résultats de cet essai avec les paramètres physico-chimiques des sédiments. Les deux axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 92,1%. La représentation des variables de l'ACP par rapport aux axes F1 et F2 est présenté sur la Figure 57.

Les résultats de cette ACP montrent une forte corrélation entre les résultats de l'essai de reproduction des vers de terre pour un substrat non dilué et les contaminations du sédiment en ETMM totaux (Ag, Ba, Cd, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Pb, Sb, Sn, Zn), en contaminants organiques (PCB et HAP), avec la conductivité et les contaminants analysés dans les éluats (Co, Cu, Mo, Ni, Sb, Zn).

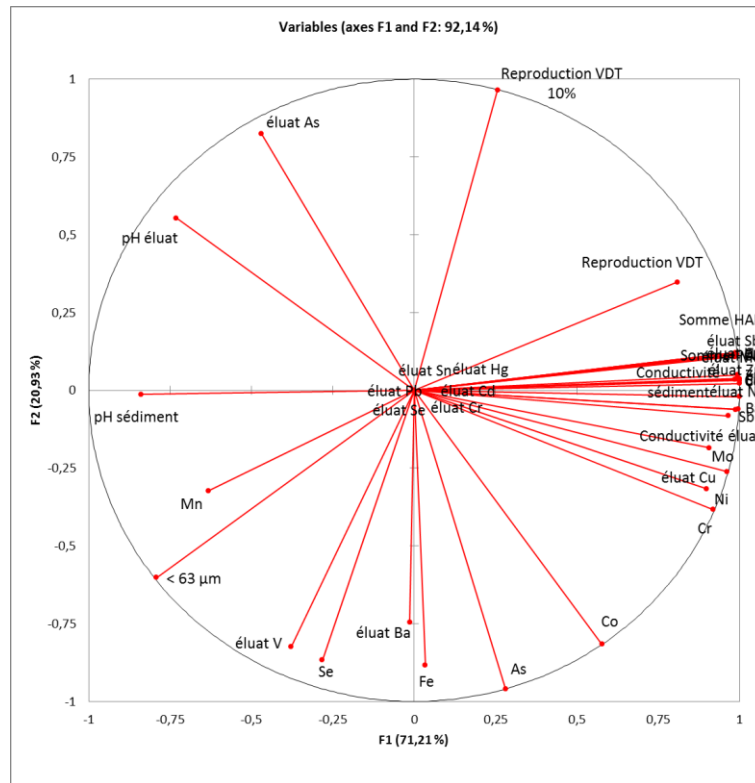


Figure 57. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la reproduction des vers de terre et des paramètres physico-chimiques pour les sédiments SF1, SF2, SF3 et SL

(b) Essais d'évitement

Les résultats des essais d'évitement des vers de terre *Eisenia fetida* sont présentés dans le Tableau 40. Ces résultats montrent une variabilité des résultats obtenus allant de l'attraction des vers à la répulsion totale.

Les résultats de ces essais sont très variables en fonction des sédiments. Pour les sédiments fluviaux SF1, SF2 et SF3, aucun évitement n'est observé. À l'inverse, un évitement de 47,5% est observé pour le sédiment SF4. Pour le sédiment de barrage, un évitement similaire est observé (45%) quand bien même ses caractéristiques sont très différentes du sédiment SF4. Le sédiment lacustre, SL, présente une légère toxicité (12,5%) et les sédiments marins une toxicité forte (97,5 à 100%) faisant intervenir l'effet du sel étant donnée les conductivités mesurées pour ces substrats.

Tableau 40. Résultats de l'évitement des vers de terres pour les sédiments fluviaux (SF), un sédiment de barrage (SB), un sédiment lacustre (SL) et des sédiments marins (SM) avec le sédiment non dilué

Sédiments	Sédiments pour essai		% d'évitement Sédiment non dilué
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	
SF1	7,8	375,5	-62,5
SF2	6,9	2925	0
SF3	7,2	827,7	-45
SF4	6,9	91,7	47,2
SB	7,5	487,8	45
SL	7,8	606,4	12,5
SM1	8,0	4229,1	97,5
SM2	7,6	3399,5	100
SM3	7,8	4571,8	100
SM4	8,1	2182,2	100

Les résultats obtenus pour les sédiments marins étant biaisés par la présence de sel (NaCl), une ACP est réalisée sur les autres sédiments. Les deux axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 82,6%. La représentation des variables de l'ACP par rapport aux axes F1 et F2 est présenté sur la Figure 58.

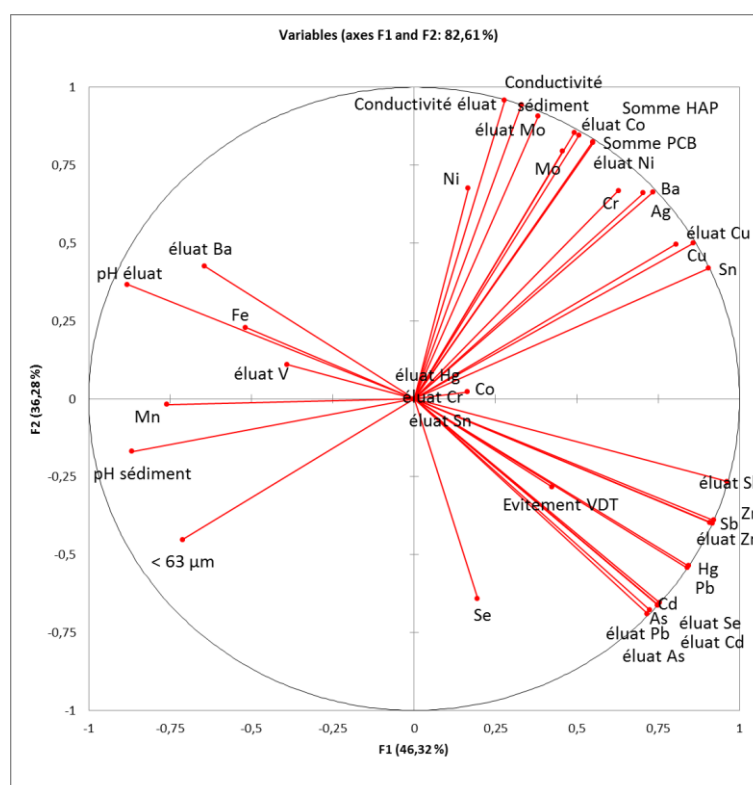


Figure 58. Représentation des variables de l'ACP à partir des résultats des essais d'inhibition de la reproduction des vers de terre pour les sédiments SF1, SF2, SF3, SF4, SB et SL

Cette ACP permet de mettre en évidence une corrélation entre les résultats des essais d'évitement des vers de terre et les contaminations des sédiments en ETMM totaux (As, Cd, Hg, Pb, Sb, Zn) et dans les éluats (As, Cd, Pb, Sb, Se, Zn).

Il est possible que la répulsion des vers pour les sédiments marins soit due à leur teneur élevée en sel en dépit de la phase initiale de centrifugation ; leur conductivité restant les plus élevées parmi les sédiments testés.

Pour expliquer l'attractivité des sédiments SF1 et SF3 pour les vers de terre, il est possible que leur composition en nutriments les rendent plus attractifs que le sol ISO.

Afin de mettre à l'essai ces hypothèses, le sédiment SM1 a été testé face à un sol ISO dopé en sels marins, de façon à obtenir une conductivité comparable. L'essai a également été réalisé avec le sédiment SM1 dilué par du sol ISO à 50% face à un sol ISO classique et face à un sol ISO dopé en sel.

Les résultats de ces essais complémentaires sont présentés dans le Tableau 41. D'après ces résultats, on déduit que doper le sol ISO en sel uniquement n'est pas une réponse satisfaisante. En effet, les vers ont alors un taux important de mortalité.

Tableau 41. Résultats de l'évitement des vers de terres pour le sédiment marin avec différentes conditions pour tester l'importance du sel pour l'évitement de ce sédiment

Sédiments	Sédiments pour essai		Sol ISO		% d'évitement
	pH	Conductivité μS/cm	pH	Conductivité μS/cm	
SM1	7,9	4229,5	7,1	4151,3	Létalité de 92,5% et survivants dans SM1
SM1 dilué à 50%	7,4	2090,3	7,1	225,6	90
SM1 dilué à 50%	7,4	2090,3	7,1	2056,5	42,5

Toutefois, cet essai permet de mettre en évidence, étant donnée la localisation des vers de terre survivants, que l'effet du sel est potentiellement responsable de la répulsion des vers de terre. Le second essai, avec une dilution par 2 du sédiment SM1 face à du sol ISO classique, montre que l'évitement de ce sédiment est élevée (90%) mais n'est plus totale comme ça l'est pour le sédiment non dilué. Des essais complémentaires avec uniquement du sol ISO et du sol ISO dopé en sel permettrait d'obtenir la limite de conductivité à partir de laquelle le sel a une influence non négligeable sur l'évitement des vers.

Le dernier essai complémentaire permet de comparer le sédiment dilué avec le sol ISO dopé en sel. Ce résultat montre un évitement deux fois moins important qu'avec un sol ISO classique tout en mettant en évidence un évitement non négligeable du sédiment (42,5%). Il serait intéressant de répéter l'essai dans ces conditions pour les autres sédiments marins.

Afin de tester l'impact des nutriments présents, l'essai a été reproduit pour SF2 et SF3 face à un autre sédiment ayant eu un évitement relativement neutre, SL. L'essai a aussi été reproduit avec un apport de fumier de 5 g répartis de façon homogène par réplique. Les résultats de ces essais sont présentés dans le Tableau 42.

Le choix d'un sédiment de référence (sédiment SL) plutôt que d'un dopage du sol ISO en nutriments a été fait de façon à comparer des matrices proches entre elles et ainsi supprimer l'effet due à la différence de texture. Cependant, les effets observés montrent une préférence pour les sédiments testés plutôt que pour le sédiment de référence. Le sédiment de référence (SL) avait été choisi sur la base des résultats des essais d'inhibition de la croissance des ostracodes puisque les autres essais d'évitement n'avaient pas été réalisés. Or, les essais d'évitement montrent une attirance plus forte pour les sédiments SF2 et SF3 que pour SL comparativement au sol ISO.

Tableau 42. Résultats de l'évitement des vers de terres pour les sédiments SF2 et SF3 en comparaison au sédiment SL avec différentes conditions pour tester l'importance de l'apport en nutriments pour l'évitement des sédiments

Sédiments	Sédiments testé		Sédiment "référence" SL		% d'évitement
	pH	Conductivité μS/cm	pH	Conductivité μS/cm	
SF2	6,9	2925	7,8	606,4	-57,5
SF2 conditions dopées	6,9	2925	7,8	606,4	-87,5
SF3	7,2	827,7	7,8	606,4	-65
SF3 conditions dopées	7,2	827,7	7,8	606,4	-95

3.2.2.4. Conclusions sur l'utilisation des essais complémentaires réalisés sur la matrice solide pour cette étude afin de discriminer les sédiments d'un point de vue écotoxique

Pour les essais complémentaires réalisés sur le substrat, un récapitulatif des effets toxiques observés est présenté dans le Tableau 43.

Tableau 43. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais complémentaires réalisés sur substrats pour l'ensemble des sédiments de l'étude

Essais d'écotoxicité	Dilution	Sédiments									
		SF1	SF2	SF3	SF4	SB	SL	SM1	SM2	SM3	SM4
Inhibition de la germination tournesol en pot	10%	II	-	I	I	I	I	-	I	I	I
	100%	II	-	I	II	I	I	-	IV	IV	IV
Inhibition de la germination luzerne en pot	10%	II	-	II	II	I	II	-	I	I	I
	100%	II	-	II	III	I	III	-	IV	IV	IV
Inhibition de la croissance du tournesol en pot	10%	I	-	II	II	II	II	-	I	I	I
	100%	I	-	I	III	II	I	-	-	-	-
Inhibition de la croissance de la luzerne en pot	10%	II	-	II	III	III	III	-	III	III	I
	100%	III	-	III	IV	IV	IV	-	-	-	-
Inhibition de la germination blé tendre en microplaque	10%	I	I	I		I	II	I	III	I	I
	100%	I	I	I		I	I	IV	I	IV	II
Inhibition de la germination radis noir en microplaque	10%	I	I	I		I	I	I	I	I	I
	100%	I	I	I		I	I	IV	IV	IV	III
Inhibition de la germination tournesol en microplaque	10%	I		I		II	I		I	I	I
	100%	II		I		I	I		IV	IV	III
Inhibition de la germination luzerne en microplaque	10%	I		I		I	I		I	I	I
	100%	I		I		I	I		IV	IV	III
Inhibition de la croissance du blé tendre en microplaque	10%	I	I	I		I	I	II	II	III	I
	100%	II	III	II		I	I	IV	IV	-	IV
Inhibition de la croissance du radis noir en microplaque	10%	I	I	I		I	I	I	II	II	I
	100%	II	II	I		I	I	IV	-	-	IV
Inhibition de la croissance du tournesol en microplaque	10%	I		I		I	I		II	I	I
	100%	I		I		I	I		-	-	IV
Inhibition de la croissance de la luzerne en microplaque	10%	I		I		II	I		I	I	I
	100%	II		I		I	I		-	-	IV
Mortalité des ostracodes	100%	III	I	II	IV	I	I	II	I	II	I
Inhibition de la croissance des ostracodes	100%	II	II	III	-	III	I	III	III	I	I
Inhibition de la reproduction des vers de terre	10%	II		I			I				
	100%	III	III	II			III	IV*			
Évitement des vers de terre	100%	I	I	I	III	III	II	IV	IV	IV	IV

*Sédiment dilué à 25%

Pour les essais réalisés en pots, les effets toxiques les plus élevés sont observés sur la luzerne pour l'ensemble des sédiments. Dans ce tableau, les effets toxiques observés en microplaque apparaissent nettement moins sensibles notamment pour le sédiment SB, ce qui appuie l'idée selon laquelle la toxicité de ce sédiment serait davantage un effet de la taille de ses particules que des contaminants qu'il contient. Une observation similaire peut être faite pour les sédiments présentant les mêmes caractéristiques (SL et dans une moindre mesure SF1). Pour les sédiments marins, le blé et le radis semblent plus sensibles en microplaque.

Pour les essais sur ostracodes, tous les sédiments réagissent à l'exception de SL et de SM4. Pour les essais sur vers de terre, l'essai d'inhibition de la reproduction permet d'observer une toxicité sur l'ensemble des sédiments testés. Pour l'essai d'évitement, les sédiments marins ne sont pas discriminés entre eux tandis que les sédiments fluviaux, le sédiment de barrage et le sédiment lacustre présentent des effets toxiques contrastés.

3.2.3. Résultats des essais complémentaires réalisés sur éluat

3.2.3.1. Essais d'inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia*

Le protocole de lixiviation pour ces essais complémentaires est la percolation en flux ascendant. Cependant, pour cet essai en particulier, les lixiviations ont été réalisées en batch (NF EN 12457-2) pour des raisons pratiques. En effet, il est nécessaire de renouveler le milieu fréquemment ; ce qui implique de disposer d'éluats de moins de 48h à chaque renouvellement, ce qui n'était pas possible pour les lixiviations en colonne de percolation pour une raison d'organisation des essais.

Les résultats des essais d'inhibition de la reproduction de *Ceriodaphnia dubia* en multigénérationnel sont présentés dans le Tableau 44.

Pour l'ensemble des sédiments testés, les effets toxiques observés sur les daphnies de deuxième génération sont plus élevés que ceux observés sur la première génération pour un même sédiment. Ce résultat semble indiquer une fragilité des néonates de seconde génération misent en contact avec les éluats issus de la lixiviation des sédiments. Cette information permet de remettre en perspectives les résultats obtenus pour la première génération. En effet, pour les sédiments SF2, SB et SM1 aucun effet toxique n'a pu être observé pour la première génération ni sur la mortalité ni sur la reproduction alors que des

effets toxiques non négligeables sont observés pour la seconde génération (83,3% de mortalité et 92,6% d'inhibition de la reproduction pour le sédiment SB).

Tableau 44. Résultats de la mortalité et de l'inhibition de la reproduction des daphnies *Ceriodaphnia dubia* pour deux générations successives pour les sédiments fluviaux (SF), le sédiment de barrage (SB), le sédiment lacustre (SL) et les sédiments marins (SM)

Sédiments	Génération 1		Génération 2		Somme	
	Mortalité %	inhibition de la reproduction %	Mortalité %	inhibition de la reproduction %	Mortalité %	inhibition de la reproduction %
SF1	20,0	40,6	100,0	100,0	9,1	73,8
SF2	-10,0	-82,8	16,7	25,9	4,5	-22,1
SF3	50,0	-26,6	100,0	100,0	77,3	44,1
SB	-10,0	-54,7	83,3	92,6	40,9	27,6
SL	70,0	78,1	100,0	100,0	31,8	90,3
SM1	-10,0	-54,7	25,0	56,8	9,1	7,6
SM2	-20,0	9,4	100,0	95,1	45,5	57,2
SM3	10,0	45,3	33,3	98,8	22,7	75,2
SM4	60,0	82,8	83,3	91,4	72,7	87,6

Afin de mettre en évidence des corrélations entre ces résultats et les analyses de contaminants des sédiments, une ACP est réalisée. Les données de mortalité et d'inhibition de la reproduction utilisées pour cette ACP sont celles obtenues en prenant en compte les résultats de la première et de la deuxième génération à parts égales. Les trois axes sélectionnés permettent d'obtenir une variabilité cumulée de 81,0%.

Les résultats de cette ACP sont représentés par la Figure 59. La plupart des variables sont corrélées entre elles (concernant les contaminants analysés dans les sédiments et les éluats). Cependant, les résultats ne semblent pas être corrélés à aucune autre variable de l'ACP. Cette observation permet de suggérer que les effets toxiques observés pour les sédiments sont soit dus à des contaminants présents dans les sédiments n'ayant pas fait l'objet d'analyses soit à dus un effet de synergie entre les contaminants présents, soit dus à la variation de la biodisponibilité des contaminants due à un changement de spéciation induit par les conditions d'essai. Cette observation permet de renforcer l'idée que des essais écotoxicologiques sont indispensables en ce qui concerne les sédiments.

/surface augmente ; ce qui laisse penser que les chlorures et les sulfates qu'ils contiennent sont évacués par lessivage.

Tableau 46. Évolution de la conductivité en $\mu\text{S/cm}$ lors de l'essai de percolation en $\mu\text{S/cm}$

Sédiments	Percolats				
	1	2	3	4	5
SF2	2057,6	2206,4	2177,7	2679,9	2027,1
SF3	2208,9	2505,5	2240,2	2255,5	1299,8
SF4	268,2	288,9	287,8	204,8	85,6
SL	3870,1	3826,2	2059,9	1482,3	901,8
SM1	24448	23897	15066	8195	3355,9

3.2.3.3. Résultats des essais sur rotifères

Les résultats des essais d'inhibition de la reproduction des rotifères *Brachionus calyciflorus* pour chaque percolat sont présentés dans le Tableau 47. Pour le sédiment SF2, les effets toxiques observés augmentent jusqu'au 3^{ème} percolat, puis disparaissent pour l'éluat brut tandis qu'ils disparaissent dès le 2^{ème} percolat pour l'éluat dilué à 10%. D'une manière similaire, pour SF3, les effets toxiques augmentent entre le premier et le second percolat, puis diminuent jusqu'au 5^{ème} percolat où ils disparaissent. On n'observe pas d'effets toxiques pour les percolats dilués à 10%. Pour SF4, la toxicité observée est très élevée dans l'ensemble des percolats et reste élevée pour les éluats dilués jusqu'au 3^{ème} percolat. Elle diminue ensuite pour disparaître au 5^{ème} percolat.

Tableau 47. Résultats de l'inhibition de la reproduction des rotifères durant les essais réalisés sur les percolats des sédiments testés

Sédiments	Percolats				
	1	2	3	4	5
SF2	15,4	19,3	44	-18,2	-33,3
SF2 éluat dilué à 10%	19,3	0	-7	-9,1	-15,2
SF3	13	44,5	28	27	-60
SF3 éluat dilué à 10%	-3	-3	10	-15	-15
SF4	88	96	76	95	85
SF4 éluat dilué à 10%	60	64	48	29,4	-23,5
SL	100	100	70,8	0	-4,2
SL éluat dilué à 10%	-12,5	8,3	-25	0	0
SM1	Létalité	Létalité	100	52	24
SM1 éluat dilué à 10%	25	37,5	-4,2	40	0

Pour le sédiment SL, l'inhibition de la reproduction observée est très élevée dans les 3 premiers percolats, puis elle disparaît au 4^{ème} percolat. Pour les éluats dilués, la toxicité est quasiment nulle pour l'ensemble des percolats. Pour le sédiment marin SM1, on observe une létalité des rotifères dans les 2 premiers percolats ; ce qui est cohérent avec la conductivité élevée mesurée. Pour les 3 percolats suivants, les rotifères survivent mais la reproduction reste impactée avec une décroissance progressive des effets toxiques observés.

L'utilisation de cet essai semble pertinente pour mettre en évidence la toxicité d'un sédiment à la condition qu'il ne s'agisse pas de sédiment marin.

3.2.3.4. Résultats des essais sur ostracodes

Les résultats des essais de mortalité et d'inhibition de la croissance des ostracodes *Heterocypris incongruens* pour chaque percolat sont présentés respectivement dans le Tableau 48 et dans le Tableau 49.

Tableau 48. Résultats de la mortalité des ostracodes pour les différents percolats des sédiments testés

Sédiments	Percolats				
	1	2	3	4	5
SF2	1,7	1,7	-1,7	-8,3	16,7
SF3	-3,3	-3,3	-1,7	15	-5
SF4	100	100	100	100	100
SL	15	18,3	10	-6,7	-5
SM1	21,7	51,7	-8,3	-1,7	1,7
SM1 éluat dilué à 50%	0	5	-3,3	-1,7	-1,7

Pour les sédiments SF2 et SF3, on observe peu de létalité des ostracodes dans les percolats. En revanche, on observe une inhibition de la croissance progressive à partir du second percolat pour le sédiment SF2. Pour le sédiment SF3, l'inhibition de la croissance observée dans le premier percolat disparaît dans les percolats suivants.

Pour le sédiment SF4, l'ensemble des percolats entraîne une létalité totale des ostracodes, l'inhibition de la croissance n'est donc pas évaluée.

Pour le sédiment SL, une létalité est observée pour les 3 premiers percolats puis disparaît. Les effets sur la croissance des ostracodes sont positifs (ou faibles pour le 4^{ème} percolat).

Pour le sédiment marin SM1, les percolats ont été testés sans dilution et dilué à 50% en prévision d'éventuels effets du sel. Pour les percolats non dilués, on observe une létalité pour les 2 premiers percolats uniquement. Pour les percolats dilués, la létalité est quasiment nulle. Les effets toxiques sur la croissance des ostracodes sont observés dans les 2 premiers percolats non dilués puis disparaissent. Pour les éluats dilués, seul des effets positifs sont observés sur la croissance des ostracodes.

Tableau 49. Résultats de l'inhibition de la croissance des ostracodes durant les essais réalisés sur les percolats des sédiments testés

Sédiments	Percolats				
	1	2	3	4	5
SF2	-0,9	17,7	3	13,8	37,4
SF3	15,6	-19,7	-27,4	-36	-4,2
SF4	-	-	-	-	-
SL	-19,7	-7,9	-26	9,1	-15,6
SM1	64	43,1	-26,5	-28,9	-26
SM1 éluat dilué à 50%	-18,4	-21,7	-43,6	-29,7	-7,9

3.2.3.5. Résultats des essais sur sédiment après extraction

Pour les essais complémentaires réalisés sur les éluats, un récapitulatif des effets toxiques observés est présenté dans le Tableau 50.

Tableau 50. Récapitulatif des effets toxiques observés sur les essais complémentaires réalisés sur éluats pour l'ensemble des sédiments de l'étude

Essais d'écotoxicité	Ratio L/S	Dilution	Sédiments									
			SF1	SF2	SF3	SF4	SB	SL	SM1	SM2	SM3	SM4
Mortalité de <i>Ceriodaphnia dubia</i>			II	I	IV		III	III	II	III	III	IV
Inhibition de la reproduction de <i>Ceriodaphnia dubia</i>	10	100%	IV	I	III		III	IV	II	III	IV	IV
Inhibition de la reproduction de <i>Brachionus calyciflorus</i>	0,1	10%	-	II	I	III	-	I	III	-	-	-
		100%	-	II	III	IV	-	IV	IV	-	-	-
	(0,2 cumulé)	10%	-	I	I	IV	-	II	III	-	-	-
		100%	-	II	III	IV	-	IV	IV	-	-	-
	0,3	10%	-	I	II	III	-	I	I	-	-	-
		(0,5 cumulé)	100%	-	III	III	IV	-	IV	IV	-	-
	0,5	10%	-	I	I	III	-	I	III	-	-	-
		(1 cumulé)	100%	-	I	III	IV	-	I	III	-	-
	1	10%	-	I	I	I	-	I	I	-	-	-
		(2 cumulé)	100%	-	I	I	IV	-	I	III	-	-
Mortalité de <i>Heterocypris incongruens</i>	0,1	100%	-	I	I	IV	-	II	III (I*)	-	-	-
	(0,2 cumulé)	100%	-	I	I	IV	-	II	III (I*)	-	-	-
		0,3	100%	-	I	I	IV	-	II	I (I*)	-	-
	(0,5 cumulé)	100%	-	I	II	IV	-	I	I (I*)	-	-	-
		1	100%	-	II	I	IV	-	I	I (I*)	-	-
	(2 cumulé)	100%	-	II	I	IV	-	I	I (I*)	-	-	-
Inhibition de la croissance de <i>Heterocypris incongruens</i>	0,1	100%	-	I	III	-	-	I	IV(I*)	-	-	-
	(0,2 cumulé)	100%	-	II	I	-	-	I	III(I*)	-	-	-
		0,3	100%	-	I	I	-	-	I	I(I*)	-	-
	(0,5 cumulé)	100%	-	II	I	-	-	II	I(I*)	-	-	-
		1	100%	-	III	I	-	-	I	I(I*)	-	-
	(2 cumulé)	100%	-	III	I	-	-	I	I(I*)	-	-	-

*éluats dilués à 50%

3.2.3.6. Résultats des essais sur sédiment après extraction

Les résultats des essais d'évitement des vers de terre *Eisenia fetida* pour les sédiments lessivés par les essais en colonne sont présentés dans le Tableau 51. Des essais de reproduction ont également été menés mais ne sont pas présentés en raison de la non validité des témoins.

Les essais n'ont pu être menés que sur les sédiments SF2, SL et SM1. Pour le sédiment SF2, le pH et la conductivité des percolats ont évolué au cours de la percolation, le pH a augmenté de 0,7 et la conductivité a été divisée par 3. Par rapport à l'essai réalisé sur le sédiment non lixivié, l'évitement est passé de nul (0%) à favorable au sédiment (-35%).

Pour le sédiment SL, le pH est resté identique et la conductivité a légèrement baissée (d'environ 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$). L'évitement du sédiment non lixivié était faible (12,5%), pour le sédiment ayant été lixivié, l'évitement observé est légèrement en faveur du sédiment (-5%).

Tableau 51. Résultats de l'évitement des vers de terres avec les sédiments SF2, SF3, SF4, SL et SM1 après passage en colonne de percolation

Sédiments	Sédiments pour essai		% d'évitement
	pH	Conductivité $\mu\text{S}/\text{cm}$	Sédiment non dilué
SF2	7,6	1030,3	-35
SF3			
SF4			
SL	7,8	403,5	-5
SM1	8	708,8	10

Pour le sédiment marin SM1, le pH est resté identique et la conductivité a été divisée par 6. L'évitement observé sur le sédiment non lixivié est quasiment total (97,5%) tandis que celui observé pour le sédiment après lixiviation est relativement faible (10%).

Ces résultats tendent à montrer une diminution non négligeable de la toxicité des sédiments après la percolation, ce qui peut être due à la fois à la baisse de la conductivité (et donc au lessivage du NaCl) pour le sédiment marin mais aussi par un appauvrissement du sédiment non négligeable en contaminants lors de la percolation.

4. Conclusion

Au cours de ce chapitre, des sédiments fluviaux et marins ont été caractérisés vis-à-vis de leurs effets toxiques pour des sédiments y compris les sédiments reconnus non dangereux pour la propriété de danger HP14 « écotoxicité ». Ces essais peuvent s'intégrer d'ores et déjà dans les démarches volontaires d'évaluation environnementale des produits de valorisation de sédiment.

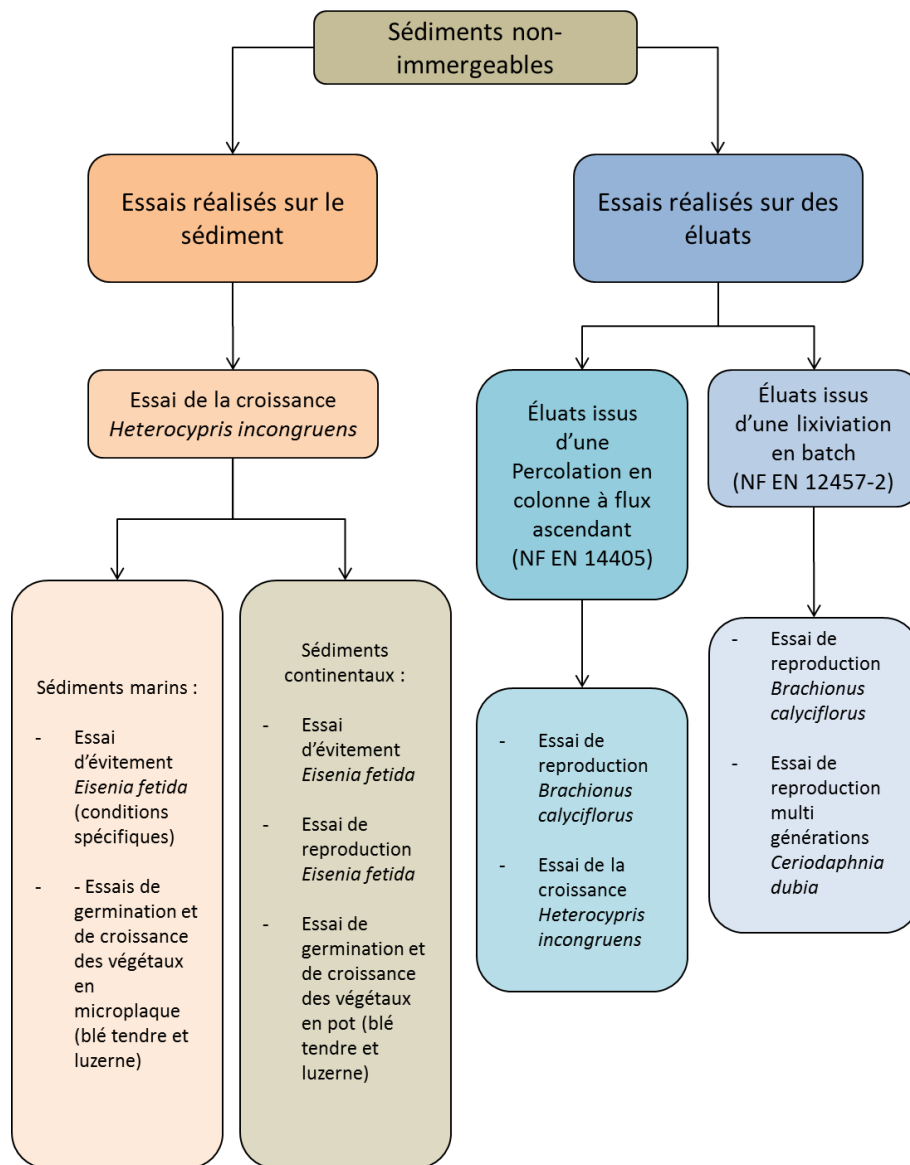


Figure 60. Batterie d'essais proposée pour la caractérisation complémentaire de l'écotoxicité des sédiments

Une batterie d'essais peut être proposée pour l'étude de l'écotoxicité des sédiments dans le but de leur valorisation. Cette batterie est présentée en Figure 60.

Si la méthodologie proposée ne permet pas de rendre compte de la pertinence écologique d'un matériau incorporant des sédiments, elle permet toutefois d'établir plus finement les potentiels effets toxiques de son utilisation et peut servir d'indicateur quant au niveau de précisions nécessaires lors de l'évaluation de risques à mettre en œuvre.

L'essai de mortalité et d'inhibition de la croissance des ostracodes est particulièrement sensible aux effets toxiques des sédiments et est corrélé au niveau des contaminants présents dans le sédiment ainsi qu'au niveau des contaminants relargués.

Les essais d'inhibition de la germination et de la croissance des végétaux ont mis en évidence une corrélation entre les résultats obtenus sur les différentes espèces végétales testées. Il semble toutefois, que parmi ces espèces végétales, et en conservant une espèce monocotylédone et une espèce dicotylédone, que le blé tendre et la luzerne soient les espèces végétales testées les plus sensibles aux sédiments de l'étude. De plus, les sédiments marins ne pouvant être utilisés non dilués pour ces essais, l'utilisation des microplaques soit préférable pour la réalisation de l'essai de germination et de croissance des espèces végétales sur les sédiments marins.

L'essai d'évitement des vers de terre est sensible mais ne permet pas de détecter des effets toxiques observés par l'essai d'inhibition de la reproduction des vers de terre. Il est cependant rapide et aisé à réaliser ; ce qui en fait un essai réalisable en amont. De plus, des pistes de recherche sont envisageables, afin d'augmenter sa sensibilité. Les essais menés sur percolats permettent de mettre en évidence une toxicité non détectée avec les essais menés sur éluats obtenus via une lixiviation en batch. Les toxicités maximales sont en général observées sur les premiers percolats et tendent à diminuer. Ce type d'essai peut permettre de mettre en évidence des effets toxiques plus proches de ceux qui pourraient être observés à l'échelle d'un pilote. Les essais sur les sédiments après percolation permettent de montrer une diminution de la toxicité.

Sur la base de ces résultats qui devront nécessairement être étoffés pour l'étude statistique (au moins par des sédiments marins d'origines diverses), il est possible d'orienter le choix d'essais complémentaires de façon à choisir des bioessais sensibles à la toxicité de chaque type de sédiment.

Chapitre IV

*Acceptabilité environnementale de béton à
base de sédiment de dragage dans le cadre
d'un projet de piste cyclable*

1. Introduction

Dans l'optique de favoriser la réutilisation de déchets, l'étude de l'acceptabilité environnementale des déchets pour leur valorisation en technique routière fait l'objet d'une harmonisation à l'échelle européenne (Chateau, 2007) d'une part et d'autre part des approches spécifique à certains déchet sont menées. L'approche Sédimatériaux introduite depuis 2009 propose une méthodologie notamment pour la valorisation en technique routière des sédiments de dragage (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014) qui n'est toutefois pas réglementaire. Dans le cadre du projet Sédicycle, des bétons de sédiments ont été élaborés en vue de réaliser une piste cyclable. Le sédiment étant incorporé en substitution partielle de la fraction sableuse. Pour cette étude, on se concentre sur les matériaux retenus par l'étude technique, avec un taux de substitution de la fraction sableuse par le sédiment marin de 50% et 2 taux d'adjuvants (0.5% et 3 %).

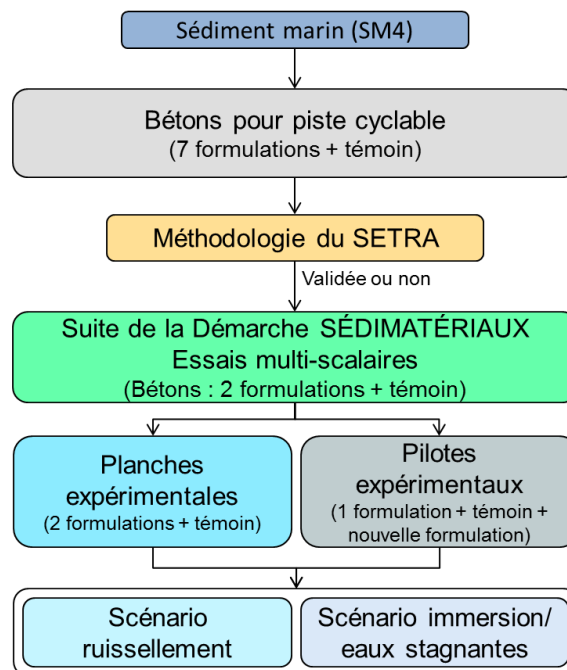


Figure 61. Méthodologie suivie lors de cette étude

La méthodologie élaborée par l'IMT Lille Douai dans le cadre de la démarche Sédimatériaux (voir Figure 22) a été appliquée dans le cadre de cette étude afin d'étudier l'acceptabilité environnementale de ces matériaux alternatifs contenant des sédiments marins. Cette étude pourra faire l'objet d'un retour d'expérience sur cette méthodologie afin

de contribuer à l'élaboration d'un guide d'application spécifique relatif à la valorisation des sédiments de dragage en technique routière. Le sédiment marin et les matériaux alternatifs ont fait l'objet d'une caractérisation réglementaire et environnementale, en cohérences avec les exigences du SETRA. L'étude en laboratoire a été menée en suivant la méthodologie du SETRA (voir Figure 21). Elle a été complétée par des planches expérimentales. La validation environnementale des matériaux alternatifs a été obtenue par une étude de terrain avec la construction et le suivi d'un pilote expérimental sur une période d'un an. La méthodologie générale suivie lors de ce chapitre est présentée en Figure 61.

2. Matériels et méthodes

La méthodologie expérimentale suit les lignes directrices de la méthodologie SEDIMATERIAUX. Dans un premier temps, le sédiment est caractérisé, puis il est utilisé en substitution de la fraction sableuse pour la conception de bétons. Ces éprouvettes endurent une cure de 90 jours et subissent des essais de laboratoires.

2.1. Origine des sédiments

Le sédiment valorisé dans cette étude est issu des bassins de décantation du Grand Port Maritime de Dunkerque (GPMD), en France. Tous les sédiments qui sont traités par le GPMD dans ces bassins sont considérés comme non immergeables. Depuis 2008, les sédiments de dragage du GPMD subissent un traitement naturel de déshydratation. Ce traitement consiste en un lagunage dans 4 bassins étanches drainés successifs avec basculement des eaux clarifiées. Les sédiments sont ensuite retournés en andains de sorte à obtenir un matériau pelletable et partiellement dépollué en composés organiques (Raison, 2010).

2.2. Formulation de béton

Le béton témoin (C0) contient du sable marin, les bétons contenant des sédiments en substitution de 50 % de la fraction sableuse sont notés C50-A et C50-B. La lettre A ou B indique le pourcentage de plastifiant introduit (0,5% pour A et 3% pour B). La fraction

sableuse représente environ 35% du total. Le détail des formulations est donné dans le Tableau 52.

Tableau 52. Formulation des matériaux en kg/m³

Notations	Pourcentage de substitution (%)	Ciment CEM III/A - 42,5 N	Sable marin 0/4 mm	Gravier marin 4/20 mm	Sédiment	Eau	Plastifiant	Densité à 28 jours
C0-A	0	330	787	910	0	195	11,2	2,42
C50-A	50	330	393,5	910	393,5	195	11,2	2,37
C50-B	50	330	393,5	910	393,5	195	68,7	2,44

2.3. Analyses de caractérisation

2.3.1. Granulométrie

La granulométrie laser du sédiment a été mesurée à l'aide d'un Beckman Coulter LS I3 320. Les suspensions analysées ont été obtenues en ajoutant l'équivalent de 1,0g de sédiment sec dans 100 ml d'eau déminéralisée.

2.3.2. Fluorescence X

Les analyses de fluorescence X ont été obtenues à l'aide d'un spectromètre S4 Pioneer Brucker standard less.

2.3.3. Minéralisation à l'eau régale

Les échantillons ont été minéralisés par digestion acide au micro-onde. Les échantillons de sédiment ont été séchés en étuves à 105°C, puis, ils ont été broyés au mortier en agate et tamisés à 250 µm. Les échantillons de béton ont été concassés grossièrement au marteau puis broyé finement au cyclo-broyeur et tamisés à 250 µm également. Pour chaque réacteur XP 1500, 250 mg d'échantillon tamisés sont introduits avec de l'eau régale (3 ml HCl, 1 ml HNO₃, 0,5 ml H₂O).

Les réacteurs sont ensuite placés dans un micro-onde CEM-MARS 5 à 1600 W. Dans un premier temps, la température est augmentée à 180°C en 15 min, puis cette température est maintenue pendant 30 min. A l'issue du programme, les solutions sont filtrées à 0,45 µm et diluées à l'eau ultra-pure. Les analyses sont réalisées au moyen d'un ICP-OES (Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry) Varian 720-ES.

2.4. Essais de lixiviation en laboratoire

2.4.1. Essais de lixiviation en batch

Les échantillons de sédiment brut ont été tamisés à 4 mm, les échantillons de béton ont été broyés et tamisés à 0,125 mm, 1 mm et 4 mm. Les essais de lixiviation en batch ont été menés en suivant le protocole normalisé NF EN 12457-2. Pour tous les échantillons, les essais ont été répliqués 3 fois. Pour chaque essai, un échantillon équivalent à 100 g en matière sèche du matériau est introduit dans une bouteille en PTFE, l'eau ultra-pure est ajoutée de façon à obtenir un ratio Liquide sur solide (L/S) de 10 ml/g. puis les échantillons sont agités par retournement à la vitesse de 10 tours par min pendant 24 h (± 30 min) avec un agitateur Heidolph REAX 20. Le pH, la température, le potentiel d'oxydo-réduction et la conductivité des lixiviats sont mesurés immédiatement après la fin de l'essai. Les lixiviats reposent 15 ± 5 min avant d'être filtrés à $0,45\mu\text{m}$. Les éléments traces et les anions sont analysés par ICP-OES et par chromatographie ionique (Dionex ICS-3000) respectivement.

2.4.2. Essais de percolation

Les essais de percolation ont été réalisés en suivant la norme NF EN 14405 (European committee for standardization, 2017). Le sédiment traité présente un taux de matière sèche de 78%, il a donc pu être mis en œuvre en colonne directement. Les colonnes utilisées sont standardisées et présentent un diamètre de 10 cm pour une hauteur de 40 cm. La préparation des colonnes est représentée par les photographies a, b, c, d et e de la Figure 62. La base et le couvercle de la colonne sont recouverts d'un préfiltre en fibre de verre et d'une couche de 3 ± 1 cm de sable normalisé. Le sédiment est introduit par couche de 6 cm, chaque couche est introduite en 3 fois pour être nivelée au fur et à mesure. Chaque couche est compactée à l'aide d'un poids de 125 g lâché 3 fois d'une hauteur de 20 cm, la dernière couche est ajustée à 30 ± 5 cm. L'étape de compactage est délicate, mal réalisée elle peut conduire à un colmatage de la colonne (voir photographie f de la Figure 62). Les colonnes sont saturées en eau déminéralisée par flux ascendant et le système est équilibré pendant 3 jours par recirculation. La vitesse de la pompe péristaltique est réglée de sorte à ce que la vitesse dans la colonne soit de 15 ± 2 cm soit un débit de $49 \pm 6,5$ ml/h. Les échantillons sont collectés dans les flacons en PTFE au moyen d'un collecteur de fraction Lambda CZ omnicoll, le montage expérimental est présenté en photographie g de la Figure 62.

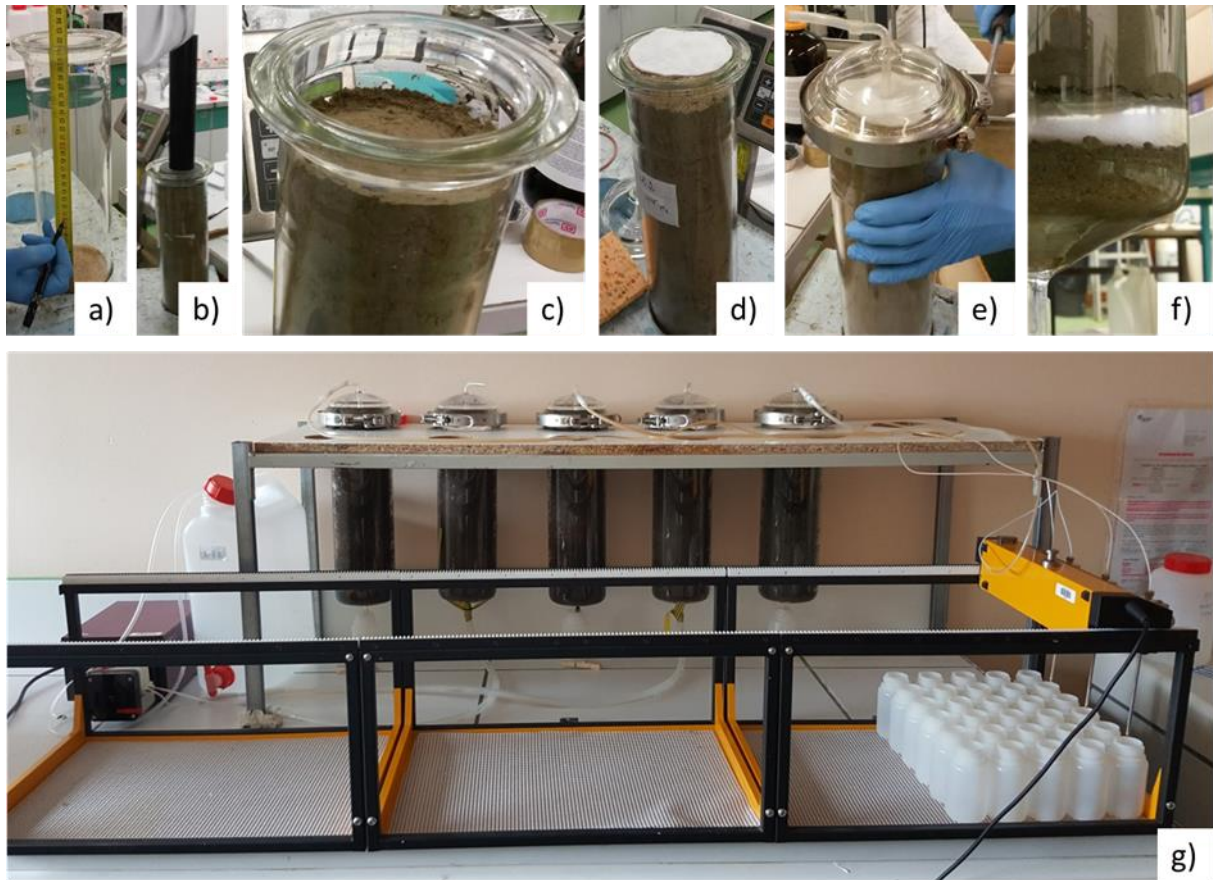


Figure 62. a) mesure des couches sur la colonne, b) compactage de la colonne, c) colonne compactée de 30 cm, d) ajout du préfiltre supérieur, e) fermeture de la colonne, f) exemple de colmatage d'une colonne, g) Dispositif expérimental pour les essais de percolation suivant la norme NF EN 14405

2.5. Essais sur planches expérimentales

Les essais mécaniques ont été réalisés en parallèle sur ces matériaux à l'IMT Lille Douai et ont permis de sélectionner certaines formulations dans le but de concevoir une piste cyclable. Dans cette optique, la formulation C50-A a été retenue en couche de surface et la formulation C50-B en couche de fondation. Les montages expérimentaux sont détaillés ci-après dans les Figure 63, Figure 64, et Figure 65. Afin de tester ces formulations de façon spécifique à leur réutilisation, des scénarios d'immersion (MSE-I) et de ruissellement (MSE-RO) ont été élaborés en s'inspirant de ce qui a été fait pour tester ces scénarios sur le terrain par Schioppa *et al* (Schioppa et al., 2009).

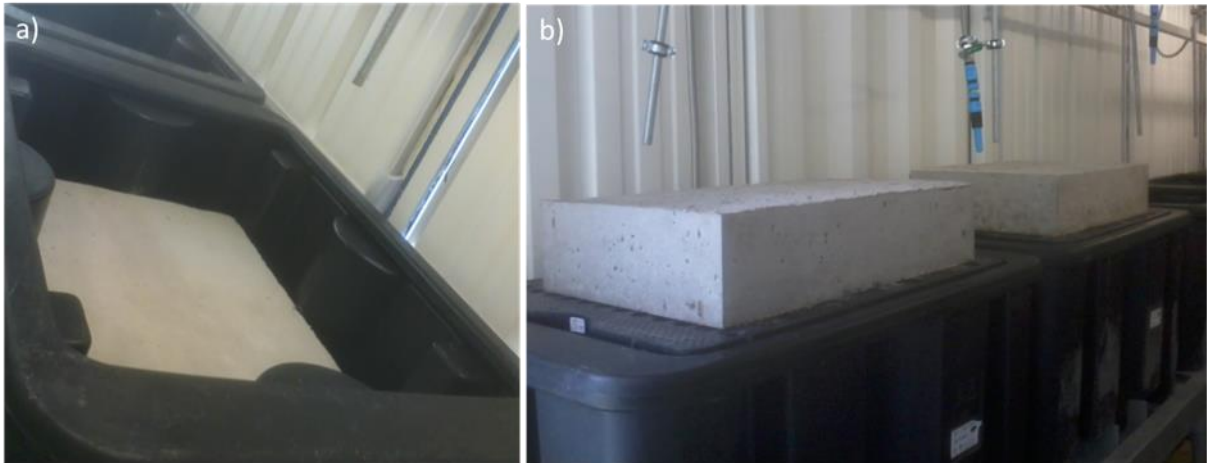


Figure 63. a) Dispositif expérimental pour l'essai sur la couche de fondation, noté MSE-I ;
 b) Dispositif expérimental pour l'essai sur la couche de surface, noté MSE-RO

2.5.1. Essais pour couche de fondation (MSE-I)

Ces essais ont été réalisés avec les formulations C50-B et le témoin C0-A. Pour ce faire, des blocks de 65 cm par 30 cm par 43 cm de ces formulations ont été réalisés. L'essai consiste à immerger complètement les blocks dans de l'eau déminéralisée dans des bacs en PEHD afin d'étudier le relargage de contaminants.

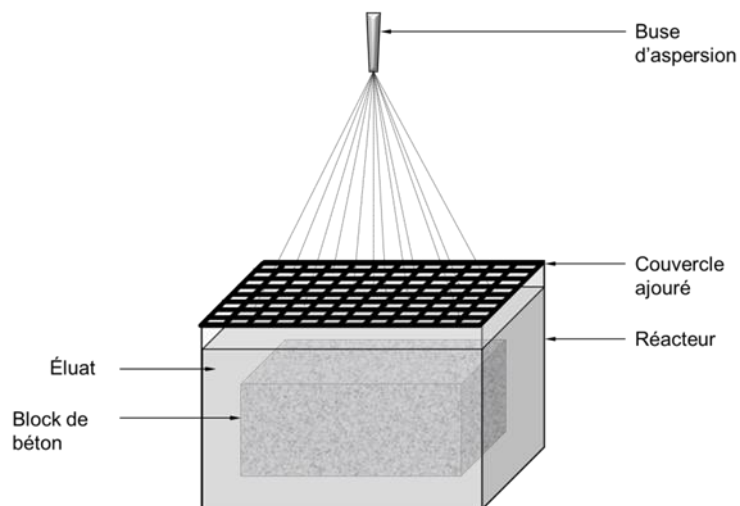


Figure 64. Dispositif expérimental pour l'essai d'immersion d'un échantillon en béton de couche de fondation

Le ratio L/A et les temps de renouvellement ont été choisis à l'identique de ceux utilisés lors d'une lixiviation sur monolithes (NF EN 15863), ce qui correspond à 96 litres par renouvellement. Ce protocole de renouvellement permet de favoriser le relargage par diffusion (Drinčić et al., 2017). Puis les 64 premiers jours de l'essai passés (l'essai de lixiviation

sur monolithe se concluant à 64 jours) le renouvellement du lixiviant à lieu une fois toutes les 2 semaines jusqu'à atteindre une durée totale de l'essai de 6 mois. Le dispositif expérimental est présenté en Figure 64.

2.5.2. Essais pour couche de surface (MSE-RO)

Ces essais ont été réalisés avec les formulations C50-A et le témoin C0-A. Pour ce faire, des blocks de 65 cm par 15 cm par 43 cm de ces formulations ont été réalisés. L'essai consiste à asperger la surface supérieure des blocks afin d'étudier le relargage de contaminant par le ruissellement.

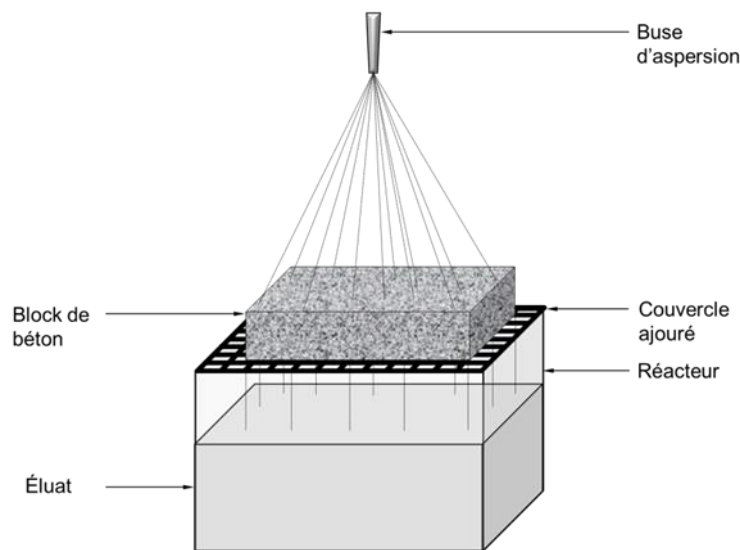


Figure 65. Dispositif expérimental pour l'essai d'aspersion d'un échantillon en béton de couche de surface

Il a été choisi d'asperger les blocks de 20L d'eau déminéralisé par semaine afin de maximiser le relargage possible par ruissellement. Chaque semaine le lixiviat est collecté dans des bacs en PEHD sous l'échantillon. L'essai a duré 6 mois ce qui équivaut à une pluviométrie de 1846 mm sur cette période. Le dispositif expérimental est présenté en Figure 65.

2.6. Pilote expérimental

Le pilote expérimental a été réalisé près de Dunkerque. Pour des raisons mécaniques, les formulations sélectionnées sont C50-A, le témoin C0-A et une nouvelle formulation intégrant 30% de sédiment en substitution de la fraction sableuse et la piste ne comporte qu'une couche de surface. Des photographies du pilote sont présentées en Figure 67.

2.6.1. Conception

Le pilote consiste en 3 pistes de 8,3 mètres de long pour 1,5 mètre de large et 20 cm de profondeur soit une surface de 12,45 m² chacune. Chaque piste est réalisée de façon à présenter une pente de 1%. Des géomembranes et géotextiles isolent les pilotes de leur environnement afin d'empêcher la dispersion de contaminants dans l'environnement. Des tranchées de chaque côté de la couche de béton testée permettent de différencier les eaux de ruissellement (PSE-RO) des eaux latérales stagnantes (PSE-LAT). Dans ce but, ces apports d'eaux sont collectés par des réseaux séparés. Une coupe transversale de piste est présentée en Figure 66. À noter toutefois que cette fois, contrairement à ce qui a été fait en laboratoire, les eaux stagnantes ne recouvrent pas l'ensemble du matériaux puisque les 2 aspects sont étudiés sur le même pilote, ce qui implique un temps de stagnation moindre en comparaison à ce qui a pu être fait pour l'étude de ce scénario avec d'autres montages (Schiopu et al., 2009).

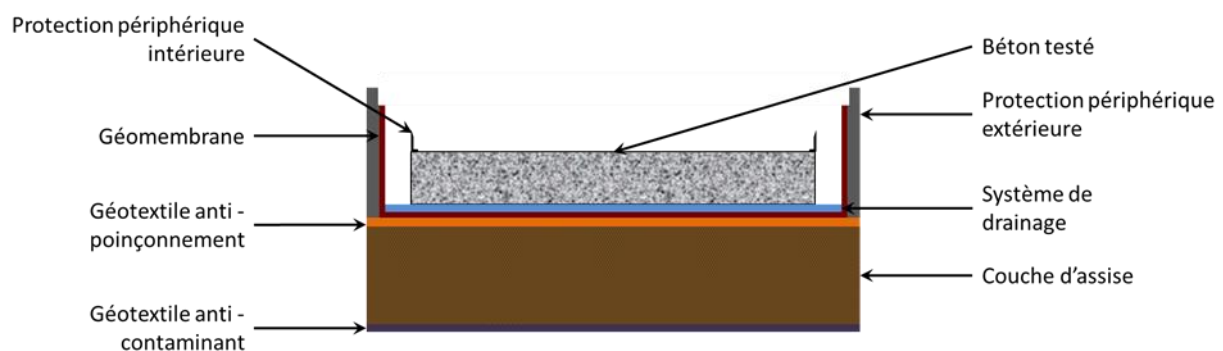


Figure 66. Coupe transversale d'un pilote expérimental

2.6.2. Suivi

Le suivi a eu lieu pendant une année, les éluats ont été prélevés toutes les 2 semaines de décembre 2015 à décembre 2016. Des jauges owens ont été installées à proximité des pistes, de sorte à pouvoir prendre en compte la pollution externe. La totalité des eaux de ruissellement et des eaux latérales et de percolation sont conservées dans des cuves jusqu'à la date de prélèvement des échantillons puis elles sont transvasées dans des cuves de stockage en attendant que les analyses permettant leur rejet dans le réseau commun soient validées. Si ces analyses ne sont pas valides ces eaux sont traitées. La Figure 67 présente une piste en cours de réalisation et qui est couverte d'une bâche avant le lancement de l'essai (a), l'ensemble du pilote pendant l'essai (b) ainsi qu'une piste humide pendant l'essai (c).



Figure 67. a) Piste lors de la réalisation du pilote ; b) Pilote comprenant les 3 pistes testées, le système de collecte des eaux et les owens ; c) Piste après un évènement pluvieux

3. Résultats

3.1. Caractérisation des matériaux

3.1.1. Caractéristiques physiques du sédiment

Les caractéristiques physiques du sédiment sont reportées dans le Tableau 53. La taille et la composition du sédiment mettent en évidence des similarités avec le sable marin utilisé pour le béton témoin C0.

Tableau 53. *Caractéristiques physique du sédiment*

COT	38000 mg/kg de matière sèche
AVS	< 170 mg/kg de matière sèche
Granulométrie	Sable (81,5 %), Limons grossiers (4,1%), Limons fins (11,7%), Argiles (2,7%)
Composition élémentaire	SiO ₂ (66,10%), CaO (14,76%), Al ₂ O ₃ (5,48%), Fe ₂ O ₃ (5,38%), SO ₃ (2,38%), Na ₂ O (1,57%), K ₂ O (1,47%), MgO (1,29%), Cl ₂ O (1,09%), TiO ₂ (0,21%)

3.1.2. *Caractérisation réglementaire*

3.1.2.1. *Étape 1 de la méthodologie du SETRA : Description du sédiment*

La composition totale en contaminants du sédiment est présentée par les diagrammes radars en Figure 68. Les résultats sont exprimés en pourcentage sur le seuil GEODE N2 en mg/kg de matière sèche. Pour les éléments trace métalliques et métalloïdes (ETMM), la concentration du sédiment est inférieure aux seuils N1 à l'exception du mercure, qui peut être compris entre les seuils N1 et N2. Les contenus totaux en PCB (les 7 congénères réglementaires) sont inférieurs aux seuils N1 et N2 et n'ont pas été reportés sur la Figure 68, ils sont disponibles en Annexe IV-1.

Pour les HAP, les substances analysées dans le sédiment ont des concentrations inférieures aux seuils N1 à l'exception du naphthalène, de l'acénaphthylène, du fluorène et du phénanthrène qui ont des concentrations comprises entre les seuils N1 et N2 dans le sédiment. Étant donné le positionnement du sédiment par rapport aux seuils N1 et N2, il est possible que le sédiment ne puisse pas être immergé en mer en l'état et devrait faire l'objet d'études complémentaire pour être gérée de cette manière (Arrêté du 9 août 2006). Le sédiment étudié serait donc toujours classé non-immergeable après le passage en bassin de décantation.

Notre sédiment est globalement faiblement contaminé, ses teneurs en ETMM sont inférieures (ou égales pour Cd, Hg, et Pb) aux teneurs médianes en différents contaminants pour les sédiments marins de France et de Wallonie d'après un rapport de l'INERIS (Padox et al., 2010b).

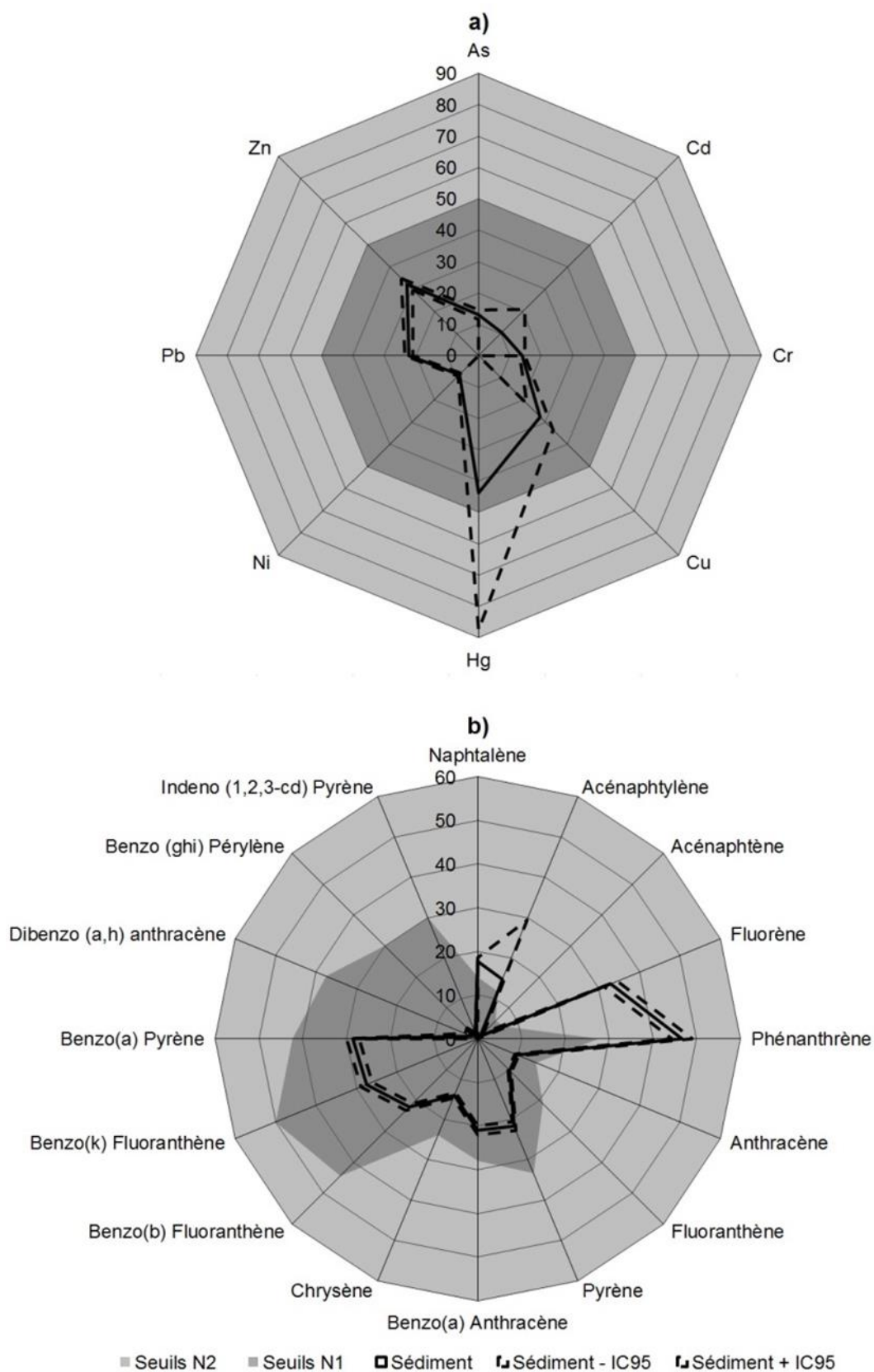


Figure 68. Contenus totaux en contaminants métalliques (a) et HAP (b) présentés en pourcentage du seuil GEODE N2, exprimées en mg/kg de matière sèche

Sa teneur en PCB (somme des 7 congénères) est inférieure à la valeur médiane mais sa teneur en HAP (somme des 16 composés) est environs 2 fois plus élevée que la valeur médiane (Padox et al., 2010b). Pour la valorisation en technique routière, il a été montré que les HAP des boues de dragage pouvaient être immobilisés avec de faibles taux de liants hydroloques (Mulder et al., 2001). L'étude de Mulder et al. (Mulder et al., 2001) a pu montrer qu'avec une boue contenant 10 fois plus de HAP que la nôtre, quand bien même la somme se fait sur 10 composés contre 16 composés pour notre étude, l'immission sur 100 ans dérivée du BMD n'était pas dépassée.

Le sédiment étant géré à terre, il est nécessaire d'étudier sa dangerosité en respect de la législation sur les déchets dont il dépend donc. Le code déchet des sédiments renvoie à une entrée miroir. La dangerosité des sédiments est donc déterminée par la vérification de sa non dangerosité pour les propriétés de danger HP1 à HP15 issues de la directive cadre déchets et décrites dans l'Annexe 1 de l'article R541-8 du Code de l'Environnement.

Pour les sédiments, il n'est pas jugé pertinent d'étudier les critères HP1, HP2 et HP3 puisqu'ils ne contiennent ni groupes réactifs, ni mélanges de bromate de potassium et de cellulose et qu'ils ne contiennent pas non plus de matériaux pyrophoriques (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014).

Les propriétés HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10, HP11, HP13 peuvent être évaluées par le calcul en connaissant la composition totale du sédiment en certains contaminants. Cette méthode de calcul, appelée « pire cas », consiste à considérer la pire spéciation possible des contaminants présents dans le sédiment. La pire spéciation possible est celle pour laquelle les substances considérées sont les plus dangereuses, et donc pour lesquelles le seuil exprimé en élément à partir duquel le sédiment est classé dangereux est le plus bas. Les règles de classement peuvent différer entre les différentes mentions de danger associées (somme de substances ou maximum). L'INERIS et le CEREMA ont mené une étude conjointe afin de déterminer des seuils en contenus totaux assurant le respect des règles de classement en substances dangereuses dans le scénario « pire cas » pour les sédiments (Lefebvre and Rebuschung, 2017). Le sédiment étudié est donc comparé à ses seuils dans le Tableau 54. Ce calcul permet de considérer que le sédiment est non dangereux pour les propriétés de danger HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10 et HP13.

Tableau 54. *Contenus totaux dans le sédiment exprimés en mg/kg sec comparés aux seuils de dangerosité obtenu avec le calcul « pire cas » par l'INERIS et le CEREMA (Lefebvre and Rebischung, 2017)*

	Contaminants	Concentration dans le sédiment étudié	Seuils "pire cas" INERIS
ETMM	As	6,53 ± 0,76	330
	Cd	< 0,50	530
	Cr (total)	25,00 ± 1,55	250 (50)*
	Cu	24,91 ± 5,27	4000
	Hg	< 0,7	500
	Ni	6,36 ± 0,49	130
	Pb	44,40 ± 2,57	1000 (3000)*
	Zn	178,03 ± 14,28	7230
HAP	Naphtalène	0,20 ± 0,01	10000
	Acénaphthylène	< 0,1	500
	Phénanthrène	0,406 ± 0,02	50000
	Fluoranthène	0,293 ± 0,015	50000
	Benzo(a) Anthracène	0,195 ± 0,010	1000
	Chrysène	0,223 ± 0,011	1000
	Benzo (b) Fluoranthène	0,199 ± 0,010	1000
	Benzo (k) Fluoranthène	0,11 ± 0,006	1000
	Benzo (a) Pyrène	0,29 ± 0,015	1000
	Dibenzo (a, h) anthracène	< 0,005	1000
Indéno (1, 2, 3-cd) Pyrène	0,082 ± 0,010	10000	
	Somme PCB	< 0,07	50
	TBT	1,228 ± 0,315	3000

*Si le sédiment ne respecte pas la valeur pour Pb mais respecte la valeur entre parenthèse il peut quand même être classé non dangereux avec cette méthode à condition de respecter la valeur entre parenthèse pour le Chrome VI. Cette disposition tiens compte du fait que les quantités de substances dangereuses impliquant plusieurs métaux, et étant particulièrement classantes, peuvent être déduites entre elles par stoechiométrie.

L'évaluation de la propriété de danger HP14 – « écotoxique » est possible via l'application d'un protocole spécifique aux sédiments marins et fluviaux et harmonisé à l'échelle nationale bien que cette méthodologie ne fasse pas l'objet d'une réglementation (Mouvet, 2012). Cette méthodologie, proposée par le BRGM (Mouvet et al., 2013), s'appuie dans un premiers temps sur les résultats en contenu total de contaminants dans le sédiment comparé aux seuils S1 aussi bien pour les sédiments fluviaux que marins, puis sur une batterie d'essais écotoxicologiques effectués en cascade dans un soucis d'économie. Pour cette étude, la méthodologie proposées par PROVADEMSE a été appliquée (Bazin and Vernus, 2014). Cette méthodologie reprend celle du BRGM à la différence que les essais sont ici réalisés aux seuils de toxicité et sans dilution plutôt que sur une gamme complète de dilution du sédiment, les essais sont réalisés à partir de sédiment préalablement centrifugé

pour éviter que la présence de sel ait des effets observables. Le contenu total en contaminants pour le sédiment étudié est comparé aux seuils S1 dans le Tableau 55.

Tableau 55. *Contenus totaux dans le sédiment exprimés en mg/kg sec comparés aux seuils S1 pour l'évaluation du critère de danger HP14*

Contaminants	Concentration dans le sédiment étudié	Seuils S1
As	6,53 ± 0,76	30
Cd	< 0,50	2
Cr	25,00 ± 1,55	150
ETMM Cu	24,91 ± 5,27	100
Hg	< 0,7	1
Ni	6,36 ± 0,49	50
Pb	44,40 ± 2,57	100
Zn	178,03 ± 14,28	300
HAP Somme	2,716 ± 0,188	22,8
PCB Somme	< 0,07	0,68

Aucun des contaminants ne dépasse les seuils S1, il est donc possible de s'arrêter à cette étape et de conclure à la non dangerosité du sédiment au regard de la propriété HP14. Pour cette étude, la suite de la méthodologie a tout de même été réalisée. Elle se compose d'un premier bioessai de toxicité aiguë réalisée sur la bactérie *Aliivibrio fischeri* (d'après la norme NF EN ISO 11348-3) avec un éluat issu d'une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2, puis d'un essai de reproduction du rotifère *B. calyciflorus*, un essai de toxicité chronique suivant la norme NF ISO 20666 réalisé avec un éluat issu d'une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2.

Dans un dernier temps, un essai de germination puis de croissance (d'après la norme NF EN ISO 11269-2) a été mené sur une plante monocotylédone (Blé tendre - *Triticum aestivum*) et une dicotylédone (Radis noir - *Raphanus sativus*). Les résultats de ces essais écotoxicologiques sont donnés dans le Tableau 56.

Tableau 56. Résultats des essais écotoxicologiques normalisés NF EN ISO 11348-3, NF ISO 20666, NF EN ISO 11269-2 pour l'évaluation de la propriété de danger HP14

Essais	% de la matrice testé au seuil	% d'inhibition observé au seuil	% inhibition limite au seuil	% inhibition observée sur la matrice brute
Luminescence <i>A. fischeri</i> NF EN ISO 11348-3	10	0	50	0
Reproduction <i>B. calyciflorus</i> NF ISO 20666	1	0	20	60
Germination/ Croissance <i>T. aestivium</i> <i>R. sativus</i> NF EN ISO 11269-2	10	0/1,9 7,5/0	50	100/- 100/-

Le type d'essai (aigu ou chronique) conditionne le pourcentage de matrice testé au seuil ainsi que le pourcentage d'inhibition maximal accepté. Pour les essais de luminescence et de reproduction, aucun effet toxique n'est observé au seuil, pour les essais de germination et de croissance, des effets toxiques sont observés (sur la croissance pour le blé et sur la germination pour le radis) mais restent inférieurs au pourcentage d'inhibition maximal accepté. Le sédiment n'est donc pas écotoxique au regard des bioessais de la méthodologie. Sur le sédiment brut, on remarque des inhibitions significatives de la reproduction et de la germination. L'inhibition de la germination observée peut s'expliquer par la présence d'une concentration résiduelle en sel malgré la centrifugation du sédiment. Pour l'évaluation des critères de danger HP9, HP12 et HP15, il n'existe pas de méthodes d'évaluation reconnues par consensus des experts du domaine (Rebischung et al., 2016). Par conséquent, ces propriétés n'ont pas été évaluées dans le cadre de ce travail.

3.1.2.2. Étape 2 de la méthodologie du SETRA : Description des bétons à base de sédiment

Les bétons étudiés pour cette études ont été analysés en fluorescence X et minéralisés.

Tableau 57. Résultats de fluorescence X en pourcentage pour les bétons contenant des sédiments (C50-A et C50-B) et pour le béton témoin (C0)

	C50-A	C50-B	C0
SiO ₂	73,98	72,37	90,58
CaO	18,40	18,90	6,13
Al ₂ O ₃	2,71	2,86	0,99
Fe ₂ O ₃	2,21	2,32	1,04
SO ₃	0,83	1,08	0,26
Na ₂ O	0,30	0,29	0,28
K ₂ O	0,40	0,52	0,38
MgO	0,92	0,90	0,35
P ₂ O ₅	0,25	0,50	-
Cl ₂ O	-	0,26	-

Les résultats de l'analyse des matériaux par fluorescence X sont donnés dans le Tableau 57. Les résultats de la minéralisation à l'eau régale des bétons sont présentés dans le Tableau 58.

Tableau 58. Contenus totaux en élément traces métalliques et métalloïdes dans les bétons contenant des sédiments (C50-A et C50-B) et le béton témoin (C0) en mg/kg sec

	C0-A	C50-A	C50-B
As	7,89 ± 0,47	7,46 ± 0,56	5,85 ± 0,58
Ba	244,43 ± 6,62	214,90 ± 7,92	172,10 ± 2,10
Cd	< 0,10	< 0,10	< 0,10
Co	15,56 ± 0,71	11,35 ± 0,23	11,14 ± 0,67
Cr	14,72 ± 0,13	15,65 ± 0,42	12,97 ± 0,05
Cu	13,11 ± 2,83	12,24 ± 0,47	9,04 ± 0,41
Fe	14486 ± 607	16154 ± 254	12329 ± 289
Hg	< 0,68	< 0,68	< 0,68
Mo	0,65 ± 0,04	0,57 ± 0,02	0,47 ± 0,02
Ni	7,07 ± 0,04	6,56 ± 0,14	5,50 ± 0,11
Pb	8,15 ± 0,27	15,97 ± 0,15	12,58 ± 0,14
Sb	< 1,46	< 1,46	< 1,46
Se	< 4,08	< 4,08	< 4,08
Sn	< 1,46	< 1,46	< 1,46
V	28,35 ± 1,11	26,29 ± 0,63	21,25 ± 0,61
Zn	92,40 ± 2,35	107,29 ± 1,65	88,34 ± 2,14

3.1.2.3. Étape 3 de la méthodologie du SETRA : Caractérisation environnementale du sédiment et des bétons à base de sédiment

La méthodologie décrite par le SETRA (SETRA, 2011) pour étudier les caractéristiques environnementales des matériaux implique différents essais de lixiviation en cascade appliqués aux matériaux alternatifs ainsi qu'aux produits de construction.

(a) Caractérisation environnementale du sédiment

Dans un premier temps, une lixiviation en batch est réalisée en suivant la norme NF EN 12457-2. Les résultats des essais de lixiviation en batch du sédiment sont donnés dans le Tableau 59. Seules les quantités relarguées en chlorure et en sulfates dépassent les seuils du guide du SETRA (SETRA, 2011) sans pour autant dépasser le seuil d'exclusion. S'agissant d'un sédiment marin, il n'est pas étonnant de constater ce dépassement quand bien même le sédiment a reçu un traitement mécanique. En effet, l'efficacité de ce traitement pour la réduction des sels n'est pas optimale puisque, si en cas de fortes précipitations, le sédiment peut subir un lessivage, l'évaporation qui peut avoir lieu en cas de fortes chaleurs entraîne une concentration des sels.

Tableau 59. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en batch (NF EN 12457-2) du sédiment en mg/kg de sédiment sec comparés aux seuils du guide SETRA (SETRA, 2011)

mg/kg de matière sèche	Sédiment	Seuils SETRA à respecter par les échantillons			
		Au moins 80%	Au moins 95%	100%	Exclusion
As	0,08	0,5	1	1,5	2
Ba	0,3	20	40	60	100
Cd	0,004	0,04	0,08	0,12	1
Cr	0,01	0,5	1	1,5	10
Cu	0,23	2	4	6	50
Hg	< 0,005	0,01	0,02	0,03	0,2
Mo	0,17	0,5	1	1,5	10
Ni	0,02	0,4	0,8	1,2	10
Pb	< 0,022	0,5	1	1,5	10
Sb	< 0,05	0,06	0,12	0,18	0,7
Se	0,09	0,1	0,2	0,3	0,5
Zn	< 0,04	4	8	12	50
Fluorures	6,2	10	20	30	150
Chlorures	7235	800	1600	2400	15000
Sulfates	8013	1000	2000	3000	20000
Fraction soluble	2000	4000	8000	12000	60000

Pour le guide du SETRA (SETRA, 2011), il est possible lorsqu'il y a un dépassement des chlorures et sulfates émis de respecter tout de même les conditions lorsque le seuil pour la fraction soluble est respecté, ce qui est notre cas. Les contenus totaux en COT, BTEX, PCB (somme des 7 congénères), HAP (somme des 16 composés), HCT sont présentés dans le Tableau 60.

Tableau 60. *Contenus totaux du sédiment en contaminants organiques comparés aux seuils du guide SETRA (SETRA, 2011)*

mg/kg de matière sèche	Sédiment	Seuils SETRA à respecter par les échantillons	
		Au moins 80%	100%
Carbones Organiques Totaux (COT)	38000	30000	60000
BTEX	< 0,2		6
PCB (7 congénères)	< 0,01		1
HAP (16 composés)	2,7		50
Hydrocarbures totaux (HCT) - (C10-C40)	335		500

La valeur du COT est supérieure au seuil du SETRA à respecter pour 80 % de l'échantillon tout en étant inférieure au seuil demandé pour 100% de l'échantillon. Cependant, on sait que la matière organique présente dans les sédiments de Dunkerque se compose d'une fraction relativement faible sous forme soluble (4,12%) (Charasse, 2013) ce qui suggère que la fraction organique du sédiment a une certaine stabilité dans le temps et serait donc compatible avec un usage routier du sédiment. Ce premier niveau de l'étape 1 n'est cependant pas validé pour le sédiment, il est donc nécessaire de passer au niveau 2.

Le niveau 2 consiste en une percolation à flux ascendant d'après la norme NF EN 14405. Les résultats de cette percolation sont présentés dans le Tableau 61 et comparés aux seuils du SETRA (SETRA, 2011) pour une valorisation en technique routière en usage revêtus et en usage recouvert. Que ce soit pour les usages revêtus que pour les usages recouverts, les quantités d'ETMM, de fluorures, de chlorures et de sulfates relargués par le sédiment lors de la percolation en flux ascendant sont très inférieures aux seuils préconisés par le guide SETRA (SETRA, 2011). Il n'est donc pas nécessaire de réaliser des essais de niveau 3 pour justifier de l'acceptabilité environnementale du sédiment marin en technique routière, en usage revêtu comme en usage recouvert.

Tableau 61. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en percolation à flux ascendant (NF EN 14405) du sédiment en mg/kg de sédiment sec comparées aux seuils du SETRA (SETRA, 2011)

Paramètres	Sédiment marin	Seuils du guide SETRA quantité relargée cumulée en mg/kg de matière sèche pour un ratio L/S = 10 l/kg	
		Scénario "Sous-couche de chaussée ou d'accotement revêtus"	Scénario "Remblai technique ou accotement recouverts"
As	0,10 ± 0,01	0,8	0,5
Ba	0,14 ± 0,01	56	28
Cd	< 0,005	0,32	0,16
Cr total	< 0,05	4	2
Cu	0,05 ± 0,01	50	50
Hg	< 0,022	0,08	0,04
Mo	0,20 ± 0,01	5,6	2,8
Ni	< 0,02	1,6	0,8
Pb	< 0,06	0,8	0,5
Sb	0,04 ± 0,02	0,4	0,2
Se	< 0,08	0,5	0,4
Zn	0,07 ± 0,01	50	50
Fluorures	< 10	60	30
Chlorures	1827 ± 68	10 000	5 000
Sulfates	4101 ± 23	10 000	5 000

Il est possible de décrire la répartition d'un soluté adsorbé entre la phase liquide et la matrice solide au moyen d'isothermes de sorption obtenues pour différentes températures. Dans le modèle diffusionnel avec désorption linéaire d'une espèce soluble, la concentration d'ETMM fixés à la matrice solide est proportionnelle à la concentration d'équilibre en phase liquide où le coefficient de partage solide/liquide représente la pente de l'isotherme linéaire (Tiruta-Barna et al., 2009). Ce coefficient de partage, K_d , peut donc se calculer de la façon suivante :

$$K_d = \frac{Q}{C_{eq}}$$

Avec K_d , le coefficient de partage solide/liquide en L/kg

Q , la quantité de contaminant fixé à la matrice solide en mg/kg

Et C_{eq} , la concentration de contaminant en solution à l'équilibre en mg/L.

La mesure du Kd obtenue est spécifique à chaque point d'équilibre et suppose une sorption linéaire et réversible, ainsi que l'excès du nombre total de sites d'absorption par rapport au nombre de moles de l'espèce aqueuse sorbée. Des Kd sont disponibles dans la littérature. Ils peuvent être utilisés si les conditions physico-chimiques et la concentration de l'élément sorbé étudié sont similaires à celles de l'étude ayant permis le calcul de cette valeur. La constante Kd calculée est donc spécifique aux conditions physico-chimiques de l'étude, dont essentiellement, la valeur du pH, du potentiel d'oxydo-réduction et de la force ioniques dont la spéciation des ETMM dépend fortement. Cette approche suppose un excès de sites de fixation, par conséquent elle ne peut être appliquée que pour des éléments faiblement concentrés.

Pour le sédiment étudié, les Kd obtenus pour l'essai de lixiviation en batch (NF EN 12457-2) et pour l'essai de percolation (NF EN 14405) sont présentés dans le Tableau 62.

Tableau 62. Coefficients de partage solide/liquide, Kd, pour le sédiment étudié

ETMM	Kd (lixiviation batch NF EN 12457-2)	Kd (percolation NF EN 14405)
As	816	653
Cd	1250	
Cr (total)	25000	
Cu	1083	4982
Ni	3180	
Zn		25433

Ces Kd n'ont pu être calculés que pour une quantité réduite d'ETMM du fait des faibles quantités relarguées. Pour le Cd, le Cr et le Ni, des Kd ont pu être calculés avec les résultats de lixiviation en batch mais pas pour ceux obtenus en colonne et inversement pour le Zn. Le niveau de mobilité des contaminants peut être déduit de ces valeurs (Sheppard et al., 2009), pour un Kd supérieur à 1000, le contaminant est considéré comme immobilisé, seul l'As est donc mobile et l'est faiblement. Par rapport aux valeurs obtenues sur les Kd des sols (Sheppard et al., 2009), As est plus mobile que leur valeur médianes (pour la lixiviation en batch et la percolation), Cd également, Cr est plus immobile dans ce sédiment que dans 95% des sols, Cu est plus mobile que pour le sol médian si le calcul est réalisé à partir des lixiviations en batch mais moins mobile que pour 95% des sols si la valeur obtenue en

percolation est retenue, Ni est moins mobile dans le sédiment que dans le sol médian et Zn est plus immobile dans le sédiment que dans 95% des sols.

(b) Caractérisation environnementale des bétons à base de sédiment

Les résultats de l'essai de lixiviation en batch pour les bétons C0-A, C50-A et C50-B sont présentés dans le Tableau 63. Pour ces résultats, aucun dépassement des seuils à respecter pour l'application du guide SETRA (SETRA, 2011) n'est observé mis à part pour les fractions solubles. Les 3 matériaux testés respectent tout de même les préconisations du guide SETRA puisque les quantités relarguées de chlorures et de sulfates sont respectées. On observe qu'il y a bel et bien un effet de la matrice cimentaire sur le sédiment puisque le relargage de contaminant du béton C50-A ne correspond pas à une dilution du relargage du sédiment par celui du béton témoin C0.

Tableau 63. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en batch (NF EN 12457-2) des bétons C0-A, C50-A et C50-B en mg/kg de matériau sec comparés aux seuils d'admission en ISDI

Unité par kg de matière sèche	C0-A	C50-A	C50-B	Seuils SETRA à respecter par les échantillons			
				Au moins 80%	Au moins 95%	100%	Exclusion
As	< 0,020	< 0,020	< 0,020	0,5	1	1,5	2
Ba	11,3 ± 2,1	12,4 ± 1,4	14,3 ± 0,5	20	40	60	100
Cd	< 0,003	< 0,003	< 0,003	0,04	0,08	0,12	1
Cr	0,04 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,03 ± 0,001	0,5	1	1,5	10
Cu	< 0,2	0,3 ± 0,1	0,2 ± 0,1	2	4	6	50
Hg	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,01	0,02	0,03	0,2
Mo	0,14 ± 0,03	0,16 ± 0,02	0,14 ± 0,01	0,5	1	1,5	10
Ni	< 0,01	0,20 ± 0,02	0,19 ± 0,01	0,4	0,8	1,2	10
Pb	< 0,5	< 0,5	< 0,5	0,5	1	1,5	10
Sb	< 0,06	< 0,06	< 0,06	0,06	0,12	0,18	0,7
Se	< 0,04	< 0,04	< 0,04	0,1	0,2	0,3	0,5
Zn	< 0,02	< 0,03	< 0,03	4	8	12	50
Fluorures	< 2,5	< 2,5	< 2,5	10	20	30	150
Chlorures	91 ± 6	91 ± 6	454 ± 4	800	1600	2400	15000
Sulfates	21 ± 1	21 ± 1	31 ± 1	1000	2000	3000	20000
Fraction soluble	5000	9500	10000	4000	8000	12000	60000

3.1.3. Caractérisation complémentaire pour les matériaux à base de sédiment

Les lixiviations en batch ont aussi été menées sur les matériaux broyés plus finement, les résultats obtenus supérieurs aux limites de quantifications sont présentés dans le Tableau 64. Certains éléments (Ba, Co, Cr, Mo et V) sont relargués à des niveaux différents en fonction de la granulométrie maximale. Le cas du Ba est particulier puisque le relargage observé est plus élevé avec une granulométrie maximale de 0,125 mm qu'avec une granulométrie maximale de 4 mm pour le matériau témoin uniquement. Cette différence entre le matériau témoin et les matériaux contenant des sédiments peut s'expliquer par le fait que le sable marin utilisé contiendrait d'avantage de Ba. Pour Co, Cr et Mo les quantités relarguées sont plus importantes pour une granulométrie maximale décroissante pour les matériaux contenant des sédiments. Pour le V, le relargage est plus important pour une granulométrie maximale de 4 mm pour les matériaux contenant des sédiments. Pour les autres ETM, les niveaux de relargage ne sont pas significativement différents aux granulométries maximales testées.

Tableau 64. Quantités de contaminants émises lors des lixiviations en batch (NF EN 12457-2) des bétons C0-A, C50-A et C50-B en mg/kg de matériau sec tamisés à 0.125 mm et à 1 mm

Unité par kg de matière sèche		0,125 mm max			1 mm max		
		C0-A	C50-A	C50-B	C0-A	C50-A	C50-B
Ba	mg	25,8 ± 4,7	9,3 ± 0,8	13,2 ± 0,3	21,1 ± 4,2	14,9 ± 6,8	13,6 ± 0,5
Cd	µg	2,4 ± 0,4	2,3 ± 0,2	2,1 ± 0,3	2,0 ± 0,2	2,2 ± 0,2	2,0 ± 0,4
Co	µg	34,8 ± 2,6	52,4 ± 2,0	51,8 ± 5,7	20,5 ± 2,2	36,1 ± 1,7	42,0 ± 2,4
Cr	µg	21,8 ± 3,5	44,6 ± 4,2	38,4 ± 5,1	25,6 ± 3,1	41,6 ± 0,9	35,5 ± 1,7
Cu	µg	33,4 ± 3,4	297,5 ± 9,6	230,1 ± 6,0	90,8 ± 64,3	226,7 ± 21,7	236,1 ± 17,7
Mo	µg	128,5 ± 6,3	219,8 ± 10,5	179,7 ± 6,9	106,3 ± 11,1	155,0 ± 14,0	174,4 ± 8,0
Ni	µg	< 10	177,6 ± 6,3	157,2 ± 10,0	< 10	160,3 ± 12,5	194,4 ± 17,3
V	µg	88,2 ± 15,2	52,3 ± 2,9	59,2 ± 2,3	75,4 ± 7,0	51,6 ± 4,9	65,9 ± 3,6
Zn	µg	29,3 ± 6,6	34,9 ± 18,4	17,1 ± 3,8	41,9 ± 8,1	102,4 ± 1,3	35,2 ± 10,4
Chlorures	mg	89,9 ± 10,0	670,7 ± 1,1	563,2 ± 6,6	59,4 ± 0,4	329,8 ± 30,2	484,8 ± 24,9
Sulfates	mg	13,5 ± 3,5	53,1 ± 4,9	46,3 ± 0,3	18,5 ± 2,5	65,4 ± 11,5	32,5 ± 1,5

Pour les chlorures, les quantités relarguées sont plus élevées avec une granulométrie maximale plus basse pour les matériaux contenant des sédiments tandis qu'elles restent inchangé pour le matériau témoin. Pour le matériau C50-B, les quantités de chlorures relarguées sont identiques avec des granulométries maximales de 4 et de 1 mm et légèrement plus importantes pour la granulométrie maximale de 0,125 mm ce qui peut s'expliquer par la

composition de l'adjuvant qui est ajouté en plus fortes quantités dans les matériaux de formulations B. Pour les sulfates, les quantités relarguées sont également plus élevées avec une granulométrie maximale plus basse pour les matériaux contenant des sédiments. Néanmoins, pour le matériau témoin, les quantités relarguées semblent plus faibles pour une granulométrie maximale plus faible.

Tableau 65. Coefficients de partage solide/liquide, K_d , pour les matériaux étudiés

ETMM	Granulométrie [0-4 mm]			Granulométrie [0-1 mm]			Granulométrie [0-0,125 mm]		
	C0-A	C50-A	C50-B	C0-A	C50-A	C50-B	C0-A	C50-A	C50-B
Ba	216	173	120	95	231	130	116	144	127
Co				4471	2166	2151	7590	3144	2652
Cr	3680	3913	4323	6752	3509	3378	5750	3762	3654
Cu		408		3925	411	393	1444	540	383
Mo	46	36	34	51	26	26	61	37	27
Ni		328	289					409	283
V				3214	5027	3590	3760	5095	3225
Zn				31536	30742	51661	22053	10478	25097

Les K_d des ETMM relargués ont été calculés avec les différents intervalles granulométriques testés. Ces résultats sont reportés dans le Tableau 65. Pour le Ba, quels que soient les matériaux et l'intervalle granulométrique, le Ba est relativement mobile dans des ordres de grandeurs proches. Pour le Co, il n'est calculé que pour les intervalles granulométriques resserrés et est d'avantage immobile pour les matériaux témoins que pour ceux contenant des sédiments. Le K_d pour le Cr a pu être calculé pour l'ensemble des intervalles granulométriques testés et est d'avantage immobile pour les matériaux témoins que pour ceux contenant des sédiments. Pour le Cu, les K_d qui ont pu être calculés montrent qu'il est immobile dans les matériaux témoins et relativement mobile dans les matériaux contenant des sédiments et légèrement plus pour C50-B que pour C50-A. Pour l'ensemble des matériaux et des intervalles granulométriques testés, le Mo est relativement mobile et semble l'être davantage dans les matériaux contenant des sédiments. Les K_d calculés pour le Ni montrent que cet élément est relativement mobile dans les matériaux contenant des sédiments et d'avantage dans C50-B que dans C50-A. Pour le V, les K_d calculés montrent que l'élément est immobile dans les matériaux et davantage dans le matériau C50-A. Les K_d calculés pour Zn montrent qu'il est immobile dans les matériaux

En conclusion sur les K_d , il ne semble pas que le choix d'un intervalle granulométrique plus serré ne joue sur la mobilité des ETMM cependant il semble qu'ils soient en général plus mobiles dans les matériaux contenant des sédiments et en particulier dans ceux contenant plus d'adjuvant (C50-B).

3.2. Étude en laboratoire

3.2.1. Planche expérimentale : étude du matériau en couche de fondation (MSE-I)

Les pH et conductivité mesurés pendant l'essai sur planches expérimentales en scénario d'immersion (MSE-I) sont présentés par la Figure 69.

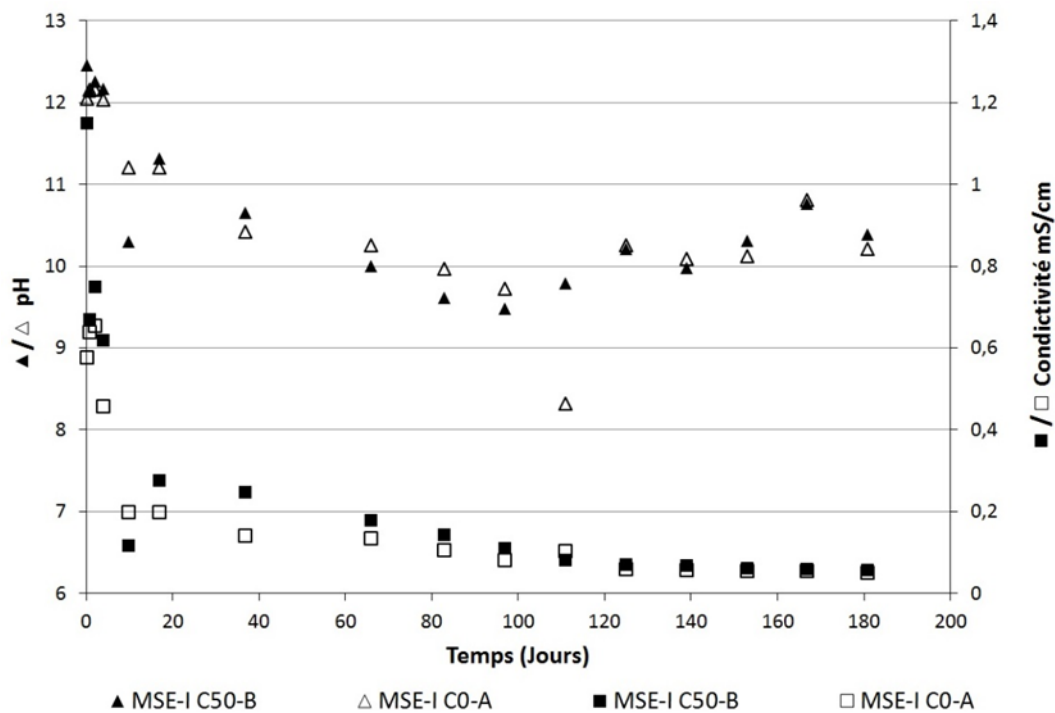


Figure 69. Évolution du pH et de la conductivité durant l'essai sur planche expérimental en scénario d'immersion

Le pH diminue de façon régulière pendant les 100 premiers jours, ensuite il semble se stabiliser entre 10 et 11. On peut attribuer la baisse du pH à la carbonatation. Néanmoins, le pH reste relativement élevé pour un matériau carbonaté ce qui peut s'expliquer par la nature même de l'essai. La conductivité décroît fortement (de 1,2 à 0,2 mS/cm) au cours des 64 premiers jours, ensuite elle se stabilise vers 0,1 mS/cm. Ce qui laisse supposer un relargage

initial important de chlorures puis relativement faible. Les évolutions du pH et de la conductivité sont identiques pour le béton C50-B et pour le béton C0-A. Les quantités cumulées de contaminants, de chlorures, de sulfates et d'éléments majeurs relargués au terme des 64 premiers jours (en suivant les échéances préconisées pour l'essai normalisé NF EN 15863) sont présentées dans le Tableau 67 et sont comparés, à titre indicatif, aux seuils du Soil Quality Decree (SQD) le référentiel néerlandais d'acceptabilité environnementale et sanitaire des matériaux de construction (van der Sloot et al., 2011).

Il est possible avec cette norme de déterminer le mécanisme principal de relargage des éléments et d'estimer le relargage cumulé sur une période plus longue. Le Tableau 67 présente donc également les quantités cumulées sur 6 mois de contaminants et d'éléments majeurs relargués ainsi que les quantités cumulées estimées sur 6 mois à partir des résultats obtenus sur les 64 premiers jours.

Les mécanismes principaux de contrôle du relargage des contaminants et éléments majeurs relargués en quantité suffisante pour ces calculs sont présentés dans le Tableau 66 et le détail de ces calculs sont présentés en Annexe IV-2.

Tableau 66. Mécanismes principaux contrôlant le relargage pour la planche expérimentale MSE-I d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863

	Ca	K	Mg	Na	Si	Ba	Se	Sn	V	Zn	Chlorures	Sulfates
C0-A	NI	NI	Diff	NI	NI	NI	NI	NI	Diff	NI	NI	NI
C50-B	NI	NI	NI	NI	NI	NI	NI	NI	NI-Diff	NI	NI	NI

Ni : Non Identifié ; Diff : Diffusion

Les seuils du SQD à 64 jours sont respectés par le béton contenant des sédiments (C50-B) autant que par le béton témoin (C0). Le mercure reste tout de même à analyser. Par rapport au béton témoin, le béton contenant des sédiments émet d'avantage de Ba, de Se, de V, de chlorures, de sulfates de K, de Na et moins de Cu, Sn et Zn à 64 jours et à 6 mois.

Tableau 67. Quantités de contaminants relargués cumulés à 64 jours, à 6 mois, et une extrapolation à 6 mois exprimées en mg/m²

Quantités relarguées cumulées en mg/m ²	C0-A			C50-B			Seuils du SQD à 64 jours
	64 jours	181 jours	Extrapolation 181 jours	64 jours	181 jours	Extrapolation 181 jours	
As	< 1,7	< 5,3	-	< 1,7	< 5,3	-	260
Ba	44 ± 1	47 ± 1	58 ± 2	47 ± 1	50 ± 1	62 ± 2	1500
Cd	< 0,07	0,12 ± 0,05	-	< 0,07	0,12 ± 0,05	-	3,8
Co	< 0,07	< 3,1	-	< 0,07	< 3,1	-	60
Cr	< 0,6	< 0,9	-	< 0,6	< 0,9	-	120
Cu	< 1,2	5,6 ± 0,9	-	< 1,2	2,3 ± 0,9	-	98
Hg	-	-	-	-	-	-	1,4
Mo	< 1,2	< 2,0	-	< 1,2	< 2,0	-	144
Ni	< 0,6	< 2,2	-	< 0,7	< 2,3	-	81
Pb	< 1,3	< 3,0	-	< 1,3	< 3,0	-	400
Sb	< 2,8	< 7,1	-	< 2,8	< 7,1	-	8,4
Se	3,84 ± 0,51	6,56 ± 3,23	4,7 ± 0,4	5,04 ± 0,34	7,76 ± 3,06	6,65 ± 0,45	4,8
Sn	4,8 ± 0,2	9,2 ± 0,6	6,4 ± 0,3	4,7 ± 0,4	7,1 ± 1,6	6,2 ± 0,6	50
V	5,6 ± 0,1	10,1 ± 0,1	7,4 ± 0,2	6,1 ± 0,1	10,7 ± 0,1	8,1 ± 0,2	320
Zn	10,6 ± 0,1	11,8 ± 0,1	14,0 ± 0,2	5,3 ± 0,1	6,1 ± 0,2	7,0 ± 0,2	800
Fluorures	< 128	< 255	-	< 128	< 255	-	2500
Chlorures	790 ± 128	1372 ± 255	1043 ± 167	3556 ± 128	4932 ± 255	4694 ± 169	110000
Sulfates	1833 ± 128	4514 ± 255	2420 ± 167	2560 ± 128	6487 ± 255	3379 ± 169	165000
Ca	9865 ± 77	13961 ± 102	13022 ± 102	10011 ± 103	13582 ± 124	13215 ± 136	-
Fe	2,8 ± 0,1	16,1 ± 1,1	3,7 ± 0,2	2,8 ± 0,2	16,8 ± 1,2	3,7 ± 0,3	-
K	63032 ± 330	65530 ± 345	83203 ± 436	94908 ± 657	98366 ± 677	125279 ± 868	-
Na	34350 ± 231	37744 ± 271	45342 ± 305	92965 ± 422	97263 ± 481	122715 ± 557	-
Si	1790 ± 14	3873 ± 38	2363 ± 19	1690 ± 12	3571 ± 22	2231 ± 16	-

Le Tableau 67 met en évidence une différence de relargage de constituants entre le matériau témoin et le matériau contenant des sédiments. Le Ba relargué par le C50-B semble plus important que le Ba relargué par le C0-A, ce qui n'est pas surprenant puisque le sable utilisé en témoin est également d'origine marine. A l'exception du Sn et du Zn pour les ETMM et du Ca et du Si pour les éléments majeurs, les éléments relargués le sont en quantités plus importantes pour C50-B que pour C0-A.

Les extrapolations à 6 mois sont imprécises du fait que les mécanismes principaux contrôlant le relargage ne sont pas identifiés d'autant plus que la méthodologie suivie pour cet essai, si elle se rapproche de celle décrite par la norme NF EN 15863 s'en distingue notamment par les volumes mis en œuvre et par l'absence d'agitation magnétique qui en découle.

Ces extrapolations surestiment le relargage de Ba, Zn, Na, sont justes pour le relargage des chlorures (C50-B uniquement), elles sous estiment les autre relargages. Les évolutions du relargage des éléments majeurs prépondérants (Ca, Fe, K, Na, Si) sont représentés en Figure 71, des ETMM quantifiables (Ba, Cu, Se, Sn, V et Zn) sont présentés en Figure 72 et des anions (chlorures et sulfates) sont présentés en Figure 70.

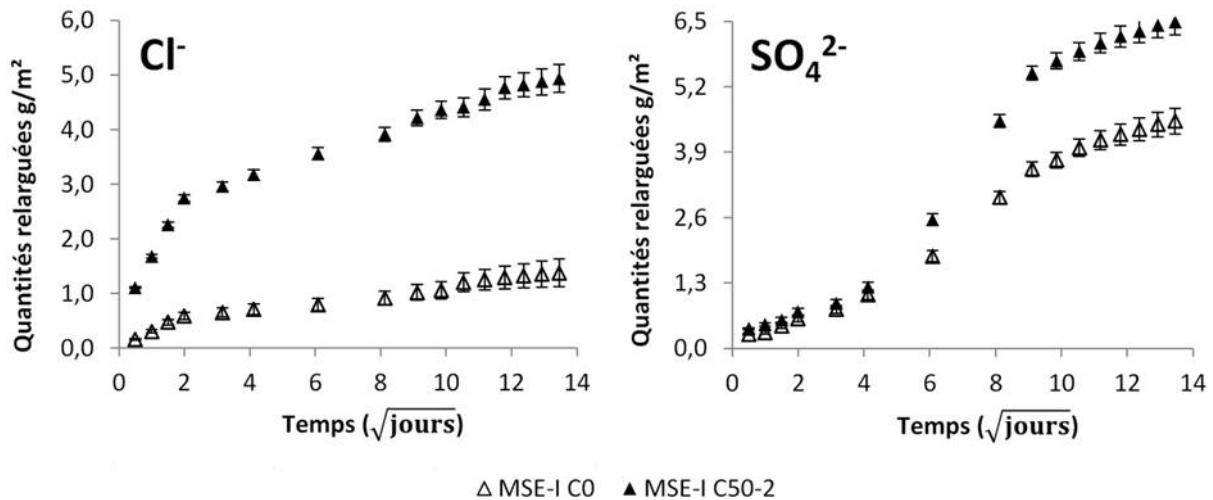


Figure 70. Évolution du relargage des chlorures et sulfates au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario d'immersion

Pour l'ensemble des éléments observées les dynamiques de relargage sont similaires qu'il s'agisse du béton témoin ou du béton C50-B, on suppose donc que les mécanismes contrôlant le relargage sont similaires indépendamment de la présence de sédiment parmi les constituants du matériau. Pour ce qui est du Fe, du Cu et du Zn, on observe un saut important sur les prélèvements entre les points du 64 et du 111ème jour. Pour Zn et Cu, on observe, à partir de ces points, une inversion des quantités relarguées entre le C50-B et le C0-A. Nous soupçonnons donc qu'il y a pu y avoir une contamination extérieure ponctuelle de l'essai. Cette hypothèse est aussi étayée par les conditions de réalisation de l'essai (abrité dans un container) et pourrait contribuer à expliquer l'écart entre le relargage cumulé observé et estimé pour ces éléments. La Figure 71 met en évidence une évolution similaire des relargages pour les éléments majeurs, ce qui laisse penser que les mécanismes contrôlant le relargage sont similaires, voire quasiment identiques en ce qui concerne le Ca et le Si.

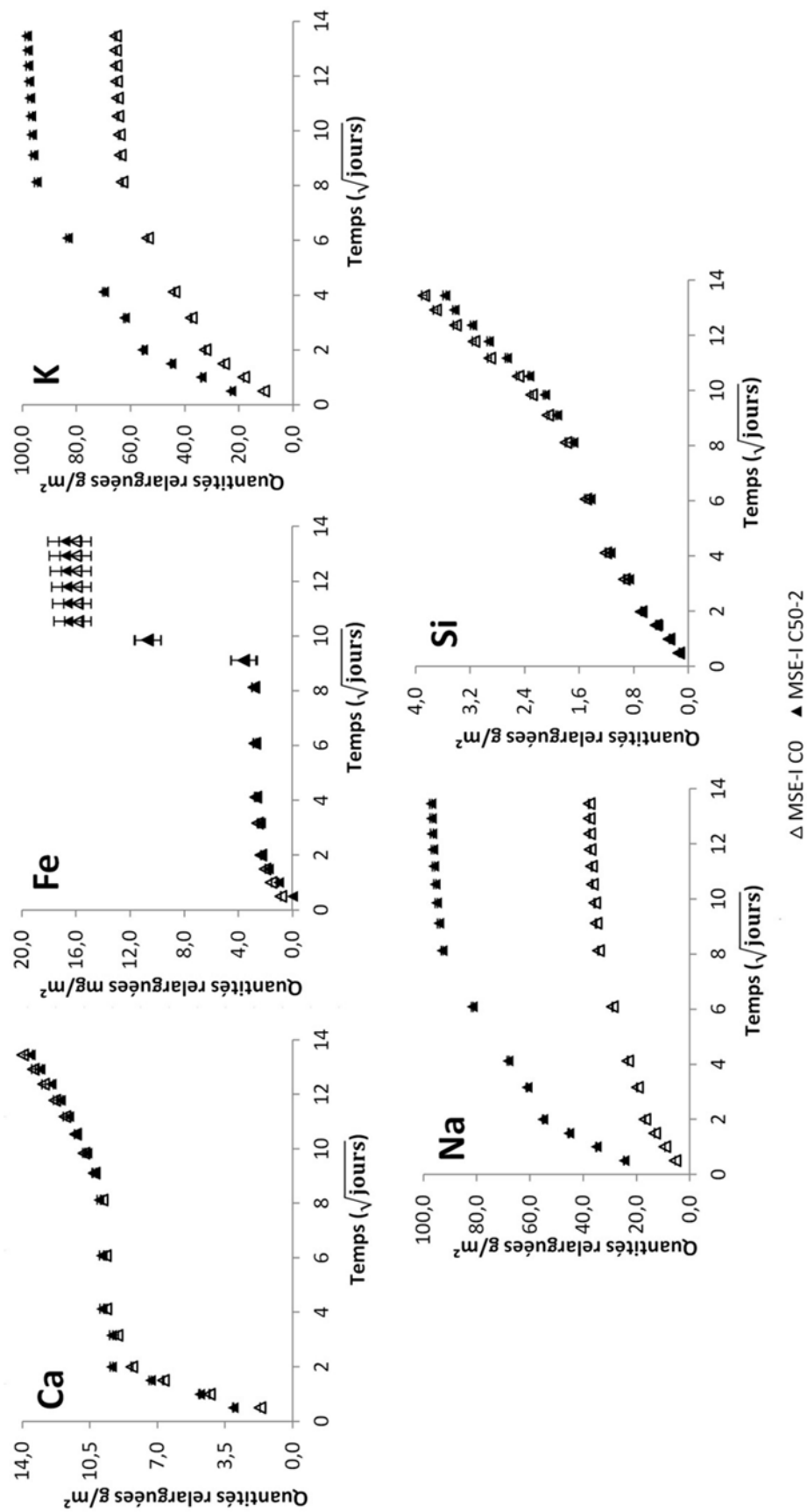


Figure 71. Évolution du relargage des éléments majeurs au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario d'immersion

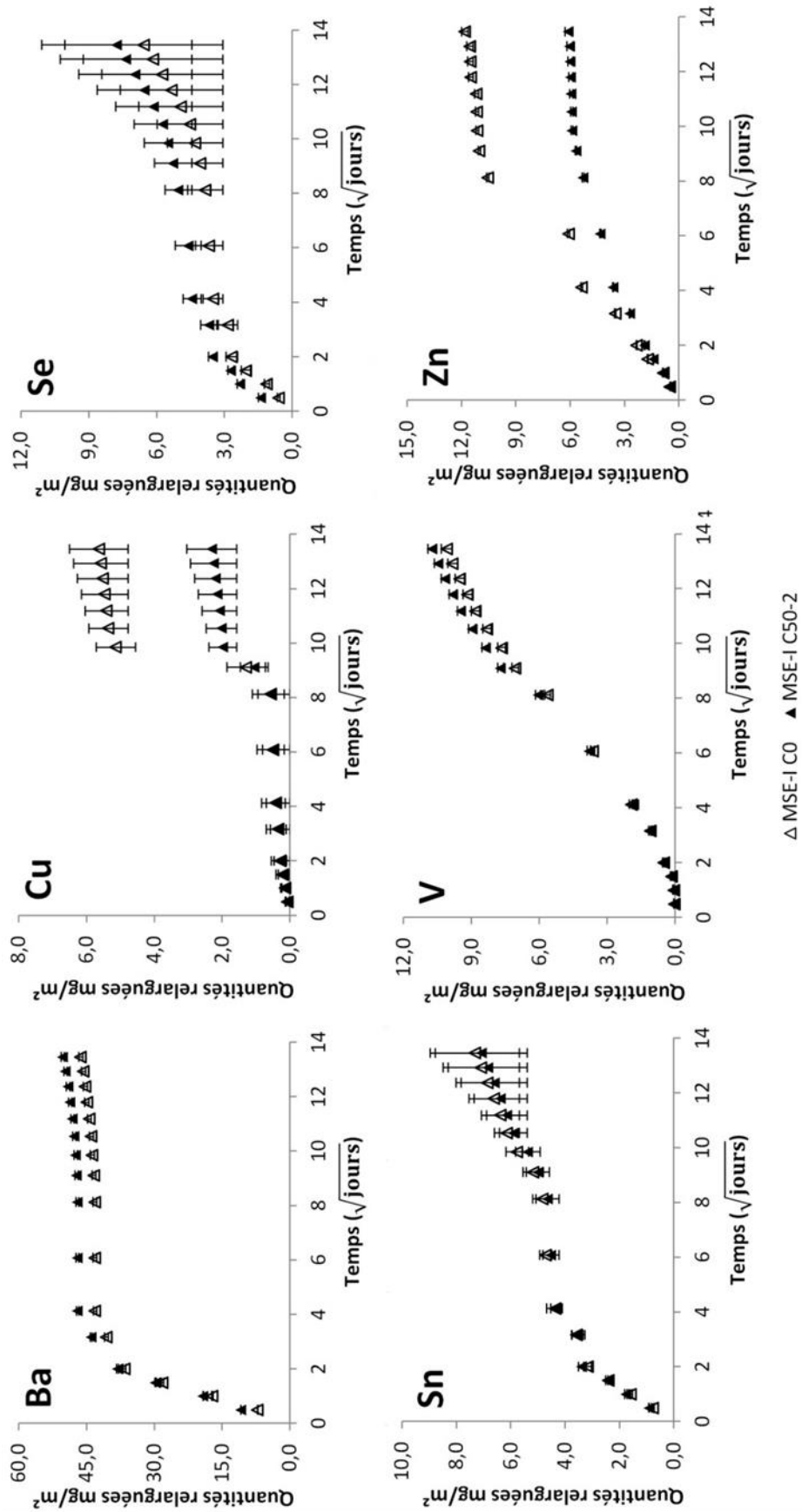


Figure 72. Évolution du relargage des ETMM au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario d'immersion

3.2.2. Planche expérimentale : étude du matériau en couche de surface (MSE-RO)

Les pH et conductivité mesurés pendant l'essai sur planche expérimentale en scénario d'immersion (MSE-RO) sont présentés par la Figure 73.

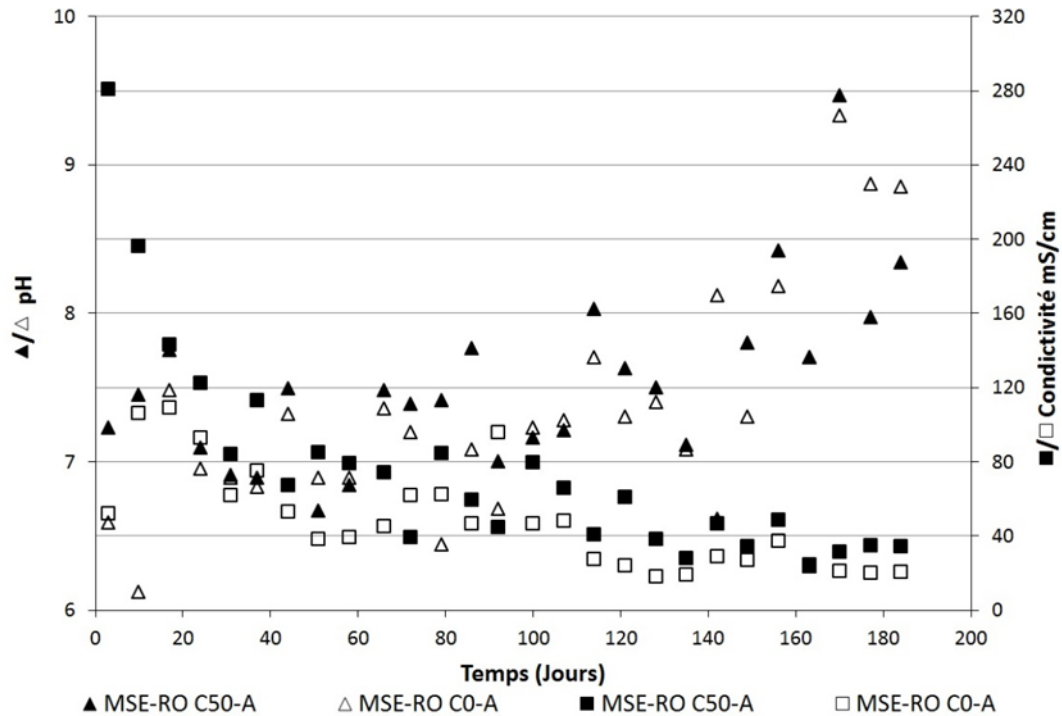


Figure 73. Évolution du pH et de la conductivité durant l'essai sur planche expérimental en scénario de ruissellement

Le pH oscille entre 6 et 7,5 les 130 premiers jours, puis il évolue progressivement entre les pH 7,5 et 9,5. Le pH initialement bas peut s'expliquer par une carbonatation rapide des matériaux. Le pH remonte ensuite légèrement. Cette remonté peut s'expliquer par le liant utilisé. En effet, le CEM III contient du laitier, contrairement au ciment portland, son hydratation est donc plus lente. La conductivité décroît fortement les 30 premiers jours passant de 280 mS/cm à 80 mS/cm pour le matériau C50-A, pour le matériau C0-A, elle varie de 40 à 120 mS/cm sur la même période. Pour les 2 matériaux, la conductivité décroît jusqu'à être inférieure à 40 mS/cm.

Les quantités cumulées de contaminants, de chlorures, de sulfates et d'éléments majeurs relargués au terme de l'essai (6 mois) sont présentés dans le Tableau 68. Pour l'ensemble des ETMM, les quantités cumulées relarguées au terme de l'essai par les matériaux C0-A et C50-A sont similaires. Pour les chlorures, sulfates et éléments majeurs (à

l'exception du Si), le relargage cumulé au terme de l'essai est plus important pour le matériau C50-A que pour le matériau C0-A.

Tableau 68. Quantités de contaminants relargués cumulés au bout de 6 mois exprimée en mg/m²

Quantités relarguées cumulées en mg/m ²	C0-A	C50-A
As	< 4,3	< 4,3
Ba	5,3 ± 0,2	5,4 ± 0,3
Cd	0,12 ± 0,03	< 0,39
Co	< 2,5	< 2,5
Cr	< 0,5	< 0,5
Cu	8,8 ± 0,6	7,5 ± 0,6
Hg	-	-
Mo	< 1,4	< 1,4
Ni	1,5 ± 0,9	1,5 ± 0,8
Pb	1,3 ± 1,1	1,6 ± 1,1
Sb	< 5,3	< 5,3
Se	< 6,6	< 6,6
Sn	< 3,9	< 3,9
V	1,3 ± 0,3	1,6 ± 0,3
Zn	146 ± 4,4	141 ± 4,4
Fluorures	< 225	< 225
Chlorures	1258 ± 225	2148 ± 225
Sulfates	3095 ± 225	5462 ± 225
Ca	468 ± 181	1348 ± 126
K	42214 ± 540	56161 ± 540
Na	40474 ± 540	78228 ± 540
Si	965 ± 574	1047 ± 568

Les évolutions du relargage des ETMM quantifiés sont présentées par la Figure 75 et des éléments majeurs et des chlorures et sulfates par la Figure 74. Pour l'ensemble des éléments observés (à l'exception du Ca, des chlorures et des sulfates) les dynamiques de relargage sont similaires qu'il s'agisse du béton témoin ou du béton C50-B, on suppose donc que les mécanismes contrôlant le relargage sont similaires indépendamment de la présence de sédiment parmi les constituants du matériau. Ce qui signifie que les ETMM issus des sédiments sont piégés dans la matrice de la même façon que les ETMM issus des autres constituants. Pour le Ca, les chlorures et les sulfates, l'évolution du relargage du matériau contenant des sédiments diffère du matériau témoin.

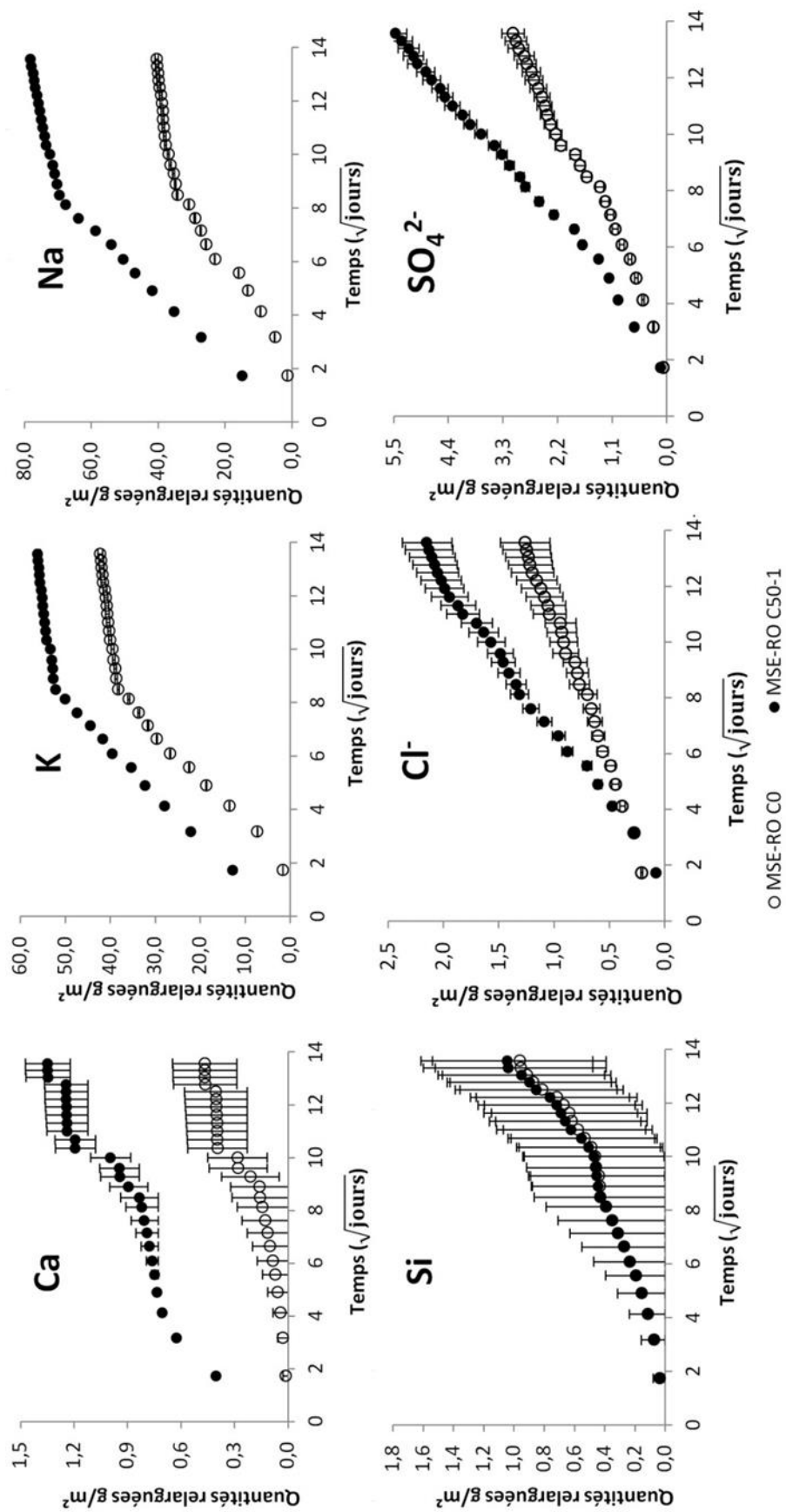


Figure 74. Évolution du relargage des éléments majeurs, des chlorures et des sulfates au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario de ruissellement

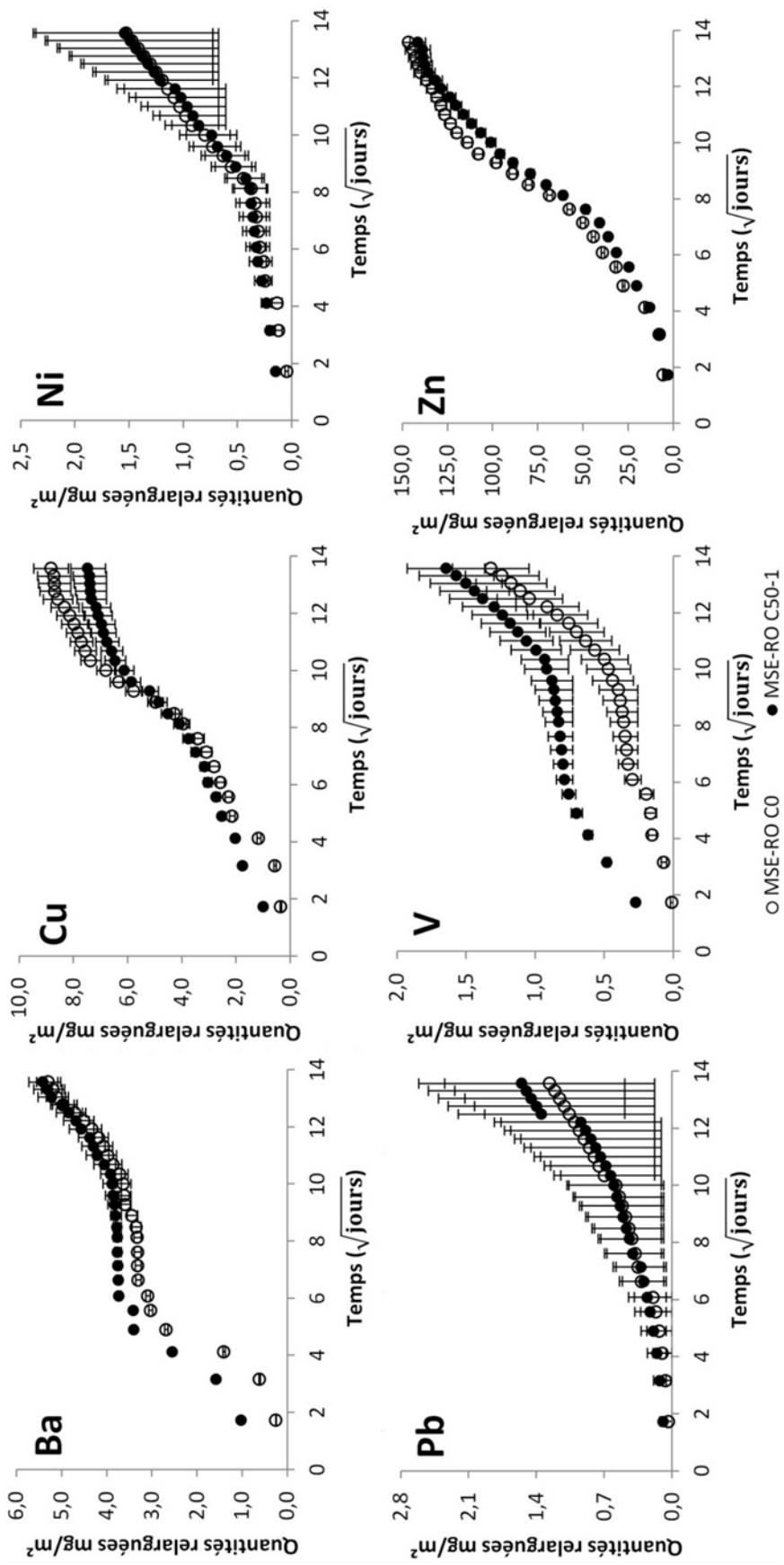


Figure 75. Évolution du relargage des ETMM au cours de l'essai sur planche expérimentale en scénario de ruissellement

Ces éléments étant très solubles leur mobilité est généralement contrôlée par un mécanisme de diffusion depuis les pores vers l'extérieur du matériau. L'apport de sédiment dans la matrice modifie les propriétés physico-chimiques de la matrice monolithique (teneurs plus élevées en substances solubles, augmentation de la porosité, modification de la tortuosité) ce qui implique une augmentation des flux dans l'eau.

Pour le Ca, la pente de relargage est beaucoup plus importante au début de l'essai pour le C50-A que pour le C0-A, à partir du 3ème prélèvement, l'évolution du relargage est similaire. Pour les chlorures et les sulfates, le relargage évolue suivant une droite dont la pente diffère pour C50-A et C0-A.

3.2.3. Comparaison des scénarios de suivi environnemental

Les essais de laboratoire en planches expérimentales des scénarios «immersion» et «ruissellement» ont permis de mettre en évidence des différences de comportement entre la formulation témoin (C0-A) et la formulation (C50-B) contenant du sédiment à hauteur de 50% en substitution de la fraction sableuse dans la formulation béton. La comparaison des approches permet également de mettre en évidence l'impact des scénarios sur le comportement à la lixiviation des éléments chimiques. Pour la formulation C50-B, les concentrations relarguées en Na, K, sulfates, chlorures sont plus élevées dans le scénario immersion que dans celui simulant le ruissellement (environ 4900 mg/m³ pour les chlorures en immersion contre 2100 mg/m³ en ruissellement). Ces éléments chimiques étant facilement mobilisables à partir de la matrice cimentaire, leur lixiviation est favorisée par le renouvellement dynamique de l'eau et le temps de contact relativement long de l'eau avec la matrice cimentaire. En effet, dans le scénario ruissellement ce temps de contact est beaucoup plus court, ce qui limite les échanges entre les phases solide et liquide, et en particulier la mise en place de phénomènes de diffusion. Cependant, ce scénario est particulièrement compatible avec le mécanisme de lessivage de surface. Ces résultats confirment l'impact important du scénario sur les émissions des substances dans l'eau et par conséquent sur les mécanismes de relargage sous-jacents.

Parmi les éléments chimiques quantifiés, le vanadium et le calcium affichent des comportements similaires dans les deux formulations en scénario «immersion» tandis que dans le scénario «ruissellement» la dynamique de relargage de ces éléments est différente en

fonction de la formulation considérée (avec un niveau de relargage plus élevé dans la formulation intégrant des sédiments). De la même manière, le comportement du zinc dans les deux formulations est similaire en scénario «ruissellement» tandis qu'en «immersion» la formulation contenant du sédiment relarguerait d'avantage. Cela confirme d'une part, l'impact du scénario sur les émissions de ces éléments chimiques, et d'autre part, cela révèle une sensibilité particulière de certains éléments à l'alternance séchage/humidification. Dans ces conditions particulières, plusieurs phénomènes peuvent être avancés pour expliquer la modification du comportement à la lixiviation de ces éléments chimiques.

- Le phénomène de séchage a lieu lorsque le matériau passe de l'état saturé à un état insaturé. L'eau des pores s'évapore de la surface vers le cœur du matériau selon un front de vaporisation et la vitesse de ce dernier diminue dans la zone localisée au cœur du matériau. Le processus d'évaporation d'une partie de l'eau conduit à la concentration des espèces solubles dans l'eau interstitielle du matériau, ainsi des précipités apparaissent sur les parois des pores, les obstruant partiellement, ce qui a également pour conséquence la réduction de la conductivité hydraulique du matériau lorsque sa teneur en eau diminue (plus le matériau est sec, moins il laisse passer l'eau facilement). Ce phénomène est potentiellement mis en jeu dans le scénario «ruissellement» où les blocs de béton peuvent sécher à l'air libre, ce qui n'est pas le cas dans le scénario «immersion».

- La carbonatation des matrices cimentaires est un phénomène très étudié dans le domaine des matériaux car ce mécanisme influe sur la durabilité des matériaux formulés. La carbonatation de ce type de matrices résulte de la réaction entre le CO₂ atmosphérique et les ions hydroxydes ce qui conduit à la précipitation de carbonates de calcium ou d'autres cations (plomb, zinc, ...). Cette réaction est généralement considérée comme un phénomène majeur impactant la microstructure des matériaux cimentaires exposés dans un milieu naturel. La Portlandite et d'autres composés hydratés susceptibles de se carbonater peuvent provoquer une diminution du pH de la solution interstitielle et l'obstruction partielle de la porosité à proximité de la surface d'échange. Ce phénomène a lieu en présence d'eau, par réaction du dioxyde de carbone dissous dans la solution des pores avec les composés susceptibles de se carbonater en solution. Les principaux processus physico-chimiques

impliqués dans la carbonatation sont : (i) la diffusion du CO₂ atmosphérique vers la phase gazeuse des pores de matériaux, (ii) la dissolution de la Portlandite dans l'eau interstitielle des matériaux et la diffusion des ions Ca²⁺ et OH⁻ dans l'eau interstitielle, (iii) la diffusion et la dissolution du CO₂ dans l'eau interstitielle et sa réaction avec les ions provenant de la dissolution de la Portlandite, (iv) la réaction du CO₂ dissous avec d'autres constituants susceptibles de se carbonater, et (v) l'obstruction de la porosité lors de la précipitation des produits de carbonatation, ce qui conduit à une réduction du volume poreux du matériau. La carbonatation peut se produire dans les scénarios «ruissellement» et «immersion» car dans les 2 cas les matériaux sont exposés à l'air ambiant et donc au CO₂ atmosphérique. Dans la zone carbonatée des matériaux, le pH de l'eau interstitielle est proche de 8, ce qui conduit à modifier la solubilité des espèces chimiques sensibles au pH tel que le zinc.

- L'interruption du contact du matériau avec le lixiviant extérieur peut conduire à l'apparition du phénomène de relaxation. Ce mécanisme apparaît préférentiellement lorsque le matériau est à l'état saturé et en l'absence de carbonatation. Les blocs de béton étudiés étant exposés à l'air libre dans le scénario « ruissellement », ce phénomène peut apparaître en début d'expérience avant le début de la carbonatation. Pendant la période de relaxation, les eaux interstitielles subissent les processus de transfert de matière par diffusion ou dissolution/précipitation à l'intérieur des matériaux pour mener à un nouvel état d'équilibre physico-chimique entre les phases liquide et solide. Pendant cette période, il n'y a pas d'évacuation des espèces chimiques dissoutes de l'eau interstitielle vers l'extérieur des matériaux. Ce phénomène influence directement le comportement des éléments traces et des éléments majeurs, comme le sodium ou le calcium, et indirectement la mobilité des éléments sensibles au pH suite aux modifications de pH engendrés par la solubilisation des éléments majeurs.

En conclusion, les essais de laboratoire en planche expérimentale ont permis d'étudier le potentiel de relargage des matériaux fabriqués en prenant en compte des facteurs d'influence relevant de conditions réelles d'exposition. Cela a permis de mettre en évidence l'influence des scénarii «immersion» et «ruissellement» sur la dynamique des substances chimiques détectés dans les matériaux formulés. Les deux scénarii étudiés sont significatifs, c'est-à-dire qu'ils génèrent chacun une modification qualitative et quantitative

notable du comportement des substances chimiques au sein du terme source. Il paraît donc pertinent, d'envisager l'élaboration de modèles géochimiques prédictifs visant à vérifier les hypothèses mécanistiques avancées pour confirmer les phénomènes évoqués ci-dessus et identifier leur rôle dans la dynamique des substances chimiques. Dans tous les cas, l'élaboration de modèles de comportement devra intégrer un couplage chimie/hydrodynamique, ce qui nécessitera notamment une phase de calibrage à l'aide d'essais normalisés ou standardisés de laboratoire (notamment des essais de lixiviation en fonction du pH, des essais de percolation à flux ascendants, et des extractions chimiques spécifiques pour la détermination des compartiments réactifs du matériau cimentaire).

3.3. Étude sur le terrain

Les données de précipitations sur la période de suivi sont présentées en Figure 76. Ces données ont été obtenues en compilant les mesures journalières sur la ville de Dunkerque relevée par le site de Meteociel (Meteociel, 2018).

La pluviométrie cumulée pour la période de suivi est de 794,5 mm pour Dunkerque. Pour chaque scénario, il a été admis que pour chaque évènement pluvieux un volume d'eau est absorbé par le béton et est donc à déduire de la pluviométrie pour estimer le volume de lixiviant. Ne pouvant pas être certains de la continuité des évènements pluvieux sur le site du pilote, le choix a été fait de considérer qu'il y avait eu un seul évènement pluvieux pour chaque prélèvement. En effet, cette simplification était nécessaire puisque le nombre de coupures détectées par Meteociel impliquaient une absorption de la pluviométrie dans son intégralité quand bien même de l'éluat avait pu être prélevé.

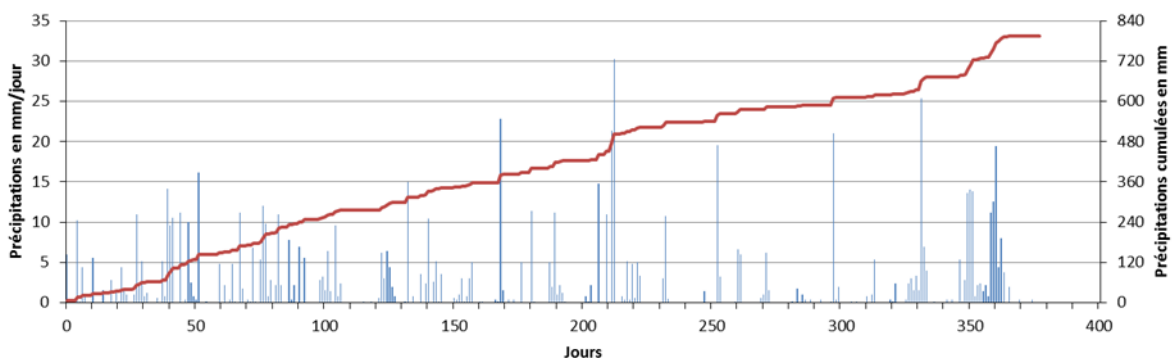


Figure 76. Précipitations journalières et cumulées sur la période de suivi du pilote exprimées en mm

Même avec cette simplification, il a été nécessaire pour un prélèvement en été (semaines du 19/07/2016 au 01/08/2016) de considérer qu'il n'y avait pas eu d'absorption étant donné la faible pluviométrie sur la période (17,1 mm) et la présence d'éluat dans les cuves.

Les eaux collectées par les Owens ont été analysées afin d'estimer la contamination extérieure au pilote. Les résultats sont présentés dans le Tableau 69. Les concentrations en ETMM analysés dans les eaux de pluie sont inférieures aux limites de quantification pour la majorité des prélèvements à l'exception du Ba, du Cr, du Cu et du Zn. Ces concentrations dépendant également du vent et des poussières entrant en contact avec les Owens, il n'est pas étonnant d'observer une variabilité conséquente des différents échantillons pour une même période. Étant donné la proximité avec le milieu marin, il n'est pas étonnant d'analyser des concentrations en chlorures et sulfates quantifiables dans ces eaux.

Tableau 69. Contenus en contaminant des eaux collectées dans les owens aux différentes dates de prélèvement

Unité	µg/L													mg/L			
	Date	As	Ba	Cd	Cr	Cu	Hg	Mo	Ni	Pb	Sb	Se	Zn	V	Fluorures	Chlorures	Sulfates
	01/12/2015	<7,5	84,3±18,0	<2,0	<2,0	2,2±0,2	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	124,2±12,2	<2,5	<0,5	1,8±0,2	2,0±0,1
	15/12/2015	<7,5	132,7±58,3	<2,0	<2,0	4,0±1,1	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	16,7±5,2	<2,5	<0,5	7,5±0,9	2,8±0,2
	05/01/2016	<7,5	107,9±91,2	<2,0	<2,0	3,7±0,1	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	7,8±3,9	<2,5	<0,5	4,4±0,4	1,2±0,1
	19/01/2016	<7,5	102,7±99,1	<2,0	<2,0	2,2±0,2	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	11,3±3,3	<2,5	<0,5	12,2±2,7	3,0±0,5
	02/02/2016	<7,5	4,3±0,4	<2,0	<2,0	4,0±1,1	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	12,3±3,3	<2,5	<0,5	4,3±2,9	2,2±0,8
	16/02/2016	<7,5	38,7±7,7	<2,0	<2,0	1,7±0,7	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	21,9±4,7	<2,5	<0,5	11,4±0,5	2,3±0,2
	01/03/2016	<7,5	57,0±0,5	<2,0	<2,0	1,7±0,7	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	33,7±3,0	<2,5	<0,5	3,1±0,4	1,6±0,1
	15/03/2016	<7,5	103,8±17,9	<2,0	2,3±0,7	2,0±0,7	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	26,0±0,1	<2,5	<0,5	6,9±0,3	2,5±0,6
	29/03/2016	<7,5	54,1±24,8	<2,0	1,7±0,7	2,0±0,7	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	25,8±2,2	<2,5	<0,5	4,8±0,1	1,72±0,03
	12/04/2016	<7,5	53,0±34,0	<2,0	2,0±0,7	5,0±0,7	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	35,1±13,2	<2,5	<0,5	2,1±0,1	2,1±0,1
	26/04/2016	<7,5	132,9±124,4	<2,0	<2,0	5,3±0,4	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	27,6±8,5	<2,5	<0,5	6,1±0,1	3,2±0,1
	10/05/2016	<7,5	148,5±119,1	<2,0	7,0±0,3	4,2±0,9	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	32,4±10,3	<2,5	<0,5	5,3±0,2	3,6±0,2
	24/05/2016	<7,5	123,3±79,4	<2,0	2,3±0,3	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	27,3±2,4	<2,5	<0,5	1,8±0,2	2,0±0,1
	07/06/2016	<7,5	64,3±14,2	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	30,7±5,7	<2,5	<0,5	12,6±0,7	3,2±0,1
	21/06/2016	<7,5	98,2±14,0	<2,0	4,0±0,7	7,5±0,9	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	138,1±21,1	5,0±2,2	<0,5	1,5±0,4	1,1±0,2
	05/07/2016	<7,5	291,3±196,6	<2,0	3,7±0,3	8,8±0,4	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	3,8±0,7	7,1±0,4	<0,5	<1,0	<1,0
	19/07/2016	<7,5	152,3±104,8	<2,0	9,3±4,0	32,0±24,5	<5,0	<2,0	15,2±12,6	12,5±0,8	<20,5	<2,0	150,4±142,8	8,1±5,4	<0,5	5,0±3,5	2,4±0,4
	02/08/2016	<7,5	17,1±5,5	<2,0	<2,0	12,5±1,1	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	12,5±1,2	<2,5	<0,5	1,2±0,1	2,2±0,3
	16/08/2016	<7,5	27,6±17,7	<2,0	5,2±3,8	7,0±6,5	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	7,0±4,8	<2,5	<0,5	2,4±0,1	1,4±0,1
	30/08/2016	<7,5	204,0±165,7	<2,0	30,0±16,1	9,9±8,9	<5,0	2,3±0,7	4,8±2,6	<5,0	<20,5	<2,0	16,4±15,0	<2,5	<0,5	9,3±0,3	3,4±0,3
	13/09/2016	<7,5	18,4±16,1	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	9,4±1,6	9,5±1,6	<0,5	5,0±0,7	5,2±0,7
	27/09/2016	<7,5	8,1±0,5	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	13,2±5,5	<2,5	<0,5	4,4±0,1	2,4±0,3
	11/10/2016	<7,5	7,8±1,2	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	17,1±6,9	<2,5	<0,5	7,5±0,1	2,8±0,2
	26/10/2016	<7,5	6,0±0,6	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	9,7±0,3	<2,5	<0,5	4,3±0,2	<1,0
	08/11/2016	<7,5	4,0±2,6	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	7,8±1,2	<2,5	<0,5	5,5±0,3	2,1±0,2
	22/11/2016	<7,5	<2,0	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	<3,5	<2,5	<0,5	4,5±0,7	<1,0
	06/12/2016	<7,5	17,7±6,4	<2,0	<2,0	<2,0	<5,0	<2,0	<3,8	<5,0	<20,5	<2,0	36,2±6,2	<2,5	<0,5	14,8±0,9	9,4±0,5

3.3.1. Flux de contaminants dans les eaux de ruissellement (PSE-RO)

Afin de mettre en évidence le relargage d'éléments lors du ruissellement de l'eau de pluie sur le pilote expérimental, un volume de lixiviant ruisselant est estimé à partir des précipitations, et de l'absorption des pilotes. L'absorption des pilotes par événement pluvieux a pu être estimée sur la base de simulations de pluies sur le pilote, il y aurait donc 1,63 mm de pluie absorbée par les pilotes. Le volume de lixiviant ruisselant ainsi que le ratio liquide-surface cumulé résultant sont présentés en Figure 77. Les lixiviats ont pu être analysés toutes les 2 semaines et la quantité cumulée de contaminants relargués dans les eaux de ruissellement a été calculée et est présentée dans le Tableau 70. Les résultats obtenus dans les prélèvements issus des owens ont été soustraits aux résultats bruts pour obtenir un résultat corrigé prenant en compte une partie de la contamination extérieure.

Pour l'ensemble les ETMM analysés, les fluorures, les chlorures et les sulfates, les quantités relarguées cumulées sont très inférieures aux seuils proposés par le SETRA (Ministère de l'Écologie et du Développement Durable and Cerema, 2015) pour les essais lysimétriques et plots expérimentaux dans le cadre du volet 3 de l'évaluation de l'acceptabilité environnementale de matériaux alternatifs en technique routière. Ces seuils ne sont pas dépassés même lorsque l'on ne prend pas les résultats des analyses des owens en compte.

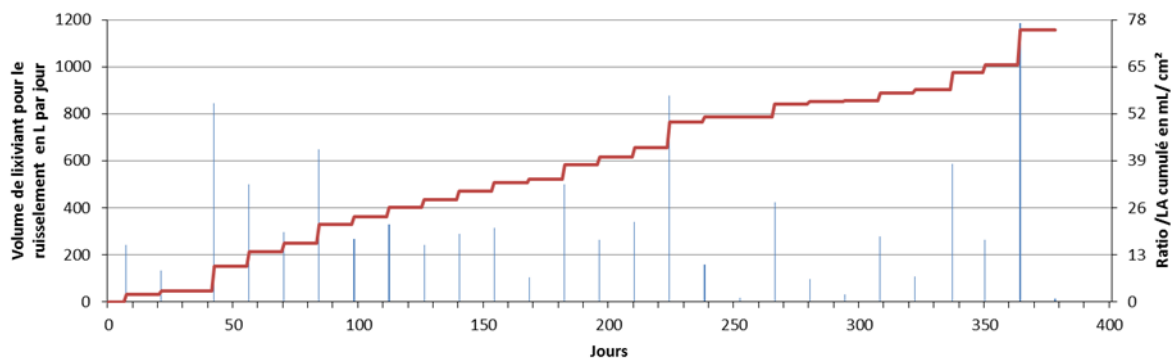


Figure 77. Volume de lixiviant ruisselant sur la période de suivi du pilote exprimé en L par jour ainsi que la correspondance en ratio liquide/surface (ratio L/A) cumulé dans le temps

Tableau 70. Quantités de contaminants relargués cumulés dans les eaux de ruissellement sur la période de suivi exprimées en mg/m²

Paramètres	C50-A		C30-A		C0-A		Seuils SETRA 2015
	Brut	Correction Owen	Brut	Correction Owen	Brut	Correction Owen	
As	3,69 ± 0,55	3,06 ± 0,34	4,14 ± 0,59	3,53 ± 0,29	2,62 ± 0,59	1,93 ± 0,29	10
Ba	60,36 ± 0,04	29,28 ± 0,09	51,69 ± 0,03	20,82 ± 0,04	109,14 ± 0,03	79,42 ± 0,02	700
Cd	< 1,18	< 1,18	< 1,18	< 1,18	< 1,18	< 1,18	4
Cr	2,00 ± 0,29	1,08 ± 0,33	1,91 ± 0,29	1,12 ± 0,37	2,49 ± 0,29	1,68 ± 0,38	50
Cu	3,16 ± 0,22	1,64 ± 0,32	3,26 ± 0,24	1,41 ± 0,26	2,81 ± 0,23	1,01 ± 0,14	625
Hg	< 0,50	< 0,50	< 0,50	< 0,50	< 0,50	< 0,50	1
Mo	5,81 ± 0,06	5,10 ± 0,71	4,35 ± 0,04	3,61 ± 0,71	3,80 ± 0,11	3,18 ± 0,62	70
Ni	2,30 ± 0,19	1,67 ± 0,52	2,23 ± 0,24	1,64 ± 0,51	1,50 ± 0,58	0,83 ± 0,41	20
Pb	< 3,64	< 3,64	< 3,64	< 3,64	< 3,64	< 3,64	10
Sb	< 2,85	< 2,85	< 2,85	< 2,85	< 2,85	< 2,85	5
Se	< 3,70	< 3,70	< 3,70	< 3,70	< 1,48	< 1,48	6
Zn	6,33 ± 0,07	0,94 ± 0,03	5,45 ± 0,09	0,31 ± 0,03	7,79 ± 0,18	0,97 ± 0,06	625
V	16,26 ± 1,59	15,59 ± 0,68	14,72 ± 0,03	13,37 ± 1,35	11,4 ± 1,59	10,25 ± 1,40	-
Fluorures	257 ± 50	191 ± 65	224 ± 50	138 ± 86	191 ± 50	112 ± 79	750
Chlorures	42813 ± 160	38969 ± 160	57796 ± 160	54038 ± 160	22127 ± 160	18053 ± 160	125000
Sulfates	37046 ± 160	35776 ± 72	42450 ± 160	41203 ± 72	21390 ± 160	19491 ± 160	125000

La formulation C30-A a été ajoutée par la suite pour répondre à une demande spécifique de la partie mécanique du projet Sédicycle, nous n'avons pas pu réaliser d'autres essais sur cette formulation et sa mise en œuvre en pilote ayant été légèrement différée elle ne présente pas le même temps de cure ce qui explique un relargage légèrement plus important que pour la formulation C50-A alors que la proportion de sédiment est plus faible. Il est donc délicat de comparer les résultats obtenus pour le C30-A avec ceux obtenus pour le C50-A et le C0-A.

3.3.2. Flux de contaminants dans les eaux latérales (PSE-LAT)

Afin de mettre en évidence le relargage d'élément du a la stagnation d'eau de pluie le pilote expérimental permet la collecte des eaux de contact avec les pans latéraux du pilote. Le volume de lixiviant latéral est calculé sur la base des précipitations, des dimensions des fosses latérales et de l'absorption.

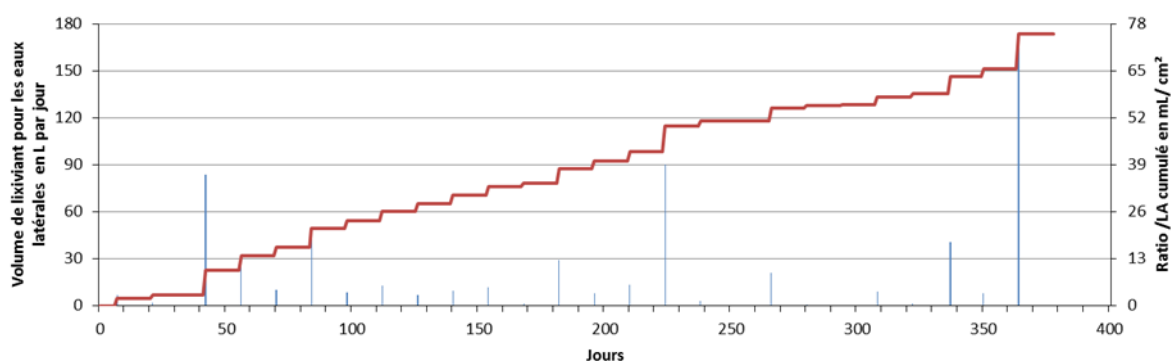


Figure 78. Volume de lixiviant dans les fosses latérales du pilote sur la période de suivi exprimé en L par jour ainsi que la correspondance en ratio liquide/surface (ratio L/A) cumulé dans le temps

Le ratio liquide-surface varie à chaque précipitation en fonction de la hauteur d'eau dans la fosse, le ratio L/A cumulé ainsi que les volumes de lixiviants ont été calculés pour chaque évènement pluvieux et sont présentés en Figure 78.

Tableau 71. Quantités de contaminants relargués cumulés dans les eaux latérales et de percolation sur la période de suivi exprimées en mg/m²

Paramètres	C50-A		C30-A		C0-A		Seuils SETRA 2015
	Brut	Correction Owen	Brut	Correction Owen	Brut	Correction Owen	
As	1,82 ± 0,45	1,31 ± 0,23	3,57 ± 0,22	3,16 ± 0,11	1,59 ± 0,56	0,94 ± 0,29	10
Ba	38,29 ± 0,04	8,89 ± 0,07	46,78 ± 0,02	21,49 ± 0,03	62,77 ± 0,03	30,82 ± 0,02	700
Cd	< 1,12	< 1,12	< 1,12	< 1,12	< 1,12	< 1,12	4
Cr	1,20 ± 0,41	0,62 ± 0,28	3,41 ± 0,05	2,58 ± 0,37	1,20 ± 0,35	< 0,78	50
Cu	3,02 ± 0,17	2,12 ± 0,32	4,52 ± 0,19	3,40 ± 0,24	1,95 ± 0,27	0,46 ± 0,15	625
Hg	< 0,50	< 0,50	< 0,50	< 0,50	< 0,50	< 0,50	1
Mo	2,44 ± 0,04	1,86 ± 0,58	2,78 ± 0,20	2,20 ± 0,56	1 ± 0,45	< 1,00	70
Ni	1,71 ± 0,05	1,14 ± 0,49	2,33 ± 0,06	1,70 ± 0,53	0,82 ± 0,52	< 0,80	20
Pb	< 3,00	< 3,00	< 3,00	< 3,00	< 3,00	< 3,00	10
Sb	0,61 ± 0,30	0,45 ± 0,15	0,77 ± 0,30	0,58 ± 0,15	0,72 ± 0,47	0,45 ± 0,24	5
Se	< 3,17	< 3,17	< 1,64	< 1,64	< 3,54	< 3,54	6
Zn	7,02 ± 0,15	1,88 ± 0,03	10,09 ± 0,02	2,63 ± 0,23	10,55 ± 0,09	2,35 ± 0,03	625
V	4,34 ± 0,23	3,18 ± 0,42	22,04 ± 2,28	20,77 ± 0,42	4,43 ± 0,13	3,18 ± 1,25	-
Fluorures	< 299	< 299	< 299	< 299	< 299	< 299	750
Chlorures	14036 ± 228	10852 ± 228	12134 ± 228	8651 ± 228	6221 ± 228	2684 ± 228	125000
Sulfates	17627 ± 228	16626 ± 70	24026 ± 228	22867 ± 70	9792 ± 228	8099 ± 70	125000

Les résultats des analyses de lixiviat des eaux latérales sont donnés avec et sans corrections par les analyses des owens et sont comparés aux seuils du SETRA dans le Tableau 71. La même remarque que précédemment s'applique pour les résultats obtenus pour la piste C30-A. Les résultats du relargage cumulés sur les eaux latérales sont plus faibles que ceux obtenus sur les eaux de ruissellement. De la même façon que pour les eaux de ruissellement, les relargages cumulés obtenus sont très inférieurs aux seuils du SETRA (Ministère de l'Écologie et du Développement Durable and Cerema, 2015).

3.3.3. Flux totaux de contaminants (PSE-TOT)

Le seuil préconisé par le SETRA pour le volet 3 de l'évaluation de l'acceptabilité environnementale de matériaux alternatifs en technique routière a été établi pour les lysimètres et plot expérimentaux et donc pour être comparés à des percolats. Or pour notre pilote ce sont des eaux de ruissellement et des eaux de contact latéral qui ont été collectés. Ce seuil reste toute même applicable en considérant l'ouvrage en tant que terme source indépendamment des vecteurs de transfert des contaminants. Il convient donc de comparer ces seuils au flux total de contaminants plutôt que séparément aux eaux de ruissellement et aux eaux latérales. Le Tableau 72 présente les quantités totales de contaminants relargués cumulés sur la période de suivi.

En cumulant ces 2 relargages, on obtient un flux total de contaminant relargués sur un an par le pilote. Ces flux restent inférieurs aux seuils du SETRA (Ministère de l'Écologie et du Développement Durable and Cerema, 2015) à l'exception du Se potentiellement légèrement supérieur (incertitude due aux limites de quantifications obtenues lors des analyses). Le Ba et le Zn sont davantage relargués par le pilote témoin que par le pilote C50-A, les autres ETMM sont davantage relargués par le pilote contenant des sédiments. Les fluorures, les chlorures et les sulfates relargués sont supérieurs pour la formulation contenant des sédiments (2,5 fois plus pour les chlorures et 2 fois plus pour les sulfates) ce qui est cohérent avec les résultats des planches expérimentales.

Tableau 72. Somme des quantités de contaminants relargués par ruissellement et dans les eaux latérales cumulées sur la période de suivi exprimées en mg/m²

Paramètres	C50-A		C30-A		C0-A		Seuils SETRA 2015
	Brut	Correction Owen	Brut	Correction Owen	Brut	Correction Owen	
As	5,51 ± 1,00	4,37 ± 0,57	7,71 ± 0,81	6,69 ± 0,40	4,21 ± 1,15	2,87 ± 0,58	10
Ba	98,65 ± 0,08	38,17 ± 0,16	101,47 ± 0,05	42,31 ± 0,07	172,89 ± 0,06	110,24 ± 0,04	700
Cd	< 2,30	< 2,30	< 2,30	< 2,30	< 2,30	< 2,30	4
Cr	3,20 ± 0,70	1,70 ± 0,61	5,32 ± 0,34	3,70 ± 0,74	3,69 ± 0,64	2,07 ± 0,77	50
Cu	6,18 ± 0,39	3,76 ± 0,64	7,78 ± 0,43	4,81 ± 0,50	4,76 ± 0,50	1,47 ± 0,29	625
Hg	< 1,00	< 1,00	< 1,00	< 1,00	< 1,00	< 1,00	1
Mo	8,25 ± 0,10	6,96 ± 1,29	7,13 ± 0,24	5,81 ± 1,27	4,80 ± 0,56	3,68 ± 1,12	70
Ni	4,01 ± 0,24	2,81 ± 1,01	4,56 ± 0,30	3,34 ± 1,04	2,32 ± 1,10	1,23 ± 0,81	20
Pb	< 6,64	< 6,64	< 6,64	< 6,64	< 6,64	< 6,64	10
Sb	< 3,77	< 3,45	< 3,92	< 3,58	< 4,04	< 3,54	5
Se	< 6,87	< 6,87	< 5,34	< 5,34	< 5,02	< 5,02	6
Zn	13,35 ± 0,22	2,82 ± 0,06	15,54 ± 0,11	2,94 ± 0,26	18,34 ± 0,27	3,32 ± 0,09	625
V	20,60 ± 1,82	18,77 ± 1,10	36,76 ± 2,31	34,14 ± 1,77	15,83 ± 1,72	13,43 ± 2,65	-
Fluorures	407 ± 200	341 ± 215	374 ± 200	288 ± 236	341 ± 200	262 ± 229	750
Chlorures	56849 ± 388	49821 ± 388	69930 ± 388	62689 ± 388	28348 ± 388	20737 ± 388	125000
Sulfates	54673 ± 388	52402 ± 142	66476 ± 388	64070 ± 142	31182 ± 388	27590 ± 230	125000

4. Discussion

4.1. Comparaison des 2 échelles : planches et pilotes expérimentaux

Pour chaque échelle, il est possible de calculer un débit journalier pour les contaminants relargués dans les différents scénarios testés, en planche expérimentale de ruissellement (ME-RO), d'immersion (MSE-I), en pilote en scénario de ruissellement (PSE-RO), d'eaux stagnantes latérales (PSE-LAT) et pour la somme de ces 2 flux pour le pilote (PSE-TOT). Le calcul de ce débit a pour but de comparer des relargages obtenus sur des durées de temps différentes, 6 mois pour les planches expérimentales et 1 an pour les pilotes.

Les résultats de ce calcul sont présentés dans le Tableau 73, ils mettent en évidence l'impact du scénario sur les flux de contaminants mesurés.

Cependant la comparaison des résultats obtenus à différentes échelles montre que les comportements à la lixiviation observés à l'échelle du laboratoire ne sont pas corrélés aux comportements observés à l'échelle pilote.

Tableau 73. Débits journaliers de contaminants en $\mu\text{g}/\text{j}\cdot\text{m}^2$ pour les planches et les pilotes expérimentaux

$\mu\text{g}/\text{j}\cdot\text{m}^2$	MSE-I			MSE-RO			PSE-RO			PSE-LAT			PSE-TOT			
	C0-A	C50-B	C0-A	C0-A	C50-B	C0-A	C0-A	C50-B	C0-A	C50-B	C0-A	C50-B	C0-A	C50-B	C0-A	C50-B
As	< 29,3	< 29,3	< 23,8	10,7 ± 1,6	< 23,8	16,9 ± 1,9	5,2 ± 1,6	16,9 ± 1,9	5,2 ± 1,6	7,2 ± 1,3	15,9 ± 3,2	24,1 ± 3,1	15,9 ± 3,2	24,1 ± 3,1	15,9 ± 3,2	24,1 ± 3,1
Ba	259,7 ± 5,5	276,2 ± 5,5	29,3 ± 1,1	438,8 ± 0,1	29,8 ± 1,7	161,8 ± 0,5	170,3 ± 0,1	161,8 ± 0,5	170,3 ± 0,1	49,1 ± 0,4	609,1 ± 0,2	210,9 ± 0,9	609,1 ± 0,2	210,9 ± 0,9	609,1 ± 0,2	210,9 ± 0,9
Cd	0,7 ± 0,3	0,7 ± 0,3	0,7 ± 0,2	< 6,5	< 2,2	< 6,5	< 6,2	< 6,5	< 6,2	< 6,2	< 12,7	< 12,7	< 12,7	< 12,7	< 12,7	< 12,7
Co	< 17,1	< 17,1	< 13,8	-	< 13,8	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Cr	< 5,0	< 5,0	< 2,8	9,3 ± 2,1	< 2,8	6,0 ± 1,8	< 4,3	6,0 ± 1,8	< 4,3	3,4 ± 1,5	11,4 ± 4,3	9,4 ± 3,4	11,4 ± 4,3	9,4 ± 3,4	11,4 ± 4,3	9,4 ± 3,4
Cu	30,9 ± 5,0	12,7 ± 5,0	48,6 ± 3,3	5,6 ± 0,8	41,4 ± 3,3	9,1 ± 1,8	2,5 ± 0,8	9,1 ± 1,8	2,5 ± 0,8	11,7 ± 1,8	8,1 ± 1,6	20,8 ± 3,5	8,1 ± 1,6	20,8 ± 3,5	8,1 ± 1,6	20,8 ± 3,5
Hg	-	-	-	< 2,8	-	< 2,8	< 2,8	< 2,8	< 2,8	< 2,8	< 5,5	< 5,5	< 5,5	< 5,5	< 5,5	< 5,5
Mo	< 11,1	< 11,1	< 7,7	17,6 ± 3,4	< 7,7	28,2 ± 3,9	< 5,5	28,2 ± 3,9	< 5,5	10,3 ± 3,2	20,3 ± 6,2	38,5 ± 7,1	20,3 ± 6,2	38,5 ± 7,1	20,3 ± 6,2	38,5 ± 7,1
Ni	< 12,2	< 12,7	8,3 ± 5,0	4,6 ± 2,3	8,3 ± 4,4	9,2 ± 2,9	< 4,4	9,2 ± 2,9	< 4,4	6,3 ± 2,7	6,8 ± 4,5	15,5 ± 5,6	6,8 ± 4,5	15,5 ± 5,6	6,8 ± 4,5	15,5 ± 5,6
Pb	< 16,6	< 16,6	7,2 ± 6,1	< 20,1	8,8 ± 6,1	< 20,1	< 16,6	< 20,1	< 16,6	< 16,6	< 36,7	< 36,7	< 36,7	< 36,7	< 36,7	< 36,7
Sb	< 39,2	< 39,2	< 29,3	< 15,7	< 29,3	< 15,7	2,5 ± 1,3	< 15,7	2,5 ± 1,3	2,5 ± 0,8	< 19,6	< 19,1	< 19,6	< 19,1	< 19,6	< 19,1
Se	36,2 ± 17,9	42,9 ± 16,9	< 36,5	< 8,2	< 36,5	< 20,4	< 19,6	< 20,4	< 19,6	< 17,5	< 27,7	< 38,0	< 27,7	< 38,0	< 27,7	< 38,0
Sn	50,8 ± 3,3	39,2 ± 8,8	< 21,5	-	< 21,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
V	55,8 ± 0,6	59,1 ± 0,6	7,2 ± 1,7	56,6 ± 7,7	8,8 ± 1,7	86,1 ± 3,8	17,6 ± 6,9	86,1 ± 3,8	17,6 ± 6,9	17,6 ± 2,3	74,2 ± 14,6	103,7 ± 6,1	74,2 ± 14,6	103,7 ± 6,1	74,2 ± 14,6	103,7 ± 6,1
Zn	65,2 ± 0,6	33,7 ± 1,1	806,6 ± 24,3	5,4 ± 0,3	779,0 ± 24,3	5,2 ± 0,2	13,0 ± 0,2	5,2 ± 0,2	13,0 ± 0,2	10,4 ± 0,2	18,3 ± 0,5	15,6 ± 0,3	18,3 ± 0,5	15,6 ± 0,3	18,3 ± 0,5	15,6 ± 0,3
Fluorures	< 1409	< 1409	< 1243	619 ± 436	< 1243	1055 ± 359	< 1652	1055 ± 359	< 1652	< 1652	1448 ± 1265	1884 ± 1188	1448 ± 1265	1884 ± 1188	1448 ± 1265	1884 ± 1188
Chlorures	7580	27248	6950	99740	11867	215298	14829	215298	14829	59956	114569	275254	114569	275254	114569	275254
	± 1409	± 1409	± 1409	± 884	± 1409	± 884	± 1260	± 884	± 1260	± 1260	± 2144	± 2144	± 2144	± 2144	± 2144	± 2144
Sulfates	24939	35839	17099	107685	30177	197657	44746	197657	44746	91856	152431	289514	152431	289514	152431	289514
	± 1409	± 1409	± 1409	± 884	± 1409	± 398	± 387	± 398	± 387	± 387	± 1271	± 785	± 1271	± 785	± 1271	± 785

Certaines substances chimiques sont détectées uniquement à l'échelle pilote (As, Cr, Mo, Sb, F) tandis que d'autres ne sont quantifiables qu'à l'échelle du laboratoire (Pb, Se, Sn). Lorsque des substances similaires sont quantifiables aux deux échelles, les niveaux de concentration observés ne sont pas similaires, c'est le cas des éléments Ba, Cu et Zn, chlorures, et sulfates. En effet, à l'échelle pilote le comportement à la lixiviation des espèces chimiques est influencé par des conditions d'exposition qui ne sont pas intégrées dans les essais à l'échelle laboratoire. Il s'agit notamment de la variation de la température, de l'humidité de l'air, du dioxyde de carbone atmosphérique, de la composition de l'eau de pluie, du temps de contact et du débit surfacique des systèmes.

À l'échelle du laboratoire, la température varie peu pendant l'essai ($20 \pm 5^\circ\text{C}$) tandis qu'à l'échelle pilote, l'essai est soumis aux températures extérieures et donc à leurs variations au cours de l'année du suivi. En environnement extérieur, le béton est donc soumis à des cycles irréguliers d'humidification/séchage et de gel/dégel au cours de l'année. Or la température de surface est également un paramètre influent sur la composition interstitielle des bétons et donc sur les réactions de relargage de contaminants.

En conditions de laboratoire, l'humidité de l'air reste constante contrairement aux conditions extérieures. L'humidité peut jouer un rôle significatif sur le relargage, à travers le contrôle des phénomènes de séchage des matrices poreuses.

Le dioxyde de carbone induit des phénomènes de carbonatation de la matrice cimentaire, son influence est plus significative à l'échelle pilote qu'à l'échelle laboratoire du fait des modalités de mise en œuvre.

À l'échelle du laboratoire, le lixiviant est l'eau déminéralisée, sa composition est donc connue et constante ce qu'il n'est pas toujours le cas de l'eau de pluie qui entre dans le système.

À l'échelle du laboratoire la durée de l'essai est de 180 jours dans les sous-scénarios «ruissellement» et «immersion» ; contre un suivi de 360 jours à l'échelle pilote. Qui plus est le temps de contact est maîtrisé en laboratoire tandis qu'il dépend des événements pluvieux à l'échelle pilote. Le débit surfacique dépend également des événements pluvieux à l'échelle du pilote et a une influence notamment sur le gradient de concentration et le degré de saturation des éluats.

L'ensemble des facteurs d'influence du relargage des différentes espèces chimiques sont difficilement intégrables simultanément dans des essais à l'échelle laboratoire. Afin de rendre pertinentes les corrélations directes laboratoire/terrain sous différentes conditions naturelles d'exposition, une solution pourrait être de développer des modèles prédictifs d'émission de substances, capables de prendre en compte les facteurs qui ont le plus d'influence sur le comportement à la lixiviation des éléments chimiques dans les différentes conditions d'exposition des matériaux.

4.2. Calcul du potentiel de relargage à long terme

Le Building Material Decree (BMD) est une réglementation des Pays-Bas, qui s'applique depuis 1995 sur les matériaux de construction, y compris les matériaux de construction contenant des matières première secondaires. Ce décret a notamment permis de définir des seuils d'émissions autorisés pour la protection des sols et des eaux souterraines (Eikelboom et al., 2001). L'évaluation des émissions de contaminants par un matériau de construction est permise par un essai en laboratoire et l'utilisation de facteurs d'application afin d'estimer les quantités de contaminants effectivement émises dans l'environnement pour une durée de 100 ans. Ces facteurs de corrections dépendent de l'exposition du matériau, du temps de contact, du rapport liquide/ surface, du coefficient de diffusion effectif, de la température. C'est quantités sont ensuite comparées à des seuils d'émissions maximales autorisées dépendant des quantités de contaminants déjà présent dans l'environnement cible (Eikelboom et al., 2001).

L'essai de laboratoire sur lequel s'appuient ces estimations est un essai de lixiviation sur monolithe sur 64 jours, l'essai normalisé NEN 7345 qui est très similaire à la norme NF EN 15863 évoquée précédemment pour la première partie (jusqu'à 64 jours) de l'essai MSE-I (van der Sloot et al., n.d.). La formule utilisée pour passer de la quantité émise au cours de l'essai normalisé à l'immission extrapolée est la suivante :

$$I = E_{64} \cdot j \cdot f(h, x\%, De) \cdot f_{temp}$$

Avec I , l'immission extrapolée pour 100 ans, en mg/m^2

$E_{64 j}$, l'émission cumulée de contaminant obtenue au terme de l'essai normalisé (64 jours) en mg/m²

$f_{(h, x\%, De)}$, le facteur de correction appliqué à l'essai normalisé pour prendre en compte l'épaisseur du matériau, sa teneur en eau, et le coefficient de diffusion

f_{temp} , le facteur de correction appliqué à l'essai normalisé pour prendre en compte le différentiel entre la température moyenne en laboratoire et la température moyenne en extérieur.

Tableau 74. Immission maximale extrapolée sur la base des calculs du BMD pour les matériaux C0-A et C50-B lors des 64 premiers jours de l'essai MSE-I

Contaminants	C0-A	C50-B
As	< 17,9	< 17,9
Ba	462 ± 1,5	493,5 ± 1,5
Cd	< 0,8	< 0,8
Co	< 0,8	< 0,8
Cr total	< 6,3	< 6,3
Cu	< 12,6	< 12,6
Hg	-	-
Mo	< 12,6	< 12,6
Ni	< 6,3	< 7,4
Pb	< 13,7	< 13,7
Sb	< 29,4	< 29,4
Se	40,3 ± 5,4	52,9 ± 3,6
Sn	50,4 ± 2,1	49,4 ± 4,2
V	58,8 ± 1,1	64,1 ± 1,0
Zn	111,3 ± 1,1	55,7 ± 1,0
Br	-	-
Cl	1327 ± 215	5974 ± 215
F	< 1344	< 1344
SO ₄	3079 ± 215	4301 ± 215
CN total	-	-
CN libre	-	-

Le facteur f_{temp} est calculé pour une température moyenne de l'essai en laboratoire de 20°C contre 10°C en extérieur, ce facteur est 0,7 (Aalbers et al., 1993). Le facteur $f_{(h, x\%, De)}$ est calculé selon 2 catégories, soit le matériau est en contact avec l'eau du sol (catégorie A), soit il ne l'est qu'avec l'eau de pluie (catégorie B). En fonction de cette catégorie le facteur varie pour la première de 1 à 15 pour les contaminants avec une extrapolation à 100 ans et vaut 2,4 pour les contaminants avec une extrapolation à 1 an ; et pour la seconde de 1 à 5 pour les

contaminants avec une extrapolation à 100 ans et vaut 0,8 pour les contaminants avec une extrapolation à 1 an (Verschoor et al., 2006).

En utilisant ces facteurs, il est possible d'extrapoler l'immission de nos matériaux avec les résultats de l'essai MSE-I à 64 j ce qui correspond à un scénario de catégorie A. Pour l'extrapolation de l'immission des ETMM, le facteur $f(h, x\%, De)$ a pris la valeur de 15 afin de maximiser le résultat. Les résultats d'immission extrapolés sont donnés dans le Tableau 74.

4.3. Comparaisons de différents référentiels

Pour les Pays-Bas, les seuils de quantités maximales émises sont calculés en fonction des contaminants déjà présents dans les sols pour les ETMM, les fluorures et les cyanures, et des concentrations de chlorures et sulfates présents dans les nappes phréatiques (Hartlén et al., 1999). Un calcul de l'immission maximale acceptable est proposé par le BMD pour le sol et les nappes phréatiques. Pour les sols, la période d'immission considérée est 100ans. La formule utilisée est la suivante :

$$I_{max} = \frac{T_s \cdot d_s \cdot h}{100}$$

Avec I_{max} , l'immission maximale autorisée en mg/m²

T_s , la valeur cible par contaminant dans le sol en mg/kg

d_s , la densité du sol en kg/m³

h , l'épaisseur du sol considérée en m.

Pour la qualité des eaux, la période d'immission considérée est d'une année. La formule utilisée est la suivante :

$$I_{max} = T_{gw} \cdot Q_w$$

Avec I_{max} , l'immission maximale autorisée en mg/m²

T_{gw} , la valeur cible par contaminant dans les nappes phréatiques en mg/L

Q_w , la pluviométrie pour une année en L/m²

Pour les Pays-Bas, les valeurs limites d'immission sont calculées sur cette base et sont données dans le Tableau 75. Pour ces calculs, il a été supposé que ds valait 1500 kg/m^3 , que h valait 1 m et que Qw valait 300 L/m^2 (Hartlén et al., 1999).

Tableau 75. Immission maximale autorisée par contaminant dans les sols et nappes phréatiques aux Pays-Bas dans le cadre du BMD et calcul de seuils similaires avec des valeurs cibles françaises (Nord Pas-de-Calais)

Contaminants	Référentiel BMD		Calcul du référentiel BMD avec données du Nord-Pas-de-Calais	
	Sol mg/m^3 pour 100 ans	Nappe phréatique mg/m^2 pour 1 an	Sol mg/m^3 pour 100 ans	Nappe phréatique mg/m^2 pour 1 an
As	435	-	292,5	-
Ba	3000	-	-	-
Cd	12	-	13,2	-
Co	300	-	253,5	-
Cr total	1500	-	1297,5	-
Cu	540	-	429	-
Hg	4,5	-	2,85	-
Mo	150	-	19,35	-
Ni	525	-	594	-
Pb	1275	-	1222,5	-
Sb	39	-	23,1	-
Se	15	-	10,35	-
Sn	300	-	55,5	-
V	1020	-	1719	-
Zn	2100	-	1662	-
Br	300	-	-	-
Cl	-	30000	-	158900
F	7500	-	-	-
SO ₄	-	45000	-	198625
CN total	75	-	-	-
CN libre	15	-	-	-

En France, il est nécessaire pour qu'une eau soit potable que sa concentration en chlorures soit inférieure à 200 mg/L et que sa concentration en sulfates soit inférieure à 250 mg/L d'après l'arrêté du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine en application de la directive européenne 98/83/CE (MINISTÈRE DE LA SANTÉ ET DES SOLIDARITÉS, 2007). Ces données sont donc utilisées pour les Tgw nécessaires à l'application de la formule des Pays bas pour la France. Afin de déterminer la valeur cible par contaminant dans le sol, Ts , à appliquer pour la France, on s'intéresse aux études menées sur le fond géochimique naturel.

Il existe différentes études du fond géochimique et pédo-géochimique en France qui ne sont toutefois pas harmonisées et font appel à des définitions différentes de la notion de sol et de fond géochimique, par exemple la base ANADEME est adaptée aux sols agricoles (Darmendrail et al., 2000). Afin de constater un impact il est recommandé par le BRGM d'utiliser un référentiel local pour ce qui est du fond géochimique (Laperche and Mossmann, 2004). Pour ce qui est du Nord-Pas-de-Calais, un référentiel pédo-géochimique issue d'une collaboration entre l'INRA et l'ISA est disponible (Sterckeman et al., 2007). Pour ce calcul, les valeurs de T_s choisies sont les valeurs du 95^{ème} centile des contaminants présent dans les horizons de surface. La pluviométrie prise en compte est celle obtenue lors du suivi du pilote, soit 794,5 mm pour une année. Les résultats de cette transposition des valeurs d'immission maximales sont présentés dans le Tableau 75.

On observe que les immissions maximales calculées pour C0-A et C50-B sont potentiellement supérieures au seuil du référentiel BMD et à celui calculé de la même façon en adaptant les paramètres pour l'antimoine (Sb). Les immissions calculées pour l'étain (Sn) sont inférieures aux 2 seuils tout en étant proche du seuil calculé avec nos données. Les immissions de sélénium extrapolées sont 3 à 5 fois supérieures au seuil du référentiel BMD ainsi qu'au seuil calculé avec nos données.

On remarque que ces dépassements ou potentiels dépassements constatés avec cette extrapolation se recourent avec les observations faite sur le relargage à 64 jours de l'essai MSE-I comparé aux SQD mais pas avec les résultats du protocole du SETRA (SETRA, 2011) pour lequel les essais sont appliqués aux matériaux broyés et au sédiment sous forme granulaire.

5. Conclusion et perspectives

La démarche Sédimentaires a pu être appliquée afin de déterminer l'acceptabilité environnementale d'un sédiment marin non immergeable pour une valorisation en béton routier de surface dans le cadre d'un projet de piste cyclable. Pour cette démarche une approche multi-échelle a été déployée, allant d'essais en laboratoire au suivi d'un pilote. La non- dangerosité du sédiment étudié a pu être démontrée au regard des critères de danger HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10, HP11, HP13 et HP14. Une première caractérisation en

laboratoire du sédiment a permis de mettre en évidence son caractère non inerte, un essai de percolation en flux ascendant complémentaire a permis de valider les prérequis de la méthodologie du SETRA en terme de quantités de contaminants relargués. Plusieurs formulations intégrant des sédiments ont fait l'objet d'essais de lixiviation en batch et ont permis de valider la démarche du point de vue du référentiel SETRA si on met de côté un léger dépassement des COT qui a été justifié par son caractère peu soluble, ce qui ne contreviendrait pas à un usage routier. Des essais intermédiaires aux essais normalisés et au pilote ont pu être réalisés selon 2 scénarios différents sur une durée de 6 mois, un scénario d'immersion du matériau et un autre de ruissellement. Cette étude complémentaire en laboratoire a permis de mettre en évidence des comportements à la lixiviation similaires des matériaux contenant du sédiment et du témoin. Cependant, les mécanismes principaux contrôlant le relargage n'ont pas pu être mis en évidence par cette étude limitant les possibilités d'extrapolation du relargage à plus long terme. Un pilote expérimental a donc fait l'objet d'un suivi pour une durée d'un an. Cette fois encore, 2 scénarios ont été étudiés en séparant d'une part les eaux de ruissellement et d'autres part les eaux en contact stagnant avec les rebords de la piste. Cette séparation, a permis de mettre en évidence le caractère non négligeable du relargage en eau stagnante de la partie latérale du pilote. Les flux totaux de contaminants sont inférieurs aux seuils préconisés par le SETRA pour les lysimètres et plot expérimentaux percolant ce qui permet d'appuyer l'hypothèse selon laquelle le matériau contenant des sédiments est acceptable en piste cyclable sans toutefois la valider complètement. De plus, le pilote tel qu'il a été conçu n'a pas été employé (aucune circulation étant donné la longueur de piste) ce qui peut entraîner un biais du au décalage avec la réalité de la vie en œuvre d'une telle piste (François et al., 2009) Une comparaison avec la méthodologie des Pays-Bas pour le calcul des immissions de contaminants a permis de mettre en évidence l'intérêt d'essai monolithiques en laboratoire en repérant une potentielle immission qui n'a pas pu être identifiées avec le protocole actuel du SETRA (SETRA, 2011). Des études similaires, portant sur l'impact de matériaux routiers sur le fond géochimique, ont été menées sur les cendres d'incinération (MSWI) utilisées en sous couche routière. Ces études ont permis d'élaborer un indicateur de l'impact de la structure routière sur le sol (Sterckeman et al., 2007). Cette approche nécessite toutefois des analyses approfondies du sol avec des analyses à différentes profondeurs et permet une différenciation entre le transfert

propre aux conditions de terrain et celui du au matériau utilisé. Il s'agit là d'une approche complémentaire à celle du BMD qui pourrait être utilisé pour la suite de cette étude. Afin de valider cette acceptabilité environnementale, il est nécessaire de déterminer les mécanismes contrôlant le relargage des contaminants. Il est possible de déterminer ces mécanismes en réalisant des essais sur monolithe (NF EN 15863) dans le cadre d'une approche produit, c'est-à-dire en appliquant directement au matériau contenant des sédiments les vérifications normatives appliquées aux produits classiques. A ce stade, il serait intéressant de disposer de seuils français pour l'acceptabilité environnementale du matériau monolithique sur la base de son relargage lors de l'essai de laboratoire sur monolithe. Ces mécanismes connus, il serait possible, avec le concours d'essais de lixiviation en fonction du pH (van der Sloot et al., 2007), de simuler le relargage du matériau et ainsi de l'estimer sur l'ensemble de la durée de vie du matériau comme cela est possible pour les matériaux classiques (van der Sloot et al., 2011). Par ailleurs, il a été montré que les essais d'évaluation environnementale des matériaux routiers négligeaient à la fois l'impact du trafic et de la construction sur l'impact environnemental du matériau, une approche de cette évaluation par l'Analyse de Cycle de Vie est donc à favoriser (Jullien et al., 2014).

Chapitre V

*Acceptabilité environnementale des sédiments
de dragage en technique routière :
comparaison des logiques déchets et produits*

1. Introduction

Plusieurs études ont déjà été menées sur le potentiel de valorisation des sédiments en technique routière (Achour et al., 2014; Dubois et al., 2009; Priez et al., 2017; Siham et al., 2008). Ces études ont permis d'aboutir à la construction de plusieurs ouvrages pilotes parmi lesquels : des remblais techniques recouverts et non recouverts avec et sans géomembrane avec des sédiments du Bassin d'Arcachon par l'IFSTTAR (Nedelec and Gardet, 2011), des voies vertes avec la tange de la baie du Mont Saint-Michel via le procédé ECOVOIE®. Des chaussées ont aussi été réalisées, comme une chaussée en béton en Espagne avec les sédiments issues des ports de Sant Carles de la Ràpita et de Barcelone (Limeira, 2011), une couche d'assise incorporant 30% de sédiments fluviaux traités avec le procédé NOVOSOL à Dombasle (Depelsenaire, 2007). Des enrochements artificiels en béton contenant des sédiments du port de Dunkerque, un digue de compartimentation contenant des sédiments traités de l'estuaire de l'Escaut (Van Zele et al., 2014) et une plateforme a été réalisée avec une formulation contenant des sédiments marins de Port-en-Bessin (Silitonga, 2010). Dans le cadre de la chaire industrielle ECOSED, la collaboration entre l'IMT Lille Douai, COLAS et EQIOM permet une action commune ciblée sur les matériaux routiers avec les études menées sur la route du Freycinet 12 (Priez et al., 2017) et aujourd'hui étendue à des applications en Béton Compacté Routier (BCR). Dans une optique similaire, le projet SEDICYCLE (Becquart and JOOS, 2014) s'intéresse à la valorisation de sédiments marins du Grand Port Maritime de Dunkerque (GPMD) en béton dédié à une utilisation en piste cyclable.

La valorisation de déchets en technique routière est permise par l'application du guide SETRA (SETRA, 2011). Ce guide propose une démarche d'évaluation de l'acceptabilité environnementale des matériaux routiers à base de déchet. Il est aussi possible pour le sédiment, dans le cadre de sa valorisation en technique routière, de sortir implicitement du statut de déchet. Un avis du ministère de l'Écologie du 13 janvier 2016 estime qu'un matériau produit par une installation de production (Installation inscrite à la nomenclature ICPE et dont l'intitulé de la rubrique précise qu'il s'agit d'une installation, de production, de fabrication, de préparation, d'élaboration ou de transformation) utilisant des déchets en substitution de la matière première n'a pas le statut de déchet. Dans ce cas, le sédiment ne sortirait pas à proprement parler du statut de déchet mais le matériau routier élaboré à base de sédiment échapperait au statut de déchet. Il est tout de même nécessaire que le produit

réalisé respecte les réglementations. Il y a donc à la fois un cahier des charges techniques, constitué d'un ensemble de normes relatives aux différents produits, et environnementales à respecter. Un récapitulatif des référentiels normatifs en technique routière relatifs aux usages pour lesquels la valorisation de sédiments a fait l'objet d'études est présenté en Figure 79.

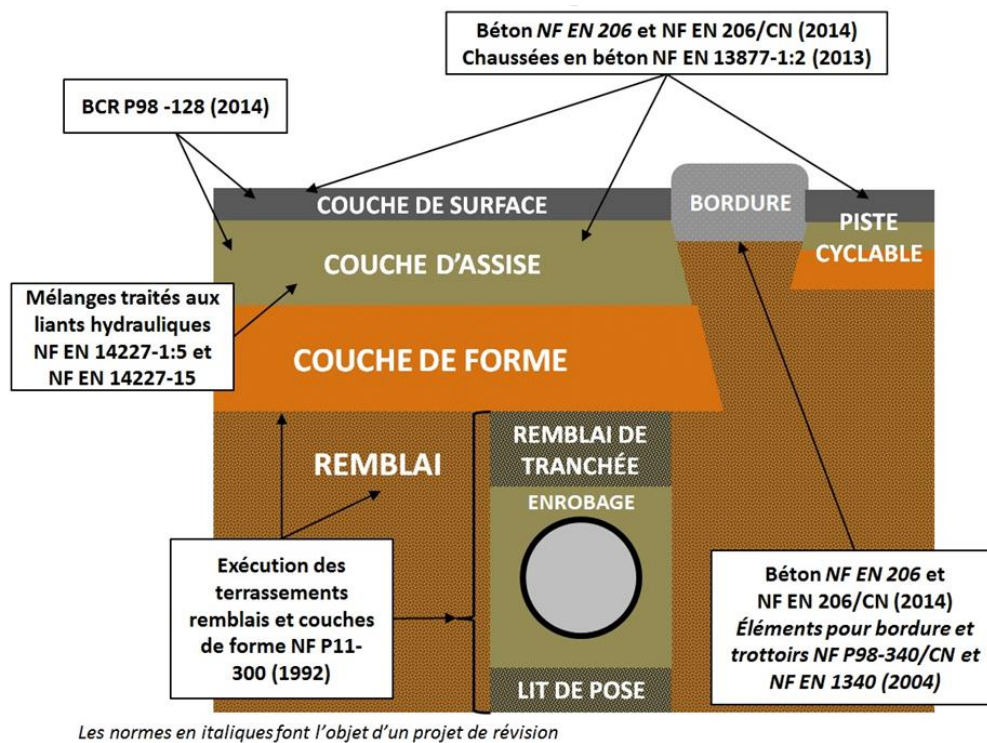


Figure 79. Récapitulatif des référentiels normatifs en technique routière relatifs aux usages pour lesquels la valorisation de sédiments a fait l'objet d'études

Le RPC, Règlement sur les Produits de Construction, est le règlement européen d'harmonisation sur les produits de construction. Parmi les exigences fondamentales applicables aux ouvrages de construction (Annexe 1 du règlement), le point 3 spécifie notamment que ces ouvrages ne doivent pas constituer, et ce tout au long de leur cycle de vie, de menace pour la santé, l'hygiène et la sécurité des travailleurs, occupants, voisins. Ils ne doivent pas avoir d'impact excessif sur l'environnement ou le climat dû aux rejets de substances dangereuses, que ce soit dans les eaux marines, souterraines, de surface, dans les captages d'eaux potables ou dans les sols. Dans ce sens, l'application de seuils de relargage peut être nécessaire et les Pays-Bas appliquent des seuils similaires aux nouveaux ouvrages de construction, qu'ils soient réalisés avec des matériaux primaires ou secondaire, depuis

1995 (Building Materials Decree). Depuis 2007, le référentiel néerlandais a évolué et les seuils sont désormais définis par le SQD (Soil Quality Decree). Ces seuils ont été obtenus par l'ECN (Energy research Centre of the Netherlands) (van der Sloot et al., 2011) en s'appuyant sur les résultats obtenus sur les essais sur monolithes suivant la norme néerlandaise NEN 7345 et un modèle thermodynamique semi-mécanistique, ORCHESTRA (Verschoor et al., 2008). Pour ce décret, il n'y a pas de distinction entre matériaux primaires et secondaires. Dans une logique similaire, il serait intéressant pour le sédiment de pouvoir être valorisé dans ce cadre. Pour cette partie, nous comparons l'approche réglementaire du SETRA avec les sédiments considérés comme un déchet avec l'approche produit. Pour ce faire, nous avons appliqué à différents matériaux routiers contenant des sédiments la méthodologie du SETRA puis la norme CEN/TS 16637-1 permettant d'évaluer l'émission de substances dangereuses par les produits de construction. En effet, il a été mis en évidence la nécessité de sélectionner des essais en cohérence avec les scénarios d'exposition du matériau (Schiopu et al., 2007). Cette norme permet d'identifier les tests de lixiviation adaptés pour mettre en évidence le relargage de substances dangereuses réglementées dans le sol et dans les eaux de surface et souterraines, cette méthodologie de sélection des essais à effectuer est présentée dans le logigramme en Figure 26.

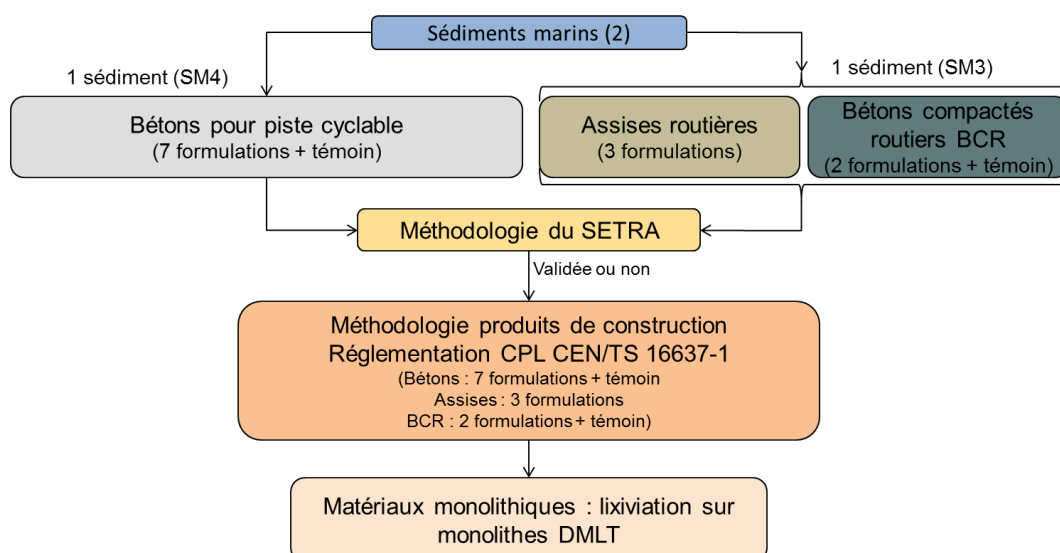


Figure 80 Méthodologie suivie lors de cette étude

Les matériaux étudiés sont des assises routières (3 formulations avec 3 liants différents), des Bétons Compactés Routiers (2 formulations avec différents diamètre maximal de gravier et un témoin) et des bétons routiers pour pistes cyclables (7 formulations avec des taux de substitutions du sable par le sédiment variant de 12,5 à 100 % et 2 quantités de plastifiant et un témoin). La méthodologie du SETRA a été suivie pour les assises routières et les BCR. Pour le projet SEDICYCLE, la méthodologie SETRA a été abordée dans le chapitre précédent (pour ce qui est des formulations retenues par le projet). L'approche produit a été suivie pour l'ensemble de ces matériaux et la méthodologie générale suivie est présentée en Figure 80.

2. Caractéristiques des sédiments utilisés

2.1. Carte d'identité du sédiment marin

En 2006, le GPMD (Grand Port Maritime de Dunkerque) a lancé une démarche de gestion à terre des sédiments marins qui ne sont pas rechapés en mer vis-à-vis de leur seuil de relargage (Priez et al., 2017). À chaque campagne de dragage, ces sédiments sont donc mis en déshydratation dans des bassins de lagunage avec objectif de les rendre pelletable (siccité de l'ordre de 70%). Le sédiment ainsi déshydraté est principalement composé d'une fraction sableuse, d'une fraction argileuse, de matières organiques et de chlorures et sulfates (Priez et al., 2017).

Tableau 76. Caractérisation du sédiment marin et comparaison avec le sédiment brut du chantier du Freycinet 12

Propriété	Sédiment marin brut - Chantier Freycinet 12 (2012)		Sédiment marin brut (2016)		Norme
	2h :	10,30%	2h :	8,01%	
Teneur en fines (< 80 µm) (%)		38,40%		31,80%	NF P 94-056
Valeur de bleu		1,2		1,1	NF P 94-068
Teneur en eau initiale		40%		30%	NF P 94-050
Classification GTR		Assimilable A1 th		Assimilable B5 limite A1 th	NF P 11-300
MO (%) (oxydation)		3,90%		3,47%	NBN 589-207-3
MO (%) (essai perte au feu)	2h :	10,30%	2h :	8,01%	XP P 94-047
	25h :	12,90%	25h :	11,58%	NF EN 15169

Les résultats d'analyse du sédiment du chantier du Freycinet 12 (2012) et le sédiment marin (2016) présentent une classification GTR proche (Tableau 76) selon le Guide des Terrassements Routiers (SETRA and LCPC, 2000). Selon la classification GTR, le sédiment marin est assimilable à un sol de type B5 limite A1 (Figure 81 : variations comprises entre 30% et 40% pour le passant à 0,080 mm voir Tableau 76). La teneur en eau initiale est plus faible pour le sédiment marin que pour celui du chantier du Freycinet 12. Les teneurs en Matière Organique (MO), obtenu par oxydation comme par perte aux feu sont proches pour le sédiment marin de cette étude et celui utilisé pour le chantier du Freycinet 12. Ces caractéristiques proches vont dans le sens d'une faible variabilité du gisement de sédiment du GPMD.

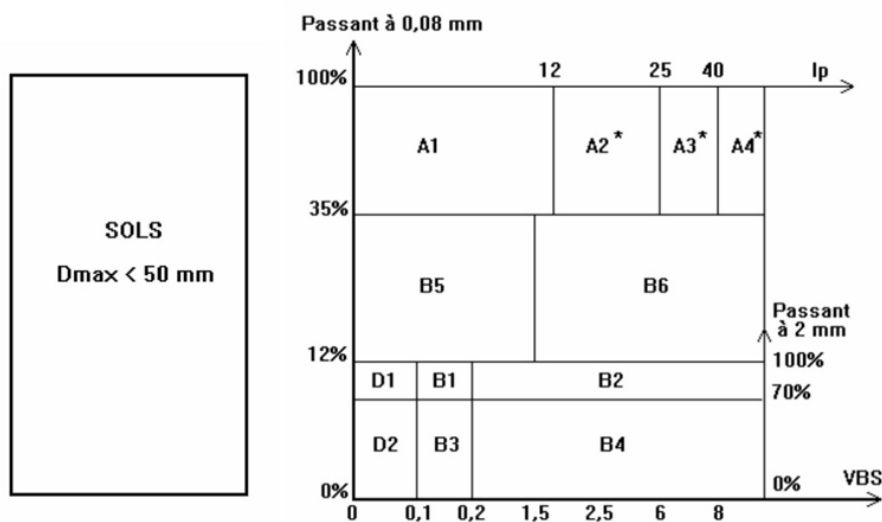


Figure 81. Classification GTR, 2000 (SETRA and LCPC, 2000)

2.2. Préparation du sédiment

Après déshydratation, la teneur en eau résiduelle (30% à 40%) ne permet pas l'utilisation en l'état des sédiments compte tenu de leurs comportements mécaniques (portance proche de zéro). De plus, le taux de matières organiques dans des proportions importantes (> 3%) ne respecte pas les prescriptions du GTR 2000 (SETRA and LCPC, 2000). Pour modifier son comportement, le sédiment de cette étude a été mélangé avec un matériau d'apport (sable marin propre classé D1) puis traité avec de la chaux vive (CL-Q 90). Ce mélange, appelé par la suite "matériau alternatif", sera utilisé dans les études de formulation.

2.3. Analyse environnementale

Les concentrations totales en contaminants dans le sédiment étudié sont comparées aux valeurs seuils N1 et N2 du groupe GEODE dans le Tableau 77.

Tableau 77. Concentrations totales en contaminants dans le sédiment marin étudié exprimée en mg/Kg sec comparées aux seuils du groupe GEODE N1 et N2

	Contaminants	Concentration dans le sédiment étudié	N1	N2
ETM	As	13,2 ± 1,3	25	50
	Cd	1,4 ± 0,1	1,2	2,4
	Cr	44,8 ± 2,5	90	180
	Cu	40 ± 3	45	90
	Hg	0,48 ± 0,10	0,4	0,8
	Ni	12,8 ± 1	37	74
	Pb	215 ± 29	100	200
	Zn	398 ± 34	276	552
HAP	Naphtalène	0,1 ± 0,02	0,16	1,13
	Acénaphthylène	<0,1	0,015	0,26
	Acénaphène	<0,005	0,04	0,34
	Fluorène	0,054 ± 0,011	0,02	0,28
	Phénanthrène	0,317 ± 0,063	0,24	0,87
	Anthracène	0,069 ± 0,014	0,085	0,59
	Fluoranthène	0,404 ± 0,081	0,6	2,85
	Pyrène	0,531 ± 0,106	0,5	1,5
	Benzo(a) Anthracène	0,317 ± 0,063	0,26	0,93
	Chrysène	0,327 ± 0,065	0,38	1,59
	Benzo (b) Fluoranthène	0,400 ± 0,080	0,4	0,9
	Benzo (k) Fluoranthène	0,225 ± 0,045	0,2	0,4
	Benzo (a) Pyrène	0,412 ± 0,082	0,43	1,015
	Dibenzo (a, h) anthracène	0,022 ± 0,004	0,06	0,16
	Benzo (ghi) Pérylène	0,318 ± 0,064	1,7	5,65
Indéno (1, 2, 3-cd) Pyrène	0,282 ± 0,056	1,7	5,65	
PCB	28	<0,01	0,005	0,01
	52	<0,01	0,005	0,01
	101	0,015 ± 0,003	0,01	0,02
	118	0,012 ± 0,002	0,01	0,02
	138	0,021 ± 0,004	0,02	0,04
	153	0,028 ± 0,006	0,02	0,04
	180	0,018 ± 0,004	0,01	0,02

Le non-respect de ces seuils peut rendre obligatoire la gestion à terre du sédiment marin. Pour les éléments traces métalliques observés, le plomb est supérieur au niveau GEODE N2 tandis que le cadmium, le mercure et le zinc sont compris entre les niveaux N1 et N2. Pour les HAP, l'acénaphthylène, le fluorène, le phénanthrène, le pyrène, le benzo(a)anthracène et les benzo(b,k)fluoranthène sont compris entre les niveaux N1 et N2. L'ensemble des congénères de PCB mesurés sont aussi compris entre les niveaux N1 et N2. Sur la base de sa qualité chimique, le sédiment est considéré non-immmergeable.

Les sédiments gérés à terre dépendant de la législation sur les déchets, il est donc nécessaire de vérifier leur dangerosité. Le code déchet des sédiments renvoie à une entrée miroir, il est donc nécessaire de vérifier que le sédiment étudié n'est pas dangereux au regard des propriétés de danger HP1 à HP15 issues de la directive cadre déchets (Directive n° 2008/98/CE) et décrites dans l'Annexe 1 de l'article R541-8 du Code de l'Environnement. Pour les sédiments, il n'est pas jugé pertinent d'étudier les critères HP1, HP2 et HP3 puisqu'ils ne contiennent ni groupes réactifs, ni mélanges de bromate de potassium et de cellulose et qu'ils ne contiennent pas non plus de matériaux pyrophoriques (Abriak and Mamindy-Pajany, 2014).

Les propriétés HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10, HP11, HP13 sont évaluées en suivant la méthode de calcul « Pire cas » décrite par l'Ineris avec les données disponibles. Cette méthode consiste, en se basant sur la caractérisation du déchet en contenu total, de prendre en compte la spéciation des éléments présents sans toutefois la connaître en supposant que les substances présentes sont les plus dangereuses, c'est-à-dire les substances pour lesquelles le seuil exprimé en élément à partir duquel le déchet est classé dangereux pour la propriété est le plus bas. Les règles de classement pour chaque propriété dépendent des mentions de danger associées.

L'INERIS et le CEREMA ont mené une étude conjointe, afin de déterminer des seuils en contenus totaux assurant le respect des règles de classement en substances dangereuses dans le scénario « pire cas » pour les sédiments (Lefebvre and Rebischung, 2017). Le sédiment étudié est donc comparé à ses seuils dans le Tableau 78. Sur la base de ces résultats, on peut supposer que le sédiment est un déchet non dangereux pour les propriétés de danger HP4, HP5, HP6, HP7, HP8, HP10 et HP13 étudiées de cette façon.

Tableau 78. Contenus totaux en contaminants dans le sédiment exprimés en en mg/kg sec comparés aux seuils du calcul « pire cas » obtenu par l'INERIS (Lefebvre and Rebischung, 2017)

	Contaminants	Concentration dans le sédiment marin étudié	Seuils "pire cas" (INERIS)
ETM	As	13,2 ± 1,3	330
	Cd	1,4 ± 0,1	530
	Cr (total)	44,8 ± 2,5	250 (50)*
	Cu	40 ± 3	4000
	Hg	0,48 ± 0,10	500
	Ni	12,8 ± 1	130
	Pb	215 ± 29	1000 (3000)*
	Zn	398 ± 34	7230
HAP	Naphtalène	< 0,5	10 000
	Acénaphthylène	<0,1	500
	Phénanthrène	< 0,5	50 000
	Fluoranthène	< 0,5	50 000
	Benzo(a) Anthracène	< 0,5	1000
	Chrysène	< 0,5	1000
	Benzo (b) Fluoranthène	< 0,5	1000
	Benzo (k) Fluoranthène	< 0,5	1000
	Benzo (a) Pyrène	< 0,5	1000
	Dibenzo (a, h) anthracène	< 0,1	1000
	Indéno (1, 2, 3-cd) Pyrène	< 0,5	10 000
Somme PCB		< 0,2	50
TBT		< 2	3000

*Si le sédiment ne respecte pas la valeur pour Pb mais respecte la valeur entre parenthèse il peut quand même être classé non dangereux avec cette méthode à condition de respecter la valeur entre parenthèse pour le Chrome VI. Cette disposition tiens compte du fait que les quantités de substances dangereuses impliquant plusieurs métaux, et étant particulièrement classantes, peuvent être déduites entres elles par stœchiométrie.

La méthodologie d'évaluation du critère HP14 n'est pas réglementée mais il existe un protocole harmonisé et spécifique à l'échelle nationale pour déterminer le caractère écotoxique des sédiments marins et fluviaux (Mouvet, 2012). La batterie d'essai préconisée par PROVADEMSE a été mise en œuvre pour l'évaluation de ce critère de danger (Bazin and Vernus, 2014). Il s'agit de la même batterie que celle proposée par le BRGM (Mouvet et al., 2013) à la différence que les essais sont réalisés au seuil limite et sans dilution. Dans un premier temps, les concentrations en contenus totaux de contaminants sont comparées aux seuils S1, voir Tableau 79.

Tableau 79. Contenus totaux dans le sédiment marin exprimés en mg/kg sec comparés aux seuils S1 pour l'évaluation du critère de danger HP14

	Contaminants	Concentration dans le sédiment étudié	Seuils S1
ETM	As	13,2 ± 1,3	30
	Cd	1,4 ± 0,1	2
	Cr	44,8 ± 2,5	150
	Cu	40 ± 3	100
	Hg	0,48 ± 0,10	1
	Ni	12,8 ± 1	50
	Pb	215 ± 29	100
	Zn	398 ± 34	300
	HAP Somme	3,83 ± 0,81	22,8
	PCB Somme	0,104 ± 0,029	0,68

Ces seuils étant dépassés pour le plomb et le zinc, il est nécessaire de recourir à des essais écotoxicologiques. Les résultats de ces essais écotoxicologiques sont donnés dans le Tableau 80.

Tableau 80. Résultats des essais écotoxicologiques normalisés NF EN ISO 11348-3, NF ISO 20666, NF EN ISO 11269-2 pour l'évaluation du critère de danger HP14

Essais	% de la matrice testé au seuil	% d'inhibition observé au seuil	% inhibition observée sur la matrice brute	% inhibition limite au seuil
Luminescence <i>A. fischeri</i> NF EN ISO 11348-3	10	0	0	50
Reproduction <i>B. calyciflorus</i> NF ISO 20666	1	0	8	20
Germination/ Croissance <i>T. aestivium</i> <i>R. sativus</i> NF EN ISO 11269-2	10	0/5 2,5/0	100/- 100/-	50

Le pourcentage d'inhibition de la luminescence étant inférieur à 50% pour l'éluat dilué à 10%, un effet positif est même observé (la luminescence des cuves contenant le lixiviat du sédiment est plus forte que celles des témoins), il est nécessaire de réaliser l'essai suivant sur les rotifères *Brachionus calyciflorus*. L'essai de reproduction du rotifère *B. calyciflorus* est un essai de toxicité chronique suivant la norme NF ISO 20666 avec un éluat

issu d'une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2, le pourcentage d'inhibition de la reproduction étant inférieur à 20%, il est nécessaire de réaliser un ultime bioessai. Le dernier essai écotoxicologique (d'après la norme NF EN ISO 11269-2) de la batterie du HP14 consiste dans un premier temps en un essai de germination puis dans un second temps en un essai de croissance de végétaux. Il est nécessaire de réaliser l'essai avec une plante monocotylédone (Blé tendre - *Triticum aestivum*) et une dicotylédone (Radis noir - *Raphanus sativus*). Les pourcentages d'inhibition observés pour les végétaux sont inférieurs aux pourcentages limites. On peut donc conclure que le sédiment n'est pas dangereux pour le critère HP14. On remarque une inhibition de 100% de la germination pour le sédiment brut, ce qui s'explique par la présence d'une concentration résiduelle en sel (chlorures) malgré la centrifugation du sédiment.

Pour l'évaluation des critères de danger HP9, HP12 et HP15, il n'existe pas de méthodes d'évaluation reconnues par consensus des experts du domaine (Rebischung et al., 2016). Par conséquent, ces propriétés n'ont pas été évaluées dans le cadre de ce travail.

3. Formulation des mélanges

3.1. Assise routière : Objectifs visés assise (T2)

Le retour d'expérience de la route du Freycinet 12 nous a permis de cibler un taux d'incorporation de sédiments de l'ordre de 30%. Ce seuil n'a pu être dépassé en raison de l'état hydrique du sédiment lors de la réalisation du chantier (Priez et al., 2017). Les caractéristiques du mélange étudié pour une utilisation en couche d'assise sont données dans le Tableau 81 et sont comparées à celles du mélange utilisé pour la route du Freycinet 12.

Tableau 81. Caractéristiques des mélanges d'étude pour une utilisation en couche d'assise

	Étude Freycinet 12 - 2012	Étude 2016
Taux de sédiment	30%	50%
	B5	B5
Classification GTR du mélange	12% < Passant à 0,08mm < 17%	20% < Passant à 0,08mm < 25%
	V _{bs} = 0,4	V _{bs} = 0,7
Optimum Proctor	1,94 T/m ³ à 10,5%	1,95 T/m ³ à 12%
IPI optimum	64	80

L'objectif de ces nouvelles formulations est donc d'augmenter le taux de substitution du sable par le matériau alternatif à 50% et de tester 3 liants hydrauliques à un dosage de 6%, permettant d'obtenir une classification T2 au sens de la NF EN 14227-15. La classification T2 correspond à un ensemble de caractéristiques techniques nécessaires pour supporter un trafic (T2 correspondant à un intervalle de 300 à 750 poids lourds journalier par sens de circulation).

La fabrication de ce type de mélange peut s'effectuer au travers de l'utilisation d'un outil industriel (centrale de grave traitée), ce qui impliquerait donc le passage par une installation classée pour la protection de l'environnement (ICPE). Sa mise en œuvre sur le terrain est réalisée au moyen de techniques classiques de chantier (niveleuse, compacteur vibrant...).

3.2. Béton Compacté Routier

Le BCR est un béton compacté routier assimilable à une grave traitée de haute performance, classée mécaniquement T4 ou T5. Ce produit est régi par la norme NF P 98-128 (European committee for standardization, 2014). Son intérêt est de pouvoir être utilisé en couche d'assise et en couche de surface pour répondre à des sollicitations spécifiques (poinçonnement, trafic canalisé). Un BCR est composé usuellement de plusieurs fractions granulométriques, dont la taille des plus gros éléments peut atteindre 31,5 mm. Les dosages en liants sont généralement compris entre 8% et 12%. Les outils de fabrication et de mise en œuvre sont identiques à ceux des assises routières.

Afin d'évaluer l'impact des sédiments sur les performances d'un BCR, une formule témoin en matériaux calcaire (carrières du Boulonnais) a été réalisée (BCR 0/12,5 Témoin) et comparée à la même formule dont la fraction sableuse a été remplacée par le matériau alternatif, amenant le taux de sédiment à 20% (BCR 0/12,5 - 20% sédiments). Enfin, une troisième formule à base de sédiments a été étudiée en remplaçant la fraction 4/12,5 par une fraction 4/20 (BCR 0/20 - 20% sédiments) pour évaluer l'impact du D_{max} sur les performances mécaniques. L'analyse des courbes granulométriques des 3 BCR (Figure 82) montre que les formules avec sédiments sortent des fuseaux granulaires normatifs (NF P98-128). Ceci n'est cependant pas un point bloquant, l'objectif étant d'obtenir une performance mécanique d'un

BCR T4/T5. D'un point de vue comportement hydrique, l'ajout de sédiments modifie la sensibilité à l'eau des mélanges. En effet, les BCR à base de sédiments présentent un taux d'éléments fins beaucoup plus élevé que la formule témoin. Ceci impacte le comportement des mélanges sur les paramètres de densification (courbe Proctor - NF EN 13286-2) et de portance immédiate (IPI - NF EN 13286-47).

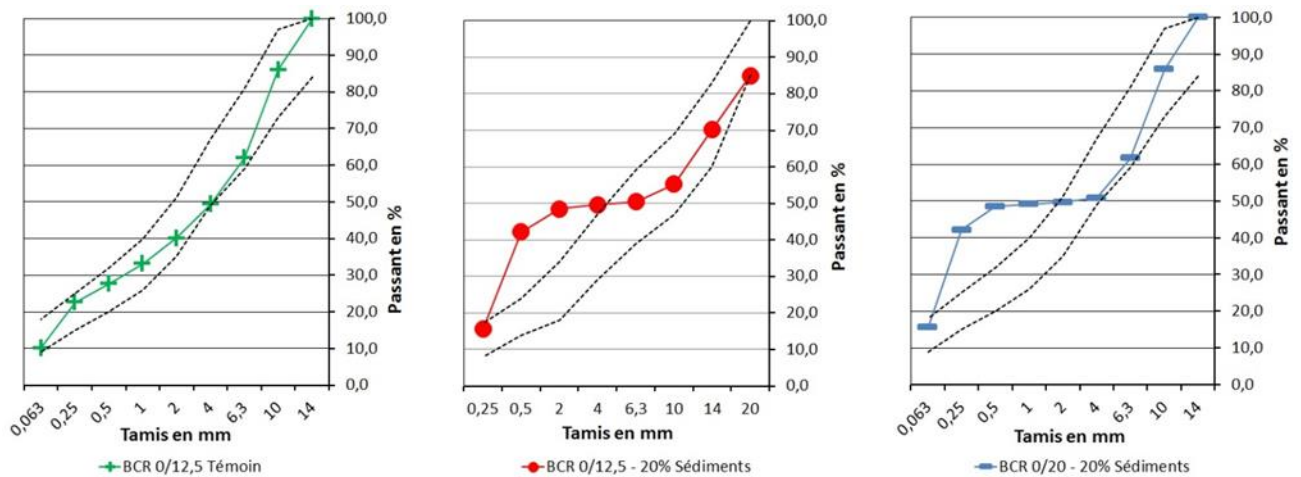


Figure 82. Composition des BCR et recomposition granulair avec les fuseaux mini et maxi issus de la norme NF P 98-128

Ainsi, nous constatons sur les mélanges à base de sédiments (Figure 83) :

- une baisse significative de la densité OPM de l'ordre de 8% ;
- une augmentation de près de 3% de la teneur en eau OPM ;
- une baisse significative de l'IPI ;

Le comportement atypique des BCR à base de sédiments a nécessité de revoir la méthodologie de moulage habituellement utilisée pour ce type de matériaux. Ainsi, un compactage statique des éprouvettes (NF EN 13286-53, moules 10 x 10 cm) a été réalisé en lieu et place d'un compactage par vibro-compression (NF EN 13286-52 – moules 16 x 32 cm). Par souci de comparaison, le BCR témoin a été moulé avec la même méthodologie.

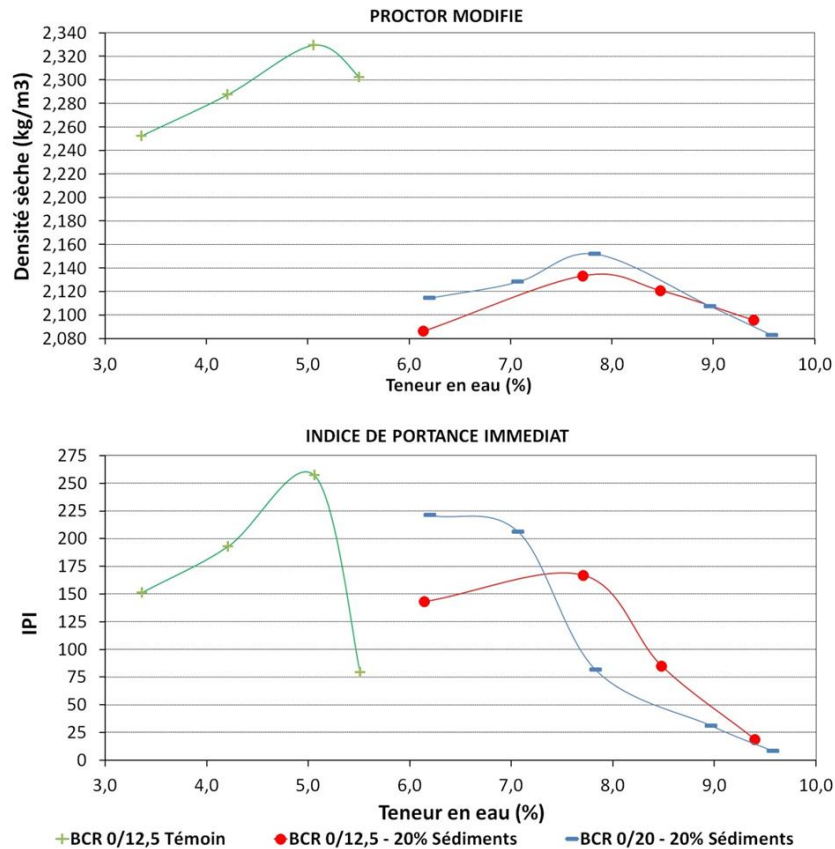


Figure 83. Courbes Proctor (NF EN 13286-2) et IPI (NF EN 13286-47) des BCR

3.3. Béton pour piste cyclable

La formulation témoin (C0-A) a été établie avec du Ciment CEM III/A - 42,5N, du sable et du gravier marin. Différentes proportions de plastifiants ont été utilisées en raison de différences sur les performances mécaniques, l'étude de ces performances a été menée par une autre équipe du laboratoire et n'est donc pas abordée dans ce document.

Tableau 82. Formulations des différents bétons pour piste cyclable en kg/m³

Dénominations	Pourcentage de substitution (%)	Incorporation totale de sédiment (%)	Ciment CEM III/A - 42,5N	Sable marin 0/4 mm	Gravier marin 4/20 mm	Sédiment	Eau	Plastifiant
C0-A	0	0	330	787	910	0	195	11,2
C12,5-A	12,5	4,4	330	688,6	910	98,4	195	11,2
C25-A	25	8,8	330	590,25	910	196,75	195	11,2
C50-A	50	17,6	330	393,5	910	393,5	195	11,2
C50-B	50	17,2	330	393,5	910	393,5	195	68,7
C75-A	75	26,4	330	196,75	910	590,25	195	11,2
C75-B	75	25,8	330	196,75	910	590,25	195	68,7
C100-B	100	34,4	330	0	910	787	195	68,7

Ces 2 proportions de plastifiant sont symbolisées par les lettres A et B, A correspondant à 0,5 % et B à 3 % de plastifiant. Les dénominations de ces différentes formulations se composent de la lettre C suivie du pourcentage de substitution de la fraction sableuse par le sédiment marin et de la lettre correspondant au pourcentage de plastifiant ajouté. Ces formulations sont détaillées dans le Tableau 82.

4. Performances mécaniques

4.1. Assises routières

Les performances mécaniques des mélanges ont été évaluées via la détermination des couples résistance en traction / module d'élasticité à 60 et 360 jours (NF EN 13286-42 et 43). Ces résultats sont comparés à ceux obtenus sur les mélanges de laboratoire et de chantier effectués en 2009 et 2012 dans le cadre de la réalisation de la route du Freycinet 12 (Tableau 83 et Figure 84).

Tableau 83. Performances des mélanges testés en couche d'assise en termes de résistance en traction (Rt en MPa) et de module élastique (Etd en MPa)

Études	Proportion de sédiment	Résistance en traction MPa (NF EN 13286-42)		Module Etd MPa (NF EN 13286-43)	
		Échéance		Échéance	
		60j	360j	60j	360j
2009 Laboratoire	30%	0,503	0,78	9874	13949
	50%	0,557	0,764	9874	9993
2012 Laboratoire	30%	0,458	0,568	9002	9774
2012 Chantier Freycinet 12	30%	0,488	0,897	13772	12257
2016 Laboratoire Liant A	50%	1,083	1,192	13512	26740
2016 Laboratoire Liant B	50%	0,568	1,108	10876	15555
2016 Laboratoire Liant C	50%	0,673	1,168	13489	14715

Suite à ces résultats, nous constatons que :

- la classe mécanique T2 est atteinte pour l'ensemble des mélanges à 30% ou 50% de sédiments ;
- la classe mécanique T2 est atteinte pour des sédiments issus de campagnes de dragage différentes ;

- comme il avait été démontré en 2009 (Priez et al., 2017), le taux d'incorporation de 50% de sédiments dans le mélange semble être un optimum ;
- les résultats obtenus dans le cadre de cette étude sont très encourageants, la classification T3 ayant été atteinte pour les 3 mélanges à 360 jours ;

D'un point de vue comportement mécanique, on constate également que le niveau de performance obtenu avec le mélange à 50% de sédiments issus de la campagne de dragage de 2016 avec le liant A permet d'obtenir des performances mécaniques en cohérence avec les valeurs prises en compte dans le catalogue de dimensionnement LCPC SETRA de 1998 (SETRA and LCPC, 1998) pour un sable traité de classification T3. Les liants B et C donnent quant à eux pour le même mélange des valeurs de module d'élasticité bien inférieure (environ 40% plus faibles) ; ce qui laisse donc présager un comportement moins sensible à la fissuration.

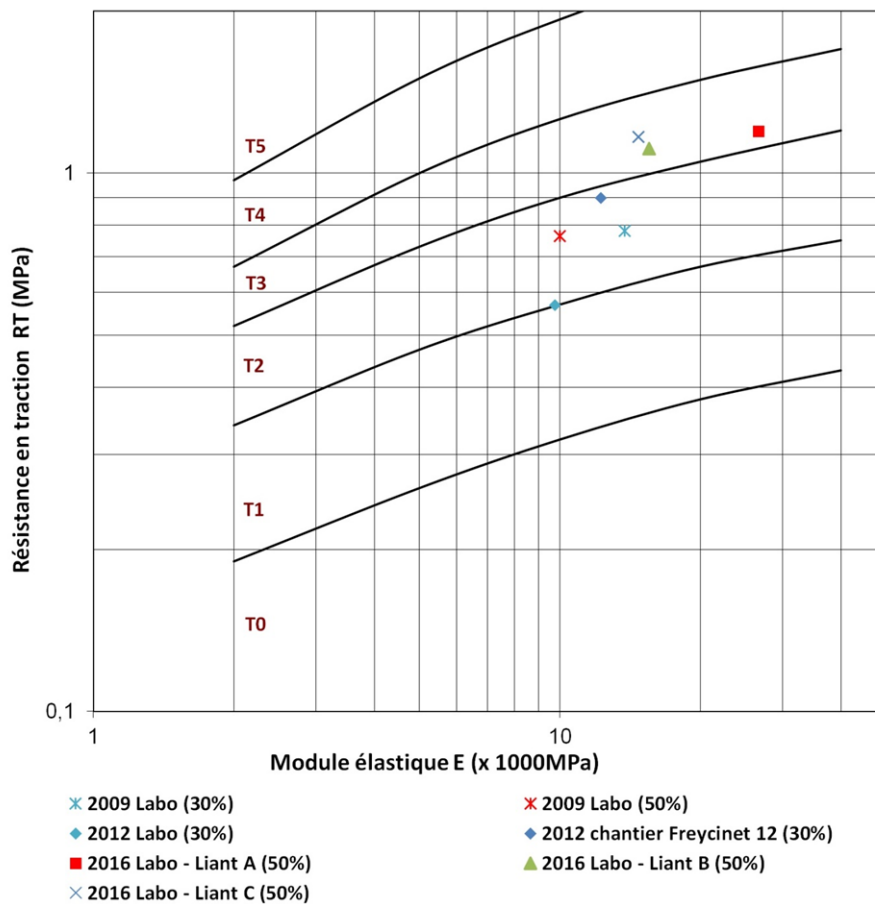


Figure 84. Classification mécanique à 360 jours des mélanges pour assise à base de sédiments

4.2. Béton compacté routier

Les performances mécaniques des trois formules de BCR ont été évaluées via la détermination des couples résistance en traction / module d'élasticité à 60 et 360 jours (NF EN 13286-42 et 43) et sont présentés en Tableau 84 et Figure 85. Le Tableau 85 reprend quant à lui les caractéristiques de densification des mélanges à l'issue de la confection statique des éprouvettes.

Tableau 84. Performances des mélanges testés en BCR en termes de résistance en traction (R_t en MPa) et de module élastique (E_{td} en MPa)

Matériaux	Résistance en traction MPa (NF EN 13286-42)		Module Etd MPa (NF EN 13286-43)	
	Échéance		Échéance	
	60j	360j	60j	360j
BCR 0/12,5 - Témoin	1,274	1,441	33128	34992
BCR 0/12,5 - 20% sédiment	0,76	1,183	20636	32108
BCR 0/20 - 20% sédiment	1,066	1,446	31519	36374

Le premier constat qui peut être fait à la lecture de ces résultats est l'obtention d'une classe mécanique T3 pour les 3 formules étudiées. Pour rappel, l'objectif mécanique initial était d'obtenir des mélanges T4/T5 en utilisant un dosage en liant classique.

Tableau 85. Compacités des formulations étudiées

Matériaux	BCR 0/12,5 Témoin	BCR 0/12,5 20% sédiment	BCR 0/20 20% sédiment
Densité géométrique (g/cm ³)	2,257	2,155	2,182
Teneur en eau mesurée	5,1%	7,1%	7,8%
Compacité obtenue	96,9%	101,0%	101,5%

Les performances de la formule témoin et de la formule BCR 0/20 avec sédiments sont quasi équivalentes ce qui présente un résultat encourageant. Cette équivalence de performance est néanmoins à relativiser par rapport au niveau de compacité obtenue sur le BCR témoin. En effet, cette formule ayant été compactée en statique, le niveau de densification final est de l'ordre de 97% contrairement au BCR 0/20 à base de sédiments dont la densité est de 100%. On peut donc supposer qu'à un même niveau de densification, la formule témoin aurait présentée des performances supérieures, mais aurions-nous atteint la

classification T4, la question reste posée. Enfin, l'impact de la granulométrie maximum du squelette granulaire est clairement visible par comparaison aux performances obtenues sur les formules avec sédiments BCR 0/12,5 et BCR 0/20. Le BCR 0/12,5 présente ainsi une R_t inférieure d'environ 20% au BCR 0/20 à 360 jours. Deux pistes peuvent être proposées pour expliquer ces écarts : la première du point de vue purement mécanique, liée à la présence de granulats de diamètre supérieurs dans le mélange 0/20, la seconde liée à la combinaison du dosage en liant et la surface spécifique développée par chacun des squelettes granulaires.

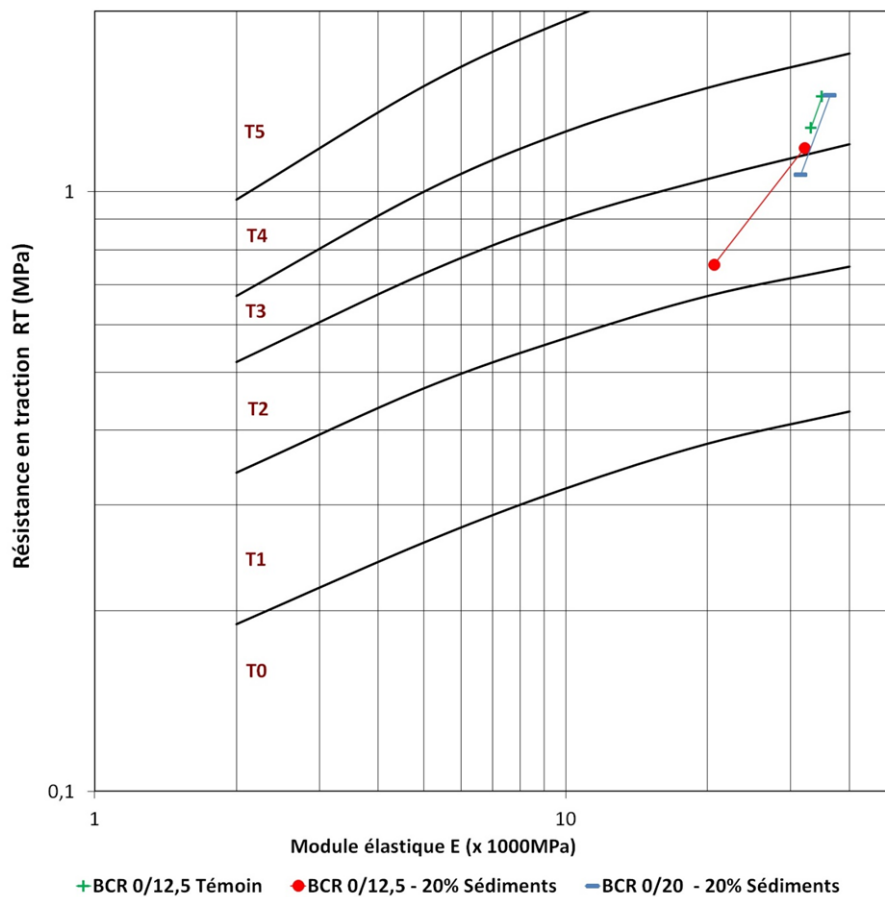


Figure 85. Graphiques de classification mécanique des BCR

En effet, pour une même quantité de matériau, le squelette 0/12,5 présentera une surface spécifique plus importante que le mélange 0/20. Ainsi, pour une même quantité de liant incorporé, on peut estimer qu'un meilleur enrobage des granulats par le liant s'effectuera dans le mélange 0/20 (qui possèdera un « dosage surfacique » en liant plus important). Ainsi, l'atteinte des objectifs T4/T5 pour des formules avec *a minima* 20% de

sédiments passera certainement par un compromis entre optimisation du squelette granulaire et dosage en liant adapté.

5. Performances environnementales du matériau alternatif

5.1. Évaluation environnementale dans le cadre du SETRA

En l'absence de guide d'application spécifique pour les sédiments de curage et de dragage, il est nécessaire d'appliquer la méthodologie d'évaluation environnementale du guide SETRA lors de la valorisation de ces matériaux en technique routière (SETRA, 2011).

5.1.1. Rappels sur la méthodologie développée par le SETRA

La méthodologie d'évaluation environnementale développée par le guide SETRA s'appuie sur la norme NF EN 12920+A1 qui définit les modalités d'évaluation du relargage de contaminants d'un matériau dans l'eau en fonction des conditions de valorisation spécifiées.

Cette méthodologie comprend 3 étapes :

- une première de description du déchet et des procédés à son origine afin d'évaluer la contamination qu'il recèle,
- une seconde de description du matériau alternatif élaboré, du procédé suivi et de l'usage routier envisagé et finalement
- une troisième étape de vérification de l'impact du produit alternatif sur la qualité des eaux.

Cette troisième étape repose sur 3 niveaux en cascade, d'abord une vérification de la conformité du déchet aux seuils en contenu total en contaminants et en contaminants relargués lors de la lixiviation (Norme NF EN 12457-2) définis par le guide. Puis, si ces seuils ne sont pas respectés, des essais de percolation (NF EN 14405) sont menés sur le déchet et si ces essais ne sont pas non plus concluants, il est possible d'effectuer une étude spécifique selon les recommandations de la note CEREMA relative au niveau 3 du guide SETRA (Ministère de l'Écologie et du Développement Durable and Cerema, 2015).

5.1.2. Résultats des essais de la méthodologie du SETRA sur le sédiment étudié

Pour répondre à la demande de caractérisation du déchet du guide SETRA (étape 1), les teneurs en contaminants réglementaires dans le sédiment étudié sont décrites dans le Tableau 77, et sa non-dangereuse est établie dans le paragraphe 2.3 de ce chapitre.

Pour l'étape 3 du guide SETRA, le niveau 1 nécessite plusieurs lixiviations, suivant la norme NF EN 12457-2, afin de déterminer le potentiel de relargage du sédiment et du le matériau alternatif en contaminants, les résultats sont reportés dans le Tableau 86.

Tableau 86. Concentrations mesurées pour le sédiment marin dans les éluats exprimée en mg/kg sec obtenus par l'application de la norme NF EN 12457-2 comme demandé par le guide SETRA (SETRA, 2011)

Paramètres	Sédiment marin	Matériau alternatif	Seuils SETRA à respecter par			Seuil d'exclusion SETRA
			au moins 80 % des échantillons	au moins 95 % des échantillons	100 % des échantillons	
As	< 0,04	0,15 ± 0,10	0,5	1	1,5	2
Ba	0,4 ± 0,1	0,4 ± 0,1	20	40	60	100
Cd	< 0,002	0,03 ± 0,002	0,04	0,08	0,12	1
Cr total	< 0,01	0,15 ± 0,01	0,5	1	1,5	10
Cu	< 0,02	0,7	2	4	6	50
Hg	-	< 0,005	0,01	0,02	0,03	0,2
Mo	0,18	0,21	0,5	1	1,5	10
Ni	< 0,01	0,04	0,4	0,08	1,2	10
Pb	< 0,04	< 0,04	0,5	1	1,5	10
Sb	< 0,05	< 0,05	0,06	0,12	0,18	0,7
Se	< 0,05	< 0,05	0,1	0,2	0,3	0,5
Zn	< 0,1	< 0,2	4	8	12	50
Chlorures	11147 ± 2229	4509 ± 83	800	1600	2400	15000
Fluorures	10,2 ± 2,0	< 6	10	20	30	150
Sulfates	12690 ± 2538	5544 ± 132	1000	2000	3000	20000
Fraction soluble	4422 ± 884	15040 ± 1310	4000	8000	12000	60000
pH	8,3 ± 0,2	9,1 ± 0,2	[5,5 – 12,5]	[5,5 – 12,8]	[5,5 – 13,0]	-

Les concentrations en éléments traces métalliques et métalloïdes (ETMM) sont largement inférieures aux seuils du SETRA. Cependant, les concentrations en chlorures et sulfates relarguées et la fraction soluble sont significativement supérieures aux seuils du guide pour le sédiment, le matériau alternatif composé du sédiment traité à la chaux et corrigé au sable présente les mêmes dépassements. Sur le paramètre fluorure, les

concentrations mesurées sont les échantillons de sédiments sont proches du seuil mis en place pour 80% des échantillons tandis que le matériau alternatif présente une concentration très inférieure à ce même seuil. Les dépassements mesurés s'expliquent par la présence de teneurs en sels résiduels dans le sédiment marin après lagunage dans les bassins du GPMD.

Quoiqu'il en soit, les dépassements observés restent inférieurs aux seuils d'exclusion du guide SETRA, ce qui permet d'envisager l'utilisation du matériau en technique routière dans le cadre d'une étude spécifique.

Le niveau 1 demande aussi à ce que le sédiment respecte certains seuils en contenu total. Ces résultats sont présentés dans le Tableau 87. Les contenus totaux en HAP (somme des 16 substances réglementaires), en PCB (somme des 7 réglementaires) et des BTEX (Benzène, Toluène, Éthylbenzène, Xylènes) sont très inférieurs aux seuils préconisés par le SETRA.

Tableau 87. Concentrations en contaminant total du sédiment étudié exprimées en mg/kg sec pour le respect du guide SETRA (SETRA, 2011)

Contaminants	Concentration dans le sédiment étudié	Seuil SETRA à respecter par	
		au moins 80% des échantillons	100% des échantillons
HAP Somme	3,8 ± 0,8		50
PCB Somme	0,10 ± 0,03		1
COT	40000 ± 6000	30000	60000
BTEX	0,19 ± 0,08		6
HCT	319 ± 17		500

La concentration en COT est comprise entre la valeur que doivent respecter 80% des échantillons et celle que doivent respecter 100% des échantillons. Cependant, dans le cas présent cette concentration en COT peut ne pas poser problème puisque, pour les sédiments de Dunkerque, la fraction de cette matière organique présente sous forme soluble ne représente qu'une part relativement faible (4,12%) du COT, ce qui suggère une certaine stabilité de la fraction organique dans le temps (Charasse, 2013).

Le sédiment étudié est destiné à être valorisé de différentes façons dont en couche de surface. Afin de satisfaire aux exigences environnementales du SETRA pour ce type d'usage (non revêtus, non recouverts), il est donc impératif de développer le niveau 2 et donc de réaliser des essais de percolation (NF EN 14405). Les résultats des essais de percolations sont présentés dans le Tableau 88.

Les quantités d'ETMM relargués par le sédiment sont très largement inférieures aux seuils préconisés par le SETRA pour les usages revêtus comme pour les usages recouverts. Les quantités de chlorures et de sulfates relargués dépassent ces seuils, il est donc nécessaire, dans le cadre du SETRA, de procéder à une étude spécifique pour vérifier la faisabilité des usages. En effet, en l'absence de guide d'application dédié aux travaux maritimes les sédiments marins sont actuellement soumis au respect des seuils relatifs à la protection des nappes phréatiques.

Tableau 88. Concentrations cumulées pour le sédiment marins dans les éluats exprimée en mg/kg sec obtenus par l'application de la norme NF EN 14405 comme demandé par le guide Sétra (SETRA, 2011)

Paramètres	Sédiment marin	Seuils SETRA	
		Quantité relarguée cumulée en mg/kg de matière sèche pour un ratio L/S = 10 l/kg	
		Scénario "Sous-couche de chaussée ou d'accotement revêtus"	Scénario "Remblai technique ou accotement recouverts"
As	0,06 ± 0,01	0,8	0,5
Ba	0,44 ± 0,01	56	28
Cd	< 0,02	0,32	0,16
Cr total	< 0,007	4	2
Cu	< 0,02	50	50
Hg	< 0,04	0,08	0,04
Mo	0,41 ± 0,01	5,6	2,8
Ni	< 0,06	1,6	0,8
Pb	< 0,05	0,8	0,5
Sb	0,05 ± 0,02	0,4	0,2
Se	0,06 ± 0,03	0,5	0,4
Zn	1,3 ± 0,02	50	50
Chlorures	11 213 ± 391	10 000	5 000
Fluorures	< 5	60	30
Sulfates	15 154 ± 219	10 000	5 000

En l'état, le sédiment étudié ne peut donc pas être valorisé en technique routière et devrait faire l'objet d'un traitement. Néanmoins, les dépassements de seuils concernant essentiellement les sels, il a été admis que ce sédiment pouvait être utilisé en technique routière en zone portuaire dans le cadre de travaux maritimes où le sel apporté par le sédiment n'est pas problématique pour la qualité des eaux souterraines. Ceci devant être vérifié au travers d'une étude d'impact réglementaire sur la zone d'implantation de l'ouvrage.

5.1.3. Résultats sur les matériaux routiers issus de la valorisation du sédiment étudié

L'étape 3 de la méthodologie du SETRA s'applique également aux matériaux issus de la valorisation du sédiment. Pour cette partie, les résultats des essais de lixiviation sur les matériaux alternatifs broyés en suivant la norme NF EN 12457-2 sont présentés.

5.1.3.1. Assises routières

Pour cet essai de lixiviation, les résultats sont donnés dans le Tableau 89, les ETMM relargués sont très inférieurs aux seuils du SETRA. Néanmoins, on remarque que les concentrations en chlorures, en fluorures, en sulfates, ainsi que la fraction soluble sont supérieurs aux seuils du SETRA pour les assises intégrant les liants A, B et C.

Tableau 89. Paramètres mesurés dans les éluats exprimés en mg/kg après une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 sur les assises routières avec les liants A, B et C

Paramètres	Matériau alternatif	Liant A 100j	Liant B 60j	Liant C 60j	Seuils SETRA à respecter par les échantillons			Seuil d'exclusion SETRA
					au moins 80 %	au moins 95 %	100%	
As	0,15 ± 0,1	0,06 ± 0,01	0,04	0,04	0,5	1	1,5	2
Ba	0,4 ± 0,1	0,8 ± 0,1	0,34	0,35 ± 0,02	20	40	60	100
Cd	< 0,04	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,04	0,08	0,12	1
Cr	0,15 ± 0,01	0,14 ± 0,02	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0,05	0,5	1	1,5	10
Cu	0,73 ± 0,01	0,93 ± 0,01	0,49	0,54	2	4	6	50
Hg	< 0,005	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,01	0,02	0,03	0,2
Mo	0,21	0,29	0,18 ± 0,01	0,19	0,5	1	1,5	10
Ni	0,04	0,10	0,06	0,08	0,4	0,8	1,2	10
Pb	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,5	1	1,5	10
Sb	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,11	0,06	0,12	0,18	0,7
Se	< 0,05	< 0,05	< 0,05	< 0,12	0,1	0,2	0,3	0,5
Zn	0,08 ± 0,04	< 0,01	< 0,01	0,01	4	8	12	50
Fluorures	< 6	25,4 ± 7,6	28,5 ± 4,9	33,4 ± 2,3	10	20	30	150
Chlorures	4509 ± 83	3208 ± 34	2521 ± 1	2028 ± 11	800	1600	2400	15000
Sulfates	5544 ± 132	1546 ± 45	1150 ± 33	1133 ± 41	1000	2000	3000	20000
Fraction soluble	15040 ± 1310	10125 ± 806	8738 ± 444	6246 ± 315	4000	8000	12000	60000
pH	9,1 ± 0,2	11,15 ± 0,2	11,25 ± 0,2	11,3 ± 0,2	[5,5 – 12,5]	[5,5 – 12,8]	[5,5 – 13,0]	-

D'après le guide SETRA, les assises routières élaborées à partir du matériau alternatif et des liants A, B et C ne sont pas acceptables, dans la mesure où ce sont en principe les

chlorures et les sulfates qui posent problèmes, ces produits sont potentiellement acceptables en zones portuaires où ces relargages en sels ne sont pas problématiques pour les milieux littoraux. Ce résultat indique par ailleurs que l'incorporation du sédiment marin non immergeable dans une matrice cimentaire n'a pas d'impact significatif sur la mobilité des éléments traces métalliques.

5.1.3.2. Béton Compacté Routier

Pour ces essais de lixiviation, les résultats sont donnés dans le Tableau 90. Les éléments traces métalliques et les chlorures relargués sont inférieurs aux seuils du SETRA.

Tableau 90. Paramètres mesurés dans les éluats en mg/kg après une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 sur les BCR 0/20 - 20% sédiment, BCR 0/12,5 - 20% sédiment et BCR 0/12,5 Témoin broyés.

Paramètres	BCR 0/20 – 20% Sédiment	BCR 0/12,5 – 20% Sédiment	BCR 0/12,5 Témoin	Seuils SETRA à respecter par les échantillons			Seuil exclusion SETRA
				au moins 80 %	au moins 95 %	100%	
As	< 0,04	< 0,04	< 0,04	0,5	1	1,5	2
Ba	6,9 ± 0,5	5,0 ± 0,1	5,0 ± 0,1	20	40	60	100
Cd	< 0,002	< 0,002	< 0,002	0,04	0,08	0,12	1
Cr total	< 0,009	< 0,009	< 0,009	0,5	1	1,5	10
Cu	0,3	0,2	< 0,02	2	4	6	50
Hg	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,01	0,02	0,03	0,2
Mo	0,08 ± 0,01	0,06 ± 0,02	< 0,009	0,5	1	1,5	10
Ni	< 0,04	< 0,04	< 0,04	0,4	0,08	1,2	10
Pb	< 0,005	< 0,005	< 0,005	0,5	1	1,5	10
Sb	< 0,05	< 0,05	< 0,05	0,06	0,12	0,18	0,7
Se	< 0,03	0,03	0,03	0,1	0,2	0,3	0,5
Zn	< 0,3	< 0,3	< 0,3	4	8	12	50
Fluorures	11 ± 3,3	17 ± 5,1	< 5	10	20	30	150
Chlorures	777 ± 15	541 ± 11	187 ± 4	800	1600	2400	15000
Sulfates	1000 ± 20	1540 ± 31	328 ± 7	1000	2000	3000	20000
Fraction soluble	10002 ± 102	9514 ± 1396	4963 ± 1310	4000	8000	12000	60000
pH	10,7 ± 0,2	10,8 ± 0,2	10,7 ± 0,2	9 ± 3,5	9,15 ± 3,65	9,25 ± 3,75	-

Pour les 2 formulations de BCR contenant le sédiment, on observe des dépassements des seuils du SETRA pour les fluorures et les sulfates. Les fractions solubles sont supérieures

aux seuils pour les BCR contenant le sédiment comme pour le témoin, néanmoins, cela ne pose pas de problème d'acceptabilité pour le témoin étant donné que les concentrations en fluorures, chlorures et sulfates sont inférieures aux seuils du SETRA pour ce matériau. D'après le guide SETRA, les BCR élaborés à partir du sédiment ne sont pas acceptables. Dans la mesure où ce sont en principe les chlorures et les sulfates qui posent problèmes, ces produits sont potentiellement acceptables en zones portuaires où ces relargages en sels ne sont pas problématiques pour le milieu marin.

5.2. Évaluation des performances environnementales selon la logique «produits de construction»

Dans la continuité de ce qui a pu se faire par ailleurs (Lupsea, 2013) pour l'étude de l'acceptabilité environnementale des produits de construction dans le cadre de l'application du RCP et en suivant la norme CEN/TS 16637-1, des essais de lixiviation sur monolithe sont menés. Ces essais se déroulent sur 64 jours et suivent les prescriptions de la norme NF EN 15863 (revue en 2015), le dispositif est détaillé dans la Figure 86.

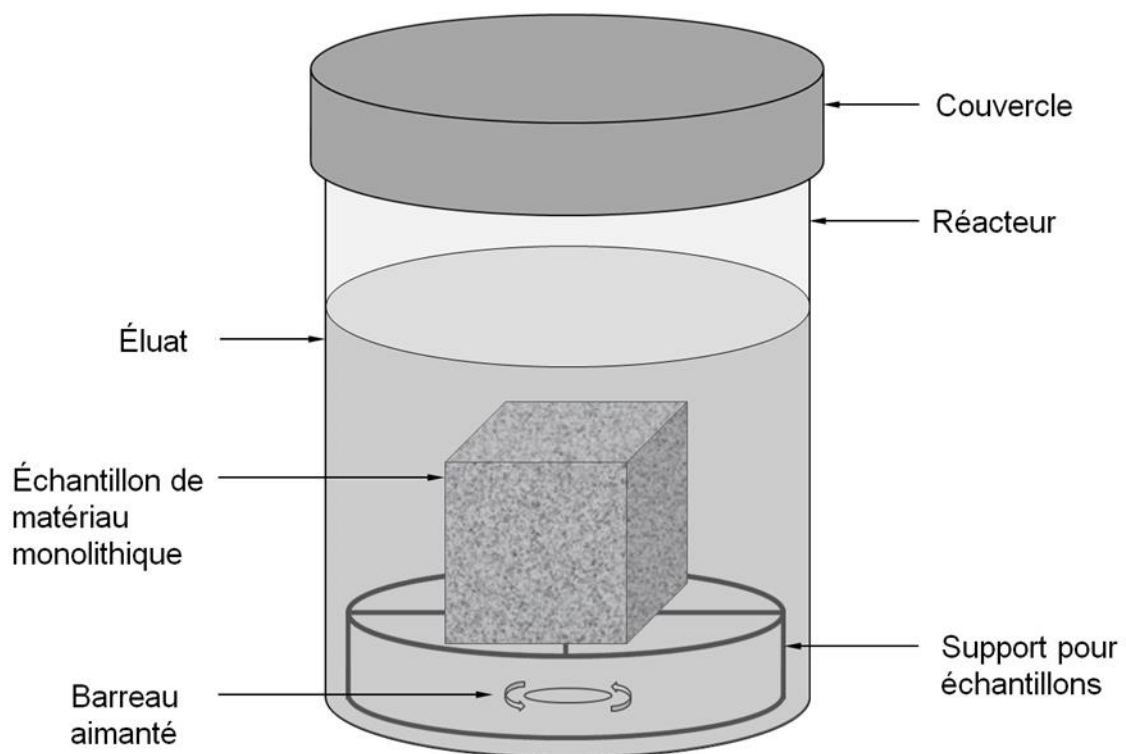


Figure 86. Dispositif expérimental pour la lixiviation sur monolithe (NF EN 15863)

Les essais sont menés sur des éprouvettes coupées en cubes réguliers de 4 centimètres de côté. Le milieu est renouvelé suivant les intervalles de temps décrits dans le Tableau 14 et chaque éluat est analysé pour pouvoir étudier le relargage cumulé sur l'ensemble de la période d'essai. Contrairement à l'essai sur matériaux broyés, on s'intéresse ici aux substances relarguées par le matériau en fonction de la surface exposée plutôt que la masse, en conséquence, le volume de lixiviat par fraction est choisi en fonction de la surface du monolithe avec un ratio L/A (liquide/ surface) de 8 ml/cm².

L'étude des mécanismes de relargage est nécessaire à la prévision des émissions de substances dangereuses d'une construction pendant sa vie en œuvre à moyen et long terme.

Au terme de l'essai, il est possible de mettre en évidence les mécanismes principaux induisant le relargage des contaminants à l'aide d'une méthodologie développée dans la norme. Le logigramme présenté en Figure 32 décrit les différentes étapes d'identification.

Il peut toutefois s'avérer difficile d'identifier les mécanismes principaux de contrôle du relargage des ETMM sur la base des essais de lixiviation dynamiques sur monolithes.

Dans d'autres pays européens comme l'Allemagne et les Pays Bas, l'utilisation de matières premières secondaires est réglementée et des seuils environnementaux existent pour l'essai de lixiviation dynamique sur monolithes. Cependant, de tels seuils ne sont pas disponibles dans la réglementation nationale.

Ces seuils étrangers permettent de vérifier la conformité des produits de construction à la législation de ces pays dans le but de garantir leur innocuité environnementale à long terme. Le référentiel issu de la législation des Pays-Bas bénéficie d'un retour d'expérience significatif depuis son application initial dans le cadre du Building Material decree (BMD1995) modifié ensuite dans le Soil Quality Decree (SQD 2007). A des fins de comparaison, c'est ce référentiel qui a été appliqué à nos travaux.

Le BMD est fondé sur l'impact potentiel de matériaux sur l'environnement, indépendamment de l'intégration de matières recyclées ou de déchets dans ces matériaux, et donne des critères de qualité à respecter pour l'application de ces matériaux dans le domaine de la construction. Ce décret s'applique lorsque les matériaux utilisés sont en contact avec l'eau de pluie et peuvent avoir un impact sur les eaux de surfaces et les eaux souterraines.

Le SQD est issu du retour d'expérience de 10 ans du BMD dans le but d'en combler certaines lacunes et rentre en vigueur en 2008. Pour ce décret, des valeurs limites d'émissions ont été calculées pour différents milieux cibles (les sols, les eaux souterraines et les eaux de surfaces). Ces valeurs seuils s'appliquent pour des matériaux granulaires ou monolithiques.

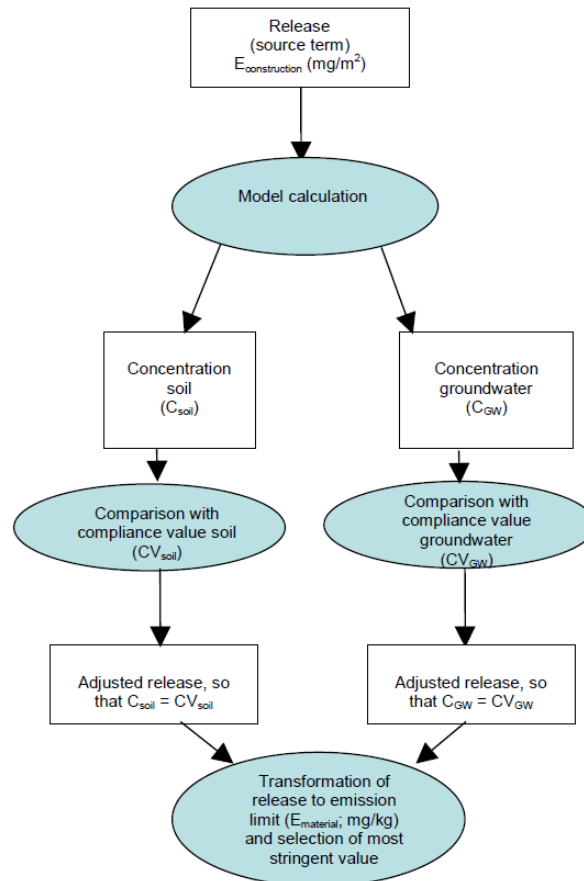


Figure 87. Procédure de détermination des limites d'émission des matériaux de construction dans la réglementation néerlandaise (Soil Quality Decree, 2008).

La méthodologie qui a permis d'aboutir à ces valeurs est détaillée en Figure 87 se compose des 6 étapes suivante :

- Calcul du terme source : description du scénario de relargage des substances à partir des matériaux de construction. Sur les bases de données connues, un modèle de diffusion pour chaque substance est utilisé dans cette approche.
- Des modèles dynamiques sont appliqués pour le calcul de l'émission et du transport des substances dans le sol en fonction du temps. Un modèle de calcul de la spéciation et de la

complexation des ETMM (ORCHESTRA) et un modèle de transport se basant sur des valeurs de coefficient de partage solide/ liquide connues (PEARL) sont utilisés.

- Les concentrations résultantes obtenues sont comparées aux valeurs de conformités établies pour le respect des critères de qualités des milieux potentiellement impactés.

- Les termes sources sont ajustés de sorte à définir un maximum à la fois pour les impacts sur le sol et sur les eaux souterraines

- Des valeurs limites d'émissions sont obtenues sur la base des termes sources ajustés

- La valeur limite d'émission la plus stricte est choisie pour un temps de simulation de 100 ans avec un profil du sol constitué d'un mètre de sol insaturé et d'un mètre de sol saturé. Le niveau des eaux souterraines choisie est de 1m sous la surface du sol, en cohérence avec la situation moyenne néerlandaise.

Tableau 91. Valeurs des seuils de conformité des matériaux granulaires et monolithiques dans l'essai de percolation et l'essai dynamique de lixiviation sur monolithique

Paramètres	Seuils de conformité des matériaux granulaires dans l'essai de percolation normalisé (mg/kg)	Seuils de conformité des matériaux monolithiques dans l'essai normalisé de lixiviation dynamique sur monolithes (mg/kg)
As	0,9	260
Ba	22	1500
Cd	0,04	3,8
Co	0,54	60
Cr	0,63	120
Cu	0,9	98
Hg	0,02	1,4
Mo	1	144
Ni	0,44	81
Pb	2,3	400
Sb	0,32	8,7
Se	0,15	4,8
Sn	0,4	50
V	1,8	320
Zn	4,5	800
Bromures	20	670
Chlorures	616	110000
Florures	55	2500
Sulfates	2430	165000

Des seuils de conformité applicables à des essais normalisés sont obtenus à partir des valeurs limites d'émissions. Ces essais normalisés sont l'essai de percolation pour les matériaux granulaires et l'essai de lixiviation dynamique sur monolithes pour les matériaux monolithiques. Ces seuils sont reportés dans le Tableau 91.

5.2.1. Assises routières

Pour cette approche, les résultats cumulés sont comparés au bout de 64 jours aux seuils SQD des Pays-Bas. Les résultats sont donnés dans le Tableau 92. Les éléments observés sont tous relargués à des concentrations très inférieures aux seuils du SQD, ce qui signifie que les assises routières valorisées à partir du sédiment marin correspondent aux attentes des produits de construction classiques aux Pays-Bas sur ce critère et d'un point de vue environnemental.

Tableau 92. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargués lors des essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les assises routières comparés aux seuils du SQD en mg/m²

Éléments	Concentrations cumulées sur 64 jours en mg/m ²			Seuils SQD
	Liant A 100j	Liant B 60j	Liant C 60j	
As	< 0,7	< 0,7	< 0,7	260
Ba	25,1 ± 1,1	18,2 ± 3,5	17,8 ± 3	1500
Cd	< 0,04	< 0,04	< 0,04	3,8
Co	-	-	-	60
Cr	< 0,07	< 0,07	< 0,07	120
Cu	7,1 ± 0,4	4,6 ± 3,1	4,0 ± 1,5	98
Hg	< 0,005	< 0,005	< 0,005	1,4
Mo	< 0,5	< 0,5	< 0,5	144
Ni	< 0,3	< 0,3	< 0,3	81
Pb	< 0,7	< 0,7	< 0,7	400
Sb	< 1,6	< 1,6	< 1,6	8,4
Se	< 0,7	< 0,7	< 0,7	4,8
Sn	-	-	-	50
V	-	-	-	320
Zn	< 0,3	< 0,3	< 0,3	800
Fluorures	< 320	< 320	< 320	2500
Chlorures	51432 ± 703	51280 ± 767	49510 ± 168	110000
Sulfates	12030 ± 709	7749 ± 748	7489 ± 389	165000

Pour les 3 formulations testées, on observe des différences de relargage cumulé à 64 jours pour Ba, Cu et les sulfates. Le relargage cumulé en Ba et en sulfates est un peu plus élevé (environ 40% de plus pour Ba et 60% pour les sulfates) pour la formulation avec le liant

A qu'avec celles avec les liants B et C. Pour Cu, le relargage cumulé à 64 j est 75% plus élevé pour la formulation avec le liant A que pour la formulation intégrant le liant C. Étant donné la forte variabilité du résultat de la concentration cumulée en Cu pour la formulation avec le liant B, il n'est pas pertinent de le comparer à ceux obtenus pour les autres formulations. Cette différence de relargage cumulé peut s'expliquer par le temps de maturation différent entre les monolithes préparés avec la formulation intégrant le liant A et ceux intégrant les liants B et C pour lesquels les résultats sont équivalents.

Le relargage des éléments supérieur aux limites de quantification peut être représenté en fonction du temps et du ratio L/A cumulé, les courbes sont présentées en Figure 88. Il ne semble pas que le mécanisme principal contrôlant le relargage de ces éléments soit la diffusion puisqu'à partir du quatrième prélèvement, les points expérimentaux ne suivent plus la courbe de diffusion. Il est donc nécessaire de suivre la méthodologie proposée par la norme NF EN 15863 détaillée par le logigramme en Figure 32 pour identifier les mécanismes principaux contrôlant le relargage.

Pour cette méthode de calcul, le Tableau 93 présente les conclusions de cette méthodologie pour le Ba, les chlorures et sulfates pour les formulations d'assises routières. Le détail des calculs est fourni en Annexe V-1. Par le calcul, les conclusions sur les mécanismes peuvent différer en fonction des intervalles de confiance. D'où la prudence employée dans le Tableau 93. Pour les contaminants étudiés, la diffusion avec un appauvrissement est tout de même le mécanisme de contrôle du relargage le plus mis en évidence, ce qui explique l'écart des derniers points expérimentaux par rapport à la droite de diffusion mise en évidence par les graphiques en Figure 88. Dans la perspective de l'étude du flux de contaminants relargués par un ouvrage réalisé avec ces matériaux durant sa vie en œuvre, l'identification des mécanismes de contrôle du relargage est primordiale. De même, l'indication selon laquelle un appauvrissement est observé pour le relargage de certains contaminants permet de penser qu'un seuil critique existe au-delà duquel le relargage devient négligeable.

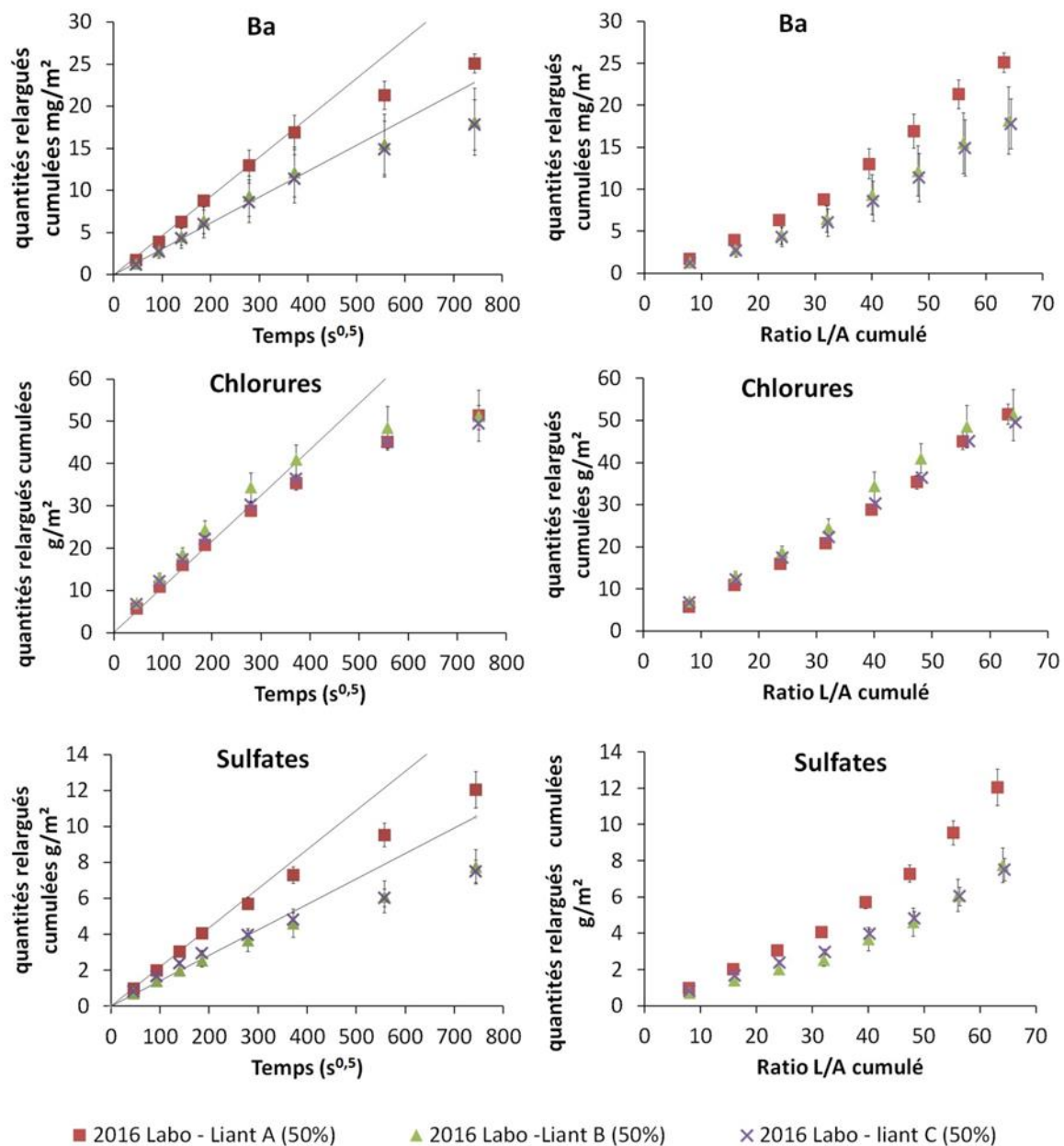


Figure 88. Quantités relarguées cumulées en fonction de la racine carrée du temps et du ratio liquide surface (ratio L/A) cumulé en ml/cm² pour le baryum, les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les assises LA 100j, LB 60j et LC 60j.

Une première évaluation du relargage sur 20 ans peut être estimée en exprimant les années en fonction de la pluviométrie et donc du ratio liquide/surface cumulé. Sur le site de Météo Ciel (Meteociel, 2018), il est possible d’avoir accès aux relevés pluviométriques mensuels en fonction de zones géographiques. Il est donc possible en relevant ces données sur plusieurs années de calculer une pluviométrie moyenne sur 20 ans pour Dunkerque par exemple. Afin d’extrapoler les résultats obtenus sur monolithes, les quantités cumulée

relarguées sont exprimées en fonction du ratio L/A en ml/cm² cumulé au cours de l'essai et une équation empirique peut être mise en évidence. Il s'agit alors de calculer le ratio liquide/surface cumulé équivalent à 20 ans de pluviométrie comme cela peut être fait dans le cadre de simulations (Lupsea et al., 2014). En appliquant la pluviométrie moyenne pour Dunkerque sur 20 ans (11900 ± 1300 mm soit un ratio liquide/ surface de 1190 ± 130 ml/cm²).

Tableau 93. Récapitulatif des mécanismes principaux de relargage d'éléments traces pour les formulations d'assises intégrant les liants A (100j), B (60j) et C (60j), mis en évidence par le calcul dans les conditions spécifiques de l'essai normalisé NF EN 15863

Éléments	Mécanismes principaux contrôlant le relargage		
	Liant A 100j	Liant B 60j	Liant C 60j
Ba	Diffusion probable avec appauvrissement	Diffusion avec appauvrissement	Diffusion avec appauvrissement
Chlorures	Diffusion avec appauvrissement	Mécanisme non identifié avec appauvrissement	Diffusion probable avec appauvrissement mais dissolution possible
Sulfates	Diffusion	Diffusion	Diffusion

Le matériau testé dans cette partie étant dédié à un usage en assise routière, il n'est pas directement exposé aux intempéries. Il est donc nécessaire de connaître la fraction de la pluviométrie qui va effectivement s'infiltrer et entrer en contact avec le matériau et non ruisseler sur la couche de surface, le coefficient de ruissellement (Cr) pour une chaussée revêtue se situe autour de 0,95. La pluviométrie sur 20 ans calculée revient à un ratio L/A de 59,5 ± 6,5 ml/cm² sans prise en compte de l'évapotranspiration. Le ratio L/A cumulé équivalent étant alors comparable aux 64 ml/cm² obtenus lors de l'essai sur monolithes, les résultats sont comparés aux seuils du SQD (van der Sloot et al., 2011) dans le Tableau 94.

Tableau 94. Estimations des quantités de contaminants relarguées par les assises routières exprimées en mg/m² pour une durée de 20 ans

Matériaux	Ba	Chlorures	Sulfates
Liant A 100j	[19,6 - 27,3]	[41 300 - 55 500]	[8 900 – 12 900]
Liant B 60j	[13,8 - 19,4]	[44 000 - 54 800]	[5 580 – 8 050]
Liant C 60j	[13,2 - 18,7]	[40 400 - 52 200]	[5 610 – 7 630]
Seuils SQD	1 500	110 000	165 000

Pour le Cr choisi, les quantités de contaminants relarguées restent inférieures aux seuils du SQD (van der Sloot et al., 2011). Il convient toutefois de relativiser ces estimations,

puisqu'elles s'appuient sur un temps courts, il est donc peu probable que les mécanismes contrôlant le relargage soient identiques pour un même ratio L/A avec une telle différence de temps (2 mois en laboratoire et 20 ans en simulation). Par ailleurs, l'essai sur monolithe est un essai qui met directement en contact le lixiviant et la surface du matériau, en ce sens il se prête davantage à analyser le relargage de matériaux de surface, la couche de surface étant exposées par percolation. De plus, cet essai se déroule en laboratoire sous conditions contrôlées sans intervention d'éléments extérieurs, il ne prend donc pas en compte les différentes attaques que peut subir le matériau ni sa possible fracturation, ce qui modifierait l'exposition du matériau aux précipitations. Le niveau de précipitation sur 20 ans est aussi à relativiser puisqu'il ne prend pas en compte la possibilité d'un ou plusieurs événements pluvieux exceptionnels de type pluie centennale. Il est aussi nécessaire de réaliser des estimations plus fines en prenant en compte le changement climatique et donc la modification des précipitations selon les zones d'essai choisies. De même, la prise en compte de l'évapotranspiration dans ces calculs réduirait le ratio L/A cumulé équivalent estimé sur 20 ans et donc abaisserait les quantités de contaminants relargués estimées.

5.2.2. Béton Compacté Routier

De la même manière que pour les assises routières, les éléments relargués sont largement inférieurs aux valeurs seuils du SQD (van der Sloot et al., 2011). De la même manière, on en déduit que les BCR valorisés à partir du sédiment marin correspondent aux attentes environnementales des produits de construction classiques aux Pays-Bas sur ce critère. Les résultats sont donnés dans le Tableau 95.

Hormis pour le relargage du Cu, il n'y a pas de différences significatives de relargage cumulé à 64 jours entre les BCR contenant des sédiments. Pour le Ba, le relargage cumulé à 64 jours des BCR contenant des sédiments est plus élevé de 30 à 50 % que celui du BCR témoin. Pour le V et les sulfates, le relargage cumulé à 64 jours est 2 à 3 fois plus élevé pour les BCR contenant des sédiments par rapport aux témoins. Pour les chlorures, le relargage cumulé à 64 jours est environ 10 fois plus important pour les BCR contenant des sédiments par rapport aux témoins, la majeure partie des contaminants apportés par le sédiment sont donc les chlorures et les sulfates.

Tableau 95. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargués dans les essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les bétons compactés au rouleau comparés aux seuils du SQD exprimées en mg/m²

Éléments	Concentrations cumulées sur 64 jours en mg/m ²			Seuils SQD
	BCR 0/20 - 20% sédiment	BCR 0/12,5 - 20% sédiment	BCR 0/12,5 Témoin	
As	< 0,4	< 0,4	< 0,4	260
Ba	48,8 ± 1,6	54,9 ± 5,8	36,8 ± 2,2	1500
Cd	< 0,04	< 0,04	< 0,04	3,8
Co	< 0,5	< 0,5	< 0,5	60
Cr	< 0,06	< 0,06	< 0,06	120
Cu	2,3 ± 0,5	4,4 ± 0,4	0,3	98
Hg	< 0,4	< 0,4	< 0,4	1,4
Mo	< 0,3	< 0,3	< 0,3	144
Ni	< 0,2	< 0,2	< 0,2	81
Pb	< 0,5	< 0,5	< 0,5	400
Sb	< 0,5	< 0,5	< 0,5	8,4
Se	< 0,7	< 0,7	< 0,7	4,8
Sn	< 0,6	< 0,6	< 0,6	50
V	2,6 ± 0,1	2,8 ± 0,6	1,0 ± 0,1	320
Zn	< 0,2	< 0,2	< 0,2	800
Fluorures	< 320	< 320	< 320	2500
Chlorures	12566 ± 518	13925 ± 927	1459 ± 102	110000
Sulfates	3284 ± 118	3449 ± 668	1511 ± 65	165000

Le relargage cumulé en fonction de la racine carrée du temps est reporté en Figure 89 pour le Ba, les chlorures et les sulfates, les courbes de relargage des autres éléments présentant un relargage supérieurs à la limite de quantification présentant une variabilité trop importante pour être exploitables. Pour le Ba, il semble graphiquement que la diffusion puisse être le mécanisme de contrôle du relargage principale autant pour les BCR contenant des sédiments que pour le témoin. Pour les chlorures, le modèle de la diffusion semble être adapté au témoin mais pour les formulations contenant des sédiments, seuls les premiers points correspondent à ce modèle.

Pour les sulfates, seuls les premiers points suivent le modèle de la diffusion. Il est aussi possible d'identifier les mécanismes principaux contrôlant le relargage, de suivre la méthodologie proposée par la norme NF EN 15863 détaillée par le logigramme en Figure 32. Pour cette méthode de calcul, le Tableau 96 présente les conclusions de cette méthodologie pour le Ba, les chlorures et sulfates pour les formulations de BCR. Le détail des calculs est fourni en Annexe V-2. Tout comme pour la méthode graphique, le calcul permet de mettre en évidence un relargage contrôlé principalement par la diffusion pour le Ba.

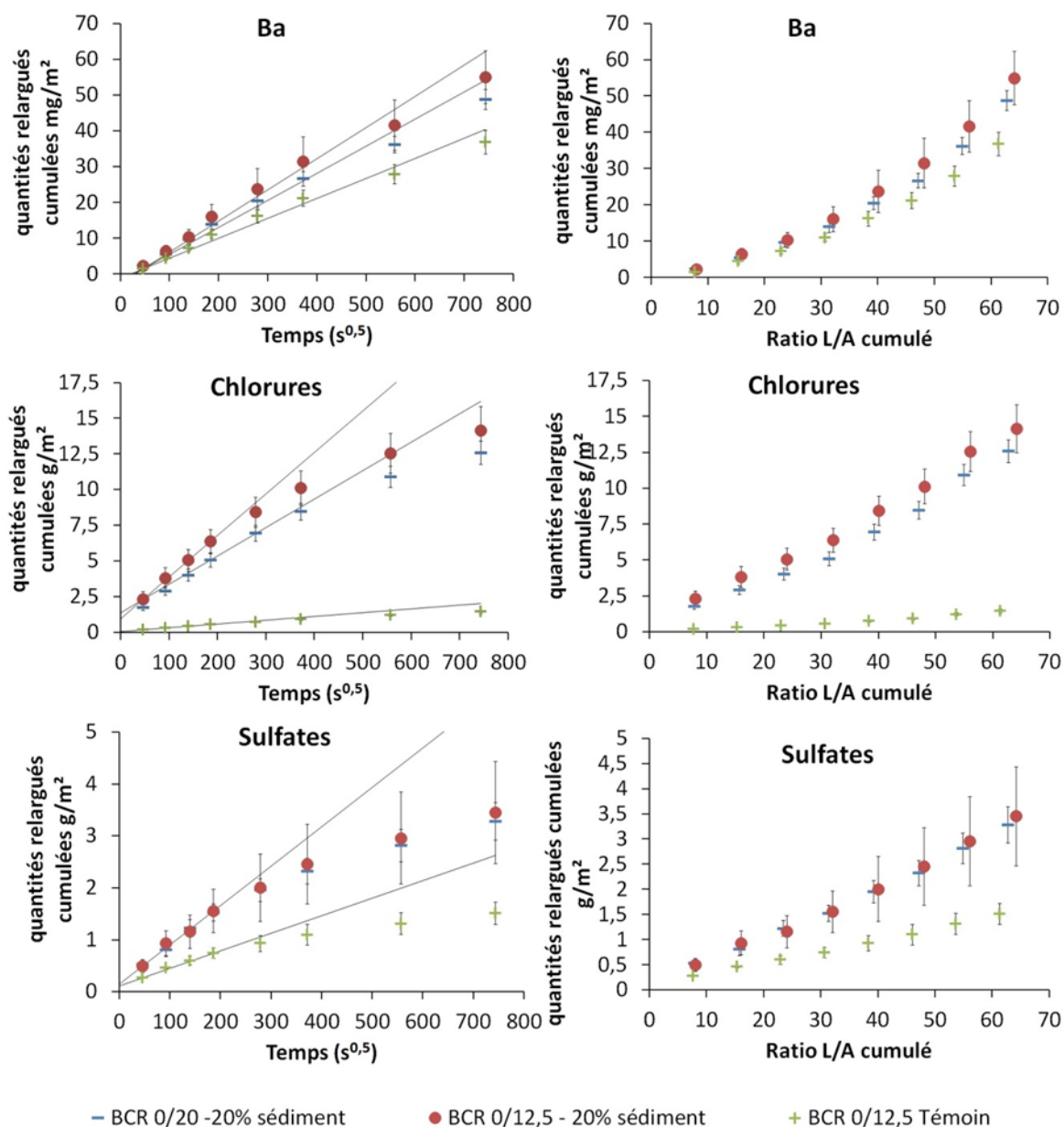


Figure 89. Quantités relarguées cumulées en fonction de la racine carrée du temps et du ratio liquide surface (ratio L/A) cumulé en ml/cm² pour le baryum, les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les monolithes BCR 0/20 – 20% sédiment, BCR 0/12,5 - 20% sédiment et BCR 0/12,5 Témoin.

Pour les chlorures, le mécanisme principal mis en évidence par le calcul est la diffusion avec appauvrissement et probablement un lessivage de surface pour le BCR 0/12,5 - 20% sédiment. Pour les sulfates, aucun mécanisme principal du contrôle du relargage n'est mis en évidence par le calcul. Il est possible qu'il y ait à la fois de la diffusion et de la dissolution, notamment de gypse, ou même l'intervention de mécanismes physique de relargage avec l'émission de colloïdes (Anderson, 2016).

Tableau 96. Récapitulatif des mécanismes principaux de relargage d'éléments traces pour les BCR 0/20 – 20% sédiment, BCR 0/12,5 -20% sédiment et BCR 0/12,5 Témoin, mis en évidence par le calcul dans les conditions spécifiques de l'essai normalisé NF EN 15863

Éléments	Mécanismes principaux contrôlant le relargage		
	BCR 0/20 – 20% sédiment	BCR 0/12,5 – 20% sédiment	BCR 0/12,5 Témoin
Ba	Diffusion	Diffusion	Diffusion
Chlorures	Diffusion avec appauvrissement	Diffusion avec appauvrissement et probable lessivage	Diffusion avec appauvrissement
Sulfates	Mécanisme non identifié avec un possible lessivage de surface	Mécanisme non identifié	Mécanisme non identifié avec un possible lessivage de surface

5.2.3. Bétons pour piste cyclable

Les différentes formulations de béton pour pistes cyclables ont été utilisées pour des essais suivant la norme NF EN 15863. Les variations du pH entre les différentes fractions des essais sont présentées en Figure 90. Globalement le pH se situe entre 10,5 et 12,5, on en déduit donc que les bétons ne sont pas carbonatés lors de l'essai, on observe aussi pour chaque formulation une légère augmentation jusqu'à la 7ème fraction puis une diminution pour la dernière fraction.

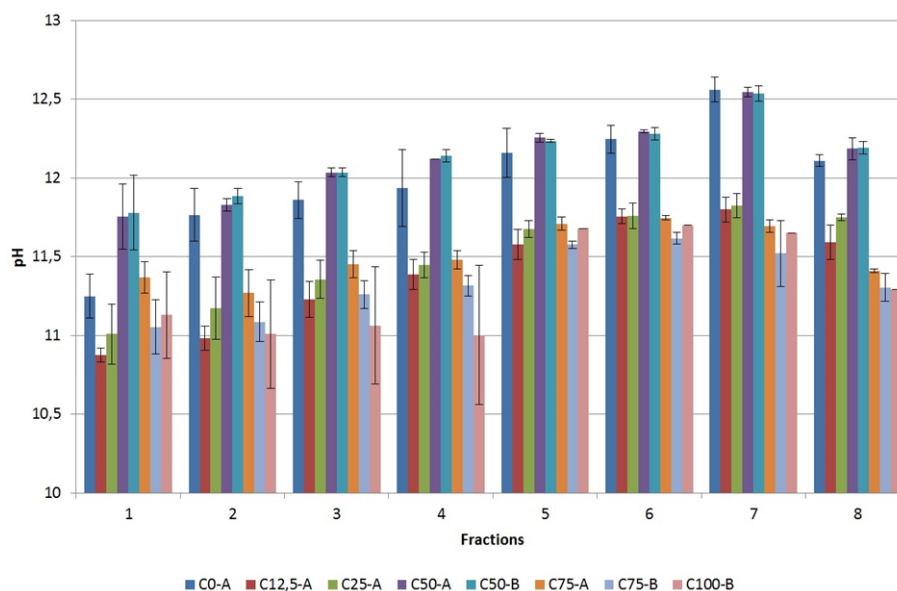


Figure 90. Variation du pH au cours de l'essai normalisé NF EN 15863 sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B

En comparant les formulations les unes par rapport aux autres en fonction de la proportion de sédiment, on peut dire que l'utilisation de sédiment en remplacement de la fraction sableuse pour 12,5 et 25 % semble faire baisser le pH par rapport au témoin, de même que pour les taux de substitution de 75 et 100%. Cependant, il semble que la substitution de la fraction sableuse par le sédiment à hauteur de 50% ait pour effet d'augmenter le pH des fractions par rapport au témoin au moins pour la première fraction, pour les autres, le pH du témoin est similaire. Hormis pour la première fraction pour C50-A et C50-B, l'effet semble donc d'aller vers une baisse du pH quel que soit la proportion de sédiment ajouté de cette manière ce qui situe les fractions collectées dans une tranche de pH pour laquelle la spéciation des ETMM est moins mobile.

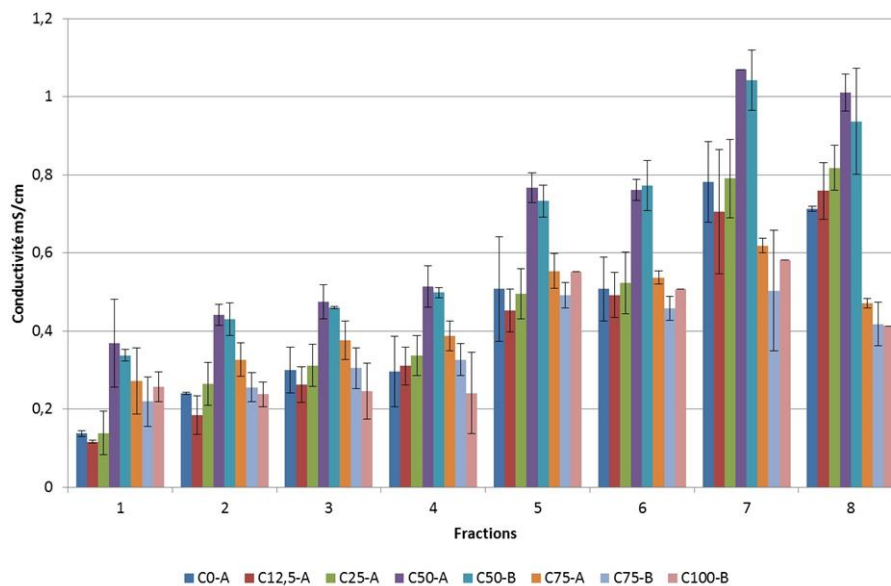


Figure 91. Variation de la conductivité en mS/cm au cours de l'essai normalisé NF EN 15863 sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B

Les variations de la conductivité entre les différentes fractions des essais sont présentées en Figure 91. Globalement, la conductivité semble augmenter en fonction du temps jusqu'à la 7^{ème} fraction puis elle diminue légèrement suivant un schéma proche de celui observé pour la variation du pH, pour l'ensemble des éluats la conductivité est comprise entre 0,2 et 1,2 mS/cm. Ces conductivités sont très supérieures à celle de l'eau déminéralisée initialement introduite dans les réacteurs (autour d'1 μ S/cm), à titre de comparaison la limite supérieure de conductivité pour une eau potable est de 0,5 mS/cm et la

conductivité typique de l'eau de mer est de 50 mS/cm. En comparant les formulations les unes par rapport aux autres en fonction de la proportion de sédiment, on peut dire que pour la première fraction, les conductivités des formulations C0-A, C12,5-A et C25-A sont semblables, et les formulations contenant davantage de sédiment sont semblables entre elles. Puis, la conductivité des formulations C0-A, C12,5-A, C25-A, C75-A, C75-B et C100-B sont semblables pour les fractions 2 à 6 avec la conductivité des formulations C50-A et C50-B supérieures. Pour les fractions 7 et 8, les formulations C0-A, C12,5-A et C25-A présentent une conductivité supérieure aux formulations C75-A, C75-B et C100-B et inférieures aux formulations C50-A et C50-B. La conductivité étant un indicateur des solides dissous dans les lixiviats, ces différences laissent à penser que les mécanismes principaux contrôlant le relargage d'élément varient en fonction du taux de substitution de la fraction sableuse.

Tableau 97. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargués dans les essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les bétons pour piste cyclable comparés aux seuils du SQD exprimées en mg/m²

Éléments	C0-A	C12,5-A	C25-A	C50-A	C50-B	C75-A	C75-B	C100-B	Seuils SQD
As	< 2,9	< 2,9	< 2,9	< 2,9	< 2,9	< 2,9	< 2,9	< 2,9	260
Ba	33 ± 9	30 ± 4	28 ± 4	83 ± 4	69 ± 4	24 ± 1	9 ± 2	28 ± 1	1500
Cd	< 0,3	< 0,3	< 0,3	< 0,3	< 0,3	< 0,3	< 0,3	< 0,3	3,8
Co	< 2,3	< 2,3	< 2,3	< 2,3	< 2,3	< 2,3	< 2,3	< 2,3	60
Cr	< 0,4	< 0,4	< 0,4	< 0,4	< 0,4	< 0,4	< 0,4	< 0,4	120
Cu	< 1,0	< 1,0	< 1,0	< 1,0	< 1,0	1,1 ± 0,5	1,2 ± 1,0	2,2 ± 1,3	98
Hg	< 1,4	< 1,4	< 1,4	< 1,4	< 1,4	< 1,4	< 1,4	< 1,4	1,4
Mo	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	< 1,5	144
Ni	< 2,6	< 2,6	< 2,6	< 2,6	< 2,6	< 2,6	< 2,6	< 2,6	81
Pb	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	400
Sb	< 3,8	< 3,8	< 3,8	< 3,8	< 3,8	< 3,8	< 3,8	< 3,8	8,4
Se	< 4,7	< 4,7	< 4,7	< 4,7	< 4,7	< 4,7	< 4,7	< 4,7	4,8
Sn	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	< 2,7	50
V	1,1 ± 0,3	2,2 ± 0,2	2,6 ± 0,3	1,5 ± 0,3	1,7 ± 0,3	3,0 ± 0,3	4,5 ± 1,3	2,6 ± 1,1	320
Zn	< 2,0	< 2,0	< 2,0	< 2,0	< 2,0	< 2,0	< 2,0	< 2,0	800
Fluorures	< 160	< 160	< 160	< 160	< 160	< 160	< 160	< 160	2500
Chlorures	345 ± 80	441 ± 126	693 ± 60	1922 ± 118	2022 ± 63	2511 ± 363	3685 ± 533	3377 ± 379	110000
Sulfates	665 ± 103	771 ± 194	1021 ± 147	1615 ± 202	1542 ± 83	1529 ± 305	2410 ± 698	1439 ± 262	165000

Les concentrations cumulées de l'ensemble des éléments analysées au bout des 64 jours d'essai sont comparées aux seuils du SQD dans le Tableau 97. Pour l'ensemble des formulations de béton pour piste cyclable testées, les concentrations cumulées en

contaminant au terme des 64 jours de l'essai NF EN 15863 sont inférieures aux seuils néerlandais du SQD. Il est à noter que les concentrations mesurées ne sont pas proportionnelles au pourcentage de sédiment introduit sans les formulations pour les ETMM.

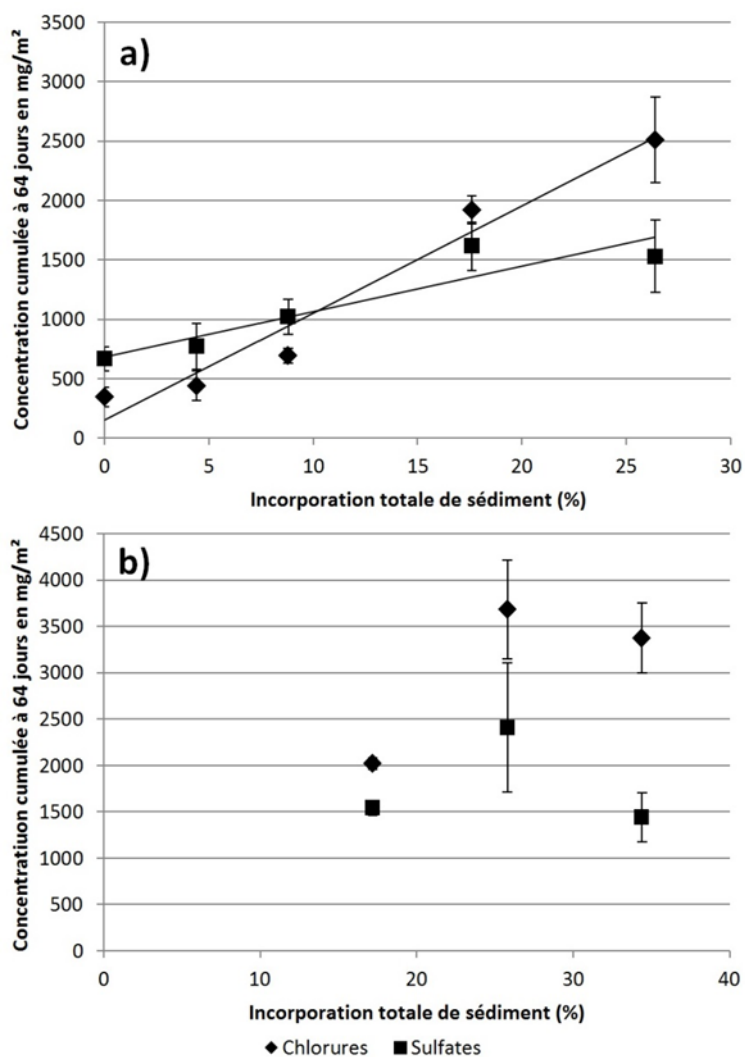


Figure 92. Concentration cumulée à 64 jours de chlorures et de sulfates exprimées en mg/m² pour les différentes formulations a) contenant 0,5 % d'adjuvant (A) et b) contenant 3 % d'adjuvant (B) en fonction de l'incorporation totale de sédiment en pourcentage

Pour le Ba, le témoin relargue autant que les formulations contenant peu de sédiments (12,5 et 25% de substitution du sable), environ 2 fois moins que les formulations C50-A et C50-B et potentiellement davantage que les formulations C75-A, C75-B et C100-B. Ce niveau de relargage dans le témoin peut s'expliquer par l'origine du sable utilisé (sable

marin) pouvant contenir du Ba. La relation de proportionnalité est probable mais pas certaine pour le chlorure et le sulfate avec les formulations contenant 0,5 % d'adjuvant, tandis qu'il ne semble pas y avoir de relation de proportionnalité du relargage des chlorures et des sulfates pour les formulations contenant 3 % d'adjuvant, voir Figure 92. Ces résultats suggèrent que la quantité d'adjuvant employée peut agir sur les mécanismes de relargage des chlorures et des sulfates.

Parmi les éléments analysés, seules les concentrations en Ba et le V pour les ETMM et les chlorures et sulfates sont présentés pour chaque fraction pour l'ensemble des bétons de piste cyclable respectivement dans les Figure 93 et Figure 94, les autres éléments étant présent à des concentrations trop proches des limites de quantification. La Figure 93 montre que le relargage du Ba au cours de l'essai est croissant pour l'ensemble des formulations testées des fractions 1 à 8 avec des paliers pour les formulations C50-A et C50-B entre les fractions 5 et 6.

Le modèle de relargage mis en évidence par ce graphique semble se rapprocher de celui de la diffusion sans toutefois y correspondre parfaitement. En effet, pour que le modèle de relargage par diffusion soit clairement établi, il aurait fallu que le niveau de relargage des fractions 5 et 6 soit 2 fois plus élevé que celui des fractions 1 à 4 et que celui des fraction 7 et 8 soit également 2 fois plus élevé que celui des fraction 5 et 6. Pour le Ba, il ne semble pas y avoir d'effet de dilution du sédiment puisque le relargage des formulations les unes par rapport aux autres n'est pas croissant. Néanmoins, les formulations C50-A et C50-B présentent un niveau de relargage nettement supérieur aux autres formulations pour chaque fraction et cohérence avec les observations faites sur la variation du pH et de la conductivité.

Le relargage du V au cours de l'essai est présenté en Figure 93, pour l'ensemble des formulations testées, hormis les C50-A et C50-B, le niveau de relargage dans la première fraction est plus élevé que celui des fractions 2 à 4, ce qui laisse supposer qu'il y a un lessivage de surface dans un premier temps. Pour les formulations C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B et C75-A, les niveaux de relargage augmentent par palier pour les fractions 2 à 8 mais sans respecter les proportions du relargage contrôlé par la diffusion décrites dans la norme NF EN 15863. Pour les formulations C75-B et C100-B, il semblerait que le niveau de relargage dans les fractions 2 à 8 puisse être constant (en prenant en compte les barres d'erreur), ce qui est caractéristique d'un relargage contrôlé par la dissolution.

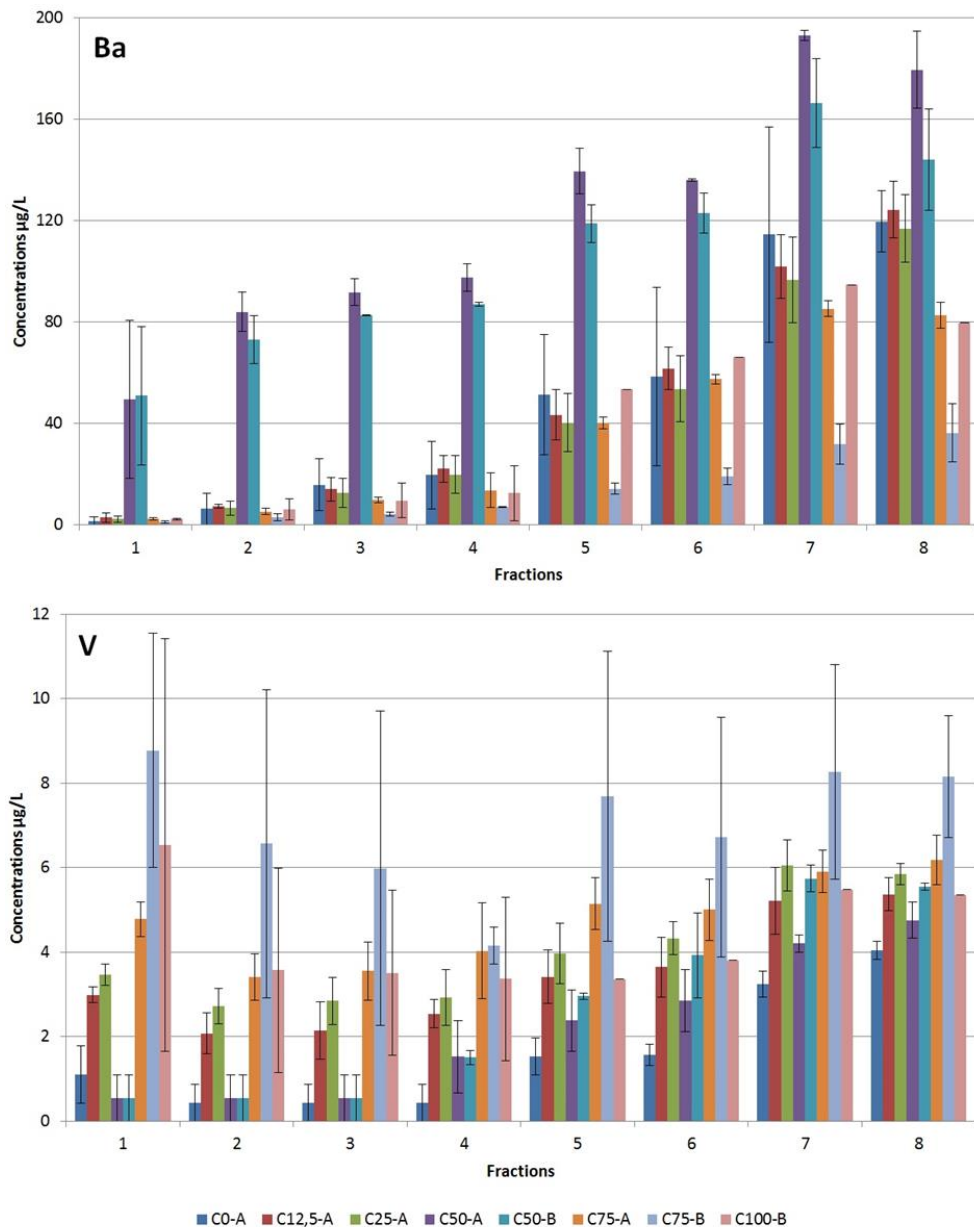


Figure 93. Concentrations mesurées en Ba et V dans les différentes fractions de l'essai suivant la norme NF EN 15863 en µg/L sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B

La Figure 94 montre que le relargage des chlorures au cours de l'essai semble constant pour les monolithes de formulation C0-A, C12,5-A et C25-A, il est donc probable que le relargage des chlorures pour ces formulation soit contrôlé par la dissolution. Pour les monolithes de formulation C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B, les niveaux de relargage semblent suivre le modèle de la diffusion sans pour autant que les niveaux de relargage des paliers les uns par rapport aux autres ne correspondent à ceux indiqués dans la norme

NF EN 15863. On remarque que les niveaux de relargage sont croissants en fonction du pourcentage d'incorporation du sédiment à chaque fraction, ce qui permet de confirmer que les chlorures relargués sont bien issues du sédiment et que l'on a probablement un effet de dilution des chlorures.

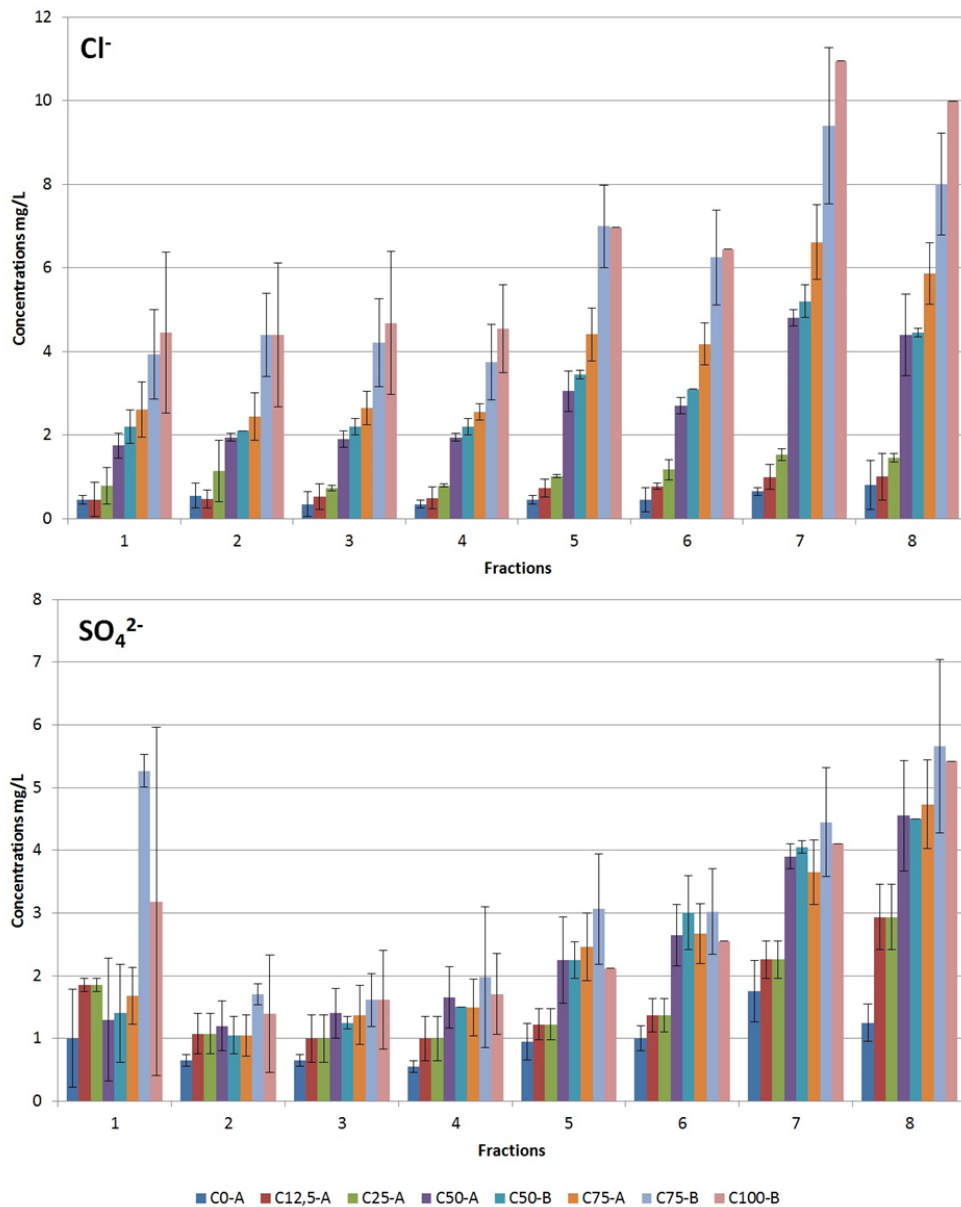


Figure 94. Concentrations mesurées en chlorures et sulfates dans les différentes fractions de l'essai suivant la norme NF EN 15863 en $\mu\text{g/L}$ sur les béton pour piste cyclable C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B

Le niveau de relargage de la première fraction semble supérieur à celui des fractions 2 à 4 pour l'ensemble des formulations, ce qui laisse supposer qu'il y a un lessivage de surface

initial. Pour les fractions suivantes, le niveau de relargage est croissant par palier pour l'ensemble des formulations, le modèle de la diffusion ne semble toutefois pas être mis en évidence.

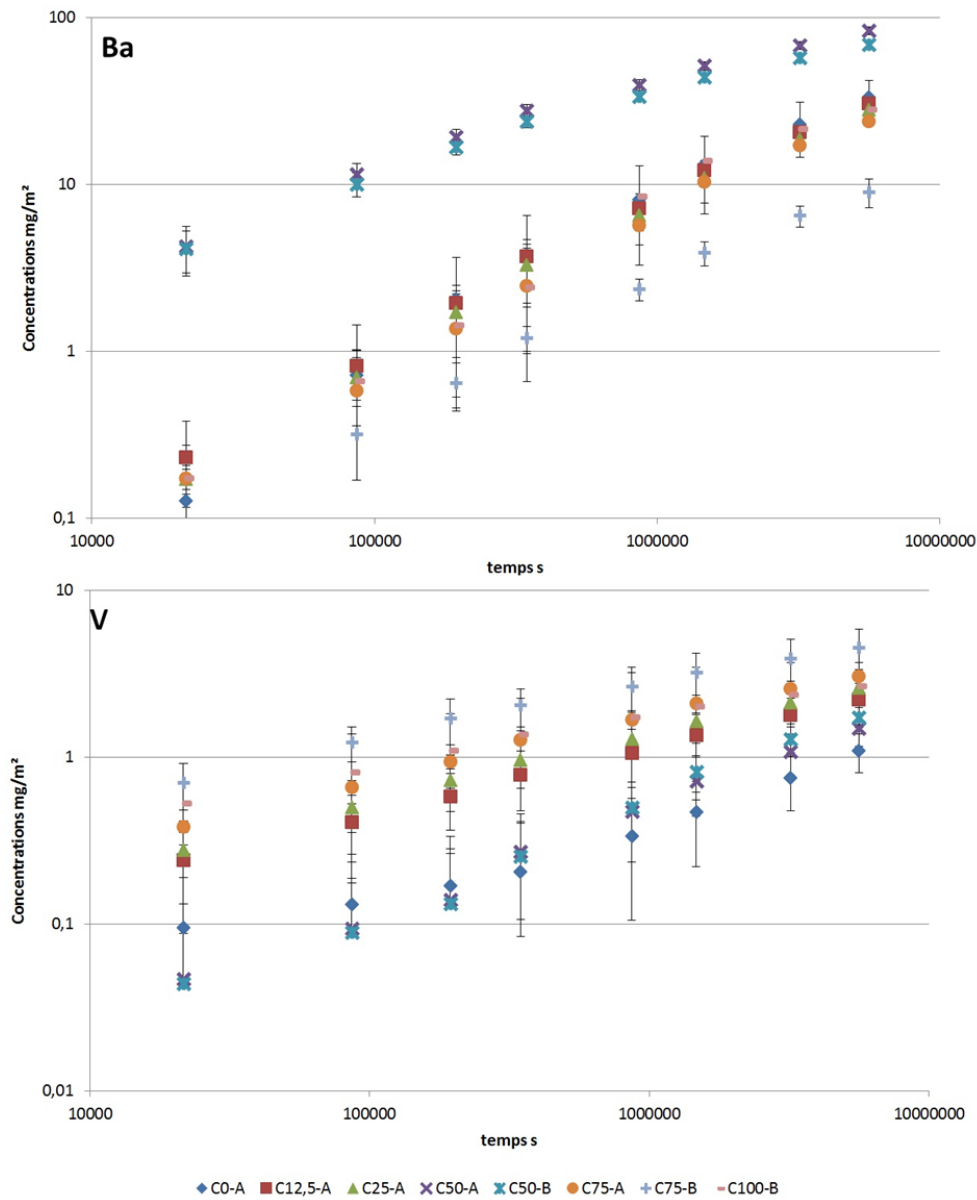


Figure 95. Quantités relarguées cumulées en fonction du temps pour le baryum et le vanadium tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les monolithes C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B.

Les quantités relarguées ont été exprimées par unité de surface par soucis de comparaison et on étés cumulées pour être représentées en fonction du temps pour

l'ensemble des formulations testées, elles sont représentées en Figure 95 pour le Ba et le V et en Figure 96 pour les chlorures et sulfates.

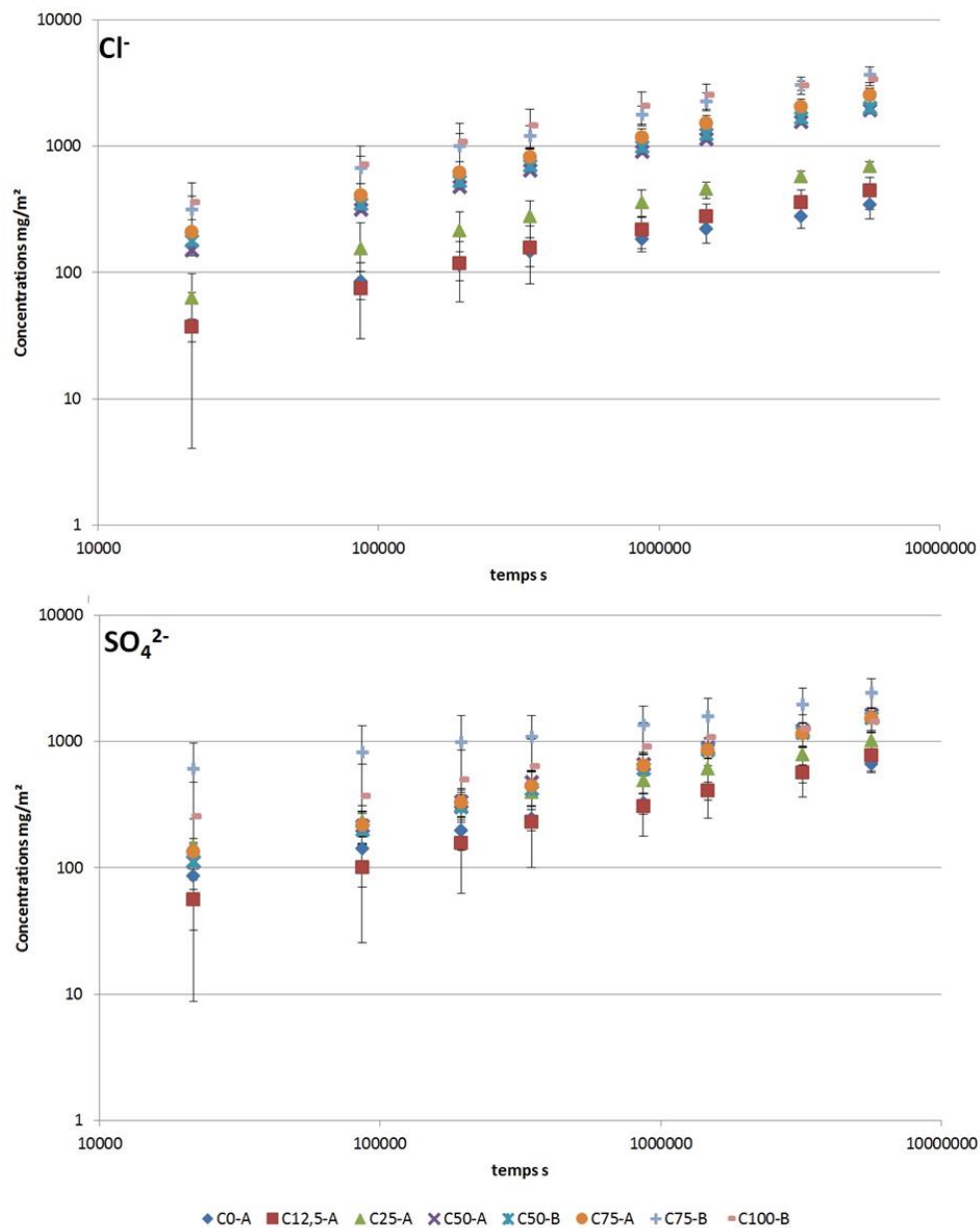


Figure 96. Quantités relarguées cumulées en fonction du temps pour les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les monolithes C0-A, C12,5-A, C25-A, C50-A, C50-B, C75-A, C75-B et C100-B.

Sur ces figures, on peut remarquer que l'influence de la quantité d'adjuvant n'est pas la même pour le baryum et pour les chlorures, sulfates et vanadium. Il semblerait que les quantités de Ba relarguées avec les formulations contenant moins d'adjuvant (A) soient plus

élevées qu'avec les formulations en contenant davantage (B). On observe l'inverse pour les chlorures, les sulfates et le V.

Afin de statuer sur les mécanismes principaux contrôlant le relargage de Ba, de V, des chlorures et des sulfates, la méthodologie décrite dans l'annexe B de la norme NF EN 15863 a été appliquée, les détails des calculs sont données en Annexe V-3. Pour chaque formulation, les mécanismes de relargage mis en évidence par le calcul sont donnés en Tableau 98 pour le Ba, en Tableau 99 pour le V, en Tableau 100 pour les chlorures et en Tableau 101 pour les sulfates. Plusieurs mécanismes de relargages peuvent être mis en évidence par le calcul du fait de l'intervalle de confiance des différentes concentrations mesurées dans les fractions. Lorsque plusieurs mécanismes sont mis en évidence de cette façon, il est probable que ces mécanismes aient des influences à part égale dans le relargage.

Tableau 98. Mécanismes principaux contrôlant le relargage du Ba pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m²

Formulation	Mécanisme principal	Extrapolations via la norme en mg/m ²		
		1 an	20 ans	100 ans
C0-A	Diffusion ou Non identifié	78,9 ± 21,3	353 ± 95	789 ± 213
	Diffusion avec appauvrissement	89,7 ± 12,3	428 ± 33	968 ± 65
C12,5-A	Diffusion	72,8 ± 7,7	325 ± 34	728 ± 77
C25-A	Diffusion	66,8 ± 8,8	299 ± 39	668 ± 88
C50-A	Diffusion	197,9 ± 10,4	885 ± 47	1979 ± 104
	Diffusion avec appauvrissement	167,9 ± 8,9	676 ± 36	1484 ± 79
C50-B	Diffusion avec appauvrissement	133,1 ± 8,9	519 ± 38	1132 ± 85
C75-A	Diffusion	56,6 ± 0,5	253 ± 2	566 ± 5
C75-B	Diffusion	21,5 ± 4,2	96 ± 19	215 ± 42
C100-B	Non identifié	66,2 ± 2,4	296 ± 11	662 ± 24
	Diffusion avec appauvrissement	63,2 ± 1,0	275 ± 1	613 1

Il est également possible avec l'annexe B de la norme NF EN 15863 d'extrapoler un relargage cumulé sur un temps supérieur aux 64 jours de l'essai. Ce calcul s'appuie sur une hypothèse forte qui est que le mécanisme principal de contrôle du relargage déterminé sur les 64 jours de l'essai est valable pour d'autres périodes.

Tableau 99. Mécanismes principaux contrôlant le relargage du V pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m²

Formulation	Mécanisme principal	Extrapolations via la norme en mg/m ²		
		1 an	20 ans	100 ans
C0-A	Diffusion avec lessivage	2,6 ± 0,5	11,7 ± 2,0	26,1 ± 4,3
	Non identifié	2,6 ± 0,7	11,6 ± 3,0	26,0 ± 6,8
C12,5-A	Diffusion	5,3 ± 0,4	23,6 ± 2,0	52,7 ± 4,5
C25-A	Diffusion	6,2 ± 0,6	27,6 ± 2,9	61,7 ± 6,5
C50-A	Diffusion	3,5 ± 0,8	15,8 ± 3,5	35,4 ± 7,9
C50-B	Diffusion	4,1 ± 0,6	18,5 ± 2,6	41,3 ± 5,8
C75-A	Diffusion	7,3 ± 0,7	32,5 ± 3,2	72,7 ± 7,2
	Dissolution	14,5 ± 1,4	65,0 ± 6,4	145,4 ± 14,3
C75-B	Diffusion avec lessivage	9,8 ± 2,8	41,1 ± 12,2	90,9 ± 27,1
	Dissolution	21,6 ± 6,1	96,7 ± 27,2	216,3 ± 60,9
C100-B	Diffusion et Non identifié	6,3 ± 2,5	28,1 ± 11,3	62,8 ± 25,3
	Diffusion avec lessivage	5,5 ± 1,8	22,8 ± 6,4	50,3 ± 13,8

Des extrapolations du relargage cumulé sur 1 an, 20 ans et 100 ans sont donc indiquées pour chaque formulation dans le Tableau 98 pour le Ba, dans le Tableau 99 pour le V, dans le Tableau 100 pour les chlorures et dans le Tableau 101 pour les sulfates.

Tableau 100. Mécanismes principaux contrôlant le relargage des chlorures pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m²

Formulation	Mécanisme principal	Extrapolations via la norme en mg/m ²		
		1 an	20 ans	100 ans
C0-A	Diffusion avec lessivage et appauvrissement	724 ± 222	2990 ± 1071	6597 ± 2422
	Diffusion et Non identifié	824 ± 191	3684 ± 856	8238 ± 1914
C12,5-A	Diffusion avec appauvrissement	889 ± 344	3569 ± 1647	7835 ± 3720
	Diffusion	1053 ± 302	4709 ± 1348	10529 ± 3015
C25-A	Diffusion ou Non identifié	1654 ± 144	7399 ± 643	16544 ± 1437
C50-A	Diffusion	4591 ± 281	20530 ± 1256	45907 ± 2810
	Diffusion avec appauvrissement	4006 ± 345	16455 ± 1702	36274 ± 3864
C50-B	Diffusion	4829 ± 150	21594 ± 669	48286 ± 1495
	Diffusion avec appauvrissement	4020 ± 76	15952 ± 154	34850 ± 278
C75-A	Diffusion avec appauvrissement	5124 ± 692	20728 ± 2660	45570 ± 5792
C75-B	Diffusion	8800 ± 1273	39354 ± 5692	87999 ± 12727
	Diffusion avec appauvrissement	7287 ± 890	28807 ± 3025	63067 ± 6424
C100-B	Diffusion	8065 ± 906	36067 ± 4051	80648 ± 9059

Le mécanisme principal contrôlant le relargage du Ba semble donc, d'après ce calcul, être la diffusion pour l'ensemble des formulations, avec un appauvrissement possible pour les formulations C0-A, C50-A, C50-B et C100-B. Les émissions ainsi extrapolées restent faibles pour le Ba (voir Tableau 98), en effet on peut noter que pour 1 an et 20 ans, le relargage cumulé extrapolé reste inférieur à l'exigence du seuil du SQD (c'est-à-dire 1500 mg/m²) pourtant calculé sur 64 jours. Pour l'extrapolation à 100 ans, seule la formulation C50-A présente un relargage cumulé plus élevé que ce seuil avec les modèles de diffusion et de diffusion avec appauvrissement qui sont les mécanismes principaux de contrôle du relargage du Ba, pour cette formulation, dégagés par le calcul.

Tableau 101. Mécanismes principaux contrôlant le relargage des sulfates pour l'ensemble des formulations de béton pour pistes cyclables d'après la méthodologie de l'annexe B de la norme NF EN 15863 et les extrapolations de relargage cumulé à 1 ans, 20ans et 100 ans en mg/m²

Formulation	Mécanisme principal	Extrapolations via la norme en mg/m ²		
		1 an	20 ans	100 ans
C0-A	Diffusion avec appauvrissement	1257 ± 175	4798 ± 601	10436 ± 1281
C12,5-A	Diffusion avec lessivage	1836 ± 382	8197 ± 1507	18324 ± 3300
	Diffusion	1842 ± 462	8236 ± 2066	18417 ± 4619
C25-A	Diffusion avec lessivage	2268 ± 329	9719 ± 1416	21581 ± 3147
	Diffusion	2438 ± 352	10902 ± 1575	24378 ± 3521
C50-A	Diffusion	3858 ± 482	17253 ± 2154	38578 ± 4817
C50-B	Diffusion	3683 ± 197	16470 ± 882	36828 ± 1971
C75-A	Diffusion	3651 ± 728	16327 ± 3255	36508 ± 7279
C75-B	Diffusion avec lessivage	4937 ± 1000	20030 ± 2805	44059 ± 5679
C100-B	Diffusion	3437 ± 625	15369 ± 2796	34366 ± 6251
	Diffusion avec lessivage	3142 ± 207	13312 ± 117	29504 ± 634

Le mécanisme principal contrôlant le relargage du V semble donc, d'après ce calcul, être également la diffusion. Le lessivage du matériau est aussi probable pour les formulations C0-A, C75-B et C100-B. et la dissolution apparait possible comme mécanisme principal du contrôle du relargage pour les formulations C75-A et C75-B. Pour le V (voir Tableau 99), aucun relargage extrapolé pour aucune des formulations ne parvient à dépasser le seuil du SQD (de 320 mg/m²) calculé sur 64 jours.

Le mécanisme principal contrôlant le relargage des chlorures semble donc, d'après ce calcul, être la diffusion pour l'ensemble des formulations, avec un appauvrissement possible pour les formulations C0-A, C12,5-A, C50-A, C50-B, C75-A et C75-B. Pour les chlorures (voir

Tableau 100), aucun relargage extrapolé pour aucune des formulations ne parvient à dépasser le seuil du SQD (de 110 000 mg/m²) calculé sur 64 jours.

Le mécanisme principal contrôlant le relargage des sulfates semble donc, d'après ce calcul, être la diffusion également pour l'ensemble des formulations, avec un appauvrissement possible pour la formulation C0-A et un lessivage de surface initial possible pour les formulations C12,5-A, C25-A, C75-B et C100-B.

De la même façon que dans le chapitre précédent, il est possible d'utiliser les principes de la réglementation des Pays-Bas pour le calcul des seuils du BMD (Building Material Decree, version antérieure du SQD) afin de déterminer l'immission de ces matériaux à 100 ans pour l'ensemble des contaminants analysées à l'exception des chlorures et des sulfates pour lesquels l'immission est déterminée pour 1 an.

Les immissions calculées sont comparées aux immissions maximales autorisées du BMD et à celles calculées dans le chapitre précédent sur la base de données connues du fond géochimique du Nord-Pas-de-Calais.

Les immissions ainsi calculées sont présentées dans le Tableau 102 pour l'ensemble des formulations. Hormis les contaminants qui n'ont pas été analysés dans cette étude, les contaminants qui peuvent poser problème sont le mercure, l'antimoine et le sélénium puisque les limites de quantification dont nous disposons pour l'analyse de ces éléments ne nous permettent pas de déterminer si ces seuils sont respectés.

Tableau 102. Immissions maximales extrapolées sur la base des calculs du BMD pour les l'ensemble des formulations de béton pour piste cyclable à partir des résultats de l'essai normalisé NF EN 15863 et comparaison avec les seuils d'immissions et de l'équivalent avec des données du Nord-Pas-de-Calais calculé dans le chapitre précédent

Contaminants	Immissions 100 ans et 1 an pour Cl et SO ₄										Référentiel BMD		Calcul du référentiel BMD avec données du Nord-Pas-de-Calais	
	C0-A	C12,5-A	C25-A	C50-A	C50-B	C75-A	C75-B	C100-B	Sol mg/m ³ pour 100 ans	Nappe phréatique mg/m ² pour 1 an	Sol mg/m ³ pour 100 ans	Nappe phréatique mg/m ² pour 1 an		
As	< 30,5	< 30,5	< 30,5	< 30,5	< 30,5	< 30,5	< 30,5	< 30,5	435	-	292,5	-		
Ba	346,5 ± 94,5	315 ± 42	294 ± 42	871,5 ± 42	724,5 ± 42	252 ± 10,5	94,5 ± 21	294 ± 10,5	3000	-	-	-		
Cd	< 3,2	< 3,2	< 3,2	< 3,2	< 3,2	< 3,2	< 3,2	< 3,2	12	-	13,2	-		
Co	< 24,2	< 24,2	< 24,2	< 24,2	< 24,2	< 24,2	< 24,2	< 24,2	300	-	253,5	-		
Cr total	< 4,2	< 4,2	< 4,2	< 4,2	< 4,2	< 4,2	< 4,2	< 4,2	1500	-	1297,5	-		
Cu	< 10,5	< 10,5	< 10,5	< 10,5	< 10,5	11,6 ± 5,3	12,6 ± 10,5	23,1 ± 13,7	540	-	429	-		
Hg	< 14,7	< 14,7	< 14,7	< 14,7	< 14,7	< 14,7	< 14,7	< 14,7	4,5	-	2,85	-		
Mo	< 15,8	< 15,8	< 15,8	< 15,8	< 15,8	< 15,8	< 15,8	< 15,8	150	-	19,35	-		
Ni	< 27,3	< 27,3	< 27,3	< 27,3	< 27,3	< 27,3	< 27,3	< 27,3	525	-	594	-		
Pb	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	1275	-	1222,5	-		
Sb	< 39,9	< 39,9	< 39,9	< 39,9	< 39,9	< 39,9	< 39,9	< 39,9	39	-	23,1	-		
Se	< 49,4	< 49,4	< 49,4	< 49,4	< 49,4	< 49,4	< 49,4	< 49,4	15	-	10,35	-		
Sn	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	< 28,4	300	-	55,5	-		
V	11,6 ± 3,2	23,1 ± 2,1	27,3 ± 3,2	15,8 ± 3,2	17,9 ± 3,2	31,5 ± 3,2	47,25 ± 13,7	27,3 ± 11,6	1020	-	1719	-		
Zn	< 21	< 21	< 21	< 21	< 21	< 21	< 21	< 21	2100	-	1662	-		
Br	-	-	-	-	-	-	-	-	300	-	-	-		
Cl	580 ± 134	741 ± 212	1164 ± 101	3229 ± 198	3397 ± 106	4218 ± 610	6191 ± 895	5673 ± 637	-	30000	-	158900		
F	< 1680	< 1680	< 1680	< 1680	< 1680	< 1680	< 1680	< 1680	7500	-	-	-		
SO ₄	1117 ± 173	1295 ± 326	1715 ± 247	2713 ± 339	2591 ± 139	2569 ± 512	4049 ± 1173	2418 ± 440	-	45000	-	198625		
CN total	-	-	-	-	-	-	-	-	75	-	-	-		
CN libre	-	-	-	-	-	-	-	-	15	-	-	-		

5.3. Évolution des performances environnementales dans le temps - Retour d'expériences : route Freycinet 12

Des carottes ont été prélevées sur la route du Freycinet après 3 ans de mise en œuvre, certains prélèvements ont été broyés pour réaliser des essais de lixiviation suivant la norme NF EN 1457-2 et d'autres coupés pour réaliser des lixiviations sur monolithes en suivant la norme NF EN 15863.

Tableau 103. Paramètres mesurés dans les éluats exprimés en mg/kg après une lixiviation suivant la norme NF EN 12457-2 sur les carottes broyées prélevées sur la route du Freycinet 12 (3 ans)

Paramètres	Sédiment brut (Achour, 2013)	Éprouvette laboratoire 28j (Achour, 2013)	Carottes du Freycinet 12 broyé (3 ans)	Seuils SETRA à respecter par les échantillons			Seuil d'exclusion SETRA
				au moins 80 %	au moins 95 %	100%	
As	< 0,1	< 0,1	< 0,05	0,5	1	1,5	2
Ba	1,4	9,4	1,7 ± 0,1	20	40	60	100
Cd	0,04	< 0,04	< 0,002	0,04	0,08	0,12	1
Cr	0,1	0,1	< 0,01	0,5	1	1,5	10
Cu	0,6	1,6	1,4 ± 0,2	2	4	6	50
Hg	0,002	-	< 0,05	0,01	0,02	0,03	0,2
Mo	0,8	0,2	< 0,3	0,5	1	1,5	10
Ni	< 0,1	0,2	< 0,2	0,4	0,8	1,2	10
Pb	< 0,1	0,1	< 0,1	0,5	1	1,5	10
Sb	0,2	< 0,06	< 0,03	0,06	0,12	0,18	0,7
Se	0,01	0,1	< 0,08	0,1	0,2	0,3	0,5
Zn	< 0,4	0,1	< 0,4	4	8	12	50
Fluorures	0,6	-	< 6	10	20	30	150
Chlorures	12040	1463	1392 ± 96	800	1600	2400	15000
Sulfates	9110	133	702 ± 117	1000	2000	3000	20000
Fraction soluble	38340	8830	734 ± 38	4000	8000	12000	60000
pH	7,69	13	12,1 ± 0,1	9 ± 3,5	9,15 ± 3,65	9,25 ± 3,75	-

Pour l'essai de lixiviation sur matériau broyé, les résultats sont donnés dans le Tableau 103, seuls les chlorures relargués dépassent les seuils du guide SETRA (SETRA, 2011), ce qui n'empêche pas l'acceptabilité du matériau vis-à-vis du guide puisque la fraction soluble respecte le seuil.

Pour l'essai sur monolithes, les résultats cumulés sont comparés au bout de 64 jours au seuil SQD des Pays-Bas. Les résultats sont donnés dans le Tableau 104. Les éléments mesurés sont tous relargués à des concentrations très inférieures aux seuils du SQD, ce qui

signifie que l'assise routière de la route du Freycinet 12 correspond après 3 ans de mise en œuvre aux attentes des produits de construction classiques aux Pays-Bas sur ce critère et d'un point de vue environnemental.

Tableau 104. Concentrations cumulées à 64 j pour les contaminants relargués dans les essais de lixiviation (norme NF EN 15863) avec les assises routières comparés aux seuils du SQD en mg/m²

Éléments	Concentrations cumulées sur 64 jours en mg/m ²	Seuils SQD
As	< 6	260
Ba	8,7 ± 3,5	1500
Cd	< 0,2	3,8
Co	< 2	60
Cr	< 1	120
Cu	8,0 ± 1,5	98
Hg	-	1,4
Mo	3,3 ± 0,5	144
Ni	1,2 ± 0,4	81
Pb	< 4	400
Sb	< 7,3	8,4
Se	< 4,6	4,8
V	6,7 ± 0,6	320
Zn	0,8 ± 0,6	800
Fluorures	372 ± 191	2500
Chlorures	21310 ± 3181	110000
Sulfates	23677 ± 4912	165000

Par rapport aux 3 formulations d'assises routières testées dans cette étude, on observe que le relargage cumulé à 64 jours est plus faible pour le Ba (2 à 3 fois moins de quantités relarguées) et les chlorures (2 à 3 fois moins également). *A contrario*, le relargage à 64 jours est plus élevé pour quelques éléments (Cu, Mo et Ni) et 2 à 3 fois plus élevé pour les sulfates. Il est possible que cette différence de relargage soit le résultat d'un changement de mécanisme principal de contrôle du relargage opéré durant le vieillissement du matériau.

La Figure 97 présente le relargage cumulé en fonction de la racine carrée du temps pour le Ba, les chlorures et les sulfates. Pour ces courbes, le relargage semble être contrôlé par la diffusion dans un premier temps (pour les 4 premiers points) puis un plateau apparaît laissant envisager un affaiblissement du matériau. La méthodologie proposée par la norme NF EN 15863 a également été appliquée à ces résultats. Les conclusions sont que le mécanisme principal de contrôle du relargage ne peut pas être identifié par ce calcul, que le

pH varie de façon trop importante pour que le calcul soit fiable (entre pH 8 et pH 11) mais qu'un appauvrissement pourrait être mis en évidence pour ces éléments (Voir Annexe V-4).

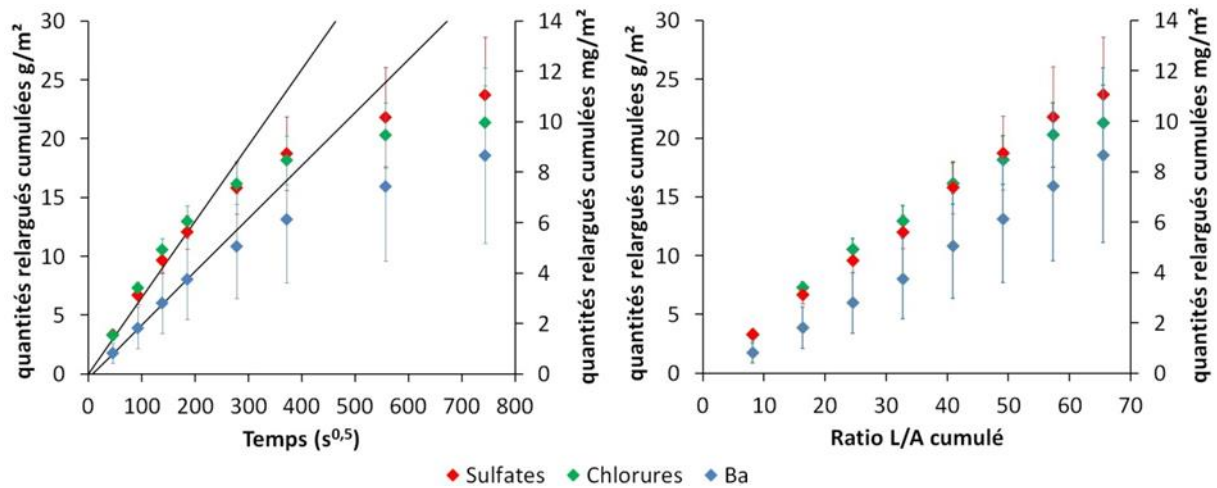


Figure 97. Quantités relarguées cumulées en fonction de la racine carrée du temps et du ratio liquide surface (ratio L/A) cumulé en ml/cm² pour le baryum, les chlorures et les sulfates tout au long des essais DMLT (NF EN 15683) sur les échantillons de carottes de la route Freycinet 12 de carottes de la route Freycinet 12

La Figure 97 présente également le relargage cumulé en fonction du ratio L/A cumulé, ces graphiques mettent en évidence une pente faible pour le Ba et les chlorures et une pente forte pour les sulfates. Ces pentes faibles confirment l'idée d'un appauvrissement pour Ba et les chlorures. Pour les sulfates, un autre mécanisme de relargage que la diffusion, mise en évidence pour les assises routières contenant les liants A, B et C, intervient probablement, provoquant une rupture de pente.

5.4. Bilan sur l'évaluation du potentiel de relargage des matériaux routiers testés

Le potentiel de relargage de substances chimiques inorganiques par des matériaux routiers contenant des sédiments a pu être étudié dans ce chapitre. Ces matériaux intègrent des proportions réalistes de sédiment d'un point de vue technique en fonction de l'usage

visé (30 à 50% de sédiments dans les assises routières, 20% dans des bétons compactés routiers et de 64,4% à 34,4% dans les bétons pour piste cyclable).

Quels que soient la typologie de matériaux et le taux d'incorporation de sédiment, les substances chimiques inorganiques relarguées quantifiables sont relativement limitées, seuls le baryum, les chlorures et les sulfates sont systématiquement mesurés. Lors de l'essai de lixiviation sur monolithe, certains éléments (principalement le cuivre, le vanadium, ou encore le zinc) peuvent toutefois apparaître ponctuellement dans une ou plusieurs fractions.

L'utilisation de liants hydrauliques est reconnue comme étant un procédé de stabilisation efficace des ETMM (Deschamps et al., 2006) ce qui peut expliquer ces résultats. L'immobilisation des ETMM survient via 4 mécanismes principaux (Manceau et al., 2002) :

- L'inclusion ou piègeage mécanique : les granulats sont piégés mécaniquement dans les porosités et les ETMM servent alors de centre de nucléation lors de la formation des hydrates (Murat and Sadok, 1990; Roy et al., 1992)

- La précipitation : les espèces dissoutes peuvent précipiter dans l'eau des pores ainsi qu'à la surface des particules solides ce qui est favorisé par le milieu alcalin de la matrice cimentaire (Conner, 1990). Les précipités métalliques les plus courants sont les hydroxydes et les carbonates.

- L'adsorption : il peut s'agir de chimisorption (fixation via des liaisons ioniques ou covalentes) ou de physisorption (via des interactions électrostatiques), les hydrates de ciment possèdent des propriétés d'adsorption.

- La substitution dans le réseau cristallin : Pour des atomes de taille et de charge compatibles la substitution d'atome de la structure d'un hydrate par des ETMM est possible, les hydrates cimentaires peuvent également piéger des ETMM dans leurs espaces interfoliaires (Bhatty, 1987).

Pour les sédiments issus du GPMD, les ETMM les plus concentrés dans la matrice sédimentaire sont Cu, Pb, et Zn et peuvent se substituer au Ca dans les C-S-H ou être piégés dans leur structure cristalline. Des études concernant le piègeage des ETMM par les hydrates de ciment proposent donc des hypothèses pour expliquer l'immobilisation observée. Néanmoins, ces études sont souvent réalisées sur des matériaux dopés (majoritairement lors de l'hydratation avec des sels métalliques solubles) et/ou sur des phases pures de clinker

hydratées. Pour ce qui est des quantités traces, peu d'études existent du fait des limites de détection des méthodes d'investigation structurale.

Dans le cadre de l'étude de ces produits de construction, ces hypothèses concernant les mécanismes de piégeage des ETMM peuvent ne pas se vérifier. L'étude des cinétiques expérimentales de relargage, tel que proposé par la norme NF EN 15863, est donc intéressante pour estimer ces mécanismes. Cependant, la très faible concentration en ETMM relargués par ces matériaux rend difficile la caractérisation du relargage d'un point de vue analytique. Si la faiblesse des concentrations observées est satisfaisante d'un point de vue de la qualité environnementale des produits de construction, elle entraîne également une difficulté de mesure des ETMM et donc d'identification des mécanismes principaux de relargage. Or, l'identification de ces mécanismes est indispensable à l'interprétation des résultats de lixiviation sur les matériaux monolithiques ainsi qu'à la prédiction du comportement de ces ETMM à plus long terme.

6. Conclusions et perspectives

La maîtrise de la chaîne d'élaboration d'un produit d'assise de chaussée à base de sédiment en prenant en compte la déshydratation, la formulation et l'utilisation d'un liant adapté permettant de garantir des performances mécaniques et un bilan environnemental acceptable a été montré. De plus, les premiers résultats positifs obtenus en laboratoire sur l'application BCR laissent penser qu'il sera possible de positionner les sédiments sur des produits à plus forte valeur ajoutée.

Les sédiments marins provenant du GPMD contiennent des teneurs résiduelles en sels rendant les matériaux non inertes et inaptes à une utilisation en technique routière en l'absence d'étude spécifique. Néanmoins, les essais sur monolithes ont montré qu'en dépit de résultats ne permettant la valorisation du sédiment que dans un contexte marin du fait du relargage des sels, que les matériaux contenant des sédiments peuvent répondre aux normes environnementales s'appliquant aux produits de construction classiques.

Il s'avère néanmoins que l'essai normalisé NF EN 15863 de lixiviation dynamique de monolithes ne permet pas de suivre le relargage de la plupart des ETMM présents en faibles concentrations dans les produits de construction à base de sédiments de dragage étudiés.

Afin d'apporter une solution aux problèmes d'analyses et d'interprétation de résultats liés au faible niveau de relargage de certains contaminants, plusieurs pistes peuvent être explorées. Parmi ces pistes, l'augmentation de la surface en contact avec le lixiviat et l'utilisation de DGT (Diffuse Gradients in Thin film) afin de doser les éléments traces relargués (Schmukat et al., 2013) peut être explorée. L'utilisation d'un essai de lixiviation maximisant la dégradation des matériaux tout en concentrant les quantités d'ETMM relargué peut aussi aider à comprendre les comportements à la lixiviation des ETMM. La mise en œuvre d'essais complémentaires aux essais sur monolithe, un essai de percolation sur matériaux broyés et de lixiviation à différents pH (Kosson et al., 2014) permettrait de modéliser le relargage sur la mise en œuvre. Les résultats de simulations sur 10 ans du relargage de fibre-ciment classique tend à montrer une diminution des émissions quand bien même celles-ci pourraient se poursuivre plusieurs dizaines d'années encore (Lupsea et al., 2014), ce qui suggère des comportements analogues pour les produits contenant des sédiments. Le choix d'un essai monolithe pour valider l'acceptabilité environnementale d'un matériau contenant des sédiments semble donc être avantageux et permettrait en outre d'adopter un cadre commun d'étude de l'acceptabilité environnementale des matériaux conventionnels et contenant des sédiments.

Conclusions générales et perspectives

L' extraction et la gestion à terre des sédiments de dragage et de curage sont soumises à une réglementation forte. En ce qui concerne les sédiments ne pouvant pas être remis en suspension ou immergés dans les zones autorisées mais ne pouvant pas être considérés comme dangereux il existe plusieurs options de gestions à terre. Depuis les années 2000, plusieurs démarches ont émergé, afin de développer des filières de valorisation pour ces matériaux.

Dans ce contexte, la Chaire industrielle de recherche EcoSed a pour but d'établir des critères environnementaux, techniques et économiques pour la valorisation des sédiments, afin d'accompagner les acteurs industriels dans le développement de filières économiquement viables. Pour ce faire, son action 1 consiste à améliorer la caractérisation environnementale des sédiments. Ce travail de thèse s'inscrit dans cette action de la Chaire EcoSed et a pour objectifs : (i) de proposer un protocole d'évaluation de la toxicité intrinsèque des sédiments dans la perspective de leur valorisation à terre en proposant des essais complémentaires et en utilisant d'autres méthodes d'extraction des éluats ; (ii) d'étudier la faisabilité environnementale de la valorisation d'un sédiment marin au travers d'une approche multi-scalaire couplant des essais en conditions contrôlées et de terrain, afin de valider l'usage envisagé et (iii) de vérifier l'innocuité environnementale des produits de construction confectionnés à partir de sédiments marins au travers d'essais normalisés relevant du Règlement Européen sur les Produits de Construction.

Afin de répondre à ces objectifs, la méthodologie mise en œuvre a consisté, dans un premier temps, à étudier la toxicité intrinsèque d'un panel de 10 sédiments non dangereux via la réalisation d'essais spécifiques aux sédiments, de variantes plus sensibles des essais retenus pour l'évaluation de la propriété de danger HP14 « écotoxique » et par des extractions en colonnes de percolation. Puis, la démarche SEDIMATERIAUX a été déclinée sur un matériau à base de sédiment marin en intégrant une échelle intermédiaire ainsi qu'en ajoutant un scénario à l'échelle pilote, afin de distinguer les eaux collectées. Enfin, la méthodologie du SETRA a été appliquée en parallèle de la méthodologie normalisée (CEN/TS 16637-1) d'évaluation de l'innocuité environnementale des matériaux de construction.

Il a pu être mis en évidence qu'une toxicité intrinsèque pouvait être observée sur les sédiments non dangereux, notamment lors de la réalisation d'essais sur les ostracodes (une espèce occupant les sédiments marins et fluviaux). D'autres essais semblent également montrer des effets différents en fonction des sédiments. De même, l'utilisation de l'extraction en colonne de percolation montre une diminution globale de l'écotoxicité des éluats avec l'augmentation du ratio liquide/solide ; ce qui suggère qu'il est possible de se limiter à un ratio L/S à 2 L/Kg pour les sédiments non dangereux.

Une batterie d'essais est donc proposée pour l'étude de la toxicité intrinsèque des sédiments dans l'optique de leur valorisation. Cette batterie est présentée en Figure 60. Elle propose de réaliser des essais sur la matrice solide des sédiments ainsi que sur des éluats issus de percolations en flux ascendant et de lixiviations en batch. Étant donné l'impact de la présence de sel (NaCl) sur les résultats des essais réalisés sur la matrice solide, il est proposé d'adapter les essais en fonction de l'origine des sédiments.

La mise en œuvre de planches expérimentales a permis de mettre en évidence son intérêt pour la méthodologie SETRA dans laquelle s'inscrit la méthodologie SEDIMATERIAUX. En effet, il est possible d'un point de vue réglementaire de fixer des flux de contaminants limites en planches expérimentales normalisées dans le but de tester une formulation ayant été validée par les essais en laboratoires à une échelle plus réduite que le pilote. Ceci pour éviter la construction d'un pilote en cas de non validation de cette nouvelle étape intermédiaire. Cependant, les essais sur planche, tout comme les essais de laboratoire standardisés appliqués dans la méthodologie du SETRA ne permettent pas de mettre clairement en évidence des mécanismes de relargage et donc de proposer un calcul fiable du potentiel de relargage en contaminants du matériau. L'utilisation de jauges Owen sur le site du pilote expérimental a montré l'intérêt capital de ce dispositif puisque certaines contaminations (Zn pour l'exemple) peuvent être divisées par 20 par la simple prise en considération de la contamination extérieure. De la même façon, les flux de contaminants du pilote mis en œuvre dans le cadre du projet Sédicycle ont pu être étudiés en suivant 2 scénarios distincts, le ruissellement et la stagnation autour des parois latérales. Cette distinction a permis de mettre en évidence qu'un tiers des contaminants globalement émis par le pilote est issu des faces latérales qui ne sont habituellement pas prises en compte étant

donnée que les préconisations du guide SETRA ont été établies pour des pilotes de matériaux percolants.

La validation en parallèle des méthodologies du SETRA et la norme CEN/TS 16637-1 appliquées aux produits de construction sur des matériaux incorporant des sédiments a permis de mettre en évidence la difficulté de compréhension des mécanismes de contrôle des relargages éventuels. L'utilisation des essais de lixiviation sur monolithes a permis de mettre en évidence des mécanismes de relargage, le plus observé étant la diffusion. Il a donc été possible de faire des extrapolations sur le potentiel de relargage des matériaux en contaminants dans l'hypothèse forte, que le mécanisme principal de relargage ne varie pas. Il a aussi pu être mis en évidence sur les bétons de piste cyclable pour lesquels l'essai de lixiviation sur monolithes a pu être réalisé sur une gamme de matériau incorporant des quantités différentes de sédiment. À l'exception du relargage des chlorures, le relargage de contaminants n'est pas proportionnel au taux de substitution de la fraction sableuse par des sédiments. Par ailleurs, il a pu être observé une influence du taux d'adjuvant incorporé sur le relargage des contaminants. L'utilisation des liants hydrauliques étant reconnue comme un procédé de traitement efficace pour l'immobilisation des ETMM, il n'est pas étonnant que les contaminants inorganiques soient peu relargués par ces matériaux.

Cependant, de nombreuses questions restent ouvertes concernant notamment le devenir à long terme des contaminants. Sur les aspects écotoxicologiques, il est nécessaire de poursuivre les essais réalisés sur un nombre plus important de sédiments, notamment des sédiments marins puisque tous les sédiments marins testés sont issus du GPMD. Des pistes de modifications ont pu être lancées et sont à tester, quant à l'effet des sels sur l'évaluation de l'écotoxicité des sédiments marins. D'autre part, le vieillissement des sédiments déposés à terre peut modifier la biodisponibilité des contaminants, il est donc nécessaire d'intégrer dans la méthodologie ces modifications possibles et de développer des modèles prédictifs. Lors de l'élaboration de matériaux routiers à base de sédiments, les étapes de recomposition granulaire ainsi que l'incorporation des sédiments dans une matrice cimentaire vont modifier la biodisponibilité des contaminants présents initialement dans le sédiment. De même, des changements de spéciation des contaminants peuvent avoir lieu lors de la formulation de produits de construction avec des liants hydrauliques ou hydrocarbonés.

Sur l'évaluation environnementale, afin de surmonter les difficultés d'extrapolation des relargages obtenus sur le terrain à partir des résultats obtenus en laboratoire, il est essentiel de développer des connaissances approfondies des mécanismes de relargage identifiés en laboratoire. Pour ce faire, l'étude de l'impact des modifications de la composition des matériaux au cours du temps en fonction des conditions d'exposition (phénomènes de séchage, de relaxation, de carbonatation) doit permettre l'identification des mécanismes de transfert des polluants durant la vie en œuvre des produits de construction. Ces connaissances devraient permettre l'élaboration de modèles prédictifs de l'évolution physico-chimique des matériaux à base de sédiment basés sur les essais en monolithe pour lesquels des seuils nationaux pourraient alors être mis en place.

Références bibliographiques

Lois et règlements

Arrêté du 9 Août 2006 relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux relevant respectivement des rubriques 2.2.3.0, 4.1.3.0 et 3.2.1.0 de la nomenclature annexée à l'article R. 214-1 du code de l'environnement

Arrêté du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine mentionnées aux articles R. 1321-2, R. 1321-3, R. 1321-7 et R. 1321-38 du code de la santé publique Version consolidée au 15 mai 2018

Arrêté du 30 mai 2008 fixant les prescriptions générales applicables aux opérations d'entretien de cours d'eau ou canaux soumis à autorisation ou à déclaration en application des articles L. 214-1 à L. 214-6 du code de l'environnement et relevant de la rubrique 3.2.1.0 de la nomenclature annexée au tableau de l'article R. 214-1 du code de l'environnement

Arrêté du 10 octobre 2012 modifiant l'arrêté du 30 décembre 2002 relatif au stockage de déchets dangereux, Journal Officiel de la République Française, n°0258 du 6 novembre 2012, texte n° 28, p. 173302

Arrêté du 12 décembre 2014 relatif aux conditions d'admission des déchets inertes dans les installations relevant des rubriques 2515, 2516, 2517 et dans les installations de stockage de déchets inertes relevant de la rubrique 2760 de la nomenclature des installations classées, Journal Officiel de la République Française, n°0289 du 14 décembre 2014, texte n° 11, p. 21032

Arrêté du 1er juin 2015 relatif aux prescriptions générales applicables aux installations relevant du régime de l'enregistrement au titre de l'une au moins des rubriques 4331 ou 4734 de la nomenclature des installations classées pour la protection de l'environnement, Journal Officiel de la République Française, n°0128 du 5 juin 2015, texte n° 12, p. 9255

Arrêté du 15 février 2016 relatif aux installations de stockage de déchets non dangereux, Journal Officiel de la République Française, n°0069 du 22 mars 2016, texte n° 3

Arrêté du 15 février 2016 relatif aux installations de stockage de déchets de sédiments,
Journal Officiel de la République Française, n°0070 du 23 mars 2016, texte n° 4

Avis aux exploitants d'installations de traitement de déchets et aux exploitants
d'installations de production utilisant des déchets en substitution de matières
premières, Journal Officiel de la République Française, Ministère de l'écologie, du
développement durable et de l'énergie, texte 106 sur 117, 13 janvier 2016

Circulaire n°2000-62 du 14 Juin 2000 relative aux conditions d'utilisation du référentiel de
qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire
défini par l'arrêté interministériel

Code de l'environnement articles L.214, L.541 et L.511

Décision de la Commission du 18 décembre 2014 modifiant la décision 2000/532/CE
établissant la liste des déchets, conformément à la directive 2008/98/CE du
Parlement européen et du Conseil, Journal Officiel de l'Union Européenne, L.
370/44, 30/12/2014

Décret n°2002-540 du 18 avril 2002 relatif à la classification des déchets, modifié par Décret
n° 2007-1467 du 12 octobre 2007 relatif au livre V de la partie réglementaire du code
de l'environnement et modifiant certaines autres dispositions de ce code, Journal
Officiel de la République Française n°240 du 16 octobre 2007, p17002.

Décret n°2010-369 Du 13 avril 2010 modifiant la nomenclature des installations classées
Journal Officiel de la République Française n°0087 du 14 avril 2010, p6985.

Décret n°2016-1110 du 11 août 2016 relatif à la modification des règles applicables à
l'évaluation environnementale des projets, plans et programmes, Journal Officiel de
la République Française n°0189 du 14 août 2016, texte n°4

Deutsches Institut Für Bautechnik, Grundsätze zur Bewertung der Auswirkungen von
Bauprodukten auf Boden und Grundwasser. Teil I. Dans : DIB-Mitteilungen. 2009,
4/2009 pp.116-134

Deutsches Institut Für Bautechnik, Grundsätze zur Bewertung der Auswirkungen von
Bauprodukten auf Boden und Grundwasser. Teil II. Dans : DIB-Mitteilungen. 2011,
6/2011 pp.196-212

Directive européenne n°67-548 du 27 juin 1967 du conseil concernant le rapprochement des dispositions législatives, règlementaires et administratives relatives à la classification, l'emballage et l'étiquetage des substances dangereuses, Journal Officiel de l'Union Européenne du 16 août 1967 p.1

Directive 98/83/CE du Conseil du 3 novembre 1998 relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine, Journal Officiel de l'Union Européenne n° L330 du 05 décembre 1998, p32-54.

Directive 2000/60/CE du parlement européen et du conseil du 23 octobre 2000 établissant un cadre pour une politique communautaire dans le domaine de l'eau (DCE), Journal Officiel de l'Union Européenne, L. 327, 22/12/2000, p1-73.

Directive 2008/56/CE du Parlement européen et du Conseil du 17 juin 2008 établissant un cadre d'action communautaire dans le domaine de la politique pour le milieu marin (DCSMM), Journal Officiel de l'Union Européenne, L. 164/19, 25/06/2008, 22p.

Directive 2008/98/CE du Parlement européen et du Conseil du 19 novembre 2008 relative aux déchets et abrogeant certaines directives, Journal Officiel de l'Union Européenne, L. 312/3, 22/11/2008

Directive 2008/105/CE du Parlement européen et du Conseil du 16 décembre 2008 établissant des normes de qualité environnementale dans le domaine de l'eau, modifiant et abrogeant les directives du Conseil 82/176/CEE, 83/513/CEE, 84/156/CEE, 84/491/CEE, 86/280/CEE et modifiant la directive 2000/60/CE, Journal officiel de l'Union Européenne, L.348/84, 24/12/2008, 14p.

Grenelle de la mer, 2009, Direction de l'Eau et de la Biodiversité, Direction générale de la prévention des risques, Groupe n°11 « Sédiments de dragage », Rapport final, 37p.

Loi n° 75-633 du 15 juillet 1975 relative à l'élimination des déchets et à la récupération des matériaux, version consolidé, dernières modifications apportées par Ordonnance n°2000-914 du 18 septembre 2000 relative à la partie Législative du code de l'environnement.

Note technique DGPR du 29 mars 2016 à l'attention des DREAL précisant la nature des ouvrages de travaux publics comparables aux ouvrages routiers pour l'examen de l'acceptabilité environnementale des matériaux alternatifs employés

Ordonnance n°2016-1060 du 3 août 2016 portant réforme des procédures destinées à assurer l'information et la participation du public à l'élaboration de certaines décisions susceptibles d'avoir une incidence sur l'environnement Journal Officiel de la République Française n°0181 du 5 août 2016, texte 14

OSPAR, 1992, Convention for the protection of the marine environment of the North-East Atlantic, text as amended on 24 July 1998, updated 9 May 2002, 7 February 2005 and 18 May 2006, amendments to Annexes II and III adopted at OSPAR 2007, 33p.

Pintat, 2003, Sénat de la République Française, Commission des affaires étrangères, Rapport n°190 déposé le 25 février 2003, 19p.

PNUE, 2007, Programme des Nations Unies pour l'Environnement, Plan d'action pour la Méditerranée, Convention sur la protection du milieu marin et du littoral de la Méditerranée et ses protocoles, Athènes, 176p.

Règlement (CE) n°1272/2008 du Parlement européen et du Conseil du 16 décembre 2008 relatif à la classification, à l'étiquetage et à l'emballage des substances et des mélanges, modifiant et abrogeant les directives 67/548/CEE et 1999/45/CE et modifiant le règlement (CE) no 1907/2006, Journal officiel de l'Union Européenne, L.353/1, 31/12/2008

Règlement (CE) n° 305/2011 du Parlement européen et du Conseil du 04 avril 2011 relatif à la régulation des produits de construction (RCP), Journal officiel de l'Union Européenne, L88/5, 04/04/2011

Normes

CEN/TS 16637-1, Construction products - Assessment of release of dangerous substances - Part 1: Guidance for the determination of leaching tests and additional testing steps, CEN/TS 16637-1, AFNOR, 20/08/2014

- CEN/TS 16637-2, Construction products - Assessment of release of dangerous substances - Part 2: Horizontal dynamic surface leaching test, CEN/TS 16637-2, AFNOR, 20/08/2014
- CEN/TS 16637-3, Construction products - Assessment of release of dangerous substances - Part 3: Horizontal up-flow percolation test, CEN/TS 16637-3, AFNOR, 01/06/2016
- FD CEN/TR 16110, Caractérisation des déchets - Lignes directrices pour l'utilisation des essais d'écotoxicité appliqués aux déchets, FD CEN/TR 16110, AFNOR, février 2011, 22p.
- FD CEN/TR 17105, Produits de construction – Évaluation de l'émission de substances dangereuses – Recommandations relatives à l'utilisation des essais d'écotoxicité en vue de leur application aux produits de construction, FD CEN/TR 17105, octobre 2017, 34p.
- FD X30-494, Caractérisation des déchets – Spéciation des éléments dans les déchets, FD X30-494, AFNOR, 6 mai 2015, 18p.
- NEN 7345, Leaching characteristics of solid earthy and stony building and waste materials - Leaching tests - Determination of the leaching of inorganic components from buildings and monolithic waste materials with the diffusion test, NEN 7345, Nederland Normalisatie Instituut, 01/03/1995, 20p.
- NF EN 12457-1, Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 1 : essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 2 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité), NF EN 12457-1, AFNOR, 1 décembre 2002, 27p.
- NF EN 12457-2, Caractérisation des déchets - Lixiviation — Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues Partie 2 : Essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité), NF EN 12457-2, AFNOR, 1 décembre 2002, 27p.

- NF EN 12457-4, Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 4 : essai en bûchée unique avec un rapport liquide/solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 10 mm (sans ou avec réduction de la granularité), NF EN 12457-4, AFNOR, 1 décembre 2002, 28p.
- NF EN 12920+A1, Caractérisation des déchets - Méthodologie pour la détermination du comportement à la lixiviation d'un déchet dans des conditions spécifiées, NF EN 12920+A1, AFNOR, novembre 2008, 11p.
- NF EN 13286-2, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 2 : méthodes d'essai de détermination en laboratoire de la masse volumique de référence et de la teneur en eau - Compactage Proctor, NF EN 13286-2, AFNOR, 01/12/2010, 32p.
- NF EN 13286-42, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 42 : méthode d'essai pour la détermination de la résistance à traction indirecte des mélanges traités aux liants hydrauliques, NF EN 13286-42, AFNOR, 01/09/2003, 10p.
- NF EN 13286-43, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 43 : méthode d'essai pour la détermination du module d'élasticité des mélanges traités aux liants hydrauliques, NF EN 13286-43, AFNOR, 01/09/2003, 14p.
- NF EN 13286-47, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 47 : méthode d'essai pour la détermination de l'indice portant Californien (CBR), de l'indice de portance immédiate (IPI) et du gonflement linéaire, NF EN 13286-47, AFNOR, 01/07/2012, 13p.
- NF EN 13286-52, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 52 : méthode de confection par vibrocompression des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques, NF EN 13286-52, AFNOR, 01/05/2005, 10p.
- NF EN 13286-53, Mélanges traités et mélanges non traités aux liants hydrauliques - Partie 53 : méthode de confection par compression axiale des éprouvettes de matériaux traités aux liants hydrauliques, NF EN 13286-53, AFNOR, 01/05/2005, 12p.

- NF EN 14405, Caractérisation des déchets — Essais de comportement à la lixiviation — Essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées), NF EN 14405, AFNOR, 15 avril 2017, 47p.
- NF EN 14429, Caractérisation des déchets — Essais de comportement à la lixiviation — Influence du pH sur la lixiviation avec ajout initial d'acide/base, NF EN 14429, AFNOR, 17 juillet 2015, 44p.
- NF EN 14735, Caractérisation des déchets - Préparation des échantillons de déchets en vue d'essais écotoxicologiques, NF EN 14429, AFNOR, janvier 2006, 43p.
- NF EN 14997, Caractérisation des déchets — Essais de comportement à la lixiviation — Influence du pH sur la lixiviation avec contrôle continu du pH, NF EN 14997, AFNOR, 8 mai 2015, 45p.
- NF EN 15863, Caractérisation des déchets - Essais de comportement à la lixiviation pour la caractérisation de base - Essai de lixiviation dynamique des monolithes avec renouvellement périodique du lixiviant, dans des conditions d'essai fixes, NF EN 15863, AFNOR, 15 mai 2015, 60p.
- NF EN 16179, Boues, bio-déchets traités et sols - Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons, NF EN 16179, AFNOR, octobre 2012, 43p.
- NF EN ISO 5667-15, Qualité de l'eau – Échantillonnage - Partie 15 : Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments, NF EN ISO 5667-15, AFNOR, octobre 2009, 18p.
- NF EN ISO 6341, Qualité de l'eau - Détermination de l'inhibition de la mobilité de *Daphnia magna* Straus (Cladocera, Crustacea) - Essai de toxicité aiguë, NF EN ISO 6341, AFNOR, décembre 2012, 32p.
- NF EN ISO 8692, Qualité de l'eau - Essai d'inhibition de la croissance des algues d'eau douce avec des algues vertes unicellulaires, NF EN ISO 8692, AFNOR, mai 2012, 23p.
- NF EN ISO 11268-1, Qualité du sol — Effets des polluants vis-à-vis des vers de terre — Partie 1 : Détermination de la toxicité aiguë vis-à-vis de *Eisenia fetida*/ *Eisenia andrei*, NF EN ISO 11268-1, AFNOR, 9 octobre 2015, 19p.

- NF EN ISO 11268-2, Qualité du sol — Effets des polluants vis-à-vis des vers de terre —
Partie 2 : détermination des effets sur la reproduction de *Eisenia fetida*/*Eisenia andrei*,
NF EN ISO 11268-2, AFNOR, 14 novembre 2015, 31p.
- NF EN ISO 11269-1, Qualité du sol — Détermination des effets des polluants sur la flore du
sol — Partie 1 : méthode de mesurage de l'inhibition de la croissance des racines,
NF EN ISO 11269-1, AFNOR, 13 mars 2013, 26p.
- NF EN ISO 11269-2, Qualité du sol — Détermination des effets des polluants sur la flore du
sol — Partie 2 : Effets des sols contaminés sur l'émergence et la croissance des
végétaux supérieurs, NF EN ISO 11269-2, AFNOR, 3 mai 2013, 21p.
- NF EN ISO 11348-3, Qualité de l'eau - Détermination de l'effet inhibiteur d'échantillons d'eau
sur la luminescence de *Vibrio fischeri* (Essai de bactéries luminescentes) - Partie 3 :
Méthode utilisant des bactéries lyophilisées, NF EN ISO 11348-3, AFNOR, février
2009, 23p.
- NF EN ISO 14040, Analyse du cycle de vie – Principes et cadre, NF EN ISO 14040, AFNOR,
octobre 2006, 35p.
- NF ISO 14371, Qualité de l'eau - Détermination de la toxicité des sédiments d'eau douce
envers *Heterocypris incongruens* (Crustacea, Ostracoda), NF ISO 14371, AFNOR, mai
2012, 23p.
- NF ISO 15799, Qualité du sol - Lignes directrices relatives à la caractérisation
écotoxicologique des sols et des matériaux du sol, NF ISO 15799, AFNOR, mars
2004, 34p.
- NF ISO 17512-1, Qualité du sol - Essai d'évitement pour contrôler la qualité des sols et les
effets des produits chimiques sur le comportement - Partie 1 : essai avec des vers de
terre (*Eisenia fetida* et *Eisenia andrei*), NF ISO 17512-1, AFNOR, février 2009, 34p.
- NF ISO 20665, Qualité de l'eau - Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de
Ceriodaphnia dubia, NF ISO 20665, AFNOR, février 2009, 22p.
- NF ISO 20666, Qualité de l'eau - Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de
Brachionus calyciflorus en 48 h, NF ISO 20666, AFNOR, janvier 2009, 16p.

NF EN ISO/CEI 17025, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, NF EN ISO/CEI 17025, AFNOR, septembre 2005, 45p.

NF P98-128, Assises de chaussées et plates-formes — Bétons compactés routiers et graves traitées aux liants hydrauliques à hautes performances — Définition, composition et classification, NF P98-128, AFNOR, 09 août 2014, 17p.

XP CEN/TS 15864, Caractérisation des déchets — Essais de comportement à la lixiviation pour la caractérisation de base — Essai de lixiviation dynamique des monolithes avec renouvellement continu du lixiviant dans des conditions pertinentes pour des scénarios spécifiés, XP CEN/TS 15864, AFNOR, 6 janvier 2016, 37p.

XP CEN/TS 16660, Caractérisation des déchets — Essais de comportement à la lixiviation — Détermination des propriétés réductrices et de la capacité de réduction, XP CEN/TS 16660, AFNOR, 26 août 2015, 23p.

XP X 30-489, Caractérisation des déchets — Détermination de la teneur en éléments et substances des déchets, XP X 30-489, AFNOR, 7 août 2013, 18p.

Références scientifiques

Aalbers, T. G., Wilde, P. G. M. de, Vermij, P. H. ., Saft, R. J., Beek, A. I. M. van de, Broekman, M. H., Masereeuw, P., Kamphuis, C., Dekker, P. M. en and Valentijn, E. A.: Milieuhygiënische kwaliteit van primaire en secundaire bouwmaterialen in relatie tot hergebruik en bodem- en oppervlaktewaterenbescherming, RIVM, Bilthoven., 1993.

Abraham, M., Westphal, L., Hand, I., Lerz, A., Jeschek, J., Bunke, D., Leipe, T. and Schulz-Bull, D.: TBT and its metabolites in sediments: Survey at a German coastal site and the central Baltic Sea, Mar. Pollut. Bull., 121(1), 404–410, doi:10.1016/j.marpolbul.2017.06.020, 2017.

Abriak, N.-E.: Sédiments portuaires et de canaux, in *Le Recyclage*, vol. 2, p. 280, Société de l'industrie minière., 2011.

Abriak, N.-E. and Mamindy-Pajany, Y.: Valorisation des sédiments de dragage en technique routière, Guide méthodologique SEDIMATERIAUX, École Nationale Supérieure des Mines de Douai., 2014.

Achard, R.: Dynamique des contaminants inorganiques dans les sédiments de dragage : rôle spécifique de la matière organique naturelle, Thèse de doctorat en Chimie de l'Environnement, Université du sud Toulon Var, Toulon, 24 May., 2013.

Achard, R., Benard, A., Merdy, P., Durrieu, G., Poupon, C. L., Campredon, B. and Lucas, Y.: Environmental Quality Assessment for Valorization of Raw and Desalinated Dredged Marine Sediment Contaminated by Potentially Toxic Elements, *Waste Biomass Valorization*, 4(4), 781–795, doi:10.1007/s12649-013-9219-x, 2013.

Achour, R.: Valorisation et caractérisation de la durabilité d'un matériau routier et d'un béton à base de sédiments de dragage, Thèse de doctorat en Génie civil, Université de Sherbrooke, Université des sciences et technologies de Lille, Douai, December., 2013.

Achour, R., Abriak, N.-E., Zentar, R., Rivard, P. and Gregoire, P.: Valorization of unauthorized sea disposal dredged sediments as a road foundation material, *Environ. Technol.*, 35(16), 1997–2007, doi:10.1080/09593330.2014.889758, 2014.

ADEME: Évaluation de l'écocompatibilité de scénarios de stockage et de valorisation des déchets, Rapport d'étude, ADEME, Angers., 2002.

Adenot, F. and Buil, M.: Modelling of the corrosion of the cement paste by deionized water, *Cem. Concr. Res.*, 22(2), 489–496, doi:10.1016/0008-8846(92)90092-A, 1992.

Agostini, F.: Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins, Thèse de doctorat en Génie civil, Université des Sciences et Techniques de Lille, Ecole Centrale de Lille., 2006.

Alaoui, M. M., Jourmi, L. E., Ouarzane, A., Lazar, S., Antri, S. E., Zahouily, M. and Hmyene, A.: Effet du stress salin sur la germination et la croissance de six variétés marocaines de blé (Effect of salt stress on germination and growth of six Moroccan wheat varieties), , 8, 2013.

Aldaya, M. M., Lors, C., Salmon, S. and Ponge, J.-F.: Avoidance bio-assays may help to test the ecological significance of soil pollution, *Environ. Pollut.*, 140(1), 173–180, doi:10.1016/j.envpol.2005.06.011, 2006.

Alloway, B. J.: *Heavy Metals in Soils*, Second Edition., Springer Netherlands., 1995.

Altenburger, R., Backhaus, T., Boedeker, W., Faust, M., Scholze, M. and Grimme, L. H.: Predictability of the toxicity of multiple chemical mixtures to *Vibrio fischeri*: Mixtures composed of similarly acting chemicals, *Environ. Toxicol. Chem.*, 19(9), 2341–2347, doi:10.1002/etc.5620190926, 2000.

Anderson, A.: Potentiel d'émission et de transfert de colloïdes et nanoparticules manufacturées issus de lixiviats de déchets solides et nanomatériaux, phdthesis, Université de Toulon, 16 December. [online] Available from: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01583986/document> (Accessed 28 January 2018), 2016.

Anger, B.: Caractérisation de sédiments fins de retenues hydroélectriques en vue d'une orientation vers des filières de valorisation matière, Thèse de doctorat en Génie civil, Université de Caen Basse-Normandie, 17 December., 2014.

Aoustin, E., Schäfer, A. I., Fane, A. G. and Waite, T. D.: Ultrafiltration of natural organic matter, *Sep. Purif. Technol.*, 22–23(Supplement C), 63–78, doi:10.1016/S1383-5866(00)00143-X, 2001.

Azam, F. and Malfatti, F.: Microbial structuring of marine ecosystems, *Nat. Rev. Microbiol.*, 5(10), 782–791, doi:10.1038/nrmicro1747, 2007.

Babut, M., Perrodin, Y., Bray, M., Clément, B., Delolme, C., Devaux, A., Durrieu, C., Garric, J., Vولات, B., Becart, D. and Charrier, C.: Évaluation des risques écologiques causés par des matériaux de dragage: roposition d'une approche adaptée aux dépôts en gravière en eau, *Rev. Sci. Eau*, 15(3), 615–639, doi:10.7202/705472ar, 2002.

Baldock, J. A., Masiello, C. A., Gélinas, Y. and Hedges, J. I.: Cycling and composition of organic matter in terrestrial and marine ecosystems, *Mar. Chem.*, 92(1), 39–64, doi:10.1016/j.marchem.2004.06.016, 2004.

Baumann, T., Fruhstorfer, P., Klein, T. and Niessner, R.: Colloid and heavy metal transport at landfill sites in direct contact with groundwater, *Water Res.*, 40(14), 2776–2786, doi:10.1016/j.watres.2006.04.049, 2006.

Bazin, C. and Vernus, E.: Etablissement d'une méthodologie d'évaluation de l'écotoxicité des sédiments marins et continentaux dans le cadre de la démarche nationale Sédimatériaux, Etat de l'art sur les méthodologies d'évaluation de la dangerosité des sédiments et sur l'évaluation des propriétés H14 et H15, PROVADEMSE., 2014.

Bazin, C. and Vernus, E.: Établissement d'une méthodologie d'évaluation de l'écotoxicité des sédiments marins et continentaux dans le cadre de la démarche nationale Sédimatériaux, Rapport final provisoire, PROVADEMSE, Villeurbanne., 2015.

Becker, R., Donnevert, G. and Römbke, J.: Biological test methods for the ecotoxicological characterization of wastes, Bundesanstalt für Materialforschung, Unter den Eichen 87, D-12205 Berlin; Fachhochschule Gießen-Friedberg, FB MNI, Wiesenstr. 14, D-35390 Gießen; ECT Oekotoxikologie GmbH; Böttgerstr. 2-14; D-65439 Flörsheim am Main., 2007.

Becquart, F. and JOOS, F.: SEDICYCLE : réalisation d'une piste cyclable à base de sédiments marins par la Société BECI., 2014.

Belgis, C. and Persoone, G.: Cyst-based toxicity tests XII—Development of a short chronic sediment toxicity test with the ostracod crustacean *Heterocypris incongruens*: Selection of test parameters, *Environ. Toxicol.*, 17(6), 520–527, doi:10.1002/tox.10085, 2002a.

Belgis, C. and Persoone, G.: Cyst-based toxicity tests XIII—Development of a short chronic sediment toxicity test with the ostracod crustacean *Heterocypris incongruens*: Methodology and precision, *Environ. Toxicol.*, 17(6), 528–532, doi:10.1002/tox.10086, 2002b.

Belgis, C. and Persoone, G.: Cyst-based toxicity tests XIV—Application of the ostracod solid-phase microbiotest for toxicity monitoring of river sediments in Flanders (Belgium), *Environ. Toxicol.*, 17(6), 533–537, doi:10.1002/tox.10087, 2002c.

Belgis, C., Persoone, G. and Blaise, C.: Cyst-based toxicity tests XVI—sensitivity comparison of the solid phase *Heterocypris incongruens* microbiotest with the *Hyalella azteca* and *Chironomus riparius* contact assays on freshwater sediments from Peninsula Harbour (Ontario, Canada), *Chemosphere*, 52(1), 95–101, doi:10.1016/S0045-6535(03)00186-3, 2003.

Benetto, E., Tiruta-Barna, L. and Perrodin, Y.: Combining lifecycle and risk assessments of mineral waste reuse scenarios for decision making support, *Environ. Impact Assess. Rev.*, 27(3), 266–285, doi:10.1016/j.ear.2006.10.007, 2007.

Benoit-Bonnemason, C.: Biogéochimie et enregistrement des composés organostanniques dans les sédiments du bassin d'Arcachon, Thèse de doctorat en Biogéochimie de l'Environnement, Université de Bordeaux I, France., 2005.

Bhatty, M. S. Y.: Fixation of metallic ions in Portland cement, in *Proceedings of the 4th National conference on hazardous waste and hazardous materials*, pp. 140–145, Washington DC, États-unis., 1987.

Billon, G.: Géochimie des métaux et du soufre dans les sédiments des estuaires de la Seine et de l'Authie, Thèse de doctorat en Spectrochimie, Molécules, Solides, Réactivité, Université des Sciences et Technologies de Lille., 2001.

Billon, G., Ouddane, B. and Boughriet, A.: Chemical speciation of sulfur compounds in surface sediments from three bays (Fresnaye, Seine and Authie) in northern France, and identification of some factors controlling their generation., *Talanta*, 53(5), 971–981, 2001.

Birgisdóttir, H.: Life cycle assessment model for road construction and use of residues from waste incineration, Ph D thesis, Institute of Environment & Resources Technical University of Denmark, Denmark., 2005.

Birouk, A., Dattee, Y., Sadiki, M. and Roumet, P.: Evaluation agronomique et adaptation de populations marocaines de luzerne (*Medicago sativa* L.), *Agronomie*, 9(4), 363–376, doi:10.1051/agro:19890406, 1989.

Blanchard, C.: Caractérisation de la mobilisation potentielle des polluants inorganiques dans les sols pollués, Thèse de doctorat en Sciences et Techniques du Déchet, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, INSA de Lyon., 2000.

Bliss, C.: The toxicity of poisons applied jointly, *Ann Appl Biol*, 26, 585–615, 1939.

Boillot, C. and Perrodin, Y.: Joint-action ecotoxicity of binary mixtures of glutaraldehyde and surfactants used in hospitals: Use of the Toxicity Index model and isoblogram representation, *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, 71(1), 252–259, doi:10.1016/j.ecoenv.2007.08.010, 2008.

Boillot, C., Bazin, C., Tissot-Guerraz, F., Droguet, J., Perraud, M., Cetre, J. C., Trepo, D. and Perrodin, Y.: Daily physicochemical, microbiological and ecotoxicological fluctuations of a hospital effluent according to technical and care activities, *Sci. Total Environ.*, 403(1), 113–129, doi:10.1016/j.scitotenv.2008.04.037, 2008.

Boulvain, F.: *Éléments de Sédimentologie et de Pétrologie sédimentaire*, Geolsed Pétrologie Sédimentaire Dép. Géologie Fac. Sci. Univ. Liège [online] Available from: <http://www.geolsed.ulg.ac.be/sedim/sedimentologie.htm#ROCHES%C2%A0DETRITIQUES%20MEUBLES> (Accessed 2 November 2017), 2017.

- Briat, J.-F. and Lebrun, M.: Plant responses to metal toxicity, *Comptes Rendus Académie Sci. - Ser. III - Sci. Vie*, 322(1), 43–54, doi:10.1016/S0764-4469(99)80016-X, 1999.
- Bruland, K. W., Donat, J. R. and Hutchins, D. A.: Interactive influences of bioactive trace metals on biological production in oceanic waters, *Limnol. Oceanogr.*, 36(8), 1555–1577, doi:10.4319/lo.1991.36.8.1555, 1991.
- Brunet, J.: Etat des lieux sur la pollution des fleuves par les PCB dans le monde Actions des pouvoirs publics Exemples de décontamination, Rapport final, BRGM., 2007.
- Buffle, J., Chalmers, R. A., Masson, M. R. and Midgley, D.: Complexation reactions in aquatic systems: an analytical approach, E. Horwood., 1988.
- Cabaniss, S. E. and Shuman, M. S.: Copper binding by dissolved organic matter: I. Suwannee River fulvic acid equilibria, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 52(1), 185–193, doi:10.1016/0016-7037(88)90066-X, 1988.
- Caille, N., Tiffreau, C., Leyval, C. and Morel, J. L.: Solubility of metals in an anoxic sediment during prolonged aeration, *Sci. Total Environ.*, 301(1–3), 239–250, 2003.
- Calvet, R.: Le sol: propriétés et fonctions, France Agricole Editions., 2003.
- Campy, M. and Meybeck, M.: Les sédiments lacustres, in *Limnologie générale*, pp. 185–226, R. Pourriot et M. Meybeck MASSON Paris Milan Barcelone, Paris., 1995.
- Cao, R. X., Ma, L. Q., Chen, M., Singh, S. P. and Harris, W. G.: Phosphate-induced metal immobilization in a contaminated site, *Environ. Pollut.*, 122(1), 19–28, doi:10.1016/S0269-7491(02)00283-X, 2003.
- Cappuyens, V., Swennen, R. and Verhulst, J.: Assessment of acid neutralizing capacity and potential mobilisation of trace metals from land-disposed dredged sediments, *Sci. Total Environ.*, 333(1), 233–247, doi:10.1016/j.scitotenv.2004.05.007, 2004.
- Casado-Martinez, M. C., Burga-Pérez, K. F., Bebon, R., Féraud, J.-F., Vermeirssen, E. L. M. and Werner, I.: The sediment-contact test using the ostracod *Heterocypris incongruens*: Effect of fine sediments and determination of toxicity thresholds, *Chemosphere*, 151, 220–224, doi:10.1016/j.chemosphere.2016.01.126, 2016.
- Cassi, R., Tolosa, I. and Mora, S. de: A survey of antifoulants in sediments from Ports and Marinas along the French Mediterranean coast, *Mar. Pollut. Bull.*, 56(11), 1943–1948, doi:10.1016/j.marpolbul.2008.07.011, 2008.
- Catheline, C.: Vidange des barrages EDF: quels impacts sur l'environnement, 1998.
- Cauzzi, N.: Evaluation de l'éco-compatibilité de sédiments contaminés, traités et non traités par un procédé physico-chimique, dans le cadre d'un scénario de dépôt en gravière Etude en microcosmes aquatiques, Thèse de doctorat en Sciences et Techniques du Déchet, INSA, Lyon, 11 July., 2007.

Centre national de la recherche scientifique (France): Géochimie organique des sédiments plio-quaternaires du delta de la Mahakam (Indonésie): le sondage MISEDOR., Editions TECHNIP., 1987.

CETMEF: Dragage d'entretien des voies navigables, aide à l'élaboration et au suivi d'un plan de gestion pluriannuel, CETMEF., 2011.

Chahal, H.: Etude du comportement hydromécanique des sédiments pollués par les PCB en interaction avec les géomatériaux pour un stockage hors site, Thèse de doctorat Mécanique, Energétique, Génie Civil et Acoustique, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, INSA Lyon., 2013.

Charasse, B.: Comportement à long terme, caractérisation opérationnelle et évaluation environnementale des contaminants organiques des sédiments de dragage, Thèse de doctorat en Science de l'Environnement, Université d'Aix-Marseille, 16 December., 2013.

Chateau, L.: Environmental acceptability of beneficial use of waste as construction material— State of knowledge, current practices and future developments in Europe and in France, *J. Hazard. Mater.*, 139(3), 556–562, doi:10.1016/j.jhazmat.2006.02.064, 2007.

Clément, B. and Cadier, C.: Development of a new laboratory freshwater/sediment microcosm test, *Ecotoxicology*, 7(5), 279–290, 1998.

Colin, F. and Gazbar, S.: Distribution of water in sludges in relation to their mechanical dewatering, *Water Res.*, 29(8), 2000–2005, doi:10.1016/0043-1354(94)00274-B, 1995.

Conner, J. R.: Chemical fixation and solidification of hazardous wastes, Van Nostrand Reinhold, New York, NY., 1990.

Cornelis, G., Johnson, C. A., Gerven, T. V. and Vandecasteele, C.: Leaching mechanisms of oxyanionic metalloids and metal species in alkaline solid wastes: A review, *Appl. Geochem.*, 23(5), 955–976, doi:10.1016/j.apgeochem.2008.02.001, 2008.

Cotter-Howells, J. and Caporn, S.: Remediation of contaminated land by formation of heavy metal phosphates, *Appl. Geochem.*, 11(1), 335–342, doi:10.1016/0883-2927(95)00042-9, 1996.

Coulon, F.: Contribution à l'étude des sédiments marins lors d'opérations de dragage portuaire: re-sédimentation et mobilisation de la pollution organique, Thèse de doctorat, Université de Montpellier II, Mines d'Alès, 12 December., 2014.

Couvidat, J.: Gestion d'un sédiment de dragage marin contaminé: caractérisation de la réactivité biogéochimique, valorisation en mortier et évaluation environnementale, Thèse de doctorat en Science de l'Environnement Industriel et Urbain, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon., 2015.

Dagnac, T., Bristeau, S., Coton, C., Leroy, C., Fleury, N. and Jeannot, R.: Analyse de polluants organiques et organométalliques dans l'environnement. Étude réalisée dans le cadre de la convention Région Centre et BRGM, Rapport final, BRGM., 2005.

Damidot, D., Abriak, N.-E., Dubois, V., Zentar, R., Mac Farlane, F., Bulteel, D., Junqua, G., Kada, H., Kamali, S., Refif, H., Wirquin, E. and Grégoire, P.: Démarche PREDIS Nord-Pas de Calais - Améliorer la valorisation des déchets industriels en BTP - Guide technique Régional relatif à la méthodologie de gestion des sédiments de gragage portuaire, Guide technique, Armines - Ecole des Mines de Douai - Université d'Artois., 1995.

Darmendrail, D., Baize, D., Barbier, J., Freyssinet, P., Mouvet, C., Salpéteur, I. and Wavrer, P.: Fonds géochimique naturel État des connaissances à l'échelle nationale, INRA et BRGM., 2000.

Dayan, A. D. and Paine, A. J.: Mechanisms of chromium toxicity, carcinogenicity and allergenicity: review of the literature from 1985 to 2000, *Hum. Exp. Toxicol.*, 20(9), 439–451, doi:10.1191/096032701682693062, 2001.

De Gregori, I. H., Pinochet, H. C., Arancibia, M. J. and Vidal, A. B.: Grain Size Effect on Trace Metals Distribution in Sediments from Two Coastal Areas of Chile, *Bull. Environ. Contam. Toxicol.*, 57(1), 163–170, doi:10.1007/s001289900170, 1996.

De Lisle, P. F. and Roberts, M. H.: The effect of salinity on cadmium toxicity to the estuarine mysid *Mysidopsis bahia*: role of chemical speciation, *Aquat. Toxicol.*, 12(4), 357–370, doi:10.1016/0166-445X(88)90062-8, 1988.

De Lisle, P. F. and Roberts, M. H.: The effect of salinity on cadmium toxicity in the estuarine mysid *Mysidopsis bahia*: roles of osmoregulation and calcium, *Mar. Environ. Res.*, 37(1), 47–62, doi:10.1016/0141-1136(94)90062-0, 1994.

De Windt, L. and Badreddine, R.: Modelling of long-term dynamic leaching tests applied to solidified/stabilised waste, *Waste Manag.*, 27(11), 1638–1647, doi:10.1016/j.wasman.2006.07.019, 2007.

Deconinck, J.-F. and Chambley, H.: Bases de sédimentologie, 3ème édition., DUNOD., 2011.

Delhaye, H.: Développement d'un bioessai de toxicité chronique en microcosme aquatique de laboratoire et évaluation de l'outil au travers de l'étude des effets du cadmium, THÈSE de doctorat en Chimie de l'Environnement, INSA, Lyon, 28 September., 2012.

Depelsenaire, G.: Le procédé NOVOSOL de traitement des sédiments contaminés par les métaux lourds et les composés organiques pour une valorisation matière, in SESSION 4 Traitements et Procédés Innovants, WEBS., 2007.

Deschamps, T., Benzaazoua, M., Bussière, B., Belem, T. and Mbonimpa, M.: Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide : cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels, *VertigO - Rev. Électronique En Sci. Environ.*, (Volume 7 Numéro 2), doi:10.4000/vertigo.2171, 2006.

Dijkstra, J. J., Meeussen, J. C. L. and Comans, R. N. J.: Leaching of heavy metals from contaminated soils: an experimental and modeling study, *Environ. Sci. Technol.*, 38(16), 4390–4395, 2004.

Drinčić, A., Nikolić, I., Zuliani, T., Milačić, R. and Ščančar, J.: Long-term environmental impacts of building composites containing waste materials: Evaluation of the leaching protocols, *Waste Manag.*, 59, 340–349, doi:10.1016/j.wasman.2016.11.003, 2017.

Dubois, V.: Étude du comportement physico-mécanique et caractérisation environnementale des sédiments marins – Valorisation en technique routière, Thèse de doctorat en Génie civil, Université d'Artois, Mines de Douai, Douai, January., 2006.

Dubois, V., Abriak, N. E., Zentar, R. and Ballivy, G.: The use of marine sediments as a pavement base material, *Waste Manag.*, 29(2), 774–782, doi:10.1016/j.wasman.2008.05.004, 2009.

Duchaufour, P.: Introduction à la science du sol, 6e Edition., DUNOD., 2004.

Duester, L., Wahrendorf, D.-S., Brinkmann, C., Fabricius, A.-L., Meermann, B., Pelzer, J., Ecker, D., Renner, M., Schmid, H., Ternes, T. A. and Heininger, P.: A Framework to Evaluate the Impact of Armourstones on the Chemical Quality of Surface Water, edited by G. Kunze, *PLOS ONE*, 12(1), e0168926, doi:10.1371/journal.pone.0168926, 2017.

Dupont, P., Aussedat, G., Descantes, Y. and Guedon, J.-S.: Granulats. Origines et caractéristiques, *Tech. Ing.*, (C902 V2), 2007.

Durand, C. L.: Développement d'une batterie de mesures biologiques pour l'évaluation du risque associé aux sédiments contaminés, Thèse de doctorat en Écotoxicologie, Biodiversité, Écosystèmes, Université de Lorraine, France., 2012.

EAUK: A Public Consultation on A Framework and Methods for Assessing Harm to Ecosystems from Contaminants Soil, Environment Agency of United Kingdom, Bristol (UK)., 2003.

ECB: Technical Guidance Document (TGD) in support of Commission Directive 93/67/EEC on Risk Assessment for new notified substances, Commission Regulation (EC) No 1488/94 on Risk Assessment for existing substances and Directive 98/8/EC of the European Parliament and of the Council concerning the placing of biocidal products on the market, European Chemical Bureau, Ispra (Italy)., 2003.

Eikelboom, R. T., Ruwiel, E. and Goumans, J. J. J. M.: The building materials decree: an example of a Dutch regulation based on the potential impact of materials on the environment, *Waste Manag.*, 21(3), 295–302, doi:10.1016/S0956-053X(00)00103-3, 2001.

El Bilali, L., Rasmussen, P. E., Hall, G. E. M. and Fortin, D.: Role of sediment composition in trace metal distribution in lake sediments, *Appl. Geochem.*, 17(9), 1171–1181, doi:10.1016/S0883-2927(01)00132-9, 2002.

Emmanuel, E., Perrodin, Y., Keck, G., Blanchard, J.-M. and Vermande, P.: Ecotoxicological risk assessment of hospital wastewater: a proposed framework for raw effluents discharging into urban sewer network, *J. Hazard. Mater.*, 117(1), 1–11, doi:10.1016/j.jhazmat.2004.08.032, 2005.

European committee for standardization: NF EN ISO 11269-2: Soil quality — Determination of the effects of pollutants on soil flora — Part 2: Effects of contaminated soil on the emergence and early growth of higher plants, 2013.

European committee for standardization: NF P98-128: Road foundations and roadbeds - Road roller-compacted concretes and high performances aggregates treated with hydraulic binders - Definition, composition and classification, 2014.

European committee for standardization: NF EN 14405: Characterization of waste — Leaching behaviour test — Up-flow percolation test (under specified conditions), 2017.

FAO: Etudes et prospections pédologiques en vue de l'irrigation, Food & Agriculture Org., 1990.

Feron, V. J. and Groten, J. P.: Toxicological evaluation of chemical mixtures, *Food Chem. Toxicol. Int. J. Publ. Br. Ind. Biol. Res. Assoc.*, 40(6), 825–839, 2002.

Filella, M.: Freshwaters: which NOM matters?, *Environ. Chem. Lett.*, 7(1), 21–35, doi:10.1007/s10311-008-0158-x, 2009.

Förstner, U., Calmano, W., Conradt, K., Jaksch, H., Schimkus, C. and Schoer, J.: Chemical speciation of heavy metals in solid waste materials (sewage sludge, mining wastes, dredged materials, polluted sediments) by sequential extraction, , doi:10.15480/882.409, 1981.

François, D., Jullien, A., Kerzreho, J. P. and Chateau, L.: Full-scale experimentations on alternative materials in roads: Analysis of study practices, *Waste Manag.*, 29(3), 1076–1083, doi:https://doi.org/10.1016/j.wasman.2008.08.007, 2009.

Garbolino, E., Aqua, J.-L. and Abriak, N.-E.: Applicability of H14 Protocol for Sediments in Order to Consider their Valorization: Limits and Benefits, *Chem. Eng. Trans.*, 36, 631–636, doi:10.3303/CET1436106, 2014.

García-Pérez, S., Sierra-Pérez, J. and Boschmonart-Rives, J.: Environmental assessment at the urban level combining LCA-GIS methodologies: A case study of energy retrofits in the Barcelona metropolitan area, *Build. Environ.*, 134, 191–204, doi:10.1016/j.buildenv.2018.01.041, 2018.

Gartiser, S., Heisterkamp, I., Schoknecht, U., Bandow, N., Burkhardt, N. M., Ratte, M. and Ilvonen, O.: Recommendation for a test battery for the ecotoxicological evaluation of the environmental safety of construction products, *Chemosphere*, 171, 580–587, doi:10.1016/j.chemosphere.2016.12.115, 2017a.

Gartiser, S., Heisterkamp, I., Schoknecht, U., Burkhardt, M., Ratte, M., Ilvonen, O., Brauer, F., Brückmann, J., Dabrunz, A., Egeler, P., Eisl, A.-M., Feiler, U., Fritz, I., König, S., Lebertz, H., Pandard, P., Pötschke, G., Scheerbaum, D., Schreiber, F., Soldán, P., Weiß, R. and Weltens, R.: Results from a round robin test for the ecotoxicological evaluation of construction products using two leaching tests and an aquatic test battery, *Chemosphere*, 175, 138–146, doi:10.1016/j.chemosphere.2017.01.146, 2017b.

Geffard, O.: Toxicité potentielle des sédiments marins et estuariens contaminés : évaluation chimique et biologique, biodisponibilité des contaminants sédimentaires, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, France., 2001.

Gheorghe, S., Stoica, C., Stanescu, E., Catranguiu, A., Paun, I., Niculescu, D. and Lucaciu, I.: HAZARD CLASSIFICATION OF DANUBE- DANUBE DELTA (WATER AND SEDIMENT) BASED ON ORGANISMS SENSITIVITY, Natl. Res. Dev. Inst. Ind. Ecol. INCD-ECOIND Int. Symp. Environ. Ind. SIMI, II, 10, 2013.

Godbee, H. W., Compere, E. L., Joy, D. S., Kibbey, A. H., Moore, J. G., Nestor, C. W., Anders, O. U. and Neilson, R. M.: Application of mass transport theory to the leaching of radionuclides from waste solids, Nucl. Chem. Waste Manag., 1(1), 29–35, doi:10.1016/0191-815X(80)90026-1, 1980.

González, V., Vignati, D. A. L., Pons, M.-N., Montarges-Pelletier, E., Bojic, C. and Giamberini, L.: Lanthanide ecotoxicity: First attempt to measure environmental risk for aquatic organisms, Environ. Pollut., 199, 139–147, doi:10.1016/j.envpol.2015.01.020, 2015.

Gounou, C.: Mobilité des éléments traces métalliques dans les sédiments : couplage et comparaison des approches chimiques et microbiologiques, Thèse de doctorat, Université Paris 12 - Val de Marne., 2008.

Gourlay-Francé, C., Delmas, F., Mazzella, N. and Tusseau-Vuillemin, M.: Que sait-on de la biodisponibilité des contaminants dissous dans le milieu aquatique ?, Sci. Eaux Territ., (1), 6–11, 2010.

Gouvernement du Canada, A. canadienne d'inspection des aliments: La biologie de l'*Helianthus annuus* L. (tournesol), [online] Available from: <http://www.inspection.gc.ca/vegetaux/vegetaux-a-caracteres-nouveaux/demandeurs/directive-94-08/documents-sur-la-biologie/helianthus-annuus-l-fra/1330977236841/1330977318934> (Accessed 30 May 2018), 2012.

Grosdemange, D.: Guide pour la gestion des opérations de dragage, Guide, Fédération Française des Ports de Plaisance - In vivo environnement., 2005.

Grosdemange, D., Leveque, F., Drouis, Aqua, J.-L., Méhu, J. and Bazin, C.: The SEDIMARD project : presentation and results, Lille., 2008.

Guérin, V., Chevrier, B. and Decung, F.: Guide « Caractérisation hydrique de la zone non saturée » CaPhéInE : CARactérisation des PHÉnomènes de transfert en zone INSaturée des Eléments traces, Guide technique, Projet CaPhéInE : Ademe, BRGM, l'INERIS, EDF et le CEA., 2012.

Hartlén, J., Fällman, A.-M., Back, P.-E. and Jones, C.: Principles for risk assessment of secondary materials in civil engineering work, Étude, AFN, Naturvårdsverket Swedish Environmental Protection Agency, Stockholm., 1999.

Hayet, A.: Variabilité des méthodologies d'évaluation des risques écologiques : conséquences et perspectives d'améliorations, 2006.

Hayet, A., Deram, A. and Bohain, D.: Impacts écologiques de sédiments pollués extraits et déposés en milieux terrestres. Etat des connaissances et évaluation des risques pour les écosystèmes, extrait rapport final, RECORD., 2017.

Hennebert, P., Rebischung, F., Langeron, P., Cossu, R., He, P., Kjeldsen, P., Matsufuji, Y., Reinhart, D. and Stegmann, R.: Eu waste hazardousness assessment - proposition of methods, p. 17, CISA publisher, Cagliari, Sardinia, Italy. [online] Available from: <https://hal.archives-ouvertes.fr/ineris-00976249/document>, 2013a.

Hennebert, P., Avellan, A., Yan, J. and Aguerre-Chariol, O.: Experimental evidence of colloids and nanoparticles presence from 25 waste leachates, *Waste Manag.*, 33(9), 1870–1881, doi:10.1016/j.wasman.2013.04.014, 2013b.

Hennebert, P., Rebischung, F., Revalor, R., Ramel, M., Andres, S., Pandard, P., Geoffroy, L., James, A. and Schnuriger, B.: Guide de classement des déchets selon leur dangerosité suivant le Code de l'Environnement et la réglementation SEVESO II (partie applicable aux déchets), Rapport d'étude., 2013c.

Hennebert, P., Molina, P., Revalor, R., Ramel, M. and Samaali, I.: Propriété de danger des déchets HP12 – Proposition d'une méthode d'évaluation et premiers résultats, Rapport d'étude., 2015.

Hermens, J., Canton, H., Janssen, P. and De Jong, R.: Quantitative structure-activity relationships and toxicity studies of mixtures of chemicals with anaesthetic potency: Acute lethal and sublethal toxicity to *Daphnia magna*, *Aquat. Toxicol.*, 5(2), 143–154, doi:10.1016/0166-445X(84)90005-5, 1984.

Hlaváčková, P.: Évaluation du comportement du cuivre et du zinc dans une matrice de type sol à l'aide de différentes méthodologies, Thèse de doctorat en Sciences et Techniques du Déchet, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, École des Mines d'Albi – Carmaux., 2005.

Huerta-Diaz, M. A., Tessier, A. and Carignan, R.: Geochemistry of trace metals associated with reduced sulfur in freshwater sediments, *Appl. Geochem.*, 13(2), 213–233, doi:10.1016/S0883-2927(97)00060-7, 1998.

Jones, B. and Turki, A.: Distribution and speciation of heavy metals in surficial sediments from the Tees Estuary, north-east England, *Mar. Pollut. Bull.*, 34(10), 768–779, doi:10.1016/S0025-326X(97)00047-7, 1997.

Jones, L. H., Jones, N. V. and Radlett, A. J.: Some effects of salinity on the toxicity of copper to the polychaete *Nereis diversicolor*, *Estuar. Coast. Mar. Sci.*, 4(1), 107–111, doi:10.1016/0302-3524(76)90011-6, 1976.

Jones, M. B.: Influence of salinity and temperature on the toxicity of mercury to marine and brackish water isopods (Crustacea), *Estuar. Coast. Mar. Sci.*, 1(4), 425–431, doi:10.1016/0302-3524(73)90032-7, 1973.

- Jonnalagadda, S. B. and Rao, P. V.: Toxicity, bioavailability and metal speciation., *Comp. Biochem. Physiol. C*, 106(3), 585–595, doi:10.1016/0742-8413(93)90215-7, 1993.
- Jullien, A., Dauvergne, M. and Cerezo, V.: Environmental assessment of road construction and maintenance policies using LCA, *Transp. Res. Part Transp. Environ.*, 29, 56–65, doi:10.1016/j.trd.2014.03.006, 2014.
- Kim, N. S., Shim, W. J., Yim, U. H., Ha, S. Y., An, J. G. and Shin, K. H.: Three decades of TBT contamination in sediments around a large scale shipyard, *J. Hazard. Mater.*, 192(2), 634–642, doi:10.1016/j.jhazmat.2011.05.065, 2011.
- Kosson, D. S., Garrabrants, A. C., DeLapp, R. and van der Sloot, H. A.: pH-dependent leaching of constituents of potential concern from concrete materials containing coal combustion fly ash, *Chemosphere*, 103, 140–147, doi:10.1016/j.chemosphere.2013.11.049, 2014.
- Lachhab, I., Louahlia, S., Laamarti, M. and Hammani, K.: [Effect of salt stress on germination and enzyme activity in two genotypes of *Medicago sativa*, , 3(2), 6, 2013.
- Lam, N. H., Jeong, H., Kang, S., Kim, D.-J., Ju, M.-J., Horiguchi, T. and Cho, H.-S.: Organotin and new antifouling biocides in water and sediments from three Korean Special Management Sea Areas following ten years of tributyltin regulation: Contamination profiles and risk assessment, *Mar. Pollut. Bull.*, 121(1), 302–312, doi:10.1016/j.marpolbul.2017.06.026, 2017.
- Lapaquellerie, Y.: Utilisation de la diffractometrie X pour la determination des constituants amorphes dans les sediments marins (silice biogene et cendres volcaniques), *Clay Miner.*, 22(4), 457–463, 1987.
- Laperche, V. and Mossmann, J. R.: Fond géochimique : Réflexions sur les applications possibles à la de gestion des sites et sols pollués en France, Rapport final, BRGM., 2004.
- Lead, J. R. and Smith, E.: *Environmental and Human Health Impacts of Nanotechnology*, Wiley-Blackwell., 2009.
- Lefebvre, G. and Rebischung, F.: Valorisation de sédiments en technique routière - GT1 Evaluation de la dangerosité : proposition de seuils et confrontation à des données françaises, Rapport, Cerema - INERIS., 2017.
- Limeira, J.: The beneficial use of dredged marine sand as an alternative material for concrete., Thèse de doctorat, Polytechnic University of Catalonia., 2011.
- Lin, J.-G. and Chen, S.-Y.: The relationship between adsorption of heavy metal and organic matter in river sediments, *Environ. Int.*, 24(3), 345–352, doi:10.1016/S0160-4120(98)00012-9, 1998.
- Lin, Z., Du, J., Yin, K., Wang, L. and Yu, H.: Mechanism of concentration addition toxicity: they are different for nonpolar narcotic chemicals, polar narcotic chemicals and reactive chemicals, *Chemosphere*, 54(11), 1691–1701, doi:10.1016/j.chemosphere.2003.09.031, 2004.

Lions, J.: Étude hydrogéochemique de la mobilité de polluants inorganiques dans des sédiments de curage mis en dépôt : expérimentations étude in situ et modélisation, Thèse de doctorat en Hydrogéologie et Hydrologie quantitative, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, France., 2004.

Lions, J., Guérin, V., Bataillard, P., van der Lee, J. and Laboudigue, A.: Metal availability in a highly contaminated, dredged-sediment disposal site: Field measurements and geochemical modeling, *Environ. Pollut.*, 158(9), 2857–2864, doi:10.1016/j.envpol.2010.06.011, 2010.

Lors, C., Tiffreau, C. and Laboudigue, A.: Effects of bacterial activities on the release of heavy metals from contaminated dredged sediments, *Chemosphere*, 56(6), 619–630, doi:10.1016/j.chemosphere.2004.04.009, 2004.

Lors, C., Ponge, J.-F., Martínez Aldaya, M. and Damidot, D.: Comparison of solid-phase bioassays and ecoscores to evaluate the toxicity of contaminated soils, *Environ. Pollut.*, 158(8), 2640–2647, doi:10.1016/j.envpol.2010.05.005, 2010.

Lors, C., Ponge, J.-F., Martínez Aldaya, M. and Damidot, D.: Comparison of solid and liquid-phase bioassays using ecoscores to assess contaminated soils, *Environ. Pollut.*, 159(10), 2974–2981, doi:10.1016/j.envpol.2011.04.028, 2011.

Lors, C., Ponge, J.-F. and Damidot, D.: Environmental hazard assessment by the Ecoscore system to discriminate PAH-polluted soils, *Environ. Sci. Pollut. Res.*, doi:10.1007/s11356-017-9906-4, 2017.

Lors, C., Ponge, J.-F. and Damidot, D.: Microscopy in addition to chemical analyses and ecotoxicological assays for the environmental hazard assessment of coal tar-polluted soils, *Environ. Sci. Pollut. Res.*, 25(3), 2594–2602, doi:10.1007/s11356-017-0693-8, 2018.

Loustau Cazalet, M.: Caractérisation physico-chimique d'un sédiment marin traité aux liants hydrauliques : Évaluation de la mobilité potentielle des polluants inorganiques, Thèse de doctorat en Sciences de l'Environnement Industriel et Urbain, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Lyon., 2012.

Luckey, T. D. and Venugopal, B.: Metal Toxicity in Mammals: Chemical toxicity of metals and metalloids, Plenum Press., 1978.

Luoma, S. N., Rainbow, P. S. and DiLeo, J.: Metal contamination in aquatic environments: science and lateral management, Cambridge Univ. Press, Cambridge., 2008.

Luoma, S. N., Rainbow, P. S. and Tipping, E.: Metal contamination in aquatic environments. Science and Lateral Management., *J. Fish Biol.*, 75(7), 1911–1912, doi:10.1111/j.1095-8649.2009.02440_4.x, 2009.

Lupsea, M., Tiruta-Barna, L. and Schiopu, N.: Leaching of hazardous substances from a composite construction product – An experimental and modelling approach for fibre-cement sheets, *J. Hazard. Mater.*, 264, 236–245, doi:10.1016/j.jhazmat.2013.11.017, 2014.

Lupsea, M.-O.: Contribution à l'évaluation de l'impact environnemental des bâtiments : modélisation numérique des émissions dans l'eau des substances dangereuses, thèse de doctorat en Génie des procédés et de l'Environnement, Université de Toulouse, INSA de Toulouse., 2013.

Ma, H., Allen, H. E. and Yin, Y.: Characterization of isolated fractions of dissolved organic matter from natural waters and a wastewater effluent, *Water Res.*, 35(4), 985–996, doi:10.1016/S0043-1354(00)00350-X, 2001.

Mac Farlane, F. and Abriak, N.-E.: Méthodologie de gestion des matériaux de dragage maritime - Application au port de dunkerque, Rapport d'activité dans le cadre du P.R.E.D.I.S. Nord – Pas de Calais, Université d'Artois Faculté des sciences appliquées, École des mines de Douai Département Génie Civil., 2004.

Magdaliniuk, S., Pisano, C., Vermersch, M., Imbert, T. and Allard, V.: Enlèvement des sédiments -Guide méthodologique- Evaluation Détaillée des Risques liés à la gestion des sédiments et aux opérations de curage : santé humaine et ressource en eau, Guide méthodologique, EDR sédiment - Groupe de Travail Opérationel de la Thématique Sédiments Pollués du Pôle de Compétences Sites et Sols Pollués., 2002.

Majone, M., Petrangeli Papini, M. and Rolle, E.: Modeling Lead Adsorption on Clays by Models with and without Electrostatic Terms, *J. Colloid Interface Sci.*, 179, 412–425, doi:0021-9797/96, 1996.

Malviya, R. and Chaudhary, R.: Evaluation of leaching characteristics and environmental compatibility of solidified/stabilized industrial waste, *J. Mater. Cycles Waste Manag.*, 8(1), 78–87, doi:10.1007/s10163-005-0139-0, 2006.

Mamindy-Pajany, Y.: Traitement de sédiments portuaires méditerranéens contaminés en arsenic et en métaux : Géochimie et écotoxicologie, Thèse de doctorat en Chimie, Université de Nice Sophia-Antipolis, France., 2010.

Mamindy-Pajany, Y., Hamer, B., Roméo, M., Géret, F., Galgani, F., Durmiši, E., Hurel, C. and Marmier, N.: The toxicity of composted sediments from Mediterranean ports evaluated by several bioassays, *Chemosphere*, 82(3), 362–369, doi:10.1016/j.chemosphere.2010.10.005, 2011.

Manceau, A., Marcus, M. A. and Tamura, N.: Quantitative Speciation of Heavy Metals in Soils and Sediments by Synchrotron X-ray Techniques, *Rev. Mineral. Geochem.*, 49(1), 341–428, doi:10.2138/gsrmg.49.1.341, 2002.

Mankiewicz-Boczek, J., Nałęcz-Jawecki, G., Drobniwska, A., Kaza, M., Sumorok, B., Izydorczyk, K., Zalewski, M. and Sawicki, J.: Application of a microbioassays battery for complete toxicity assessment of rivers, *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, 71(3), 830–836, doi:10.1016/j.ecoenv.2008.02.023, 2008.

Marot, F.: Caractérisation et traitement de sédiments de dragage contenant des polluants métalliques, Editions du BRGM., 1998.

Martin-Garin, A., Van Cappellen, P. and Charlet, L.: Aqueous cadmium uptake by calcite: a stirred flow-through reactor study, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 67(15), 2763–2774, doi:10.1016/S0016-7037(03)00091-7, 2003.

Mechaymech, A.: Valorisation des boues de dragage - Application : Port Autonome de Dunkerque, [online] Available from: http://www.geocities.ws/ahmad_mechaymech/rapport.PDF (Accessed 3 November 2017), 2002.

Méhu, J., Bröns-Laot, G., Girod, M.-C., Schiopu, N. and Crest, M.: Application of ENV 12920 - French experience, in *Problems around Soil and Waste I - Horizontal Aspects of Leaching EUR Report 21659 EN*, vol. I, pp. 103–106, European Commission Directorate-General Joint Research Centre Institute for Environment and Sustainability, Ispra (Italy). [online] Available from: http://publications.jrc.ec.europa.eu/repository/bitstream/JRC32449/EUR_21659.pdf (Accessed 29 November 2017), 2005.

Meteociel: Meteociel - Météo - observations météo en temps réel et prévisions météo pour la France, [online] Available from: <http://www.meteociel.fr/> (Accessed 15 February 2018), 2018.

Mezni, M., Bizid, E. and Harnza, M.: Effets de la salinité des eaux d'irrigation sur la survie et la croissance de trois cultivars de luzerne pérenne, *Assoc. Fr. Pour Prod. Fourrag. - Fourrag.*, (158), 10, 1999.

MINISTÈRE DE LA SANTÉ ET DES SOLIDARITÉS: Arrêté du 11 janvier 2007 relatif aux limites et références de qualité des eaux brutes et des eaux destinées à la consommation humaine mentionnées aux articles R. 1321-2, R. 1321-3, R. 1321-7 et R. 1321-38 du code de la santé publique, *J. Off. Répub. Fr.*, texte 17 sur 121, 9, 2007.

Ministère de l'Écologie et du Développement Durable and Cerema: Note d'information Environnement – Santé – Risque: Acceptabilité de matériaux alternatifs en technique routière. Aide à la mise en oeuvre du niveau 3 de caractérisation environnementale - Volet N°1 : les essais lysimétriques et plots expérimentaux, Note., 2015.

Ministère de l'Écologie et du Développement Durable and Ministère des Transports, de l'Équipement, du Tourisme et de la Mer: Arrêté relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux relevant respectivement des rubriques 2.2.3.0, 4.1.3.0 et 3.2.1.0 de la nomenclature annexée à l'article R. 214-1 du code de l'environnement, *J. Off. Répub. Fr.*, 9th August, 14082, 2006.

Montes, C. R., Lucas, Y., Pereira, O. J. ., Achard, R., Grimaldi, M. and Melfi, A. J.: Deep plant-derived carbon storage in Amazonian podzols, *Biogeosciences*, 8, 113–120, doi:10.5194/bg-8-113-2011, 2011.

Morris, G. L. and Fan, J.: *Reservoir Sedimentation Handbook : Design and Management of Dams, Reservoirs and Watersheds for Sustainable Use*, McGraw-Hill, New-York., 1998.

Morse, J. W. and Wang, Q.: Pyrite formation under conditions approximating those in anoxic sediments: II. Influence of precursor iron minerals and organic matter, *Mar. Chem.*, 57(3), 187–193, doi:10.1016/S0304-4203(97)00050-9, 1997.

Mouvet, C.: Protocole pour l'évaluation de l'écotoxicité de sédiments destinés à une gestion à terre, Rapport final, BRGM. [online] Available from: <http://infoterre.brgm.fr/rapports/RP-60835-FR.pdf> (Accessed 19 September 2017), 2012.

Mouvet, C., Piantone, P. and Roy, S.: Test du protocole d'écotoxicologie (critère H14) pour l'évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre, Rapport final, BRGM., 2013.

Mulder, E., Brouwer, J. P., Blaakmeer, J. and Frénay, J. W.: Immobilisation of PAH in waste materials, *Waste Manag.*, 21(3), 247–253, doi:10.1016/S0956-053X(00)00097-0, 2001.

Murat, M. and Sadok, E. H.: Role of foreign cations in solution on the hydration kinetics of high alumina cement, in *Calcium Aluminate Cements: Proceedings of a Symposium dedicated to H G Midgley*, London, July 1990, pp. 155–166, CRC Press, London., 1990.

Nedelec, Y. and Gardet, S.: Valorisation de sédiments issus de dragages de chenaux et ports du Bassin d'Arcachon, in *Session 2 - Dernières avancées de la recherche dans le domaine des infrastructures : nouvelles techniques, nouveaux concepts*, IFSTTAR, Cabourg., 2011.

Neto, M.: Scénarios de gestion de boues de dragage de cours d'eau : Rôle des bactéries dans la mobilité des polluants métalliques, Thèse de doctorat en Science de l'Environnement Industriel et Urbain, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, ENTPE de Vaulx-en-Velin., 2007.

Oleszczuk, P.: The evaluation of sewage sludge and compost toxicity to *Heterocypris incongruens* in relation to inorganic and organic contaminants content, *Environ. Toxicol.*, 22(6), 587–596, doi:10.1002/tox.20282, 2007.

Oleszczuk, P.: Forms of polycyclic aromatic hydrocarbon in the formation of sewage sludge toxicity to *Heterocypris incongruens*, *Sci. Total Environ.*, 404(1), 94–102, doi:10.1016/j.scitotenv.2008.06.014, 2008a.

Oleszczuk, P.: *Heterocypris incongruens* as a tool to estimate sewage sludge toxicity, *Environ. Toxicol. Chem.*, 27(4), 864–872, doi:10.1897/07-234.1, 2008b.

Oleszczuk, P.: The toxicity of composts from sewage sludges evaluated by the direct contact tests phytotoxkit and ostracodtoxkit, *Waste Manag.*, 28(9), 1645–1653, doi:10.1016/j.wasman.2007.06.016, 2008c.

Ozoh, P. T. E. and Jones, N. V.: The effects of salinity and temperature on the toxicity of copper to 1-day and 7-day-old larvae of *Hediste (nereis) diversicolor* (O. F. Muller), *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, 19(1), 24–32, doi:10.1016/0147-6513(90)90075-G, 1990.

Padox, J.-M., Hennebert, P., Hazebrouck, B. and Bureau, J.: Qualité chimique des sédiments fluviaux en France - Synthèse des bases de données disponibles, Rapport d'étude, INERIS pour ONEMA, MEDDM, GeDSeT Interreg, Aix-en-Provence, Bouches-du-Rhône., 2010a.

Padox, J.-M., Hennebert, P., Hazebrouck, B. and Bureau, J.: Qualité chimique des sédiments marins en France : Synthèse des bases de données disponibles, Rapport d'étude, INERIS pour ONEMA et MEDDM, Aix-en-Provence, Bouches-du-Rhône., 2010b.

Pandard, P.: Evaluation de l'écotoxicité des déchets - Synthèse des résultats obtenus - Propositions de seuils de classement -Optimisation de la batterie de bioessais, rapport intermédiaire, INERIS., 2000.

Pandard, P., Devillers, J., Charissou, A.-M., Poulsen, V., Jourdain, M.-J., Féraud, J.-F., Grand, C. and Bispo, A.: Selecting a battery of bioassays for ecotoxicological characterization of wastes, *Sci. Total Environ.*, 363(1), 114–125, doi:10.1016/j.scitotenv.2005.12.016, 2006.

Pelletier, É. and Campbell, P.: L'écotoxicologie aquatique - comparaison entre les micropolluants organiques et les métaux : constats actuels et défis pour l'avenir, *Rev. Sci. Eau J. Water Sci.*, 21(2), 173–197, doi:10.7202/018465ar, 2008.

Pernet-Coudrier, B.: Influence de la matière organique dissoute sur la spéciation et la biodisponibilité des métaux: cas de la Seine, un milieu sous forte pression urbaine, phdthesis, Université Paris-Est, 4 December. [online] Available from: <https://pastel.archives-ouvertes.fr/tel-00366692/document> (Accessed 7 November 2017), 2008.

Perrodin, Y., Grelier-Volatier, L., Barna, R. and Gobbey, A.: Assessment of the ecocompatibility of waste disposal or waste use scenarios: towards the elaboration and implementation of a comprehensive methodology, in *Waste Management Series*, vol. 1, edited by G. R. Woolley, J. J. M. Goumans, and P. J. Wainwright, pp. 504–512, Elsevier., 2000a.

Perrodin, Y., Grelier-Volatier, L., Barna, R. and Gobbey, A.: Assessment of the ecocompatibility of waste disposal or waste use scenarios: towards the elaboration and implementation of a comprehensive methodology, in *Waste Management Series*, vol. 1, pp. 504–512, Elsevier., 2000b.

Perrodin, Y., Méhu, J., Grelier-Volatier, L., Charbonnier, P., Baranger, P. and Thoraval, L.: Methodological approach towards the definition of new storage conditions for inert wastes, *Waste Manag.*, 22(2), 229–234, doi:10.1016/S0956-053X(01)00073-3, 2002a.

Perrodin, Y., Gobbey, A., Grelier-Volatier, L., Canivet, V., Fruget, J. F., Gibert, J., Texier, C., Cluzeau, D., Gros, R., Poly, F. and Jocteur-Monrozier, L.: Waste ecocompatibility in storage and reuse scenarios: global methodology and detailed presentation of the impact study on the recipient environments, *Waste Manag.*, 22(2), 215–228, doi:10.1016/S0956-053X(01)00072-1, 2002b.

Perrodin, Y., Boillot, C., Angerville, R., Donguy, G. and Emmanuel, E.: Ecological risk assessment of urban and industrial systems: A review, *Sci. Total Environ.*, 409(24), 5162–5176, doi:10.1016/j.scitotenv.2011.08.053, 2011a.

Perrodin, Y., Donguy, G., Pandard, P. and Andres, S.: Guide méthodologique pour l'évaluation des risques écologiques liés à la restauration de carrières de la zone littorale à l'aide de sédiments de dragage portuaires prétraités, Tome 1 Présentation de la méthodologie., 2011b.

Petkovic, G., Engelsen, C. J., Håøya, A.-O. and Breedveld, G.: Environmental impact from the use of recycled materials in road construction: method for decision-making in Norway, *Resour. Conserv. Recycl.*, 42(3), 249–264, doi:10.1016/j.resconrec.2004.04.004, 2004.

Piantone, P., Guyonnet, D. and Chateau, L.: Workshop source term : from characterization to prediction (Atelier terme source : de la caractérisation à la prédiction), Rapport final, BRGM. [online] Available from: <http://infoterre.brgm.fr/rapports/RP-55500-FR.pdf>, 2007.

Piou, S.: Caractérisation des processus de vieillissement des matrices polluées : étude couplée des réponses de la toxicité et de la migration des polluants métalliques associés, Metz., 2005.

Poitevin, A.: Caractérisation multi-échelles des phases porteuses des polluants métalliques Zn et Pb dans un sédiment mis en dépôt. De l'analyse de terrain au rayonnement synchrotron., Thèse de doctorat, Université d'Orléans, Orléans, 29 November., 2012.

Postma, J. F., de Valk, S., Dubbeldam, M., Maas, J. L., Tonkes, M., Schipper, C. A. and Kater, B. J.: Confounding Factors in Bioassays with Freshwater and Marine Organisms, *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, 53(2), 226–237, doi:10.1006/eesa.2002.2195, 2002.

Priez, C., Grégoire, P. and Abriak, N. E.: Valorisation des sédiments marins en techniques routières, *Rev. Générale Routes Aménagement.*, (942), 56–62, 2017.

Quénée, B.: Transformations minéralogiques et texturales de matériaux rocheux, mortiers et bétons d'ouvrages variés: Approche de la cinétique des mécanismes et identification des facteurs responsables, Thèse de doctorat en Géosciences et Matériaux, Université de Nancy I, Nancy., 1990.

Raiesi, F., Razmkhah, M. and Kiani, S.: Salinity stress accelerates the effect of cadmium toxicity on soil N dynamics and cycling: Does joint effect of these stresses matter?, *Ecotoxicol. Environ. Saf.*, 153, 160–167, doi:10.1016/j.ecoenv.2018.01.035, 2018.

Raison, S.: Dunkerque port : stratégies de développement durable, de dragages et de gestion des sédiments, in Réunion des clubs le 10 décembre, p. 12, Cerema, Brest., 2010.

Ramade, F.: Introduction à l'écotoxicologie Fondements et applications, Lavoisier., 2007.

Ramade, F.: Dictionnaire encyclopédique des sciences de la nature et de la biodiversité, DUNOD, Paris., 2008.

Ramaroson, J.: Calcination des Sédiments de Dragage Contaminés - Etudes des Propriétés Physico-chimiques, Thèse de doctorat en Chimie, Procédés, Environnement, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Ecole des Min es d'Albi-Carmaux. [online] Available from: <http://theses.insa-lyon.fr/publication/2008ISAL0010/these.pdf> (Accessed 3 November 2017), 2008.

Rebischung, F., Hennebert, P., Revalor, R., Ramel, M. and Pandard, P.: Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité, INERIS., 2016.

RECORD: Évaluation et acceptabilité des risques environnementaux. Méthodes d'évaluation, analyse comparative Étude sociologique des représentations des risques et synthèse bibliographique, RECORD., 2006.

Rimstidt, J. D., Balog, A. and Webb, J.: Distribution of trace elements between carbonate minerals and aqueous solutions, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 62(11), 1851–1863, doi:10.1016/S0016-7037(98)00125-2, 1998.

Rivière, J.-L.: Evaluation du risque écologique des sols pollués, Tec & Doc Lavoisier., 1998.

Rodrigues, P., Silvestre, J., Flores-Colen, I., Viegas, C., de Brito, J., Kurad, R. and Demertzi, M.: Methodology for the Assessment of the Ecotoxicological Potential of Construction Materials, *Materials*, 10(6), 649, doi:10.3390/ma10060649, 2017.

Roy, A., Eaton, H. C., Cartledge, F. K. and Tittlebaum, M. E.: Solidification/stabilization of hazardous waste: evidence of physical encapsulation, *Environ. Sci. Technol.*, 26(7), 1349–1353, doi:10.1021/es00031a011, 1992.

Rusch, B.: Étude spectroscopique en conditions hydrodynamiques contrôlées du transfert des espèces organiques à l'interface minéral / solution, Thèse de doctorat en Chimie et Physico-chimie Moléculaires, Université Henri Poincaré – Nancy 1, Nancy., 2010.

Sánchez-Andrea, I., Sanz, J. L., Bijmans, M. F. M. and Stams, A. J. M.: Sulfate reduction at low pH to remediate acid mine drainage, *J. Hazard. Mater.*, 269, 98–109, doi:10.1016/j.jhazmat.2013.12.032, 2014.

Santschi, P. H., Guo, L., Means, J. C. and Ravichandran, M.: Natural organic matter binding of trace metals and trace organic contaminants in estuaries, in *Biochemistry of Gulf of Mexico estuaries*, pp. 347–380, John Wiley & Sons., 1999.

Saouter, E., De Schryver, A., Pant, R. and Sala, S.: Estimating chemical ecotoxicity in EU ecolabel and in EU product environmental footprint, *Environ. Int.*, 118, 44–47, doi:10.1016/j.envint.2018.05.022, 2018.

SCHEER - Scientific Committee on Health, Environmental and Emerging Risks: Scientific Advice on Guidance Document n°27: Technical Guidance for Deriving Environmental Quality Standards, 2017.

Schiopu, N., Jayr, E., Méhu, J., Barna, L. and Moszkowicz, P.: Horizontal environmental assessment of building products in relation to the construction products directive (CPD), *Waste Manag.*, 27(10), 1436–1443, doi:10.1016/j.wasman.2007.03.006, 2007.

Schiopu, N., Tiruta-Barna, L., Jayr, E., Méhu, J. and Moszkowicz, P.: Modelling and simulation of concrete leaching under outdoor exposure conditions, *Sci. Total Environ.*, 407(5), 1613–1630, doi:10.1016/j.scitotenv.2008.11.027, 2009.

Schippers, A.: Biogeochemistry of metal sulfide oxidation in mining environments, sediments, and soils, in Special Paper 379: Sulfur Biogeochemistry - Past and Present, vol. 379, pp. 49–62, Geological Society of America., 2004.

Schmukat, A., Duester, L., Ecker, D., Heininger, P. and Ternes, T. A.: Determination of the long-term release of metal(loid)s from construction materials using DGTs, *J. Hazard. Mater.*, 260, 725–732, doi:10.1016/j.jhazmat.2013.06.035, 2013.

Schneider, G.: Le curage des sédiments des cours d'eau, *Courr. Environ. INRA* [online] Available from: <http://www7.inra.fr/dpenv/curage.htm#r40> (Accessed 2 November 2017), 2001.

Scordia, P.-Y.: Caractérisation et valorisation de sédiments fluviaux pollués et traités dans les matériaux routiers, Thèse de doctorat en Sciences de l'ingénieur, École Centrale de Lille, Lille., 2008.

Seby, F., Benoit-Bonnemason, C., Tessier, E., Alzieu, C., Aqua, J.-L., Sannier, L. and Donard, O. F. X.: Etude de l'évolution des formes chimiques des métaux dans des sédiments marins dragués stockés à terre, *Rev. Paralia*, 2(0), s3.1–s3.12, doi:10.5150/revue-paralia.2009.s03, 2009.

Serpaud, B., Al-Shukry, R., Casteignau, M. and Matejka, G.: Adsorption des métaux lourds (Cu, Zn, Cd et Pb) par les sédiments superficiels d'un cours d'eau: rôle du pH, de la température et de la composition du sédiment, *Rev. Sci. Eau*, 7(4), 349–365, doi:10.7202/705205, 1994.

SETRA: Acceptabilité de matériaux alternatifs en technique routière - Evaluation environnementale, 2011.

SETRA and LCPC: Catalogue des structures types de chaussées neuves. Réseau routier national, Guide technique, IFSTTAR., 1998.

SETRA and LCPC: Réalisation des remblais et des couches de forme (GTR) - Guide technique, Guide technique, IFSTTAR., 2000.

Sheppard, S., Long, J., Sanipelli, B. and Sohlenius, G.: Solid/liquid partition coefficients (K_d) for selected soils and sediments at Forsmark and Laxemar-Simpevarp, Geological Survey of Sweden (SGU)., 2009.

Sigg, L., Behra, P. and Stumm, W.: Chimie des milieux aquatiques, 5e Edition., DUNOD., 2014.

Siham, K., Fabrice, B., Edine, A. N. and Patrick, D.: Marine dredged sediments as new materials resource for road construction, *Waste Manag.*, 28(5), 919–928, doi:10.1016/j.wasman.2007.03.027, 2008.

Silitonga, E.: Valorisation des sédiments marins contaminés par solidification/stabilisation à base de liants hydrauliques et de fumée de silice, Thèse de doctorat, Université de Caen - Basse Normandie., 2010.

Singh, V. P.: *Metal Toxicity and Tolerance in Plants and Animals*, 1er Edition., Sarup & Sons., 2005.

van der Sloot, H. A. and Dijkstra, J. J.: Development of horizontally standardized leaching tests for construction materials: a material based or release based approach? Identical leaching mechanisms for different materials, ECN., 2004.

van der Sloot, H. A. and Kosson, D. S.: Use of characterisation leaching tests and associated modelling tools in assessing the hazardous nature of wastes, *J. Hazard. Mater.*, 207–208(Supplement C), 36–43, doi:10.1016/j.jhazmat.2011.03.119, 2012.

van der Sloot, H. A., Heasman, L. and Quevauviller, P.: *Harmonization of Leaching/Extraction Tests*, 1st Edition., Elsevier Science., 1997.

van der Sloot, H. A., van Zomeren, A., Meeussen, J. C. L., Seignette, P. and Bleijerveld, R.: Test method selection, validation against field data, and predictive modelling for impact evaluation of stabilised waste disposal, *J. Hazard. Mater.*, 141(2), 354–369, doi:10.1016/j.jhazmat.2006.05.106, 2007.

van der Sloot, H. A., van Zomeren, A., Meeussen, J. C. L., Hoede, D., Rietra, R. P. J. ., Stenger, R., Lang, T., Schneider, M., Spanka, G., Stoltenberg-Hansson, E., Lerat, A. and Dath, P.: *Environmental Criteria for Cement Based Products ECRICEM, Phase I: Ordinary Portland Cement, Phase II: Blended Cements and methodology for impact assessment*, Energy research Center of the Netherland., 2011.

van der Sloot, H., Kosson, D. S., Garrabrants, A. C., Comans, R. and Hjelmar: Parallel validation of CEN/TC292 characterisation leaching methods with US EPA validation, n.d.

Sposito, G.: *The Chemistry of Soils*, Second Edition., Oxford University press., 2008.

Stephens, S. R., Alloway, B. J., Parker, A., Carter, J. E. and Hodson, M. E.: Changes in the leachability of metals from dredged canal sediments during drying and oxidation, *Environ. Pollut.*, 114(3), 407–413, doi:10.1016/S0269-7491(00)00231-1, 2001.

Sterckeman, T., Douay, F., Baize, D., FOURRIER, H., Proix, N. and Schvartz, C.: *Référentiel Pédo-Géochimique du Nord-Pas de Calais méthode et principaux résultats*, *Étude Gest. Sols*, 14(2), 153–168, 2007.

Suter II, G. W.: *Environmental risk assessment*, Lewis Publishers, Chelsea., 1993.

Sutton, R. and Sposito, G.: Molecular Structure in Soil Humic Substances: The New View, *Environ. Sci. Technol.*, 39(23), 9009–9015, doi:10.1021/es050778q, 2005.

Tack, F. M., Lapauw, M. G. and Verloo, M. G.: Determination and fractionation of sulphur in a contaminated dredged sediment, *Talanta*, 44, 2185–2192, 1997.

Tiruta-Barna, L., Benetto, E. and Perrodin, Y.: Environmental impact and risk assessment of mineral wastes reuse strategies: Review and critical analysis of approaches and applications, *Resour. Conserv. Recycl.*, 50(4), 351–379, doi:10.1016/j.resconrec.2007.01.009, 2007.

Tirutu-Barna, L., Barna, R. and Moszkowicz, P.: Evaluation du potentiel polluant d'un déchet, in *Le traitement des déchets*, p. 715, Lavoisier., 2009.

Tran, N. T.: Valorisation de sédiments marins et fluviaux en technique routière, Thèse de doctorat en Génie civil, Université d'Artois, Mines de Douai, Douai, February., 2009.

Treignier, C.: Apports en matière organique marine et terrigène sur la marge équatoriale ouest africaine: rôle joué par le canyon sous-marin du Zaïre.
Approche par les biomarqueurs lipidiques, phdthesis, Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 9 November. [online] Available from: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00103360/document> (Accessed 4 June 2018), 2005.

Tribout, C.: Valorisation de sédiments traités en techniques routières : contribution à la mise en place d'un protocole d'acceptabilité, Thèse de doctorat en Génie civil, Université de Toulouse, Toulouse, November., 2010.

Triffault-Bouchet, G.: Effets sur les écosystèmes aquatiques lenticques des émissions de polluants provenant de différents modes de valorisation/élimination de déchets - Application à des mâchefers d'UIOM et à des boues de dragage de canaux, Thèse de doctorat en Biologie et Biochimie Appliquées, Savoie, ENTPE, 10 February., 2004.

Ujević, I., Odžak, N. and Barić, A.: Trace metal accumulation in different grain size fractions of the sediments from a semi-enclosed bay heavily contaminated by urban and industrial wastewaters, *Water Res.*, 34(11), 3055–3061, doi:10.1016/S0043-1354(99)00376-0, 2000.

UNPG, U. N. des P. de G.: Livre Blanc - Carrières & Granulats à l'horizon 2030 - Bilan et perspectives Octobre 2016, 2016.

US EPA: Framework for ecological risk assessment, United States Environmental Protection Agency (U.S. EPA), Washington, DC 20460., 1992.

US EPA: Guidelines for Ecological Risk Assessment, U.S. Environmental Protection Agency, Washington, DC., 1998.

Vaillant, P., Eisenlohr, L., Chateau, L., Méhu, J., Vernus, E., Abdelghafour, M., Revalor, R. and Abriak, N.-E.: Acceptabilité de matériaux alternatifs en technique routière - Aide à la mise en oeuvre du niveau 3 de caractérisation environnementale - Volet N°1: les essais lysimétriques et plots expérimentaux, Note d'information Environnement – Santé – Risque, Cerema., 2015.

Van Zele, S., Pallemans, I., Van Nederkassel, J., Vermeersch, T. and Quaeysaegens, H.: L'emploi de sédiments traités pour la construction d'une digue de compartimentation (Belgique), pp. 1063–1076, Editions Paralia., 2014.

Verschoor, A., Lijzen, J., van den Broek, H., Cleven, R., Comans, R., Dijkstra, J. and Vermij, P. H. .: Kritische emissiewaarden voor bouwstoffen Milieuhygiënische onderbouwing en consequenties voor bouwmaterialen, RIVM, Bilthoven., 2006.

Verschoor, A., Lijzen, J., H Van Den Broek, H., Cleven, R., Comans, R. and Dijkstra, J.: Revision of the Dutch Building Materials Decree: Alternative emission limit values for inorganic components in granular building materials, p. 13, Hong Kong., 2008.

Weng, L., Temminghoff, E. J. M. and Van Riemsdijk, W. H.: Contribution of Individual Sorbents to the Control of Heavy Metal Activity in Sandy Soil, *Environ. Sci. Technol.*, 35(22), 4436–4443, doi:10.1021/es010085j, 2001.

Worms, I., Simon, D. F., Hassler, C. S. and Wilkinson, K. J.: Bioavailability of trace metals to aquatic microorganisms: importance of chemical, biological and physical processes on biouptake, *Biochimie*, 88(11), 1721–1731, doi:10.1016/j.biochi.2006.09.008, 2006.

Yuan, X., Zhang, L., Li, J., Wang, C. and Ji, J.: Sediment properties and heavy metal pollution assessment in the river, estuary and lake environments of a fluvial plain, China, *CATENA*, 119(Supplement C), 52–60, doi:10.1016/j.catena.2014.03.008, 2014.

Zachara, J. M., Cowan, C. E. and Resch, C. T.: Sorption of divalent metals on calcite, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 55(6), 1549–1562, doi:10.1016/0016-7037(91)90127-Q, 1991.

Zhao, L. Y. L., Schulin, R., Weng, L. and Nowack, B.: Coupled mobilization of dissolved organic matter and metals (Cu and Zn) in soil columns, *Geochim. Cosmochim. Acta*, 71(14), 3407–3418, doi:10.1016/j.gca.2007.04.020, 2007.

Annexes

Annexe IV-1

ETM	Contenus en mg/kg de sédiment sec	IC 95
As	6,53	0,76
Ba	74,50	7,81
Cd	< 0,50	
Co	< 1,75	
Cr	25,00	1,55
Cu	24,91	5,27
Fe	26823	1287
Hg	< 0,7	
Mo	0,55	0,26
Ni	6,36	0,49
Pb	44,40	2,57
Sb	< 2,93	
Se	< 4,11	
Sn	< 2,93	
V	24,08	1,54
Zn	178,03	14,28

HAP	Contenus en mg/kg de sédiment sec	IC 95
Naphtalène	0,20	0,01
Acénaphthylène	< 0,1	
Acénaphthène	< 0,005	
Fluorène	0,092	0,005
Phénanthrène	0,406	0,02
Anthracène	0,057	0,00285
Fluoranthène	0,293	0,01465
Pyrène	0,325	0,01625
Benzo(a) Anthracène	0,195	0,00975
Chrysène	0,223	0,01115
Benzo(b) Fluoranthène	0,199	0,00995
Benzo(k) Fluoranthène	0,11	0,0055
Benzo(a) Pyrène	0,29	0,0145
Dibenzo (a, h) anthracène	< 0,005	
Benzo (ghi) Pérylène	0,189	0,00945
Indeno (1, 2, 3-cd) Pyrène	0,082	0,0041
Somme des 16 HAP	2,716	0,19

PCB	Contenus en mg/kg de sédiment sec	IC 95
28	<0,01	
52	<0,01	
101	<0,01	
118	<0,01	
138	<0,01	
153	<0,01	
180	<0,01	
Somme des 7 PCB	<0,07	

BTEX	Contenus en mg/kg de sédiment sec	IC 95
Benzène	<0,05	
Toluène	<0,05	
Éthylbenzène	<0,05	
Xylène	<0,05	
Somme des BTEX	<0,2	

Annexe IV-2

µg/l	chlorures C0-A 64 jours			chlorures C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	2000	20	12,04	14000	20	12,45
2	1800	20	12,15	7200	20	12,13
3	2100	20	12,15	7300	20	12,25
4	1500	20	12,03	6200	20	12,16
5	800	20	11,2	2700	20	10,29
6	700	20	11,2	2700	20	11,31
7	1100	20	10,42	4900	20	10,65
8	1566	20	10,25	4513	20	10
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne pH	11,4	0,37	moyenne pH	11,4	1,09
2			0,52			0,53
3	écart type pH	0,78	0,52	écart type pH	0,98	0,71
4			0,36			0,57
5	moyenne pH 2-8	11,3	0,05	moyenne pH 2-8	11,26	1,24
6			0,05			0,01
7	abs (pH1-pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1-pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	1980	2000	2020	13980	14000	14020
2	1780	1800	1820	7180	7200	7220
3	2080	2100	2120	7280	7300	7320
4	1480	1500	1520	6180	6200	6220
5	780	800	820	2680	2700	2720
6	680	700	720	2680	2700	2720
7	1080	1100	1120	4880	4900	4920
8	1546	1566	1586	4493	4513	4533
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
	1426	1446	1466	6169	6189	6209
c2-8	1347	1367	1387	5053	5073	5093
c2-7	1313	1333	1353	5147	5167	5187
c8/c7	1,43	1,42	1,42	0,92	0,92	0,92
SE2	0,73	0,72	0,72	0,91	0,91	0,90
SE3	1,16	1,14	1,13	0,95	0,94	0,94
SE4	0,40	0,40	0,40	0,57	0,57	0,57
SE5	0,13	0,12	0,12	0,16	0,16	0,16
SE6	0,18	0,18	0,17	0,16	0,16	0,16
SE7	1,13	1,13	1,12	0,81	0,81	0,81
SE8	0,52	0,52	0,52	0,96	0,96	0,95
MSE	0,61	0,60	0,60	0,65	0,64	0,64
√MSE	0,78	0,78	0,77	0,80	0,80	0,80
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$						
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	1780	1800	1820	6730	6750	6770
c1/c3-4	1,11	1,11	1,11	2,08	2,07	2,07
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie

Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	307193	307193	307193	61009768	61009768	61009768
écart à la moyenne 2	125493	125493	125493	1021868	1021868	1021868
écart à la moyenne 3	428043	428043	428043	1234043	1234043	1234043
écart à la moyenne 4	2943	2943	2943	118	118	118
écart à la moyenne 5	416993	416993	416993	12173993	12173993	12173993
écart à la moyenne 6	556143	556143	556143	12173993	12173993	12173993
écart à la moyenne 7	119543	119543	119543	1661843	1661843	1661843
écart à la moyenne 8	14460	14460	14460	2809395	2809395	2809395
écart type	496,3	496,3	496,3	3392,7	3392,7	3392,7
écart type/ moyenne	0,35	0,34	0,34	0,55	0,55	0,55
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié ?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	1780	1800	1820	6880	6900	6920
c1/c2-4	1,11	1,11	1,11	2,03	2,03	2,03
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	0,87	0,88	0,88	1,00	1,00	1,00
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

µg/l	sulfates C0-A 64 jours			sulfates C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	3500	20	12,04	5000	20	12,45
2	1000	20	12,15	1000	20	12,13
3	1600	20	12,15	1200	20	12,25
4	1900	20	12,03	2000	20	12,16
5	2300	20	11,2	2100	20	10,29
6	3700	20	11,2	4100	20	11,31
7	9700	20	10,42	17000	20	10,65
8	14727	20	10,25	24751	20	10
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne	11,4	0,37	moyenne	11,4	1,09
2	pH		0,52	pH		0,53
3	écart type	0,78	0,52	écart type	0,98	0,71
4	pH		0,36	pH		0,57
5	moyenne	11,3	0,05	moyenne	11,26	1,24
6	pH 2-8		0,05	pH 2-8		0,01

7	abs (pH1- pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1- pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	3480	3500	3520	4980	5000	5020
2	980	1000	1020	980	1000	1020
3	1580	1600	1620	1180	1200	1220
4	1880	1900	1920	1980	2000	2020
5	2280	2300	2320	2080	2100	2120
6	3680	3700	3720	4080	4100	4120
7	9680	9700	9720	16980	17000	17020
8	14707	14727	14747	24731	24751	24771
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c2-8	4783	4803	4823	7124	7144	7164
c2-7	4970	4990	5010	7430	7450	7470
c8/c7	3347	3367	3387	4547	4567	4587
SE2	1,52	1,52	1,52	1,46	1,46	1,46
SE3	0,07	0,07	0,07	0,11	0,11	0,11
SE4	0,02	0,02	0,02	0,09	0,09	0,09
SE5	0,01	0,01	0,01	0,04	0,04	0,04
SE6	0,22	0,22	0,22	0,43	0,42	0,42
SE7	0,04	0,04	0,04	0,15	0,15	0,15
SE8	0,01	0,01	0,01	0,17	0,17	0,17
MSE	1,19	1,18	1,16	2,14	2,12	2,10
\sqrt{MSE}	0,22	0,22	0,22	0,45	0,44	0,44
	0,47	0,47	0,47	0,67	0,67	0,66
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$						
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	1730	1750	1770	1580	1600	1620
c1/c3-4	2,01	2,00	1,99	3,15	3,13	3,10
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	1698786	1698786	1698786	4596200	4596200	4596200
écart à la moyenne 2	14465661	14465661	14465661	37747200	37747200	37747200
écart à la moyenne 3	10261611	10261611	10261611	35329650	35329650	35329650
écart à la moyenne 4	8429586	8429586	8429586	26459450	26459450	26459450
écart à la moyenne 5	6266886	6266886	6266886	25440675	25440675	25440675
écart à la moyenne 6	1217436	1217436	1217436	9265175	9265175	9265175
écart à la moyenne 7	23976936	23976936	23976936	97143200	97143200	97143200
écart à la moyenne 8	98478333	98478333	98478333	310010851	310010851	310010851
écart type	4538,7	4538,7	4538,7	8261,3	8261,3	8261,3
écart type/ moyenne	0,95	0,94	0,94	1,16	1,16	1,15
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						

Non identifié ?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	1480	1500	1520	1380	1400	1420
c1/c2-4	2,35	2,33	2,32	3,61	3,57	3,54
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
lessivage?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	1,61	1,61	1,60	1,96	1,95	1,94
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

µg/l	Ba C0-A 64 jours			Ba C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	89,45	1,11	12,0	136,13	0,15	12,5
2	126,14	0,57	12,2	104,90	0,71	12,1
3	138,36	1,57	12,2	132,83	0,90	12,3
4	106,09	1,08	12,0	105,60	0,84	12,2
5	50,21	0,28	11,2	73,16	0,50	10,3
6	31,40	0,28	11,2	38,03	0,52	11,3
7	0,25	0,25	10,4	0,25	0,25	10,7
8	0,25	0,25	10,3	0,25	0,25	10,0
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne pH	11,4	0,37	moyenne pH	11,4	1,09
2			0,52			0,53
3	écart type pH	0,78	0,52	écart type pH	0,98	0,71
4			0,36			0,57
5	moyenne pH 2-8	11,3	0,05	moyenne pH 2-8	11,26	1,24
6			0,05			0,01
7	abs (pH1-pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1-pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	88,34	89,45	90,56	135,97	136,13	136,28
2	125,56	126,14	126,71	104,19	104,90	105,61
3	136,80	138,36	139,93	131,93	132,83	133,73
4	105,01	106,09	107,17	104,77	105,60	106,44
5	49,93	50,21	50,50	72,67	73,16	73,66
6	31,11	31,40	31,68	37,52	38,03	38,55
7	0,00	0,25	0,51	0,00	0,25	0,51
8	0,00	0,25	0,51	0,00	0,25	0,51
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
	67,09	67,77	68,45	73,38	73,90	74,41
c2-8	64,06	64,67	65,29	64,44	65,00	65,57
c2-7	74,74	75,41	76,08	75,18	75,80	76,42

c8/c7	0,00	1,00	1,00	0,00	1,00	1,00
SE2	1,29	2,20	2,17	0,71	1,32	1,31
SE3	1,65	2,80	2,81	1,46	2,48	2,47
SE4	0,74	1,38	1,38	0,72	1,34	1,34
SE5	0,18	0,02	0,03	0,02	0,04	0,04
SE6	0,46	0,20	0,20	0,35	0,12	0,12
SE7	4,76	3,47	3,46	4,76	3,47	3,46
SE8	0,00	3,47	3,46	0,00	3,47	3,46
MSE	1,51	1,93	1,93	1,34	1,75	1,74
\sqrt{MSE}	1,23	1,39	1,39	1,16	1,32	1,32
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$						
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	120,91	122,23	123,55	118,35	119,22	120,09
c1/c3-4	0,73	0,73	0,73	1,15	1,14	1,13
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	451,2	470,0	489,2	3918,0	3872,9	3828,1
écart à la moyenne 2	3418,8	3406,6	3394,4	949,2	961,4	973,6
écart à la moyenne 3	4858,4	4983,3	5109,8	3427,7	3473,1	3518,8
écart à la moyenne 4	1437,9	1468,8	1500,0	985,2	1005,4	1025,9
écart à la moyenne 5	294,7	308,3	322,2	0,5	0,5	0,6
écart à la moyenne 6	1294,5	1322,8	1351,5	1286,2	1286,2	1286,1
écart à la moyenne 7	4501,6	4558,5	4615,8	5384,6	5423,1	5461,8
écart à la moyenne 8	4501,6	4558,5	4615,8	5384,6	5423,2	5461,9
écart type	50,9	51,3	51,7	51,6	51,8	51,9
écart type/ moyenne	0,76	0,76	0,76	0,70	0,70	0,70
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié ?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	122,46	123,53	124,60	113,63	114,44	115,26
c1/c2-4	0,72	0,72	0,73	1,20	1,19	1,18
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
lessivage?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	0,62	0,63	0,63	0,52	0,52	0,52
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

µg/l	Se C0-A 64 jours			Se C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	7,57	0,75	12,0	17,49	1,39	12,5
2	6,46	0,64	12,2	11,67	0,14	12,1
3	11,73	1,14	12,2	4,97	0,11	12,3
4	7,84	0,75	12,0	10,11	0,78	12,2
5	2,12	2,12	11,2	2,12	2,12	10,3
6	8,30	0,13	11,2	9,34	0,54	11,3
7	2,12	2,12	10,4	2,12	2,12	10,7
8	2,12	2,12	10,3	5,53	0,30	10,0
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne pH	11,4	0,37	moyenne pH	11,4	1,09
2			0,52			0,53
3	écart type pH	0,78	0,52	écart type pH	0,98	0,71
4			0,36			0,57
5	moyenne pH 2-8	11,3	0,05	moyenne pH 2-8	11,26	1,24
6			0,05			0,01
7	abs (pH1- pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1- pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	6,82	7,57	8,33	16,11	17,49	18,88
2	5,82	6,46	7,10	11,53	11,67	11,80
3	10,59	11,73	12,87	4,86	4,97	5,08
4	7,09	7,84	8,60	9,33	10,11	10,88
5	0,00	2,12	4,23	0,00	2,12	4,24
6	8,18	8,30	8,43	8,79	9,34	9,88
7	0,00	2,12	4,23	0,00	2,12	4,24
8	0,00	2,12	4,23	5,23	5,53	5,83
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	4,81	6,03	7,25	6,98	7,92	8,85
c2-8	4,52	5,81	7,10	5,68	6,55	7,42
c2-7	5,28	6,43	7,58	5,75	6,72	7,69
c8/c7	0,00	1,00	1,00	#DIV/0!	2,61	1,38
SE2	0,31	0,42	0,28	#DIV/0!	1,73	1,26
SE3	2,13	2,41	1,81	#DIV/0!	0,09	0,05
SE4	0,64	0,78	0,55	#DIV/0!	1,16	1,00
SE5	1,19	0,32	0,11	#DIV/0!	0,37	0,13
SE6	0,21	0,25	0,06	#DIV/0!	0,24	0,16
SE7	4,76	2,26	1,61	#DIV/0!	2,38	1,68
SE8	0,00	2,26	1,61	#DIV/0!	1,05	1,17
MSE	1,54	1,24	0,87	#DIV/0!	1,00	0,78
$\sqrt{\text{MSE}}$	1,24	1,11	0,93	#DIV/0!	1,00	0,88
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	#DIV/0!	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	8,84	9,79	10,73	7,09	7,54	7,98
c1/c3-4	0,77	0,77	0,78	2,27	2,32	2,37
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						

Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	#DIV/0!	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et $c_8/c_7 < 0,9$						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	#DIV/0!	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	4,02	2,37	1,15	83,26	91,66	100,47
écart à la moyenne 2	1,02	0,18	0,02	20,69	14,05	8,69
écart à la moyenne 3	33,37	32,46	31,56	4,49	8,69	14,27
écart à la moyenne 4	5,19	3,28	1,81	5,50	4,79	4,13
écart à la moyenne 5	23,15	15,33	9,12	48,73	33,62	21,30
écart à la moyenne 6	11,32	5,15	1,38	3,28	2,02	1,06
écart à la moyenne 7	23,15	15,33	9,12	48,73	33,62	21,31
écart à la moyenne 8	23,15	15,33	9,12	3,06	5,69	9,13
écart type	3,94	3,34	2,81	5,22	4,93	4,75
écart type/ moyenne	0,82	0,55	0,39	0,75	0,62	0,54
Dissolution si écart type du pH $< 0,25$ et si écart type des concentrations / moyenne $< 0,25$						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	#DIV/0!	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié ?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	#DIV/0!	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	7,83	8,68	9,52	8,57	8,91	9,25
c1/c2-4	0,87	0,87	0,87	1,88	1,96	2,04
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants $< 0,5$ et $c_1/c_2-4 > 1,8$						
Lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	#DIV/0!	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	#DIV/0!	3,92	1,99	#DIV/0!	4,41	2,33
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH $< 0,25$, $c_8/c_7 < 0,9$ et $c_6/c_5 < 0,9$						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	#DIV/0!	pH instable	pH instable

µg/l	Sn C0-A 64 jours			Sn C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	9,72	0,62	12,0	11,47	0,17	12,5
2	10,21	0,22	12,2	10,70	0,33	12,1
3	10,31	0,46	12,2	7,60	0,08	12,3
4	9,66	0,52	12,0	12,74	0,95	12,2
5	5,04	0,21	11,2	1,59	1,59	10,3
6	9,73	0,21	11,2	11,10	0,53	11,3
7	4,55	0,47	10,4	1,59	0,07	10,7
8	1,59	1,59	10,3	1,59	1,59	10,0
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne	11,4	0,37	moyenne	11,4	1,09
2	pH		0,52	pH		0,53
3	écart type	0,78	0,52	écart type	0,98	0,71
4	pH		0,36	pH		0,57
5	moyenne	11,3	0,05	moyenne	11,26	1,24

6	pH 2-8		0,05	pH 2-8		0,01
7	abs (pH1- pH2-8) 0,70		1,02	abs (pH1- pH2-8) 1,19		0,57
8			1,39			1,97
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	9,10	9,72	10,33	11,30	11,47	11,64
2	9,99	10,21	10,43	10,37	10,70	11,03
3	9,86	10,31	10,77	7,52	7,60	7,67
4	9,14	9,66	10,19	11,79	12,74	13,69
5	4,83	5,04	5,25	0,00	1,59	3,19
6	9,52	9,73	9,94	10,57	11,10	11,63
7	4,08	4,55	5,03	1,52	1,59	1,66
8	0,00	1,59	3,18	0,00	1,59	3,18
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	7,07	7,60	8,14	6,63	7,30	7,96
c2-8	6,77	7,30	7,83	5,97	6,70	7,44
c2-7	7,90	8,25	8,60	6,96	7,55	8,15
c8/c7	0,00	0,35	0,63	0,00	1,00	1,92
SE2	0,52	0,48	0,45	0,89	1,28	1,03
SE3	0,49	0,50	0,50	0,29	0,44	0,32
SE4	0,37	0,39	0,41	1,32	2,06	1,89
SE5	0,23	0,23	0,23	1,19	0,48	0,25
SE6	0,01	0,01	0,00	0,18	0,52	0,40
SE7	2,77	2,66	2,55	3,85	2,65	2,70
SE8	0,00	0,00	0,00	0,00	2,66	2,07
MSE	0,73	0,71	0,69	1,29	1,44	1,24
$\sqrt{\text{MSE}}$	0,86	0,84	0,83	1,13	1,20	1,11
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	9,50	9,99	10,48	9,65	10,17	10,68
c1/c3-4	0,96	0,97	0,99	1,17	1,13	1,09
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	4,15	4,47	4,81	21,78	17,41	13,52
écart à la moyenne 2	8,58	6,82	5,26	13,99	11,58	9,41
écart à la moyenne 3	7,79	7,33	6,89	0,78	0,09	0,08
écart à la moyenne 4	4,30	4,25	4,20	26,57	29,62	32,84
écart à la moyenne 5	5,00	6,57	8,35	44,02	32,55	22,81
écart à la moyenne 6	6,04	4,54	3,24	15,50	14,45	13,43
écart à la moyenne 7	8,91	9,30	9,69	26,14	32,55	39,68
écart à la moyenne 8	49,92	36,15	24,59	44,02	32,56	22,82
écart type	3,44	3,15	2,89	4,91	4,62	4,40
écart type/ moyenne	0,49	0,41	0,36	0,74	0,63	0,55
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						

non identifié ?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	9,66	10,06	10,46	9,89	10,35	10,80
c1/c2-4	0,94	0,97	0,99	1,14	1,11	1,08
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	1,97	1,93	1,89	#DIV/0!	6,97	3,65
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

µg/l	V C0-A 64 jours			V C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	0,30	0,30	12,0	0,73	0,02	12,5
2	0,30	0,30	12,2	0,30	0,30	12,1
3	1,32	0,02	12,2	1,34	0,03	12,3
4	4,27	0,19	12,0	3,60	0,09	12,2
5	7,57	0,10	11,2	7,10	0,21	10,3
6	10,51	0,20	11,2	9,93	0,12	11,3
7	21,51	0,05	10,4	24,84	0,28	10,7
8	25,10	0,40	10,3	28,24	0,35	10,0
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne	11,4	0,37	moyenne	11,4	1,09
2	pH		0,52	pH		0,53
3	écart type	0,78	0,52	écart type	0,98	0,71
4	pH		0,36	pH		0,57
5	moyenne	11,3	0,05	moyenne	11,26	1,24
6	pH 2-8		0,05	pH 2-8		0,01
7	abs (pH1-	0,70	1,02	abs (pH1-	1,19	0,57
8	pH2-8)		1,39	pH2-8)		1,97
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	0,00	0,30	0,59	0,71	0,73	0,75
2	0,00	0,30	0,59	0,00	0,30	0,59
3	1,30	1,32	1,34	1,31	1,34	1,38
4	4,08	4,27	4,46	3,51	3,60	3,69
5	7,47	7,57	7,67	6,89	7,10	7,31
6	10,31	10,51	10,71	9,81	9,93	10,05
7	21,46	21,51	21,55	24,56	24,84	25,12
8	24,71	25,10	25,50	27,89	28,24	28,59
c1-8	8,67	8,86	9,05	9,33	9,51	9,69
c2-8	9,90	10,08	10,26	10,57	10,76	10,96
c2-7	7,44	7,58	7,72	7,68	7,85	8,02
c8/c7	1,15	1,17	1,18	1,14	1,14	1,14
SE2	0,22	0,19	0,17	0,22	0,19	0,17
SE3	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12	0,12
SE4	0,00	0,00	0,00	0,02	0,02	0,02
SE5	0,03	0,03	0,03	0,08	0,07	0,07
SE6	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00

SE7	0,09	0,07	0,05	0,21	0,19	0,18
SE8	0,39	0,39	0,38	0,60	0,57	0,55
MSE	0,12	0,12	0,11	0,18	0,17	0,16
\sqrt{MSE}	0,35	0,34	0,33	0,42	0,41	0,40
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion établie
c3-4	2,69	2,80	2,90	2,41	2,47	2,53
c1/c3-4	0,00	0,11	0,20	0,29	0,30	0,30
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	75,10	73,32	71,57	74,46	77,11	79,81
écart à la moyenne 2	75,10	73,33	71,58	87,12	84,89	82,68
écart à la moyenne 3	54,20	56,81	59,47	64,43	66,72	69,05
écart à la moyenne 4	20,99	21,04	21,09	33,93	34,95	35,98
écart à la moyenne 5	1,44	1,67	1,91	5,96	5,80	5,64
écart à la moyenne 6	2,70	2,73	2,75	0,22	0,18	0,14
écart à la moyenne 7	163,61	159,91	156,25	231,78	234,98	238,20
écart à la moyenne 8	257,31	263,89	270,54	344,37	350,91	357,51
écart type	9,02	9,03	9,05	10,26	10,34	10,42
écart type/ moyenne	1,04	1,02	1,00	1,10	1,09	1,08
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	diffusion établie
c2-4	1,80	1,96	2,13	1,61	1,75	1,89
c1/c2-4	0,00	0,15	0,28	0,44	0,42	0,40
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pas de pH stable	pas de pH stable	mécanisme identifié
c6/c5	1,38	1,39	1,40	1,42	1,40	1,38
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pH instable	pH instable	mécanisme identifié

$\mu\text{g/l}$	Zn C0-A 64 jours			Zn C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	6,09	0,08	12,0	5,73	0,08	12,5
2	4,69	0,11	12,2	5,39	0,01	12,1

3	10,82	0,11	12,2	6,45	0,06	12,3
4	7,67	0,03	12,0	6,29	0,09	12,2
5	14,75	0,17	11,2	10,13	0,10	10,3
6	23,29	0,11	11,2	11,57	0,09	11,3
7	9,14	0,12	10,4	8,86	0,08	10,7
8	56,15	0,13	10,3	11,96	0,03	10,0
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne pH	11,4	0,37	moyenne pH	11,4	1,09
2			0,52			0,53
3	écart type pH	0,78	0,52	écart type pH	0,98	0,71
4			0,36			0,57
5	moyenne pH 2-8	11,3	0,05	moyenne pH 2-8	11,26	1,24
6			0,05			0,01
7	abs (pH1- pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1- pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	6,01	6,09	6,17	5,65	5,73	5,81
2	4,59	4,69	4,80	5,38	5,39	5,40
3	10,71	10,82	10,93	6,39	6,45	6,51
4	7,64	7,67	7,69	6,20	6,29	6,38
5	14,58	14,75	14,91	10,02	10,13	10,23
6	23,19	23,29	23,40	11,48	11,57	11,66
7	9,02	9,14	9,27	8,78	8,86	8,94
8	56,03	56,15	56,28	11,93	11,96	11,98
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	16,47	16,58	16,68	8,23	8,30	8,36
c2-8	17,96	18,07	18,18	8,60	8,66	8,73
c2-7	11,62	11,73	11,83	8,04	8,11	8,19
c8/c7	6,21	6,14	6,07	1,36	1,35	1,34
SE2	0,04	0,04	0,04	0,03	0,02	0,02
SE3	0,02	0,02	0,02	0,08	0,08	0,08
SE4	0,00	0,00	0,00	0,06	0,07	0,07
SE5	0,01	0,01	0,01	0,05	0,06	0,06
SE6	0,13	0,13	0,13	0,16	0,16	0,16
SE7	1,86	1,85	1,84	0,72	0,71	0,71
SE8	1,57	1,54	1,51	0,23	0,24	0,24
MSE	0,52	0,51	0,51	0,19	0,19	0,19
$\sqrt{\text{MSE}}$	0,72	0,72	0,71	0,44	0,44	0,44
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	9,17	9,24	9,31	6,29	6,37	6,45
c1/c3-4	0,65	0,66	0,66	0,90	0,90	0,90
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						

Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	109,46	109,95	110,44	6,64	6,59	6,54
écart à la moyenne 2	141,21	141,21	141,20	8,14	8,46	8,79
écart à la moyenne 3	33,18	33,13	33,08	3,39	3,42	3,46
écart à la moyenne 4	77,97	79,39	80,82	4,12	4,02	3,92
écart à la moyenne 5	3,57	3,35	3,13	3,22	3,35	3,48
écart à la moyenne 6	45,12	45,11	45,10	10,58	10,73	10,89
écart à la moyenne 7	55,49	55,22	54,95	0,30	0,32	0,33
écart à la moyenne 8	1564,81	1566,47	1568,14	13,69	13,39	13,10
écart type	15,93	15,94	15,96	2,50	2,51	2,51
écart type/ moyenne	0,97	0,96	0,96	0,30	0,30	0,30
Dissolution si écart type du pH <0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	7,65	7,73	7,81	5,99	6,04	6,10
c1/c2-4	0,79	0,79	0,79	0,94	0,95	0,95
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	1,59	1,58	1,57	1,15	1,14	1,14
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

µg/l	Ca C0-A 64 jours			Ca C50-B 64 jours		
Fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	21159	72	12,0	38633	306	12,5
2	32989	187	12,2	21911	174	12,1
3	30006	218	12,2	32041	943	12,3
4	20420	139	12,0	25166	171	12,2
5	9520	22	11,2	200	200	10,3
6	7410	67	11,2	6245	21	11,3
7	200	200	10,4	200	200	10,7
8	2326	13	10,3	1471	5	10,0
Fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne		0,37	moyenne		1,09
2	pH	11,4	0,52	pH	11,4	0,53
3	écart type		0,52	écart type		0,71
4	pH	0,78	0,36	pH	0,98	0,57
5	moyenne		0,05	moyenne		1,24
6	pH 2-8	11,3	0,05	pH 2-8	11,26	0,01
7	abs (pH1-pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1-pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97

Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	21087	21159	21231	38327	38633	38939
2	32802	32989	33176	21737	21911	22085
3	29788	30006	30224	31098	32041	32984
4	20281	20420	20559	24995	25166	25337
5	9498	9520	9542	0	200	400
6	7343	7410	7477	6224	6245	6266
7	0	200	400	0	200	400
8	2313	2326	2339	1466	1471	1476
c1-8	15389	15504	15618	15481	15733	15986
c2-8	14575	14696	14817	12217	12462	12707
c2-7	16619	16758	16896	14009	14294	14579
c8/c7	#DIV/0!	11,63	5,85	#DIV/0!	7,36	3,69
SE2	#DIV/0!	3,16	3,14	#DIV/0!	1,67	1,62
SE3	#DIV/0!	2,48	2,47	#DIV/0!	4,43	4,53
SE4	#DIV/0!	0,85	0,85	#DIV/0!	2,41	2,33
SE5	#DIV/0!	0,08	0,08	#DIV/0!	0,84	0,81
SE6	#DIV/0!	0,18	0,18	#DIV/0!	0,19	0,19
SE7	#DIV/0!	3,44	3,39	#DIV/0!	3,43	3,37
SE8	#DIV/0!	2,92	2,92	#DIV/0!	3,06	3,07
MSE	#DIV/0!	1,87	1,86	#DIV/0!	2,29	2,27
$\sqrt{\text{MSE}}$	#DIV/0!	1,37	1,36	#DIV/0!	1,51	1,51
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion ?	#DIV/0!	diffusion non établie	diffusion non établie	#DIV/0!	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	25035	25213	25391	28047	28604	29160
c1/c3-4	0,84	0,84	0,84	1,37	1,35	1,34
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	#DIV/0!	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	#DIV/0!	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	#DIV/0!	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	#DIV/0!	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	3,25E+07	3,20E+07	3,15E+07	5,22E+08	5,24E+08	5,27E+08
écart à la moyenne 2	3,03E+08	3,06E+08	3,08E+08	3,91E+07	3,82E+07	3,72E+07
écart à la moyenne 3	2,07E+08	2,10E+08	2,13E+08	2,44E+08	2,66E+08	2,89E+08
écart à la moyenne 4	2,39E+07	2,42E+07	2,44E+07	9,05E+07	8,90E+07	8,74E+07
écart à la moyenne 5	3,47E+07	3,58E+07	3,69E+07	2,40E+08	2,41E+08	2,43E+08
écart à la moyenne 6	6,47E+07	6,55E+07	6,63E+07	8,57E+07	9,00E+07	9,45E+07
écart à la moyenne 7	2,37E+08	2,34E+08	2,32E+08	2,40E+08	2,41E+08	2,43E+08
écart à la moyenne 8	1,71E+08	1,74E+08	1,76E+08	1,96E+08	2,03E+08	2,11E+08
écart type	1,16E+04	1,16E+04	1,17E+04	1,44E+04	1,45E+04	1,47E+04
écart type/ moyenne	0,75	0,75	0,75	0,93	0,92	0,92
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	#DIV/0!	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	#DIV/0!	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	#DIV/0!	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	#DIV/0!	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	27624,052	27805	27985,948	25943,632	26372,6667	26801,7013

c1/c2-4	0,76336263	0,76097824	0,75862468	1,47731738	1,46488789	1,45285633
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	#DIV/0!	pas de pH stable	pas de pH stable	#DIV/0!	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	0,77306456	0,77836134	0,7836342	#DIV/0!	31,225	15,6655016
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	#DIV/0!	pH instable	pH instable	#DIV/0!	pH instable	pH instable

µg/l	K C0-A 64 jours			K C50-B 64 jours		
fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	135172	765	12,0	288646	980	12,5
2	93560	529	12,2	138186	1095	12,1
3	92582	943	12,2	138840	1036	12,3
4	86609	686	12,0	131568	744	12,2
5	64481	292	11,2	84762	671	10,3
6	78471	533	11,2	97613	663	11,3
7	123603	140	10,4	167397	1515	10,7
8	118018	267	10,3	146264	1655	10,0
fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne pH	11,4	0,37	moyenne pH	11,4	1,09
2			0,52			0,53
3	écart type pH	0,78	0,52	écart type pH	0,98	0,71
4			0,36			0,57
5	moyenne pH 2-8	11,3	0,05	moyenne pH 2-8	11,26	1,24
6			0,05			0,01
7	abs (pH1-pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1-pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	134407	135172	135937	287666	288646	289626
2	93031	93560	94089	137091	138186	139281
3	91639	92582	93525	137804	138840	139876
4	85923	86609	87295	130824	131568	132312
5	64189	64481	64773	84091	84762	85433
6	77938	78471	79004	96950	97613	98276
7	123463	123603	123743	165882	167397	168912
8	117751	118018	118285	144609	146264	147919
c1-8	98543	99062	99581	148115	149160	150204
c2-8	93419	93903	94388	128179	129233	130287
c2-7	89364	89884	90405	125440	126394	127348
c8/c7	0,95	0,95	0,96	0,87	0,87	0,88
SE2	2,80E-01	2,80E-01	2,81E-01	3,00E-01	3,01E-01	3,01E-01
SE3	2,64E-01	2,69E-01	2,74E-01	3,06E-01	3,06E-01	3,06E-01
SE4	2,05E-01	2,07E-01	2,10E-01	2,48E-01	2,46E-01	2,44E-01
SE5	6,05E-02	6,07E-02	6,09E-02	1,77E-01	1,77E-01	1,77E-01
SE6	9,74E-03	9,48E-03	9,21E-03	1,01E-01	1,02E-01	1,02E-01
SE7	2,97E-01	3,03E-01	3,09E-01	7,39E-01	7,35E-01	7,32E-01
SE8	3,68E-01	3,72E-01	3,77E-01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00

MSE	0,21	0,21	0,22	0,31	0,31	0,31
$\sqrt{\text{MSE}}$	0,46	0,46	0,47	0,56	0,56	0,56
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	88781	89596	90410	134314	135204	136094
c1/c3-4	1,51	1,51	1,50	2,14	2,13	2,13
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	1,29E+09	1,30E+09	1,32E+09	1,95E+10	1,95E+10	1,94E+10
écart à la moyenne 2	3,04E+07	3,03E+07	3,02E+07	1,22E+08	1,20E+08	1,19E+08
écart à la moyenne 3	4,77E+07	4,20E+07	3,67E+07	1,06E+08	1,06E+08	1,07E+08
écart à la moyenne 4	1,59E+08	1,55E+08	1,51E+08	2,99E+08	3,09E+08	3,20E+08
écart à la moyenne 5	1,18E+09	1,20E+09	1,21E+09	4,10E+09	4,15E+09	4,20E+09
écart à la moyenne 6	4,25E+08	4,24E+08	4,23E+08	2,62E+09	2,66E+09	2,70E+09
écart à la moyenne 7	6,21E+08	6,02E+08	5,84E+08	3,16E+08	3,33E+08	3,50E+08
écart à la moyenne 8	3,69E+08	3,59E+08	3,50E+08	1,23E+07	8,38E+06	5,22E+06
écart type	2,27E+04	2,27E+04	2,27E+04	5,81E+04	5,82E+04	5,83E+04
écart type/ moyenne	0,23	0,23	0,23	0,39	0,39	0,39
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	90198	90917	91636	135240	136198	137156
c1/c2-4	1,49	1,49	1,48	2,13	2,12	2,11
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	1,21	1,22	1,22	1,15	1,15	1,15
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

$\mu\text{g/l}$	Na C0-A 64 jours			Na C50-B 64 jours		
fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	68684	311	12,0	310737	1407	12,5
2	48344	438	12,2	130507	295	12,1
3	48893	1036	12,2	130759	16	12,3
4	44693	253	12,0	120928	547	12,2
5	36850	83	11,2	75229	85	10,3
6	44650	303	11,2	90027	611	11,3
7	72262	245	10,4	168163	190	10,7

8	67507	229	10,3	142487	1129	10,0
fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne pH	11,4	0,37	moyenne pH	11,4	1,09
2			0,52			0,53
3	écart type pH	0,78	0,52	écart type pH	0,98	0,71
4			0,36			0,57
5	moyenne pH 2-8	11,3	0,05	moyenne pH 2-8	11,26	1,24
6			0,05			0,01
7	abs (pH1- pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1- pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	68373	68684	68995	309330	310737	312144
2	47906	48344	48782	130212	130507	130802
3	47857	48893	49929	130743	130759	130775
4	44440	44693	44946	120381	120928	121475
5	36767	36850	36933	75144	75229	75314
6	44347	44650	44953	89416	90027	90638
7	72017	72262	72507	167973	168163	168353
8	67278	67507	67736	141358	142487	143616
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
	53623	53985	54348	145569	146105	146640
c2-8	51516	51886	52255	122175	122586	122996
c2-7	48889	49282	49675	118978	119269	119560
c8/c7	0,93	0,93	0,93	0,84	0,85	0,85
SE2	2,14E-01	2,16E-01	2,18E-01	3,02E-01	3,02E-01	3,01E-01
SE3	2,13E-01	2,26E-01	2,39E-01	3,07E-01	3,04E-01	3,01E-01
SE4	1,57E-01	1,56E-01	1,55E-01	2,18E-01	2,20E-01	2,22E-01
SE5	4,81E-02	4,96E-02	5,12E-02	2,11E-01	2,12E-01	2,13E-01
SE6	5,21E-03	5,25E-03	5,29E-03	1,15E-01	1,13E-01	1,11E-01
SE7	2,20E-01	2,25E-01	2,30E-01	5,93E-01	5,96E-01	5,99E-01
SE8	3,15E-01	3,20E-01	3,26E-01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
MSE	0,17	0,17	0,17	0,29	0,29	0,29
$\sqrt{\text{MSE}}$	0,41	0,41	0,42	0,54	0,54	0,54
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	46149	46793	47437	125562	125844	126125
c1/c3-4	1,48	1,47	1,45	2,46	2,47	2,47
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	2,18E+08	2,16E+08	2,15E+08	2,68E+10	2,71E+10	2,74E+10
écart à la moyenne 2	3,27E+07	3,18E+07	3,10E+07	2,36E+08	2,43E+08	2,51E+08
écart à la moyenne 3	3,32E+07	2,59E+07	1,95E+07	2,20E+08	2,35E+08	2,52E+08
écart à la moyenne 4	8,43E+07	8,63E+07	8,84E+07	6,34E+08	6,34E+08	6,33E+08
écart à la moyenne 5	2,84E+08	2,94E+08	3,03E+08	4,96E+09	5,02E+09	5,09E+09
écart à la moyenne 6	8,60E+07	8,71E+07	8,83E+07	3,15E+09	3,14E+09	3,14E+09

écart à la moyenne 7	3,38E+08	3,34E+08	3,30E+08	5,02E+08	4,87E+08	4,71E+08
écart à la moyenne 8	1,86E+08	1,83E+08	1,79E+08	1,77E+07	1,31E+07	9,15E+06
écart type	1,26E+04	1,25E+04	1,25E+04	6,76E+04	6,79E+04	6,82E+04
écart type/ moyenne	0,23	0,23	0,23	0,46	0,46	0,47
Dissolution si écart type du pH <0,25 et si écart type des concentration / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	46735	47310	47885	127112	127398	127684
c1/c2-4	1,46	1,45	1,44	2,43	2,44	2,44
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	1,21	1,21	1,22	1,19	1,20	1,20
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

µg/l	Si C0-A 64 jours			Si C50-B 64 jours		
fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	1720	16	12,0	1537	16	12,5
2	1793	6	12,2	1802	8	12,1
3	2383	39	12,2	2273	0	12,3
4	2755	34	12,0	2896	10	12,2
5	3113	7	11,2	2482	17	10,3
6	3435	23	11,2	3450	23	11,3
7	3693	33	10,4	3661	17	10,7
8	3610	20	10,3	3150	18	10,0
fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne	11,4	0,37	moyenne	11,4	1,09
2	pH		0,52	pH		0,53
3	écart type	0,78	0,52	écart type	0,98	0,71
4	pH		0,36	pH		0,57
5	moyenne	11,3	0,05	moyenne	11,26	1,24
6	pH 2-8		0,05	pH 2-8		0,01
7	abs (pH1- pH2-8)	0,70	1,02	abs (pH1- pH2-8)	1,19	0,57
8			1,39			1,97
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	1704	1720	1735	1521	1537	1552
2	1787	1793	1799	1794	1802	1810
3	2344	2383	2421	2273	2273	2273
4	2721	2755	2789	2886	2896	2906
5	3106	3113	3120	2465	2482	2499
6	3412	3435	3459	3426	3450	3473
7	3659	3693	3726	3645	3661	3678
8	3589	3610	3630	3132	3150	3167
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup

c1-8	2790	2813	2835	2643	2656	2670
c2-8	2946	2969	2992	2803	2816	2829
c2-7	2838	2862	2886	2748	2761	2773
c8/c7	0,98	0,98	0,97	0,86	0,86	0,86
SE2	1,95E-02	1,88E-02	1,81E-02	1,16E-02	1,16E-02	1,16E-02
SE3	1,08E-01	1,13E-01	1,17E-01	7,96E-02	7,75E-02	7,54E-02
SE4	2,08E-01	2,12E-01	2,16E-01	2,55E-01	2,54E-01	2,53E-01
SE5	1,48E-02	1,34E-02	1,21E-02	3,76E-02	3,68E-02	3,61E-02
SE6	5,08E-02	5,02E-02	4,97E-02	2,43E-02	2,52E-02	2,61E-02
SE7	3,90E-01	3,88E-01	3,86E-01	7,32E-01	7,32E-01	7,32E-01
SE8	4,21E-01	4,24E-01	4,27E-01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
MSE	0,17	0,17	0,18	0,19	0,19	0,19
$\sqrt{\text{MSE}}$	0,42	0,42	0,42	0,44	0,44	0,43
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	2532	2569	2605	2579	2584	2589
c1/c3-4	0,67	0,67	0,67	0,59	0,59	0,60
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	1,18E+06	1,19E+06	1,21E+06	1,26E+06	1,25E+06	1,25E+06
écart à la moyenne 2	1,01E+06	1,04E+06	1,07E+06	7,21E+05	7,30E+05	7,39E+05
écart à la moyenne 3	1,99E+05	1,85E+05	1,71E+05	1,37E+05	1,47E+05	1,57E+05
écart à la moyenne 4	4,88E+03	3,35E+03	2,11E+03	5,92E+04	5,74E+04	5,57E+04
écart à la moyenne 5	9,97E+04	9,03E+04	8,13E+04	3,16E+04	3,04E+04	2,92E+04
écart à la moyenne 6	3,87E+05	3,88E+05	3,89E+05	6,14E+05	6,30E+05	6,45E+05
écart à la moyenne 7	7,55E+05	7,75E+05	7,94E+05	1,00E+06	1,01E+06	1,02E+06
écart à la moyenne 8	6,38E+05	6,35E+05	6,32E+05	2,39E+05	2,43E+05	2,48E+05
écart type	7,31E+02	7,34E+02	7,38E+02	7,13E+02	7,16E+02	7,19E+02
écart type/ moyenne	0,26	0,26	0,26	0,27	0,27	0,27
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	2284	2310	2337	2318	2324	2330
c1/c2-4	0,75	0,74	0,74	0,66	0,66	0,67
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	1,10	1,10	1,11	1,39	1,39	1,39
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

µg/l	Mg C0-A 64 jours			Mg C50-B 64 jours		
fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	59,5	0,3	12,0	35,4	0,7	12,5
2	59,9	0,5	12,2	50,0	0,5	12,1
3	77,6	0,6	12,2	56,5	0,6	12,3
4	88,8	0,3	12,0	65,0	0,5	12,2
5	135,2	0,3	11,2	65,1	0,4	10,3
6	159,6	0,9	11,2	94,3	0,6	11,3
7	164,5	0,4	10,4	66,4	0,4	10,7
8	159,6	0,9	10,3	72,3	0,3	10,0
fraction			écart moyenne pH			écart moyenne pH
1	moyenne	11,4	0,37	moyenne	11,4	1,09
2	pH		0,52	pH		0,53
3	écart type	0,78	0,52	écart type	0,98	0,71
4	pH		0,36	pH		0,57
5	moyenne	11,3	0,05	moyenne	11,26	1,24
6	pH 2-8		0,05	pH 2-8		0,01
7	abs (pH1-		1,02	abs (pH1-		0,57
8	pH2-8)	0,70	1,39	pH2-8)	1,19	1,97
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	59,2	59,5	59,8	34,7	35,4	36,1
2	59,4	59,9	60,4	49,6	50,0	50,5
3	77,0	77,6	78,2	55,9	56,5	57,1
4	88,5	88,8	89,1	64,5	65,0	65,5
5	134,9	135,2	135,5	64,7	65,1	65,4
6	158,7	159,6	160,5	93,7	94,3	95,0
7	164,1	164,5	164,8	66,1	66,4	66,8
8	158,7	159,6	160,5	71,9	72,3	72,6
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
	112,6	113,1	113,6	62,6	63,1	63,6
c2-8	120,2	120,7	121,3	66,6	67,1	67,6
c2-7	113,8	114,3	114,8	65,7	66,2	66,7
c8/c7	0,97	0,97	0,97	1,09	1,09	1,09
SE2	7,63E-04	8,57E-04	9,57E-04	7,67E-02	7,75E-02	7,83E-02
SE3	3,02E-02	3,09E-02	3,17E-02	1,38E-01	1,41E-01	1,44E-01
SE4	7,24E-02	7,19E-02	7,14E-02	2,51E-01	2,51E-01	2,52E-01
SE5	3,59E-02	3,50E-02	3,40E-02	1,48E-03	1,38E-03	1,28E-03
SE6	1,50E-01	1,51E-01	1,52E-01	2,24E-01	2,24E-01	2,24E-01
SE7	2,52E-01	2,55E-01	2,58E-01	7,66E-01	7,69E-01	7,71E-01
SE8	2,99E-01	2,97E-01	2,96E-01	6,20E-01	6,24E-01	6,28E-01
MSE	0,12	0,12	0,12	0,30	0,30	0,30
$\sqrt{\text{MSE}}$	0,35	0,35	0,35	0,54	0,55	0,55
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$						
Diffusion?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	82,7366837	83,1947971	83,6529105	60,1612863	60,7383272	61,315368
c1/c3-4	0,71583296	0,71512819	0,71443114	0,57682472	0,58255135	0,58817019
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						

Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	2,85E+03	2,87E+03	2,90E+03	7,80E+02	7,70E+02	7,60E+02
écart à la moyenne 2	2,82E+03	2,83E+03	2,83E+03	1,71E+02	1,72E+02	1,73E+02
écart à la moyenne 3	1,26E+03	1,26E+03	1,25E+03	4,56E+01	4,38E+01	4,19E+01
écart à la moyenne 4	5,81E+02	5,92E+02	6,02E+02	3,35E+00	3,40E+00	3,46E+00
écart à la moyenne 5	5,00E+02	4,90E+02	4,81E+02	4,36E+00	3,83E+00	3,33E+00
écart à la moyenne 6	2,13E+03	2,17E+03	2,20E+03	9,66E+02	9,75E+02	9,84E+02
écart à la moyenne 7	2,65E+03	2,64E+03	2,62E+03	1,18E+01	1,10E+01	1,01E+01
écart à la moyenne 8	2,13E+03	2,16E+03	2,20E+03	8,67E+01	8,35E+01	8,04E+01
écart type	4,32E+01	4,33E+01	4,34E+01	1,61E+01	1,61E+01	1,60E+01
écart type/ moyenne	0,38	0,38	0,38	0,26	0,25	0,25
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	75	75	76	57	57	58
c1/c2-4	0,79	0,79	0,79	0,61	0,62	0,63
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	1,18	1,18	1,18	1,45	1,45	1,45
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pH instable	pH instable	pH instable

Annexe V-1

µg/l fraction	Baryum								
	Liant A 100j			Liant B 60j			Liant C 60j		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	21,9	1,9	11,2	16,1	5,8	11,2	15,0	5,3	11,3
2	27,9	5,1	11,3	19,5	3,4	11,4	18,7	4,5	11,5
3	30,0	1,6	11,4	21,1	4,5	11,5	20,1	5,2	11,5
4	31,4	1,3	10,9	23,8	6,2	10,9	21,2	6,3	10,9
5	53,8	14,2	11,0	35,9	10,2	11,1	31,6	8,6	11,1
6	49,0	4,2	11,2	35,6	7,2	11,3	34,8	7,1	11,3
7	55,9	4,4	11,2	41,5	8,7	11,3	43,9	6,4	11,3
8	47,9	8,4	11,3	33,5	4,8	11,4	35,9	5,2	11,4
fraction	moyenne pH	11,2	écart moyenne pH	moyenne pH	11,2	écart moyenne pH	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH
1			8,40E-05			3,45E-03			2,13E-04
2	écart type pH	0,18	1,94E-02	écart type pH	0,19	3,05E-02	écart type pH	0,20	3,20E-02
3			5,72E-02			4,75E-02			6,87E-02
4	moyenne pH 2-8	11,2	1,01E-01	moyenne pH 2-8	11,3	1,43E-01	moyenne pH 2-8	11,3	1,35E-01
5			3,27E-02			1,04E-02			2,29E-02
6	abs (pH1- pH2-8)	0,01	2,01E-04	abs (pH1- pH2-8)	0,07	1,56E-06	abs (pH1- pH2-8)	0,02	7,66E-05
7			2,42E-03			2,13E-04			3,21E-04
8			5,75E-03			1,72E-02			1,04E-02
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	19,9	21,9	23,8	10,3	16,1	21,8	9,7	15,0	20,2
2	22,8	27,9	33,0	16,1	19,5	22,9	14,2	18,7	23,2
3	28,3	30,0	31,6	16,6	21,1	25,6	14,9	20,1	25,2
4	30,1	31,4	32,8	17,5	23,8	30,0	14,9	21,2	27,5
5	39,6	53,8	68,0	25,7	35,9	46,0	23,0	31,6	40,3
6	44,8	49,0	53,2	28,3	35,6	42,8	27,7	34,8	41,9
7	51,5	55,9	60,3	32,8	41,5	50,2	37,6	43,9	50,3
8	39,5	47,9	56,3	28,7	33,5	38,3	30,6	35,9	41,1
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	34,6	39,7	44,9	22,0	28,4	34,7	21,6	27,6	33,7
c2-8	36,7	42,3	47,9	23,7	30,1	36,6	23,3	29,5	35,7
c2-7	36,2	41,3	46,5	22,8	29,5	36,3	22,0	28,4	34,7
c8/c7	0,77	0,86	0,93	0,88	0,81	0,76	0,82	0,82	0,82
SE2	7,14E-03	1,67E-02	4,90E-02	2,53E-02	1,32E-02	7,57E-03	9,55E-03	1,26E-02	1,48E-02
SE3	5,68E-02	3,26E-02	3,75E-02	3,24E-02	2,83E-02	2,59E-02	1,75E-02	2,64E-02	3,30E-02
SE4	8,23E-02	4,65E-02	4,72E-02	4,98E-02	6,76E-02	8,02E-02	1,71E-02	4,10E-02	6,14E-02
SE5	3,80E-06	4,42E-02	2,38E-01	1,20E-03	1,51E-02	3,20E-02	2,39E-03	4,99E-04	4,56E-03
SE6	2,19E-02	9,01E-03	3,17E-02	2,25E-02	1,26E-02	7,82E-03	2,77E-02	1,84E-02	1,34E-02
SE7	5,76E-01	6,88E-01	3,69E-01	5,57E-01	6,05E-01	6,36E-01	2,28E-01	4,02E-01	5,38E-01
SE8	0,00E+00	0,00E+00	4,78E-01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
MSE	0,12	0,14	0,18	0,11	0,12	0,13	0,05	0,08	0,11
√MSE	0,35	0,37	0,42	0,34	0,35	0,36	0,22	0,29	0,33
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$									
diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	29,2	30,7	32,2	17,1	22,4	27,8	14,9	20,6	26,4
c1/c3-4	0,68	0,71	0,74	0,60	0,72	0,79	0,65	0,72	0,77
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8									
lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9									
Appauvrissement ?	appauvrissement établi	appauvrissement établi	pas de diffusion établie	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi
écart à la moyenne 1	214	319	445	137	151	165	141	161	183
écart à la moyenne 2	139	140	142	35	79	139	55	81	112
écart à la moyenne 3	39	95	175	30	53	83	44	57	72
écart à la moyenne 4	20	69	146	20	21	22	45	41	38

écart à la moyenne 5	25	198	535	14	56	128	2	16	43
écart à la moyenne 6	105	86	69	40	52	65	38	51	67
écart à la moyenne 7	287	262	238	116	173	240	256	266	276
écart à la moyenne 8	25	67	131	45	27	13	82	68	55
écart type	10,3	12,4	15,3	7,4	8,7	10,3	9,1	9,6	10,3
écart type/moyenne	0,30	0,31	0,34	0,34	0,31	0,30	0,42	0,35	0,30
Dissolution si écart type du pH <0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25									
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié									
non identifié ?	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	27,1	29,8	32,4	16,7	21,5	26,2	14,7	20,0	25,3
c1/c2-4	0,74	0,73	0,73	0,62	0,75	0,83	0,66	0,75	0,80
lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8									
lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pas de lessivage de surface	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,13	0,91	0,78	1,10	0,99	0,93	1,21	1,10	1,04
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9									
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	appauvrissement non établi	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

		Chlorures								
µg/l		Liant A 100j			Liant B 60j			Liant C 60j		
fraction		moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1		73291	2247	11,2	86750	7750	11,2	83438	74	11,3
2		65148	2881	11,3	76173	5974	11,4	67687	1824	11,5
3		64300	4677	11,4	71063	2912	11,5	64576	1187	11,5
4		60845	1613	10,9	70953	9581	10,9	61094	441	10,9
5		101559	5395	11,0	123891	16091	11,1	100764	2775	11,1
6		82311	3989	11,2	82413	855	11,3	76665	3790	11,3
7		123796	4287	11,2	94828	18448	11,3	108418	9505	11,3
8		80231	5194	11,3	34403	13446	11,4	55107	4834	11,4
fraction		moyenne pH	11,2	écart moyenne pH	moyenne pH	11,2	écart moyenne pH	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH
1				8,40E-05			3,45E-03			2,13E-04
2		écart type pH	0,18	1,94E-02	écart type pH	0,19	3,05E-02	écart type pH	0,20	3,20E-02
3				5,72E-02			4,75E-02			6,87E-02
4		moyenne pH 2-8	11,2	1,01E-01	moyenne pH 2-8	11,3	1,43E-01	moyenne pH 2-8	11,3	1,35E-01
5				3,27E-02			1,04E-02			2,29E-02
6				2,01E-04			1,56E-06			7,66E-05
7		abs (pH1-pH2-8)	0,01	2,42E-03	abs (pH1-pH2-8)	0,07	2,13E-04	abs (pH1-pH2-8)	0,02	3,21E-04
8				5,75E-03			1,72E-02			1,04E-02
fraction		valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1		71044	73291	75538	79000	86750	94501	83364	83438	83512
2		62267	65148	68029	70199	76173	82147	65863	67687	69511
3		59622	64300	68977	68151	71063	73975	63389	64576	65763
4		59232	60845	62458	61372	70953	80533	60653	61094	61536
5		96163	101559	106954	107800	123891	139982	97988	100764	103539
6		78322	82311	86299	81557	82413	83268	72875	76665	80456
7		119508	123796	128083	76380	94828	113276	98914	108418	117923
8		75037	80231	85425	20957	34403	47849	50274	55107	59941
		valeur inf	moyenne	valeur	valeur inf	moyenne	valeur	valeur inf	moyenne	valeur sup

c1-8	77649	81435	sup 85220	70677	80059	sup 89441	74165	77219	80273
c2-8	78593	82598	86603	69488	79103	88719	72851	76330	79810
c2-7	79186	82993	86800	77577	86553	95530	76614	79867	83121
c8/c7	0,63	0,65	0,67	0,27	0,36	0,42	0,51	0,51	0,51
SE2	5,82E-02	5,76E-02	5,70E-02	1,30E-01	1,12E-01	9,92E-02	9,90E-02	9,15E-02	8,48E-02
SE3	4,32E-02	5,28E-02	6,23E-02	1,11E-01	7,62E-02	5,26E-02	7,97E-02	6,95E-02	6,06E-02
SE4	4,12E-02	3,54E-02	3,05E-02	6,06E-02	7,55E-02	8,88E-02	6,08E-02	4,84E-02	3,81E-02
SE5	1,52E-02	1,76E-02	1,99E-02	8,92E-02	1,16E-01	1,40E-01	3,53E-02	2,91E-02	2,39E-02
SE6	1,04E-02	9,84E-03	9,36E-03	1,57E-03	1,93E-02	4,81E-02	1,95E-02	1,72E-02	1,51E-02
SE7	4,53E-01	4,77E-01	4,99E-01	1,43E+00	1,18E+00	9,92E-01	7,94E-01	6,80E-01	5,83E-01
SE8	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
MSE	0,10	0,11	0,11	0,30	0,26	0,24	0,18	0,16	0,13
$\sqrt{\text{MSE}}$	0,32	0,33	0,34	0,55	0,51	0,49	0,43	0,39	0,37
Diffusion si $\sqrt{\text{MSE}} < 0,4$									
diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	59427	62572	65717	64762	71008	77254	62021	62835	63650
c1/c3-4	1,20	1,17	1,15	1,22	1,22	1,22	1,34	1,33	1,31
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8									
lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9									
appauvrissement ?	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	appauvrissement établi	appauvrissement établi
écart à la moyenne 1	43632897	66320732	93740895	69270225	44771405	25597669	84630237	38681170	10493506
écart à la moyenne 2	236626394	265270305	295550295	228519	15104542	53215218	68920134	90851041	115806597
écart à la moyenne 3	324973910	293614651	263846167	6379558	80927229	239201294	116122445	159836125	210518336
écart à la moyenne 4	339209132	423950331	518130374	86582422	82929367	79355046	182575689	259997283	351067874
écart à la moyenne 5	342766293	404967830	472352689	1378130977	1921243676	2554372564	567550421	554360844	541326335
écart à la moyenne 6	452586	767164	1164270	118382443	5538697	38111882	1665067	306618	33457
écart à la moyenne 7	1752169783	1794427139	1837188006	32521764	218112838	568083480	612490491	973403730	1417544507
écart à la moyenne 8	6826574	1450228	41723	2472121427	2084493735	1729901103	570783317	488910970	413373576
écart type	19514,9	20158,0	20862,7	22813,4	23593,2	25709,5	16601,0	17910,7	19558,1
écart type/moyenne	0,25	0,25	0,24	0,32	0,29	0,29	0,22	0,23	0,24
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25									
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié									
non identifié ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	dissolution établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	60373,6	63430,7	66487,8	66574,2	72729,6	78885,0	63301,7	64452,6	65603,5
c1/c2-4	1,18	1,16	1,14	1,19	1,19	1,20	1,32	1,29	1,27
lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8									
lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pas de lessivage de surface	pas de lessivage de surface	pas de lessivage de surface	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,81	0,81	0,81	0,76	0,67	0,59	0,74	0,76	0,78
Appauvrissement établi pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9									
appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Sulfates									
µg/l fraction	Liant A 100j			Liant B 60j			Liant C 60j		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	12342	428	11,2	8894	293	11,2	9987	908	11,3
2	13055	1126	11,3	8739	1431	11,4	10526	108	11,5
3	13238	886	11,4	7427	1498	11,5	9019	384	11,5
4	12669	589	10,9	6755	1253	10,9	7162	145	10,9
5	20909	1301	11,0	14025	3491	11,1	12362	1562	11,1
6	20064	1475	11,2	11668	1812	11,3	10677	1216	11,3
7	28415	2464	11,2	18499	1436	11,3	15066	952	11,3
8	31704	4463	11,3	20773	741	11,4	18176	1154	11,4
fraction	moyenne		écart	moyenne		écart	moyenne		écart
	pH	11,2	moyenne	pH	11,2	moyenne	pH	11,3	moyenne
1			8,40E-05			3,45E-03			2,13E-04
2	écart type	0,18	1,94E-02	écart type	0,19	3,05E-02	écart type	0,20	3,20E-02
3	pH		5,72E-02	pH		4,75E-02	pH		6,87E-02
4	moyenne	11,2	1,01E-01	moyenne	11,3	1,43E-01	moyenne	11,3	1,35E-01
5	pH 2-8		3,27E-02	pH 2-8		1,04E-02	pH 2-8		2,29E-02
6	abs (pH1-		2,01E-04	abs (pH1-		1,56E-06	abs (pH1-		7,66E-05
7	pH2-8)	0,01	2,42E-03	pH2-8)	0,07	2,13E-04	pH2-8)	0,02	3,21E-04
8			5,75E-03			1,72E-02			1,04E-02
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
	1	11914	12342	12770	8601	8894	9187	9079	9987
2	11929	13055	14181	7308	8739	10170	10418	10526	10634
3	12352	13238	14125	5928	7427	8925	8634	9019	9403
4	12080	12669	13258	5501	6755	8008	7017	7162	7307
5	19607	20909	22210	10534	14025	17516	10799	12362	13924
6	18589	20064	21538	9857	11668	13480	9461	10677	11893
7	25951	28415	30878	17064	18499	19935	14114	15066	16018
8	27240	31704	36167	20032	20773	21514	17023	18176	19330
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
	17458	19049	20641	10603	12097	13592	10818	11622	12425
c2-8	18250	20008	21765	10889	12555	14221	11067	11855	12644
c2-7	16752	18058	19365	9365	11185	13006	10074	10802	11530
c8/c7	1,05	1,12	1,17	1,17	1,12	1,08	1,21	1,21	1,21
SE2	3,48E-02	3,44E-02	3,41E-02	4,17E-02	5,25E-02	6,16E-02	2,25E-01	1,77E-01	1,40E-01
SE3	4,40E-02	3,79E-02	3,31E-02	5,99E-03	1,55E-02	2,58E-02	9,81E-02	8,63E-02	7,66E-02
SE4	3,80E-02	2,76E-02	2,02E-02	1,46E-03	5,04E-03	9,23E-03	2,79E-02	1,88E-02	1,23E-02
SE5	2,00E-02	1,26E-02	7,65E-03	1,18E-03	3,39E-02	8,92E-02	1,84E-03	1,20E-02	2,83E-02
SE6	7,32E-03	4,87E-03	3,20E-03	7,73E-04	1,31E-05	2,22E-04	6,10E-03	1,05E-03	5,76E-05
SE7	1,98E-01	2,00E-01	2,01E-01	9,00E-02	1,55E-01	2,16E-01	3,50E-01	3,55E-01	3,60E-01
SE8	1,40E-01	7,98E-02	4,22E-02	7,50E-04	4,51E-02	1,25E-01	1,08E-01	1,11E-01	1,14E-01
MSE	0,07	0,06	0,05	0,02	0,04	0,08	0,12	0,11	0,10
√MSE	0,26	0,24	0,22	0,14	0,21	0,27	0,34	0,33	0,32
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$									
diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	12216	12954	13691	5715	7091	8466	7826	8090	8355
c1/c3-4	0,98	0,95	0,93	1,51	1,25	1,09	1,16	1,23	1,30
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8									
lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9									
appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	30735877	44991506	61954955	4006750	10261585	19404508	3025640	2673375	2342904
écart à la moyenne 2	30566912	35930883	41728239	10857533	11277759	11705964	160199	1200659	3208552
écart à la moyenne 3	26067321	33767382	42462492	21854270	21817034	21779831	4768928	6775501	9133517
écart à la moyenne 4	28918368	40706155	54504183	26026424	28545556	31181038	14448928	19890820	26200582
écart à la moyenne 5	4620440	3457353	2462611	4826	3714341	15397745	345	547532	2245454

écart à la moyenne 6	1279273	1028458	804984	557086	184102	12490	1842261	892860	283584
écart à la moyenne 7	72130273	87705020	104801028	41739567	40983417	40234179	10863860	11862198	12904414
écart à la moyenne 8	95695386	160131203	241062571	88895955	75260179	62759033	38495636	42961306	47671980
écart type	6020,9	7139,0	8289,9	4923,7	4899,5	5030,8	3033,3	3294,0	3605,4
écart type/moyenne	0,34	0,37	0,40	0,46	0,41	0,37	0,28	0,28	0,29
Dissolution si écart type du pH <0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25									
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié									
non identifié ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	12120,7	12987,7	13854,7	6245,9	7640,1	9034,4	8689,6	8902,2	9114,7
c1/c2-4	0,98	0,95	0,92	1,38	1,16	1,02	1,04	1,12	1,20
lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8									
lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,95	0,96	0,97	0,94	0,83	0,77	0,88	0,86	0,85
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9									
appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Annexe V-2

Baryum									
µg/l	BCR 0/20 - 20% sédiment			BCR 0/12,5 - 20% sédiment			BCR 0/12,5 Témoin		
fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	30,6	3,3	11,3	28,4	14,1	11,2	18,5	3,1	11,0
2	39,5	11,8	11,3	51,4	6,9	11,4	38,7	2,5	11,2
3	52,0	3,0	11,2	49,0	3,1	11,2	36,9	2,6	11,0
4	55,4	4,7	11,4	71,1	17,5	11,5	49,1	4,2	11,2
5	83,5	4,8	11,6	95,6	29,6	11,7	67,8	13,5	11,5
6	78,1	4,3	11,3	97,2	13,6	11,5	64,8	4,2	11,1
7	122,2	6,1	11,9	126,2	7,0	12,0	88,2	7,3	11,7
8	162,6	8,2	11,1	167,9	9,3	11,2	117,4	9,7	11,0
fraction	moyenne pH	11,4	écart moyenne pH	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH	moyenne pH	11,2	écart moyenne pH
1			6,20E-03			5,66E-02			4,24E-02
2	écart type pH	0,27	1,04E-02	écart type pH	0,28	5,08E-03	écart type pH	0,26	8,51E-04
3			3,32E-02			4,60E-02			4,10E-02
4	moyenne pH 2-8	11,4	1,03E-03	moyenne pH 2-8	11,5	1,46E-04	moyenne pH 2-8	11,2	1,28E-03
5			4,75E-02			7,59E-02			8,08E-02
6	abs (pH1- pH2-8)	0,09	3,45E-03	abs (pH1- pH2-8)	0,27	1,50E-03	abs (pH1- pH2-8)	0,24	2,03E-02
7			3,00E-01			2,52E-01			2,54E-01
8			9,74E-02			9,28E-02			2,98E-02
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	27	31	34	14	28	42	15	18	22
2	28	39	51	45	51	58	36	39	41
3	49	52	55	46	49	52	34	37	39
4	51	55	60	54	71	89	45	49	53
5	79	84	88	66	96	125	54	68	81
6	74	78	82	84	97	111	61	65	69
7	116	122	128	119	126	133	81	88	96
8	154	163	171	159	168	177	108	117	127
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	72	78	84	73	86	98	54	60	66
c2-8	79	85	91	82	94	106	60	66	72
c2-7	66	72	78	69	82	95	52	58	63
c8/c7	1,33	1,33	1,33	1,33	1,33	1,33	1,33	1,33	1,33
SE2	1,32E-02	1,47E-06	9,47E-03	6,25E-03	6,40E-03	6,52E-03	1,92E-02	1,41E-02	1,05E-02
SE3	2,45E-02	2,15E-02	1,90E-02	8,97E-03	2,86E-03	4,77E-04	1,11E-02	8,17E-03	6,09E-03
SE4	3,14E-02	3,47E-02	3,76E-02	3,58E-02	8,33E-02	1,33E-01	7,98E-02	7,57E-02	7,24E-02
SE5	4,71E-03	2,75E-03	1,47E-03	1,54E-02	7,00E-03	5,91E-02	6,60E-04	8,56E-03	3,61E-02
SE6	2,49E-05	1,32E-04	6,62E-04	8,20E-03	1,00E-02	1,16E-02	6,55E-03	2,23E-03	3,79E-04
SE7	1,52E-01	1,80E-01	2,06E-01	1,65E-01	2,76E-01	3,79E-01	2,65E-01	2,84E-01	3,00E-01
SE8	9,40E-03	2,63E-03	1,38E-04	5,75E-03	6,72E-03	4,12E-02	4,66E-03	8,54E-03	1,26E-02
MSE	0,03	0,03	0,04	0,04	0,06	0,09	0,06	0,06	0,06
√MSE	0,18	0,19	0,20	0,19	0,24	0,30	0,24	0,24	0,25
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$									
diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	50	54	58	50	60	70	40	43	46
c1/c3-4	0,55	0,57	0,59	0,29	0,47	0,60	0,39	0,43	0,47
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8									
lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9									
appauvrissement ?	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi	pas d'appauvri ssement d'établi
écart à la moyenne 1	2012	2242	2483	3469	3304	3142	1512	1738	1979
écart à la moyenne 2	1985	1483	1055	820	1183	1613	325	459	617
écart à la moyenne 3	537	676	829	748	1361	2156	401	544	707
écart à la moyenne 4	465	512	561	386	219	99	89	123	163

écart à la moyenne 5	43	31	20	52	96	716	0	58	233
écart à la moyenne 6	2	0	2	107	128	152	41	22	8
écart à la moyenne 7	1926	1958	1990	2118	1631	1208	710	788	869
écart à la moyenne 8	6758	7156	7565	7288	6732	6197	2846	3270	3723
écart type	41,4	41,9	42,6	43,3	42,8	43,7	27,2	29,6	32,2
écart type/moyenne	0,57	0,54	0,51	0,59	0,50	0,44	0,50	0,49	0,49
Dissolution si écart type du pH <0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25									
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié									
non identifié ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	42,5	48,9	55,4	48,0	57,2	66,3	38,4	41,6	44,7
c1/c2-4	0,64	0,63	0,61	0,30	0,50	0,64	0,40	0,44	0,48
lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8									
lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,94	0,94	0,93	1,27	1,02	0,88	1,12	0,96	0,85
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9									
appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Chlorures									
µg/l fraction	BCR 0/20-20% sédiment			BCR 0/12,5 - 20% sédiment			BCR 0/12,5 Témoin		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	22340	3078	11,3	28882	7685	11,2	2139	106	11,0
2	14611	1661	11,3	18785	2509	11,4	1721	147	11,2
3	14339	1811	11,2	15564	714	11,2	1505	102	11,0
4	13532	1208	11,4	16266	1198	11,5	1614	193	11,2
5	23690	1206	11,6	25583	1079	11,7	2560	403	11,5
6	19243	783	11,3	21143	1168	11,5	2288	81	11,1
7	31485	1953	11,9	30497	2020	12,0	3946	256	11,7
8	21118	1179	11,1	19947	2007	11,2	2976	187	11,0
fraction	moyenne pH	11,4	écart moyenne pH	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH	moyenne pH	11,2	écart moyenne pH
1			6,20E-03			5,66E-02			4,24E-02
2	écart type pH	0,27	1,04E-02	écart type pH	0,28	5,08E-03	écart type pH	0,26	8,51E-04
3			3,32E-02			4,60E-02			4,10E-02
4	moyenne pH 2-8	11,4	1,03E-03	moyenne pH 2-8	11,5	1,46E-04	moyenne pH 2-8	11,2	1,28E-03
5			4,75E-02			7,59E-02			8,08E-02
6			3,45E-03			1,50E-03			2,03E-02
7	abs (pH1-pH2-8)	0,09	3,00E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,27	2,52E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,24	2,54E-01
8			9,74E-02			9,28E-02			2,98E-02
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	19262	22340	25418	21198	28882	36567	2033	2139	2244
2	12950	14611	16272	16276	18785	21294	1574	1721	1869
3	12528	14339	16150	14850	15564	16279	1402	1505	1607
4	12324	13532	14740	15068	16266	17465	1421	1614	1808
5	22484	23690	24895	24503	25583	26662	2158	2560	2963
6	18460	19243	20026	19975	21143	22311	2207	2288	2369
7	29532	31485	33438	28478	30497	32517	3690	3946	4202
8	19939	21118	22297	17940	19947	21955	2790	2976	3163
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	18435	20045	21655	19786	22084	24381	2159	2344	2528
c2-8	18317	19717	21117	19584	21112	22640	2177	2373	2569
c2-7	18046	19483	20920	19858	21306	22755	2075	2272	2470
c8/c7	0,68	0,67	0,67	0,63	0,65	0,68	0,76	0,75	0,75
SE2	2,98E-02	4,20E-02	5,42E-02	7,54E-02	1,13E-01	1,53E-01	4,55E-02	4,51E-02	4,48E-02

SE3	2,23E-02	3,65E-02	5,15E-02	4,11E-02	3,44E-02	2,90E-02	1,71E-02	1,37E-02	1,12E-02
SE4	1,90E-02	2,24E-02	2,55E-02	4,57E-02	4,77E-02	4,95E-02	1,95E-02	2,73E-02	3,49E-02
SE5	2,40E-02	1,56E-02	9,80E-03	2,04E-02	1,20E-02	6,52E-03	2,63E-03	1,28E-03	1,18E-02
SE6	4,63E-03	1,07E-02	1,79E-02	7,24E-03	9,73E-03	1,22E-02	7,62E-04	7,09E-03	1,74E-02
SE7	2,98E-01	3,20E-01	3,41E-01	5,59E-01	5,63E-01	5,67E-01	1,63E-01	1,98E-01	2,31E-01
SE8	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
MSE	0,07	0,07	0,08	0,12	0,13	0,14	0,04	0,05	0,06
√MSE	0,26	0,27	0,29	0,35	0,36	0,37	0,20	0,22	0,24
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$									
diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	12426	13936	15445	14959	15915	16872	1412	1559	1707
c1/c3-4	1,55	1,60	1,65	1,42	1,81	2,17	1,44	1,37	1,31
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8									
lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	lessivage précédant la diffusion établi	lessivage précédant la diffusion établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9									
appauvrissement ?	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi
écart à la moyenne 1	684049	5268058	14163010	1992668	46222718	148494679	15891	41955	80429
écart à la moyenne 2	30088176	29525911	28968948	12318734	10880130	9530822	342804	387377	434673
écart à la moyenne 3	34890812	32552825	30295911	24366824	42503500	65653186	573075	703858	848072
écart à la moyenne 4	37339946	42417107	47817797	22260538	33841803	47839829	545422	532213	519166
écart à la moyenne 5	16394327	13285235	10502736	22253507	12243438	5201878	3	46961	189234
écart à la moyenne 6	653	642469	2652464	35927	883859	4284153	2259	3109	25298
écart à la moyenne 7	123146755	130877223	138842999	75545025	70792521	66194402	2343736	2567592	2801657
écart à la moyenne 8	2261974	1152170	413188	3407719	4563083	5886806	397207	399935	402672
écart type	5531,8	5653,8	5848,7	4502,5	5267,0	6643,5	726,3	765,1	814,0
écart type/moyenne	0,30	0,28	0,27	0,23	0,24	0,27	0,34	0,33	0,32
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25									
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié									
non identifié ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	12600,6	14160,7	15720,8	15397,9	16871,8	18345,7	1465,6	1613,4	1761,2
c1/c2-4	1,53	1,58	1,62	1,38	1,71	1,99	1,39	1,33	1,27
lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8									
lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,82	0,81	0,80	0,82	0,83	0,84	1,02	0,89	0,80
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9									
appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Sulfates									
µg/l fraction	BCR 0/20 - 20% sédiment			BCR 0/12,5 - 20% sédiment			BCR 0/12,5 Témoin		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	6723	270	11,3	6232	1879	11,2	3502	105	11,0
2	3646	1658	11,3	5412	996	11,4	2508	124	11,2
3	5220	200	11,2	2747	822	11,2	1773	789	11,0
4	3848	158	11,4	4930	920	11,5	1849	276	11,2
5	5483	659	11,6	5576	2864	11,7	2456	602	11,5
6	4668	283	11,3	5642	1544	11,5	2194	687	11,1
7	6279	551	11,9	6233	1022	12,0	2762	117	11,7

8	5994	768	11,1	6108	794	11,2	2676	32	11,0	
fraction 1 2 3 4 5 6 7 8	moyenne pH	11,4	écart moyenn e pH 6,20E-03	moyenne pH	11,5	écart moyenn e pH 5,66E-02	moyenne pH	11,2	écart moyenne pH 4,24E-02	
	écart type pH	0,27	1,04E-02 3,32E-02	écart type pH	0,28	5,08E-03 4,60E-02	écart type pH	0,26	8,51E-04 4,10E-02	
	moyenne pH 2-8	11,4	1,03E-03 4,75E-02	moyenne pH 2-8	11,5	1,46E-04 7,59E-02	moyenne pH 2-8	11,2	1,28E-03 8,08E-02	
	abs (pH1-pH2-8)	0,09	3,45E-03 3,00E-01 9,74E-02	abs (pH1- pH2-8)	0,27	1,50E-03 2,52E-01 9,28E-02	abs (pH1- pH2-8)	0,24	2,03E-02 2,54E-01 2,98E-02	
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	
	1	6453	6723	6993	4353	6232	8111	3397	3502	3608
	2	1988	3646	5303	4416	5412	6408	2384	2508	2632
	3	5020	5220	5419	1926	2747	3569	985	1773	2562
4	3690	3848	4006	4011	4930	5850	1573	1849	2124	
5	4824	5483	6141	2711	5576	8440	1854	2456	3057	
6	4384	4668	4951	4098	5642	7186	1507	2194	2880	
7	5728	6279	6830	5210	6233	7255	2645	2762	2878	
8	5225	5994	6762	5315	6108	6902	2644	2676	2709	
c1-8	4664	5233	5801	4005	5360	6715	2124	2465	2806	
c2-8	4409	5020	5630	3955	5236	6516	1942	2317	2692	
c2-7	4273	4857	5442	3729	5090	6451	1825	2257	2689	
c8/c7	0,91	0,95	0,99	1,02	0,98	0,95	1,00	0,97	0,94	
SE2	2,56E-04	6,73E-02	2,26E-01	4,22E-01	3,21E-01	2,67E-01	5,79E-01	3,79E-01	2,61E-01	
SE3	4,51E-01	3,28E-01	2,46E-01	3,93E-04	3,34E-03	6,52E-03	1,61E-03	8,90E-02	2,35E-01	
SE4	1,37E-01	8,98E-02	5,98E-02	2,99E-01	2,25E-01	1,86E-01	1,18E-01	1,10E-01	1,04E-01	
SE5	2,60E-02	2,54E-02	2,49E-02	6,13E-02	1,74E-02	1,31E-01	4,80E-04	1,61E-02	4,11E-02	
SE6	3,78E-03	9,45E-06	2,87E-03	1,06E-02	2,09E-02	2,89E-02	2,46E-02	1,93E-04	1,88E-02	
SE7	3,22E-01	3,80E-01	4,28E-01	3,02E-01	4,58E-01	5,68E-01	2,55E-01	4,56E-01	6,36E-01	
SE8	4,65E-01	4,53E-01	4,44E-01	2,74E-01	4,90E-01	6,52E-01	2,55E-01	5,07E-01	7,41E-01	
MSE	0,20	0,19	0,20	0,20	0,22	0,26	0,18	0,22	0,29	
√MSE	0,45	0,44	0,45	0,44	0,47	0,51	0,42	0,47	0,54	
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$										
diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	
c3-4	4355	4534	4713	2968	3839	4710	1279	1811	2343	
c1/c3-4	1,48	1,48	1,48	1,47	1,62	1,72	2,66	1,93	1,54	
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et $C1/C3-4 > 1,8$										
lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et $c8/c7 < 0,9$										
appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	
écart à la moyenne 1	3200231	2221590	1421057	121242	760682	1949217	1621087	1075888	642051	
écart à la	7160512	2517405	247360	169248	2691	94652	67985	1879	30290	

moyenne 2									
écart à la moyenne 3	126756	161	145488	4323988	6826528	9897975	1297251	478472	59763
écart à la moyenne 4	948755	1916656	3221401	31	184639	748176	303049	379805	465217
écart à la moyenne 5	25544	62583	115945	1673697	46471	2975129	72609	86	62981
écart à la moyenne 6	78356	318848	721500	8612	79451	221788	379962	73558	5473
écart à la moyenne 7	1132322	1095651	1059583	1453345	761729	291594	271621	87962	5183
écart à la moyenne 8	314717	579172	923657	1715088	559809	34892	270616	44641	9534
écart type	1274,1	1043,6	991,0	1087,7	1073,7	1423,6	731,8	517,5	400,1
écart type/moyenne	0,27	0,20	0,17	0,27	0,20	0,21	0,34	0,21	0,14
Dissolution si écart type du pH <0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25									
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié									
non identifié ?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	3566,3	4237,9	4909,5	3450,8	4363,2	5275,7	1647,3	2043,4	2439,5
c1/c2-4	1,81	1,59	1,42	1,26	1,43	1,54	2,06	1,71	1,48
lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8									
lessivage ?	lessivage de surface	pas de lessivage de surface	pas de lessivage de surface	pas de lessivage de surface	pas de lessivage de surface	pas de lessivage de surface	lessivage de surface	pas de lessivage de surface	pas de lessivage de surface
c6/c5	0,91	0,85	0,81	1,51	1,01	0,85	0,81	0,89	0,94
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9									
appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable

Annexe V-3

		Baryum					
µg/l Fraction	C0-A			C12,5-A			
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	
1	1,5	1,5	11,3	2,9	1,9	10,9	
2	6,3	6,3	11,8	7,3	0,8	11,0	
3	15,7	10,2	11,9	14,0	4,6	11,2	
4	19,6	13,4	11,9	22,0	5,2	11,4	
5	51,2	23,7	12,2	43,3	10,0	11,6	
6	58,4	35,1	12,2	61,6	8,4	11,8	
7	114,4	42,5	12,6	101,7	12,7	11,8	
8	119,6	12,1	12,1	124,2	11,1	11,6	
Fraction	moyenne pH	12,0	écart moyenne pH	moyenne pH	11,4	écart moyenne pH	
1			5,41E-01			2,74E-01	
2	écart type pH	0,39	4,87E-02	écart type pH	0,34	1,74E-01	
3			1,58E-02			2,89E-02	
4			2,56E-03			1,78E-04	
5	moyenne pH 2-8	12,1	3,04E-02	moyenne pH 2-8	11,5	3,12E-02	
6			6,73E-02			1,27E-01	
7	abs (pH1-pH2-8)	0,84	3,30E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,60	1,60E-01	
8			1,55E-02			3,61E-02	
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	
1	0,0	1,5	3,0	1,0	2,9	4,7	
2	0,0	6,3	12,5	6,5	7,3	8,0	
3	5,5	15,7	25,9	9,3	14,0	18,6	
4	6,1	19,6	33,0	16,7	22,0	27,2	
5	27,5	51,2	74,9	33,3	43,3	53,3	
6	23,4	58,4	93,5	53,2	61,6	69,9	
7	71,9	114,4	156,9	89,1	101,7	114,4	
8	107,5	119,6	131,6	113,0	124,2	135,3	
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	
c1-8	30,2	48,3	66,4	40,3	47,1	53,9	
c2-8	34,6	55,0	75,5	45,9	53,4	61,0	
c2-7	22,4	44,3	66,1	34,7	41,6	48,6	
c8/c7	1,50	1,05	0,84	1,27	1,22	1,18	
SE2	2,18E-01	1,25E-01	1,27E-01	1,06E-01	1,10E-01	1,13E-01	
SE3	9,53E-02	3,30E-02	2,33E-02	6,94E-02	4,23E-02	2,62E-02	
SE4	8,35E-02	1,24E-02	2,15E-03	1,05E-02	3,11E-03	4,31E-04	
SE5	1,90E-02	5,55E-06	1,78E-03	4,26E-02	1,50E-02	3,53E-03	
SE6	6,60E-02	1,67E-02	1,04E-01	5,09E-02	4,81E-02	4,60E-02	
SE7	4,57E-02	4,50E-02	3,63E-02	5,52E-03	1,40E-03	9,10E-05	
SE8	1,55E+00	9,40E-02	0,00E+00	3,56E-01	2,09E-01	1,24E-01	
MSE	0,30	0,05	0,05	0,09	0,06	0,04	
√MSE	0,54	0,22	0,22	0,30	0,25	0,21	
Diffusion si √MSE < 0,4							
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	
c3-4	5,8	17,6	29,5	13,0	18,0	22,9	
c1/c3-4	0,00	0,08	0,10	0,08	0,16	0,21	
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8							
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9							
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas d'appauvrissement d'établi	appauvrissement établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	
écart à la moyenne 1	914	2194	4026	1542	1956	2420	
écart à la moyenne 2	914	1770	2905	1140	1587	2108	
écart à la moyenne 3	613	1064	1638	957	1098	1249	
écart à la moyenne 4	580	827	1119	554	632	714	
écart à la moyenne 5	8	8	73	48	14	0	
écart à la moyenne 6	47	102	734	166	209	257	
écart à la moyenne 7	1736	4363	8181	2381	2984	3655	
écart à la moyenne 8	5974	5078	4254	5294	5939	6622	
écart type	36,7	43,9	53,5	38,9	42,5	46,1	
écart type/ moyenne	1,21	0,91	0,81	0,96	0,90	0,86	
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25							
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié							
Non identifié ?	mécanisme non identifié	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	
c2-4	3,9	13,8	23,8	10,9	14,4	17,9	
c1/c2-4	0,00	0,11	0,12	0,09	0,20	0,26	
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8							
Lessivage ?	pas de pH stable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	
c6/c5	0,85	1,14	1,25	1,59	1,42	1,31	
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9							
Appauvrissement ?	pH instable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	

Baryum						
µg/l Fraction	C25-A			C50-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	2,1	1,3	11,0	49,4	31,2	11,8
2	6,5	2,9	11,2	84,0	7,9	11,8
3	12,6	5,7	11,4	91,6	5,3	12,0
4	19,8	7,6	11,4	97,3	5,4	12,1
5	40,2	11,4	11,7	139,4	9,0	12,3
6	53,4	13,0	11,8	135,9	0,5	12,3
7	96,5	16,9	11,8	193,0	2,0	12,5
8	116,8	13,3	11,8	179,4	15,3	12,2
Fraction	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH	moyenne pH	12,1	écart moyenne pH
1			2,39E-01			1,39E-01
2	écart type pH	0,30	1,06E-01	écart type pH	0,26	8,85E-02
3			2,03E-02			8,56E-03
4	moyenne pH 2-8	11,6	2,76E-03	moyenne pH 2-8	12,2	5,63E-05
5			3,03E-02			1,63E-02
6	abs (pH1-pH2-8)	0,56	6,80E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,43	2,81E-02
7			1,05E-01			1,74E-01
8			6,29E-02			3,31E-03
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	0,9	2,1	3,4	18,3	49,4	80,6
2	3,6	6,5	9,4	76,1	84,0	91,8
3	6,9	12,6	18,3	86,3	91,6	96,9
4	12,2	19,8	27,3	91,9	97,3	102,8
5	28,9	40,2	51,6	130,4	139,4	148,4
6	40,4	53,4	66,5	135,4	135,9	136,3
7	79,5	96,5	113,4	191,0	193,0	195,0
8	103,4	116,8	130,1	164,1	179,4	194,7
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	34,5	43,5	52,5	111,7	121,2	130,8
c2-8	39,3	49,4	59,5	125,0	131,5	138,0
c2-7	28,6	38,2	47,7	118,5	123,5	128,5
c8/c7	1,30	1,21	1,15	0,86	0,93	1,00
SE2	1,41E-01	1,13E-01	9,58E-02	9,43E-03	2,94E-02	3,93E-02
SE3	8,52E-02	4,50E-02	2,55E-02	3,37E-02	5,27E-02	5,52E-02
SE4	2,42E-02	4,41E-03	5,60E-05	5,29E-02	7,45E-02	7,71E-02
SE5	3,92E-02	1,40E-02	4,37E-03	8,44E-05	1,61E-02	2,03E-02
SE6	9,18E-03	2,22E-02	3,39E-02	2,64E-03	1,00E-02	3,01E-03
SE7	2,49E-02	7,35E-03	1,45E-03	3,25E-01	1,59E-01	2,06E-01
SE8	5,87E-01	2,47E-01	1,02E-01	0,00E+00	2,53E-01	2,08E-01
MSE	0,13	0,06	0,04	0,07	0,08	0,09
√MSE	0,36	0,25	0,19	0,27	0,29	0,29
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	9,6	16,2	22,8	89,1	94,5	99,8
c1/c3-4	0,09	0,13	0,15	0,20	0,52	0,81
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	appauvrissement établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	1131	1710	2409	8728	5156	2519
écart à la moyenne 2	953	1369	1859	1267	1391	1522
écart à la moyenne 3	762	955	1170	642	878	1152
écart à la moyenne 4	495	562	632	393	573	787
écart à la moyenne 5	31	11	1	350	329	310
écart à la moyenne 6	35	99	196	562	213	30
écart à la moyenne 7	2031	2805	3705	6291	5152	4126
écart à la moyenne 8	4755	5371	6024	2750	3383	4081
écart type	35,7	40,1	44,7	51,2	46,2	42,6
écart type/ moyenne	1,04	0,92	0,85	0,46	0,38	0,33
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	7,6	13,0	18,3	84,8	91,0	97,1
c1/c2-4	0,11	0,16	0,19	0,22	0,54	0,83
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,40	1,33	1,29	1,04	0,97	0,92
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Baryum						
µg/l Fraction	C50-B			C75-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	50,8	27,4	11,8	2,2	0,4	11,4
2	72,8	9,5	11,9	5,1	1,2	11,3
3	82,6	0,1	12,0	9,8	1,0	11,5
4	86,8	0,7	12,1	13,6	7,0	11,5
5	118,7	7,3	12,2	40,0	2,4	11,7
6	122,9	8,0	12,3	57,4	1,8	11,7
7	166,2	17,6	12,5	85,1	3,1	11,7
8	143,8	20,0	12,2	82,6	5,1	11,4
Fraction	moyenne pH	12,1	écart moyenne pH	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH
1			1,26E-01			2,15E-02
2	écart type pH	0,24	6,25E-02	écart type pH	0,18	6,08E-02
3			1,00E-02			4,01E-03
4	moyenne pH 2-8	12,2	2,50E-05	moyenne pH 2-8	11,5	1,34E-03
5			1,00E-02			3,74E-02
6	abs (pH1-pH2-8)	0,41	2,10E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,17	5,29E-02
7			1,60E-01			3,12E-02
8			3,03E-03			1,14E-02
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	23,4	50,8	78,2	1,7	2,2	2,6
2	63,4	72,8	82,3	3,8	5,1	6,3
3	82,5	82,6	82,7	8,7	9,8	10,8
4	86,2	86,8	87,5	6,6	13,6	20,6
5	111,4	118,7	126,0	37,7	40,0	42,4
6	114,9	122,9	130,8	55,5	57,4	59,2
7	148,6	166,2	183,8	81,9	85,1	88,2
8	123,8	143,8	163,8	77,5	82,6	87,6
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	94,3	105,6	116,9	34,2	37,0	39,7
c2-8	104,4	113,4	122,4	38,8	41,9	45,0
c2-7	101,1	108,3	115,5	32,4	35,2	37,9
c8/c7	0,83	0,87	0,89	0,95	0,97	0,99
SE2	6,64E-03	1,62E-02	2,80E-02	1,36E-01	1,20E-01	1,07E-01
SE3	7,33E-02	4,73E-02	2,92E-02	5,86E-02	5,49E-02	5,18E-02
SE4	9,41E-02	6,59E-02	4,53E-02	8,79E-02	2,04E-02	1,11E-04
SE5	9,97E-05	2,19E-05	1,52E-09	1,34E-03	4,81E-04	8,64E-05
SE6	2,01E-03	1,86E-03	1,73E-03	2,47E-01	1,90E-01	1,46E-01
SE7	5,08E-01	4,20E-01	3,50E-01	5,90E-02	2,63E-02	8,52E-03
SE8	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	1,66E-02	1,05E-02	6,29E-03
MSE	0,11	0,09	0,08	0,09	0,06	0,05
√MSE	0,34	0,30	0,28	0,29	0,25	0,21
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	84,3	84,7	85,1	7,7	11,7	15,7
c1/c3-4	0,28	0,60	0,92	0,23	0,19	0,17
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	5018	2999	1497	1054	1211	1378
écart à la moyenne 2	955	1073	1198	922	1016	1115
écart à la moyenne 3	138	528	1170	648	740	838
écart à la moyenne 4	66	351	862	760	546	367
écart à la moyenne 5	292	172	84	12	9	7
écart à la moyenne 6	425	299	195	456	417	381
écart à la moyenne 7	2951	3671	4470	2280	2316	2352
écart à la moyenne 8	873	1461	2201	1877	2081	2296
écart type	36,6	36,3	38,2	31,6	32,3	33,0
écart type/ moyenne	0,39	0,34	0,33	0,93	0,87	0,83
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	77,3	80,8	84,2	6,4	9,5	12,6
c1/c2-4	0,30	0,63	0,93	0,27	0,23	0,21
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,03	1,04	1,04	1,48	1,43	1,40
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

		Baryum					
µg/l Fraction	C75-B			C100-B			
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	
1	1,0	0,5	11,1	2,2	0,3	11,1	
2	3,0	1,4	11,1	6,1	4,2	11,0	
3	4,1	0,7	11,3	9,5	6,7	11,1	
4	6,9	0,2	11,3	12,4	10,9	11,0	
5	14,2	2,1	11,6	53,4	0,0	11,7	
6	19,1	3,4	11,6	66,1	0,0	11,7	
7	31,8	8,0	11,5	94,6	0,0	11,7	
8	36,2	11,6	11,3	79,6	0,0	11,3	
Fraction	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH	
1			8,33E-02			3,45E-02	
2	écart type pH	0,21	6,51E-02	écart type pH	0,31	9,35E-02	
3			6,70E-03			6,38E-02	
4	moyenne pH 2-8	11,4	6,35E-04	moyenne pH 2-8	11,3	9,77E-02	
5			5,51E-02			1,33E-01	
6	abs (pH1-pH2-8)	0,33	7,55E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,21	1,48E-01	
7			3,17E-02			1,12E-01	
8			1,36E-03			6,67E-04	
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	
1	0,5	1,0	1,4	1,9	2,2	2,4	
2	1,7	3,0	4,4	1,9	6,1	10,3	
3	3,4	4,1	4,9	2,8	9,5	16,2	
4	6,7	6,9	7,2	1,5	12,4	23,3	
5	12,1	14,2	16,3	53,4	53,4	53,4	
6	15,7	19,1	22,4	66,1	66,1	66,1	
7	23,8	31,8	39,8	94,6	94,6	94,6	
8	24,6	36,2	47,7	79,6	79,6	79,6	
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	
c2-8	11,1	14,5	18,0	37,7	40,5	43,2	
c2-7	12,6	16,5	20,4	42,9	46,0	49,1	
c8/c7	10,6	13,2	15,8	36,7	40,4	44,0	
SE2	1,04	1,14	1,20	0,84	0,84	0,84	
SE3	1,12E-01	8,10E-02	6,41E-02	2,42E-01	1,55E-01	9,71E-02	
SE4	3,94E-02	4,72E-02	5,24E-02	2,20E-01	9,57E-02	3,10E-02	
SE5	4,59E-03	2,08E-03	1,34E-02	2,54E-01	5,66E-02	2,54E-04	
SE6	9,54E-04	5,05E-03	1,79E-02	1,32E-01	5,40E-02	1,52E-02	
SE7	9,98E-02	5,04E-02	2,83E-02	5,02E-01	2,99E-01	1,70E-01	
SE8	6,56E-04	3,94E-03	7,35E-03	1,55E-01	2,64E-02	9,53E-04	
MSE	8,59E-03	1,09E-01	2,27E-01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	
√MSE	0,04	0,04	0,06	0,25	0,11	0,05	
	0,20	0,21	0,24	0,50	0,34	0,23	
Diffusion si √MSE < 0,4							
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie	
c3-4	5,0	5,5	6,0	2,2	11,0	19,8	
c1/c3-4	0,10	0,17	0,24	0,86	0,20	0,12	
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8							
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9							
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie	appauvrissement établi	appauvrissement établi	
écart à la moyenne 1	112	184	274	1287	1470	1665	
écart à la moyenne 2	88	133	186	1281	1182	1088	
écart à la moyenne 3	59	108	173	1220	959	730	
écart à la moyenne 4	19	58	118	1311	789	399	
écart à la moyenne 5	1	0	3	246	167	104	
écart à la moyenne 6	22	21	20	806	657	524	
écart à la moyenne 7	162	297	474	3238	2932	2641	
écart à la moyenne 8	184	469	884	1749	1526	1318	
écart type	9,0	12,6	16,3	37,3	34,8	32,5	
écart type/ moyenne	0,81	0,87	0,91	0,99	0,86	0,75	
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25							
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié							
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié	diffusion établie	diffusion établie	
c2-4	3,9	4,7	5,5	2,1	9,3	16,6	
c1/c2-4	0,12	0,21	0,26	0,89	0,23	0,15	
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8							
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pas de lessivage de surface	mécanisme identifié	mécanisme identifié	
c6/c5	1,30	1,34	1,38	1,24	1,24	1,24	
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9							
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pH instable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	

Vanadium						
µg/l Fraction	C0-A			C12,5-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	1,1	0,7	11,3	3,0	0,2	10,9
2	0,4	0,4	11,8	2,1	0,5	11,0
3	0,4	0,4	11,9	2,1	0,7	11,2
4	0,4	0,4	11,9	2,5	0,3	11,4
5	1,5	0,4	12,2	3,4	0,6	11,6
6	1,6	0,2	12,2	3,6	0,7	11,8
7	3,2	0,3	12,6	5,2	0,8	11,8
8	4,0	0,2	12,1	5,4	0,4	11,6
Fraction	moyenne pH	12,0	écart moyenne pH	moyenne pH	11,4	écart moyenne pH
1			5,41E-01			2,74E-01
2	écart type pH	0,39	4,87E-02	écart type pH	0,34	1,74E-01
3			1,58E-02			2,89E-02
4			2,56E-03			1,78E-04
5	moyenne pH 2-8	12,1	3,04E-02	moyenne pH 2-8	11,5	3,12E-02
6			6,73E-02			1,27E-01
7	abs (pH1-pH2-8)	0,84	3,30E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,60	1,60E-01
8			1,55E-02			3,61E-02
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	0,4	1,1	1,8	2,8	3,0	3,2
2	0,0	0,4	0,9	1,6	2,1	2,6
3	0,0	0,4	0,9	1,5	2,1	2,8
4	0,0	0,4	0,9	2,2	2,5	2,9
5	1,1	1,5	2,0	2,8	3,4	4,1
6	1,3	1,6	1,8	2,9	3,6	4,4
7	2,9	3,2	3,5	4,4	5,2	6,0
8	3,8	4,0	4,2	5,0	5,4	5,8
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c2-8	1,2	1,6	2,0	2,9	3,4	4,0
c2-7	1,3	1,7	2,0	2,9	3,5	4,1
c8/c7	0,9	1,3	1,7	2,6	3,2	3,8
SE2	1,31	1,25	1,20	1,13	1,03	0,96
SE3	2,18E-01	4,29E-02	1,53E-03	6,54E-03	1,68E-02	2,71E-02
SE4	2,18E-01	4,29E-02	1,53E-03	1,37E-03	2,23E-02	5,29E-02
SE5	2,18E-01	4,29E-02	1,53E-03	8,46E-02	6,83E-02	5,76E-02
SE6	1,01E-02	2,48E-04	1,53E-03	4,88E-04	2,26E-03	4,33E-03
SE7	5,14E-03	3,19E-05	1,37E-03	5,75E-03	1,26E-02	1,91E-02
SE8	1,36E-01	5,55E-03	1,34E-02	1,23E-01	1,39E-01	1,52E-01
MSE	1,12E+00	3,09E-01	5,31E-02	2,47E-02	1,07E-01	2,02E-01
√MSE	0,28	0,06	0,01	0,04	0,05	0,07
	0,52	0,25	0,10	0,19	0,23	0,27
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	0,0	0,4	0,9	1,8	2,3	2,9
c1/c3-4	#DIV/0!	2,55	2,05	1,53	1,27	1,11
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	lessivage précédant la diffusion établi	lessivage précédant la diffusion établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	1	0	0	0	0	1
écart à la moyenne 2	1	1	1	2	2	2
écart à la moyenne 3	1	1	1	2	2	1
écart à la moyenne 4	1	1	1	0	1	1
écart à la moyenne 5	0	0	0	0	0	0
écart à la moyenne 6	0	0	0	0	0	0
écart à la moyenne 7	3	3	2	2	3	4
écart à la moyenne 8	7	6	5	4	4	3
écart type	1,4	1,3	1,2	1,2	1,2	1,3
écart type/ moyenne	1,14	0,80	0,60	0,40	0,35	0,32
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	mécanisme non identifié	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	0,0	0,4	0,9	1,8	2,3	2,8
c1/c2-4	#DIV/0!	2,55	2,05	1,60	1,32	1,15
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	pas de pH stable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,21	1,02	0,92	1,06	1,07	1,07
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	pH instable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

µg/l Fraction	C25-A			C50-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	3,5	0,2	11,0	0,5	0,5	11,8
2	2,7	0,4	11,2	0,5	0,5	11,8
3	2,8	0,6	11,4	0,5	0,5	12,0
4	2,9	0,7	11,4	1,5	0,9	12,1
5	4,0	0,7	11,7	2,4	0,7	12,3
6	4,3	0,4	11,8	2,9	0,7	12,3
7	6,1	0,6	11,8	4,2	0,2	12,5
8	5,8	0,3	11,8	4,8	0,4	12,2
Fraction	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH	moyenne pH	12,1	écart moyenne pH
1			2,39E-01			1,39E-01
2	écart type pH	0,30	1,06E-01	écart type pH	0,26	8,85E-02
3			2,03E-02			8,56E-03
4	moyenne pH 2-8	11,6	2,76E-03	moyenne pH 2-8	12,2	5,63E-05
5			3,03E-02			1,63E-02
6	abs (pH1-pH2-8)	0,56	6,80E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,43	2,81E-02
7			1,05E-01			1,74E-01
8			6,29E-02			3,31E-03
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	3,2	3,5	3,7	0,0	0,5	1,1
2	2,3	2,7	3,1	0,0	0,5	1,1
3	2,3	2,8	3,4	0,0	0,5	1,1
4	2,3	2,9	3,6	0,7	1,5	2,4
5	3,3	4,0	4,7	1,7	2,4	3,1
6	3,9	4,3	4,7	2,1	2,9	3,6
7	5,4	6,1	6,7	4,0	4,2	4,4
8	5,6	5,8	6,1	4,3	4,8	5,2
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c2-8	3,5	4,0	4,5	1,6	2,2	2,7
c2-7	3,6	4,1	4,6	1,8	2,4	3,0
c8/c7	3,3	3,8	4,4	1,4	2,0	2,6
SE2	1,03	0,97	0,92	1,08	1,13	1,17
SE3	3,14E-02	3,90E-02	4,54E-02	2,18E-01	5,74E-02	1,00E-02
SE4	2,96E-02	5,15E-02	7,26E-02	2,18E-01	5,74E-02	1,00E-02
SE5	2,67E-02	6,09E-02	9,71E-02	9,32E-03	2,85E-02	1,10E-01
SE6	5,79E-04	1,30E-03	6,85E-03	5,75E-04	3,35E-03	1,17E-02
SE7	2,74E-02	1,50E-02	7,99E-03	5,32E-02	6,54E-02	7,34E-02
SE8	1,21E-01	1,52E-01	1,79E-01	1,03E-01	1,37E-02	1,48E-01
MSE	9,44E-02	1,94E-01	2,97E-01	2,52E-01	1,27E-02	1,59E-02
√MSE	0,05	0,07	0,10	0,12	0,03	0,05
	0,22	0,27	0,32	0,35	0,18	0,23
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	2,3	2,9	3,5	0,3	1,0	1,7
c1/c3-4	1,41	1,20	1,06	0,00	0,53	0,63
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établie	pas d'appauvrissement d'établie	pas d'appauvrissement d'établie	pas d'appauvrissement d'établie	pas d'appauvrissement d'établie	pas d'appauvrissement d'établie
écart à la moyenne 1	0	0	1	3	3	3
écart à la moyenne 2	2	2	2	3	3	3
écart à la moyenne 3	2	1	1	3	3	3
écart à la moyenne 4	2	1	1	1	0	0
écart à la moyenne 5	0	0	0	0	0	0
écart à la moyenne 6	0	0	0	0	0	1
écart à la moyenne 7	4	4	5	6	4	3
écart à la moyenne 8	4	3	3	7	7	6
écart type	1,3	1,2	1,2	1,7	1,6	1,5
écart type/ moyenne	0,36	0,31	0,27	1,04	0,72	0,55
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	2,3	2,8	3,4	0,2	0,9	1,5
c1/c2-4	1,40	1,22	1,10	0,00	0,63	0,72
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,21	1,09	1,01	1,28	1,20	1,16
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

µg/l Fraction	C50-B			C75-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	0,5	0,5	11,8	4,8	0,4	11,4
2	0,5	0,5	11,9	3,4	0,6	11,3
3	0,5	0,5	12,0	3,5	0,7	11,5
4	1,5	0,2	12,1	4,0	1,1	11,5
5	3,0	0,1	12,2	5,1	0,6	11,7
6	3,9	1,0	12,3	5,0	0,7	11,7
7	5,7	0,3	12,5	5,9	0,5	11,7
8	5,5	0,1	12,2	6,2	0,6	11,4
Fraction	moyenne pH	12,1	écart moyenne pH 1,26E-01	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH 2,15E-02
1	écart type pH	0,24		6,25E-02	écart type pH	
2			1,00E-02			4,01E-03
3			2,50E-05			1,34E-03
4	moyenne pH 2-8	12,2	1,00E-02	moyenne pH 2-8	11,5	3,74E-02
5			2,10E-02			5,29E-02
6	abs (pH1-pH2-8)	0,41	1,60E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,17	3,12E-02
7			3,03E-03			1,14E-02
8						
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	0,0	0,5	1,1	4,4	4,8	5,2
2	0,0	0,5	1,1	2,9	3,4	4,0
3	0,0	0,5	1,1	2,9	3,5	4,2
4	1,3	1,5	1,7	2,9	4,0	5,2
5	2,9	3,0	3,0	4,5	5,1	5,8
6	2,9	3,9	4,9	4,3	5,0	5,7
7	5,4	5,7	6,1	5,4	5,9	6,4
8	5,5	5,5	5,6	5,6	6,2	6,8
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	2,3	2,7	3,1	4,1	4,8	5,4
c2-8	2,6	3,0	3,4	4,1	4,7	5,4
c2-7	2,1	2,5	3,0	3,8	4,5	5,2
c8/c7	1,01	0,97	0,93	1,03	1,05	1,06
SE2	2,18E-01	8,01E-02	2,02E-02	5,60E-02	6,34E-02	6,92E-02
SE3	2,18E-01	8,01E-02	2,02E-02	5,74E-02	7,89E-02	9,71E-02
SE4	2,65E-03	1,61E-03	9,85E-04	6,06E-02	1,46E-01	2,34E-01
SE5	3,43E-02	4,10E-03	8,27E-04	3,40E-02	2,29E-02	1,60E-02
SE6	3,94E-02	1,51E-01	2,86E-01	1,46E-02	1,46E-02	1,46E-02
SE7	5,76E-02	4,71E-03	3,91E-03	2,89E-01	3,88E-01	4,72E-01
SE8	6,65E-02	1,11E-05	3,67E-02	2,41E-01	3,19E-01	3,84E-01
MSE	0,09	0,05	0,05	0,11	0,15	0,18
√MSE	0,30	0,21	0,23	0,33	0,38	0,43
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie
c3-4	0,7	1,0	1,4	2,9	3,8	4,7
c1/c3-4	0,00	0,53	0,79	1,52	1,26	1,10
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	5	4	4	0	0	0
écart à la moyenne 2	5	4	4	2	2	2
écart à la moyenne 3	5	4	4	2	1	1
écart à la moyenne 4	1	1	2	1	1	0
écart à la moyenne 5	0	0	0	0	0	0
écart à la moyenne 6	0	2	3	0	0	0
écart à la moyenne 7	10	9	9	2	1	1
écart à la moyenne 8	10	8	7	2	2	2
écart type	2,2	2,1	2,0	1,0	1,0	0,9
écart type/ moyenne	0,96	0,78	0,66	0,25	0,20	0,17
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	dissolution établie
c2-4	0,4	0,9	1,3	2,9	3,7	4,5
c1/c2-4	0,00	0,63	0,85	1,52	1,30	1,16
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,01	1,33	1,62	0,94	0,97	0,99
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

µg/l Fraction	C75-B			C100-B		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	8,8	2,8	11,1	6,5	4,9	11,1
2	6,6	3,6	11,1	3,6	2,4	11,0
3	6,0	3,7	11,3	3,5	2,0	11,1
4	4,1	0,4	11,3	3,4	1,9	11,0
5	7,7	3,4	11,6	3,4	0,0	11,7
6	6,7	2,8	11,6	3,8	0,0	11,7
7	8,3	2,5	11,5	5,5	0,0	11,7
8	8,2	1,4	11,3	5,4	0,0	11,3
Fraction	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH 8,33E-02	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH 3,45E-02
1	écart type pH	0,21		6,51E-02	écart type pH	
2			6,70E-03			6,38E-02
3			6,35E-04			9,77E-02
4	moyenne pH 2-8	11,4	5,51E-02	moyenne pH 2-8	11,3	1,33E-01
5			7,55E-02			1,48E-01
6	abs (pH1-pH2-8)	0,33	3,17E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,21	1,12E-01
7			1,36E-03			6,67E-04
8						
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	6,0	8,8	11,5	1,6	6,5	11,4
2	2,9	6,6	10,2	1,2	3,6	6,0
3	2,3	6,0	9,7	1,6	3,5	5,5
4	3,7	4,1	4,6	1,4	3,4	5,3
5	4,3	7,7	11,1	3,4	3,4	3,4
6	3,9	6,7	9,6	3,8	3,8	3,8
7	5,7	8,3	10,8	5,5	5,5	5,5
8	6,7	8,2	9,6	5,4	5,4	5,4
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	4,4	7,0	9,6	3,0	4,4	5,8
c2-8	4,2	6,8	9,4	3,2	4,1	5,0
c2-7	3,8	6,6	9,3	2,8	3,8	4,9
c8/c7	1,17	0,99	0,89	0,98	0,98	0,98
SE2	5,15E-02	2,50E-01	3,02E-01	1,01E-02	1,70E-01	5,47E-01
SE3	4,82E-03	1,71E-01	2,45E-01	6,27E-04	1,57E-01	4,01E-01
SE4	1,72E-01	2,08E-02	2,86E-03	1,51E-04	1,31E-01	3,62E-01
SE5	5,94E-03	3,99E-02	1,03E-02	1,63E-02	1,15E-02	6,60E-02
SE6	1,51E-04	3,15E-03	4,49E-03	7,27E-02	1,13E-05	2,77E-02
SE7	2,56E-01	4,22E-01	1,05E+00	1,83E-02	2,69E-01	5,83E-01
SE8	7,34E-02	4,43E-01	0,00E+00	3,07E-02	3,02E-01	6,22E-01
MSE	0,08	0,19	0,27	0,02	0,15	0,37
√MSE	0,28	0,44	0,52	0,15	0,39	0,61
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie
c3-4	3,0	5,1	7,1	1,5	3,4	5,4
c1/c3-4	2,01	1,73	1,62	1,10	1,90	2,12
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	lessivage précédant la diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de lessivage établi	lessivage précédant la diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	2	3	4	2	5	32
écart à la moyenne 2	2	0	0	3	1	0
écart à la moyenne 3	5	1	0	2	1	0
écart à la moyenne 4	1	8	26	2	1	0
écart à la moyenne 5	0	0	2	0	1	6
écart à la moyenne 6	0	0	0	1	0	4
écart à la moyenne 7	2	2	1	6	1	0
écart à la moyenne 8	5	1	0	6	1	0
écart type	1,5	1,4	2,0	1,7	1,2	2,3
écart type/ moyenne	0,33	0,20	0,21	0,56	0,26	0,40
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	dissolution établie	dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	dissolution établie	dissolution établie	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié
c2-4	3,0	5,6	8,2	1,4	3,5	5,6
c1/c2-4	2,02	1,58	1,41	1,19	1,88	2,05
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	lessivage de surface
c6/c5	0,91	0,87	0,86	1,13	1,13	1,13
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pH instable

Chlorures						
µg/l Fraction	C0-A			C12,5-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	450	98	11,3	458	408	10,9
2	550	294	11,8	473	219	11,0
3	350	294	11,9	528	309	11,2
4	350	98	11,9	499	267	11,4
5	450	98	12,2	733	210	11,6
6	450	294	12,2	773	78	11,8
7	650	98	12,6	1001	297	11,8
8	800	588	12,1	1007	559	11,6
Fraction	moyenne pH	12,0	écart moyenne pH 5,41E-01	moyenne pH	11,4	écart moyenne pH 2,74E-01
1	écart type pH	0,39		4,87E-02	écart type pH	
2			1,58E-02			2,89E-02
3			2,56E-03			1,78E-04
4	moyenne pH 2-8	12,1	3,04E-02	moyenne pH 2-8	11,5	3,12E-02
5			6,73E-02			1,27E-01
6	abs (pH1-pH2-8)	0,84	3,30E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,60	1,60E-01
7			1,55E-02			3,61E-02
8						
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	352,0	450,0	548,0	50,0	458,3	866,7
2	256,0	550,0	844,0	253,8	472,6	691,4
3	56,0	350,0	644,0	218,9	528,2	837,5
4	252,0	350,0	448,0	232,6	499,1	765,7
5	352,0	450,0	548,0	523,6	733,4	943,2
6	156,0	450,0	744,0	695,4	773,1	850,8
7	552,0	650,0	748,0	704,4	1001,2	1297,9
8	212,0	800,0	1388,0	447,8	1007,3	1566,8
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	273,5	506,3	739,0	390,8	684,2	977,5
c2-8	262,3	514,3	766,3	439,5	716,4	993,3
c2-7	270,7	466,7	662,7	438,1	667,9	897,8
c8/c7	0,38	1,23	1,86	0,64	1,01	1,21
SE2	1,61E-01	3,63E-01	4,02E-01	1,17E-03	3,71E-02	5,25E-02
SE3	1,14E-01	4,56E-02	1,39E-01	2,05E-03	7,31E-02	1,42E-01
SE4	1,49E-01	4,56E-02	1,38E-02	1,99E-04	5,28E-02	9,23E-02
SE5	4,39E-02	3,36E-03	4,75E-02	1,08E-02	8,22E-03	2,72E-04
SE6	2,65E-01	3,36E-03	1,44E-03	2,46E-01	2,14E-02	5,84E-03
SE7	2,03E-02	3,64E-01	7,94E-01	3,30E-01	2,20E-01	3,14E-01
SE8	0,00E+00	9,70E-02	3,10E-03	0,00E+00	2,13E-01	8,39E-02
MSE	0,13	0,13	0,20	0,10	0,09	0,10
√MSE	0,35	0,36	0,45	0,31	0,30	0,31
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	154,0	350,0	546,0	225,8	513,7	801,6
c1/c3-4	2,29	1,29	1,00	0,22	0,89	1,08
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	lessivage précédant la diffusion établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	appauvrissement établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie	appauvrissement établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	6162	3164	36481	116155	50995	12283
écart à la moyenne 2	306	1914	11025	18775	44755	81845
écart à la moyenne 3	47306	24414	9025	29547	24311	19585
écart à la moyenne 4	462	24414	84681	25035	34233	44867
écart à la moyenne 5	6162	3164	36481	17623	2422	1178
écart à la moyenne 6	13806	3164	25	92793	7917	16043
écart à la moyenne 7	77562	20664	81	98355	100497	102662
écart à la moyenne 8	3782	86289	421201	3245	104402	347224
écart type	139,4	144,6	273,6	224,0	214,9	279,7
écart type/ moyenne	0,51	0,29	0,37	0,57	0,31	0,29
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié ?	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	188,0	416,7	645,3	235,1	500,0	764,9
c1/c2-4	1,87	1,08	0,85	0,21	0,92	1,13
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pas de pH stable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,44	1,00	1,36	1,33	1,05	0,90
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pH instable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Chlorures						
µg/l Fraction	C25-A			C50-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	784	434	11,0	1750	294	11,8
2	1137	731	11,2	1950	98	11,8
3	737	65	11,4	1900	196	12,0
4	795	41	11,4	1950	98	12,1
5	1018	44	11,7	3050	490	12,3
6	1175	241	11,8	2700	196	12,3
7	1525	138	11,8	4800	196	12,5
8	1455	100	11,8	4400	980	12,2
Fraction	moyenne pH		écart moyenne pH	moyenne pH		écart moyenne pH
1		11,5	2,39E-01		12,1	1,39E-01
2	écart type pH	0,30	1,06E-01	écart type pH	0,26	8,85E-02
3			2,03E-02			8,56E-03
4			2,76E-03			5,63E-05
5	moyenne pH 2-8	11,6	3,03E-02	moyenne pH 2-8	12,2	1,63E-02
6			6,80E-02			2,81E-02
7	abs (pH1-pH2-8)	0,56	1,05E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,43	1,74E-01
8			6,29E-02			3,31E-03
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	349,8	783,6	1217,4	1456,0	1750,0	2044,0
2	405,7	1136,5	1867,3	1852,0	1950,0	2048,0
3	672,5	737,2	801,8	1704,0	1900,0	2096,0
4	754,3	794,9	835,5	1852,0	1950,0	2048,0
5	974,1	1018,0	1061,8	2560,0	3050,0	3540,0
6	934,0	1175,0	1416,0	2504,0	2700,0	2896,0
7	1386,0	1524,5	1663,0	4604,0	4800,0	4996,0
8	1355,2	1455,4	1555,6	3420,0	4400,0	5380,0
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	853,9	1078,1	1302,3	2494,0	2812,5	3131,0
c2-8	926,0	1120,2	1314,4	2642,3	2964,3	3286,3
c2-7	854,4	1064,3	1274,2	2512,7	2725,0	2937,3
c8/c7	0,98	0,95	0,94	0,74	0,92	1,08
SE2	8,33E-04	3,00E-01	9,09E-01	3,69E-02	3,64E-02	2,44E-02
SE3	6,72E-02	3,65E-02	2,05E-02	1,77E-02	3,03E-02	2,92E-02
SE4	1,21E-01	5,89E-02	2,84E-02	3,69E-02	3,64E-02	2,44E-02
SE5	1,42E-02	5,89E-04	1,57E-02	5,21E-03	9,20E-03	2,08E-02
SE6	5,73E-03	1,34E-02	2,08E-02	8,92E-03	4,91E-04	2,68E-03
SE7	1,37E-01	2,56E-01	3,62E-01	1,22E-01	6,14E-02	1,20E-01
SE8	1,63E-01	3,22E-01	4,67E-01	0,00E+00	1,46E-01	5,29E-02
MSE	0,07	0,14	0,26	0,04	0,05	0,04
√MSE	0,27	0,38	0,51	0,19	0,21	0,20
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion non établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	713,4	766,0	818,7	1778,0	1925,0	2072,0
c1/c3-4	0,49	1,02	1,49	0,82	0,91	0,99
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de diffusion établie	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas de diffusion établie	appauvrissement établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	254204	86762	7212	1077444	1128906	1181569
écart à la moyenne 2	200919	3408	319224	412164	743906	1172889
écart à la moyenne 3	32926	116250	250452	624100	832656	1071225
écart à la moyenne 4	9935	80214	217872	412164	743906	1172889
écart à la moyenne 5	14439	3619	57827	4356	56406	167281
écart à la moyenne 6	6413	9386	12922	100	12656	55225
écart à la moyenne 7	283121	199254	130081	4452100	3950156	3478225
écart à la moyenne 8	251220	142314	64147	857476	2520156	5058001
écart type	362,8	283,1	364,0	989,9	1117,4	1292,2
écart type/ moyenne	0,42	0,26	0,28	0,40	0,40	0,41
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	mécanisme non identifié	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	610,8	889,5	1168,2	1802,7	1933,3	2064,0
c1/c2-4	0,57	0,88	1,04	0,81	0,91	0,99
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pas de pH stable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,96	1,15	1,33	0,98	0,89	0,82
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	pH instable	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Chlorures						
µg/l Fraction	C50-B			C75-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	2200	392	11,8	2615	656	11,4
2	2100	0	11,9	2443	572	11,3
3	2200	196	12,0	2648	405	11,5
4	2200	196	12,1	2559	191	11,5
5	3450	98	12,2	4408	631	11,7
6	3100	0	12,3	4182	497	11,7
7	5200	392	12,5	6618	890	11,7
8	4450	98	12,2	5872	735	11,4
Fraction	moyenne pH	12,1	écart moyenne pH	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH
1			1,26E-01			2,15E-02
2	écart type pH	0,24	6,25E-02	écart type pH	0,18	6,08E-02
3			1,00E-02			4,01E-03
4	moyenne pH 2-8	12,2	2,50E-05	moyenne pH 2-8	11,5	1,34E-03
5			1,00E-02			3,74E-02
6	abs (pH1-pH2-8)	0,41	2,10E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,17	5,29E-02
7			1,60E-01			3,12E-02
8			3,03E-03			1,14E-02
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	1808,0	2200,0	2592,0	1958,6	2614,8	3271,0
2	2100,0	2100,0	2100,0	1870,9	2443,4	3015,9
3	2004,0	2200,0	2396,0	2242,5	2647,8	3053,1
4	2004,0	2200,0	2396,0	2367,7	2558,6	2749,5
5	3352,0	3450,0	3548,0	3777,0	4408,3	5039,7
6	3100,0	3100,0	3100,0	3684,5	4181,7	4679,0
7	4808,0	5200,0	5592,0	5727,3	6617,6	7507,9
8	4352,0	4450,0	4548,0	5137,6	5872,1	6606,7
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	2941,0	3112,5	3284,0	3345,8	3918,1	4490,3
c2-8	3102,9	3242,9	3382,9	3543,9	4104,2	4664,5
c2-7	2894,7	3041,7	3188,7	3278,3	3809,6	4340,8
c8/c7	0,91	0,86	0,81	0,90	0,89	0,88
SE2	4,40E-02	2,11E-02	1,29E-02	6,61E-04	9,29E-03	2,24E-02
SE3	3,20E-02	3,18E-02	4,26E-02	1,93E-02	2,25E-02	2,51E-02
SE4	3,20E-02	3,18E-02	4,26E-02	3,14E-02	1,60E-02	7,82E-03
SE5	2,17E-02	1,87E-03	4,70E-04	3,73E-03	4,38E-03	4,90E-03
SE6	4,37E-03	5,16E-03	1,41E-02	1,08E-03	4,47E-05	1,72E-04
SE7	1,01E-01	2,23E-01	1,83E-01	1,89E-01	1,98E-01	2,05E-01
SE8	2,16E-01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
MSE	0,06	0,05	0,05	0,04	0,04	0,04
√MSE	0,25	0,23	0,22	0,20	0,20	0,21
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	2004,0	2200,0	2396,0	2305,1	2603,2	2901,3
c1/c3-4	0,90	1,00	1,08	0,85	1,00	1,13
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi
écart à la moyenne 1	1283689	832656	478864	1924113	1698461	1486878
écart à la moyenne 2	707281	1025156	1401856	2175066	2174593	2174120
écart à la moyenne 3	877969	832656	788544	1217160	1613535	2065689
écart à la moyenne 4	877969	832656	788544	956606	1848104	3030515
écart à la moyenne 5	168921	113906	69696	185930	240378	301808
écart à la moyenne 6	25281	156	33856	114743	69529	35581
écart à la moyenne 7	3485689	4357656	5326864	5671629	7287570	9105799
écart à la moyenne 8	1990921	1788906	1597696	3210527	3818442	4479031
écart type	1085,0	1105,9	1144,9	1390,0	1531,0	1683,7
écart type/ moyenne	0,37	0,36	0,35	0,42	0,39	0,37
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	2036,0	2166,7	2297,3	2160,4	2549,9	2939,5
c1/c2-4	0,89	1,02	1,13	0,91	1,03	1,11
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,92	0,90	0,87	0,98	0,95	0,93
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Chlorures						
µg/l Fraction	C75-B			C100-B		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	3931	1075	11,1	4448	1923	11,1
2	4399	997	11,1	4393	1716	11,0
3	4211	1056	11,3	4684	1706	11,1
4	3744	902	11,3	4547	1046	11,0
5	6990	982	11,6	6970	0	11,7
6	6250	1131	11,6	6450	0	11,7
7	9397	1875	11,5	10950	0	11,7
8	8006	1223	11,3	9992	0	11,3
Fraction	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH
1			8,33E-02			3,45E-02
2	écart type pH	0,21	6,51E-02	écart type pH	0,31	9,35E-02
3			6,70E-03			6,38E-02
4	moyenne pH 2-8	11,4	6,35E-04	moyenne pH 2-8	11,3	9,77E-02
5			5,51E-02			1,33E-01
6	abs (pH1-pH2-8)	0,33	7,55E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,21	1,48E-01
7			3,17E-02			1,12E-01
8			1,36E-03			6,67E-04
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	2855,6	3930,8	5006,0	2525,2	4448,4	6371,6
2	3401,9	4398,9	5395,9	2677,2	4393,4	6109,7
3	3155,6	4211,4	5267,2	2977,5	4683,6	6389,8
4	2841,9	3743,5	4645,1	3500,6	4547,0	5593,3
5	6008,1	6990,3	7972,5	6969,9	6969,9	6969,9
6	5119,1	6249,9	7380,7	6449,6	6449,6	6449,6
7	7522,3	9397,1	11272,0	10949,9	10949,9	10949,9
8	6782,6	8005,8	9228,9	9991,8	9991,8	9991,8
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	4710,9	5866,0	7021,0	5755,2	6554,2	7353,2
c2-8	4975,9	6142,4	7308,9	6216,6	6855,0	7493,4
c2-7	4674,8	5831,9	6988,9	5587,4	6332,2	7077,0
c8/c7	0,90	0,85	0,82	0,91	0,91	0,91
SE2	4,69E-02	4,38E-02	5,16E-02	1,32E-03	3,02E-02	1,21E-01
SE3	2,79E-02	3,14E-02	4,35E-02	1,43E-04	4,68E-02	1,49E-01
SE4	1,08E-02	9,39E-03	1,43E-02	9,24E-03	3,85E-02	7,81E-02
SE5	7,53E-02	1,16E-02	2,47E-03	3,54E-02	7,02E-03	8,21E-06
SE6	9,17E-03	3,73E-04	1,22E-03	1,09E-02	6,17E-05	5,23E-03
SE7	1,26E-01	3,26E-01	3,24E-01	1,12E-02	7,27E-02	1,65E-01
SE8	2,54E-01	0,00E+00	0,00E+00	6,75E-02	1,68E-01	2,85E-01
MSE	0,08	0,07	0,07	0,02	0,05	0,11
√MSE	0,28	0,27	0,27	0,14	0,23	0,34
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	2998,8	3977,5	4956,2	3239,1	4615,3	5991,5
c1/c3-4	0,95	0,99	1,01	0,78	0,96	1,06
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement établi	appauvrissement	appauvrissement	pas d'appauvrissement établi	pas d'appauvrissement établi	pas d'appauvrissement établi
écart à la moyenne 1	3442253	3744983	4060470	10433117	4434534	963603
écart à la moyenne 2	1713429	2152272	2641096	9474348	4668913	1546269
écart à la moyenne 3	2418767	2737467	3075883	7715751	3499020	928157
écart à la moyenne 4	3493204	4504847	5644965	5083121	4028986	3097209
écart à la moyenne 5	1682672	1264135	905345	1475483	172806	146915
écart à la moyenne 6	166668	147408	129330	482184	10941	816483
écart à la moyenne 7	7904049	12469167	18070385	26984852	19322178	12936290
écart à la moyenne 8	4292018	4578762	4874777	17948734	11817094	6962238
écart type	1771,8	1987,4	2219,3	3154,3	2448,3	1850,6
écart type/ moyenne	0,38	0,34	0,32	0,55	0,37	0,25
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	3133,1	4117,9	5102,7	3051,8	4541,3	6030,9
c1/c2-4	0,91	0,95	0,98	0,83	0,98	1,06
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	0,85	0,89	0,93	0,93	0,93	0,93
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Sulfates						
µg/l Fraction	C0-A			C12,5-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	1000	784	11,3	1853	106	10,9
2	650	98	11,8	1071	322	11,0
3	650	98	11,9	999	381	11,2
4	550	98	11,9	996	348	11,4
5	950	294	12,2	1220	249	11,6
6	1000	196	12,2	1373	267	11,8
7	1750	490	12,6	2259	296	11,8
8	1250	294	12,1	2935	525	11,6
Fraction	moyenne pH	12,0	écart moyenne pH 5,41E-01	moyenne pH	11,4	écart moyenne pH 2,74E-01
1	écart type pH	0,39		4,87E-02	écart type pH	
2			1,58E-02			2,89E-02
3			2,56E-03			1,78E-04
4	moyenne pH 2-8	12,1	3,04E-02	moyenne pH 2-8	11,5	3,12E-02
5			6,73E-02			1,27E-01
6	abs (pH1-pH2-8)	0,84	3,30E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,60	1,60E-01
7			1,55E-02			3,61E-02
8						
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	216,0	1000,0	1784,0	1746,7	1852,5	1958,3
2	552,0	650,0	748,0	749,4	1071,3	1393,2
3	552,0	650,0	748,0	617,7	998,6	1379,5
4	452,0	550,0	648,0	648,0	996,4	1344,7
5	656,0	950,0	1244,0	971,6	1220,2	1468,9
6	804,0	1000,0	1196,0	1105,5	1373,0	1640,4
7	1260,0	1750,0	2240,0	1963,3	2259,3	2555,3
8	956,0	1250,0	1544,0	2410,2	2935,3	3460,5
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	681,0	975,0	1269,0	1276,6	1588,3	1900,1
c2-8	747,4	971,4	1195,4	1209,4	1550,6	1891,8
c2-7	712,7	925,0	1137,3	1009,3	1319,8	1630,3
c8/c7	0,76	0,71	0,69	1,23	1,30	1,35
SE2	5,27E-02	2,49E-02	1,27E-02	2,33E-02	5,01E-02	7,26E-02
SE3	5,27E-02	2,49E-02	1,27E-02	1,91E-03	3,13E-02	6,88E-02
SE4	7,96E-03	2,46E-03	6,13E-04	4,74E-03	3,08E-02	5,94E-02
SE5	2,91E-02	4,09E-03	7,77E-06	1,68E-02	2,13E-02	2,45E-02
SE6	1,38E-03	9,84E-05	1,55E-03	3,56E-04	2,26E-03	4,34E-03
SE7	1,71E-01	8,42E-02	4,51E-02	5,94E-02	1,68E-01	2,67E-01
SE8	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	1,58E-02	6,78E-04	1,43E-03
MSE	0,05	0,02	0,01	0,02	0,04	0,07
√MSE	0,23	0,15	0,11	0,13	0,21	0,27
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	502,0	600,0	698,0	632,9	997,5	1362,1
c1/c3-4	0,43	1,67	2,56	2,76	1,86	1,44
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	lessivage précédant la diffusion établi	lessivage précédant la diffusion établi	lessivage précédant la diffusion établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	appauvrissement établi	appauvrissement établi	appauvrissement établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	216225	625	265225	221000	69786	3391
écart à la moyenne 2	16641	105625	271441	277855	267285	256920
écart à la moyenne 3	16641	105625	271441	434115	347780	271008
écart à la moyenne 4	52441	180625	385641	395017	350420	308492
écart à la moyenne 5	625	625	625	92995	135495	185969
écart à la moyenne 6	15129	625	5329	29242	46381	67456
écart à la moyenne 7	335241	600625	942841	471556	450202	429343
écart à la moyenne 8	75625	75625	75625	1285151	1814420	2434734
écart type	301,8	365,7	526,6	633,1	659,7	703,3
écart type/ moyenne	0,44	0,38	0,41	0,50	0,42	0,37
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	518,7	616,7	714,7	671,7	1022,1	1372,5
c1/c2-4	0,42	1,62	2,50	2,60	1,81	1,43
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,23	1,05	0,96	1,14	1,13	1,12
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Sulfates						
µg/l Fraction	C25-A			C50-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	1853	106	11,0	1300	980	11,8
2	1071	322	11,2	1200	392	11,8
3	999	381	11,4	1400	392	12,0
4	996	348	11,4	1650	490	12,1
5	1220	249	11,7	2250	686	12,3
6	1373	267	11,8	2650	490	12,3
7	2259	296	11,8	3900	196	12,5
8	2935	525	11,8	4550	882	12,2
Fraction	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH	moyenne pH	12,1	écart moyenne pH
1			2,39E-01			1,39E-01
2	écart type pH	0,30	1,06E-01	écart type pH	0,26	8,85E-02
3			2,03E-02			8,56E-03
4			2,76E-03			5,63E-05
5	moyenne pH 2-8	11,6	3,03E-02	moyenne pH 2-8	12,2	1,63E-02
6			6,80E-02			2,81E-02
7	abs (pH1-pH2-8)	0,56	1,05E-01	abs (pH1-pH2-8)	0,43	1,74E-01
8			6,29E-02			3,31E-03
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	1746,7	1852,5	1958,3	320,0	1300,0	2280,0
2	749,4	1071,3	1393,2	808,0	1200,0	1592,0
3	617,7	998,6	1379,5	1008,0	1400,0	1792,0
4	648,0	996,4	1344,7	1160,0	1650,0	2140,0
5	971,6	1220,2	1468,9	1564,0	2250,0	2936,0
6	1105,5	1373,0	1640,4	2160,0	2650,0	3140,0
7	1963,3	2259,3	2555,3	3704,0	3900,0	4096,0
8	2410,2	2935,3	3460,5	3668,0	4550,0	5432,0
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	1276,6	1588,3	1900,1	1799,0	2362,5	2926,0
c2-8	1209,4	1550,6	1891,8	2010,3	2514,3	3018,3
c2-7	1009,3	1319,8	1630,3	1734,0	2175,0	2616,0
c8/c7	1,23	1,30	1,35	0,99	1,17	1,33
SE2	2,33E-02	5,01E-02	7,26E-02	4,23E-03	1,06E-04	3,65E-03
SE3	1,91E-03	3,13E-02	6,88E-02	1,18E-03	8,07E-03	1,61E-02
SE4	4,74E-03	3,08E-02	5,94E-02	1,21E-02	3,58E-02	5,86E-02
SE5	1,68E-02	2,13E-02	2,45E-02	2,40E-02	1,45E-03	1,58E-03
SE6	3,56E-04	2,26E-03	4,34E-03	2,00E-02	1,46E-02	1,15E-02
SE7	5,94E-02	1,68E-01	2,67E-01	5,99E-04	9,98E-02	2,60E-01
SE8	1,58E-02	6,78E-04	1,43E-03	1,80E-03	3,29E-03	4,53E-03
MSE	0,02	0,04	0,07	0,01	0,02	0,05
√MSE	0,13	0,21	0,27	0,10	0,15	0,23
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	632,9	997,5	1362,1	1084,0	1525,0	1966,0
c1/c3-4	2,76	1,86	1,44	0,30	0,85	1,16
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	lessivage précédant la diffusion établie	lessivage précédant la diffusion établie	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	221000	69786	3391	2187441	1128906	417316
écart à la moyenne 2	277855	267285	256920	982081	1351406	1779556
écart à la moyenne 3	434115	347780	271008	625681	926406	1285956
écart à la moyenne 4	395017	350420	308492	408321	507656	617796
écart à la moyenne 5	92995	135495	185969	55225	12656	100
écart à la moyenne 6	29242	46381	67456	130321	82656	45796
écart à la moyenne 7	471556	450202	429343	3629025	2363906	1368900
écart à la moyenne 8	1285151	1814420	2434734	3493161	4785156	6280036
écart type	633,1	659,7	703,3	1199,5	1181,0	1214,3
écart type/ moyenne	0,50	0,42	0,37	0,67	0,50	0,41
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	671,7	1022,1	1372,5	992,0	1416,7	1841,3
c1/c2-4	2,60	1,81	1,43	0,32	0,92	1,24
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,14	1,13	1,12	1,38	1,18	1,07
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Sulfates						
µg/l Fraction	C50-B			C75-A		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	1400	784	11,8	1677	454	11,4
2	1050	294	11,9	1043	327	11,3
3	1250	98	12,0	1374	475	11,5
4	1500	0	12,1	1488	453	11,5
5	2250	294	12,2	2454	540	11,7
6	3000	588	12,3	2666	475	11,7
7	4050	98	12,5	3648	517	11,7
8	4500	0	12,2	4731	705	11,4
Fraction	moyenne pH	12,1	écart moyenne pH	moyenne pH	11,5	écart moyenne pH
1			1,26E-01			2,15E-02
2	écart type pH	0,24	6,25E-02	écart type pH	0,18	6,08E-02
3			1,00E-02			4,01E-03
4	moyenne pH 2-8	12,2	2,50E-05	moyenne pH 2-8	11,5	1,34E-03
5			1,00E-02			3,74E-02
6	abs (pH1-pH2-8)	0,41	2,10E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,17	5,29E-02
7			1,60E-01			3,12E-02
8			3,03E-03			1,14E-02
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	616,0	1400,0	2184,0	1222,7	1676,5	2130,3
2	756,0	1050,0	1344,0	715,4	1042,7	1370,0
3	1152,0	1250,0	1348,0	898,6	1374,1	1849,6
4	1500,0	1500,0	1500,0	1034,5	1487,9	1941,3
5	1956,0	2250,0	2544,0	1914,3	2454,1	2993,9
6	2412,0	3000,0	3588,0	2190,7	2666,1	3141,6
7	3952,0	4050,0	4148,0	3131,5	3648,4	4165,3
8	4500,0	4500,0	4500,0	4026,1	4731,3	5436,5
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	2105,5	2375,0	2644,5	1891,7	2385,1	2878,6
c2-8	2318,3	2514,3	2710,3	1987,3	2486,4	2985,5
c2-7	1954,7	2183,3	2412,0	1647,5	2112,2	2577,0
c8/c7	1,14	1,11	1,08	1,29	1,30	1,31
SE2	1,99E-02	2,44E-03	8,35E-04	1,15E-02	2,27E-03	6,56E-05
SE3	8,95E-04	9,10E-04	9,22E-04	2,20E-04	7,33E-03	2,33E-02
SE4	3,24E-02	1,68E-02	7,47E-03	2,87E-03	1,73E-02	3,36E-02
SE5	7,97E-03	1,45E-03	3,19E-05	9,15E-04	2,92E-03	4,88E-03
SE6	1,15E-02	6,77E-02	1,53E-01	2,87E-02	1,94E-02	1,42E-02
SE7	2,63E-02	6,56E-02	1,13E-01	8,48E-02	1,60E-01	2,23E-01
SE8	5,49E-03	5,96E-03	4,27E-02	2,53E-02	1,29E-03	2,12E-03
MSE	0,01	0,02	0,05	0,02	0,03	0,04
√MSE	0,12	0,15	0,21	0,15	0,17	0,21
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	1326,0	1375,0	1424,0	966,5	1431,0	1895,5
c1/c3-4	0,46	1,02	1,53	1,27	1,17	1,12
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi	pas de lessivage établi
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	2218610	950625	212060	447526	502120	559854
écart à la moyenne 2	1821150	1755625	1691300	1383785	1802138	2275666
écart à la moyenne 3	909162	1265625	1680912	986312	1022264	1058860
écart à la moyenne 4	366630	765625	1309880	734889	805035	878378
écart à la moyenne 5	22350	15625	10100	508	4751	13298
écart à la moyenne 6	93942	390625	890192	89371	78959	69191
écart à la moyenne 7	3409562	2805625	2260512	1537052	1595832	1655715
écart à la moyenne 8	5733630	4515625	3442880	4555823	5504478	6542789
écart type	1349,8	1248,2	1198,8	1103,1	1189,3	1277,4
écart type/ moyenne	0,64	0,53	0,45	0,58	0,50	0,44
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	1136,0	1266,7	1397,3	882,8	1301,6	1720,3
c1/c2-4	0,54	1,11	1,56	1,39	1,29	1,24
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,23	1,33	1,41	1,14	1,09	1,05
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Sulfates						
µg/l Fraction	C75-B			C100-B		
	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	5264	259	11,1	3184	2779	11,1
2	1707	165	11,1	1391	935	11,0
3	1612	419	11,3	1617	786	11,1
4	1974	1122	11,3	1705	643	11,0
5	3061	881	11,6	2118	0	11,7
6	3020	682	11,6	2551	0	11,7
7	4445	866	11,5	4108	0	11,7
8	5659	1380	11,3	5420	0	11,3
Fraction	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH	moyenne pH	11,3	écart moyenne pH
1			8,33E-02			3,45E-02
2	écart type pH	0,21	6,51E-02	écart type pH	0,31	9,35E-02
3			6,70E-03			6,38E-02
4	moyenne pH 2-8	11,4	6,35E-04	moyenne pH 2-8	11,3	9,77E-02
5			5,51E-02			1,33E-01
6	abs (pH1-pH2-8)	0,33	7,55E-02	abs (pH1-pH2-8)	0,21	1,48E-01
7			3,17E-02			1,12E-01
8			1,36E-03			6,67E-04
Fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	5004,7	5263,8	5522,8	404,8	3183,9	5963,0
2	1541,2	1706,5	1871,8	455,9	1391,2	2326,4
3	1192,9	1612,0	2031,0	830,9	1616,6	2402,3
4	851,2	1973,6	3095,9	1062,0	1705,3	2348,6
5	2180,0	3061,4	3942,8	2118,2	2118,2	2118,2
6	2338,0	3019,8	3701,6	2550,7	2550,7	2550,7
7	3578,1	4444,6	5311,0	4107,5	4107,5	4107,5
8	4279,6	5659,4	7039,2	5420,0	5420,0	5420,0
	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	2620,7	3342,6	4064,5	2118,8	2761,7	3404,6
c2-8	2280,1	3068,2	3856,2	2363,6	2701,4	3039,1
c2-7	1946,9	2636,3	3325,7	1854,2	2248,2	2642,3
c8/c7	1,20	1,27	1,33	1,32	1,32	1,32
SE2	4,36E-02	7,96E-03	3,39E-04	7,51E-02	2,30E-03	8,91E-02
SE3	3,16E-03	3,41E-03	3,56E-03	1,33E-02	1,73E-02	1,05E-01
SE4	8,78E-03	3,11E-02	1,13E-01	3,13E-04	2,70E-02	9,35E-02
SE5	5,33E-04	4,20E-03	8,00E-03	1,36E-03	2,22E-02	5,57E-02
SE6	8,53E-03	2,62E-03	7,24E-04	2,14E-02	1,26E-04	8,78E-03
SE7	8,86E-02	1,75E-01	2,40E-01	1,67E-02	1,20E-01	2,66E-01
SE8	9,84E-05	5,03E-04	1,73E-03	1,82E-01	1,94E-02	6,99E-03
MSE	0,02	0,03	0,05	0,04	0,03	0,09
√MSE	0,15	0,18	0,23	0,21	0,17	0,30
Diffusion si √MSE < 0,4						
Diffusion ?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c3-4	1022,0	1792,8	2563,5	946,5	1661,0	2375,4
c1/c3-4	4,90	2,94	2,15	0,43	1,92	2,51
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8						
Lessivage avec diffusion ?	lessivage précédant la diffusion établie	lessivage précédant la diffusion établie	lessivage précédant la diffusion établie	pas de lessivage établi	lessivage précédant la diffusion établie	lessivage précédant la diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9						
Appauvrissement ?	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi	pas d'appauvrissement d'établi
écart à la moyenne 1	5683562	3690761	2126489	2937553	178302	6545644
écart à la moyenne 2	1165381	2676871	4807937	2765064	1878293	1162447
écart à la moyenne 3	2038645	2995200	4135195	1658467	1311120	1004542
écart à la moyenne 4	3131334	1874338	938131	1116792	1115999	1115206
écart à la moyenne 5	194236	79082	14813	0	414060	1654809
écart à la moyenne 6	79944	104231	131735	186576	44510	729135
écart à la moyenne 7	916644	1214298	1553734	3955103	1811245	494077
écart à la moyenne 8	2752032	5367649	8848914	10898212	7066692	4061862
écart type	1412,5	1500,1	1679,2	1714,6	1314,4	1447,7
écart type/ moyenne	0,54	0,45	0,41	0,81	0,48	0,43
Dissolution si écart type du pH < 0,25 et si écart type des concentrations moyenne < 0,25						
Dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
Si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié						
Non identifié?	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie	diffusion établie
c2-4	1195,1	1764,0	2332,9	782,9	1571,0	2359,1
c1/c2-4	4,19	2,98	2,37	0,52	2,03	2,53
Lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les						
Lessivage ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié
c6/c5	1,07	0,99	0,94	1,20	1,20	1,20
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9						
Appauvrissement ?	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié	mécanisme identifié

Annexe V-4

Carottes Route Freycinet 12 (3 ans)									
µg/l	Baryum			Chlorures			Sulfates		
fraction	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH	moyenne	IC95	pH
1	10,2	4,9	8,3	40352	2562	8,3	39239	5504	8,3
2	12,5	5,2	8,0	49040	3725	8,0	39816	4120	8,0
3	12,1	4,6	10,0	38735	5334	10,0	34939	3155	10,0
4	11,3	4,8	10,3	29004	5154	10,3	28456	3755	10,3
5	15,8	5,8	10,2	37942	4829	10,2	44710	10127	10,2
6	12,9	5,2	10,3	23220	3899	10,3	33913	11307	10,3
7	16,1	5,4	10,6	25017	8243	10,6	35490	13288	10,6
8	15,5	6,3	11,0	12863	5120	11,0	20910	7975	11,0
fraction	moyenne pH	9,8	écart moyenne pH	moyenne pH	9,8	écart moyenne pH	moyenne pH	9,8	écart moyenne pH
1			2,35E+00			2,35E+00			2,35E+00
2	écart type pH	1,09	3,37E+00	écart type pH	1,09	3,37E+00	écart type pH	1,09	3,37E+00
3			1,36E-02			1,36E-02			1,36E-02
4	moyenne pH 2-8	10,1	2,05E-01	moyenne pH 2-8	10,1	2,05E-01	moyenne pH 2-8	10,1	2,05E-01
5			1,38E-01			1,38E-01			1,38E-01
6	abs (pH1-pH2-8)	1,75	2,60E-01	abs (pH1-pH2-8)	1,75	2,60E-01	abs (pH1-pH2-8)	1,75	2,60E-01
7			5,96E-01			5,96E-01			5,96E-01
8			1,32E+00			1,32E+00			1,32E+00
fraction	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
1	5	10	15	37790	40352	42913	33736	39239	44743
2	7	12	18	45315	49040	52765	35696	39816	43936
3	8	12	17	33401	38735	44069	31784	34939	38094
4	6	11	16	23851	29004	34158	24701	28456	32210
5	10	16	22	33113	37942	42771	34583	44710	54837
6	8	13	18	19321	23220	27120	22606	33913	45221
7	11	16	21	16774	25017	33260	22203	35490	48778
8	9	16	22	7742	12863	17983	12934	20910	28885
c1-8	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup	valeur inf	moyenne	valeur sup
c1-8	8	13	19	27163	32022	36880	27280	34684	42088
c2-8	8	14	19	25645	30832	36018	26358	34033	41709
c2-7	8	13	19	28629	33826	39024	28596	36221	43846
c8/c7	0,86	0,97	1,02	0,46	0,51	0,54	0,58	0,59	0,59
SE2	1,16E-01	1,95E-01	2,10E-01	1,08E+00	8,19E-01	6,51E-01	4,95E-01	3,07E-01	2,09E-01
SE3	1,30E-01	1,70E-01	1,66E-01	3,86E-01	3,60E-01	3,41E-01	3,21E-01	1,76E-01	1,05E-01
SE4	5,61E-02	1,26E-01	1,43E-01	8,30E-02	9,76E-02	1,09E-01	1,02E-01	5,79E-02	3,60E-02
SE5	1,40E-02	4,80E-02	4,08E-02	4,31E-03	9,41E-04	2,53E-05	1,40E-02	2,06E-02	2,55E-02
SE6	2,74E-02	1,55E-05	2,32E-04	1,73E-01	1,64E-01	1,57E-01	9,03E-02	2,39E-02	3,56E-03
SE7	7,91E-01	4,87E-01	5,52E-01	2,55E+00	2,08E+00	1,77E+00	1,98E+00	1,45E+00	1,14E+00
SE8	0,00E+00	5,42E-01	5,18E-01	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00	0,00E+00
MSE	0,19	0,22	0,23	0,71	0,59	0,50	0,50	0,34	0,25
√MSE	0,43	0,47	0,48	0,84	0,77	0,71	0,71	0,58	0,50
Diffusion si $\sqrt{MSE} < 0,4$									
diffusion ?	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie	diffusion non établie
c3-4	7	12	16	28626	33869	39113	28243	31697	35152
c1/c3-4	0,76	0,87	0,92	1,32	1,19	1,10	1,19	1,24	1,27
Lessivage avec diffusion si diffusion établie et C1/C3-4 > 1,8									
lessivage avec diffusion ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
Appauvrissement avec diffusion si diffusion établie et c8/c7 < 0,9									
appauvrissement ?	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie	pas de diffusion établie
écart à la moyenne 1	8	10	12	112935665	69393482	36402286	41670529	20750004	7049891
écart à la moyenne 2	0	1	1	329488129	289625088	252331386	70829653	26335933	3413899
écart à la moyenne 3	0	1	4	38905549	45064537	51675880	20282525	64830	15955057
écart à la moyenne 4	2	4	6	10973961	9104476	7409437	6651928	38792130	97565646

écart à la moyenne 5	4	6	9	35394898	35051580	34709936	53323773	100514003	162537550
écart à la moyenne 6	0	0	0	61504540	77463762	95261835	21850350	594202	9814092
écart à la moyenne 7	7	8	8	107943766	49064071	13101150	25783693	649906	44757424
écart à la moyenne 8	1	5	11	377172936	367060096	357084679	205804807	189732589	174313717
écart type	1,7	2,1	2,5	11588,4	10850,3	10295,5	7468,2	6868,7	8026,6
écart type/moyenne	0,21	0,16	0,14	0,43	0,34	0,28	0,27	0,20	0,19
Dissolution si écart type du pH <0,25 et si écart type des concentrations / moyenne < 0,25									
dissolution ?	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie	pas de dissolution établie
si ni la diffusion, ni la dissolution ne sont établis alors le mécanisme est non identifié									
non identifié ?	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié	mécanisme non identifié
c2-4	7,1	12,0	16,8	34188,7	38926,2	43663,7	30727,2	34403,6	38079,9
c1/c2-4	0,74	0,85	0,90	1,11	1,04	0,98	1,10	1,14	1,17
lessivage de surface établie pour un mécanisme non identifié si la valeur absolue de la différence entre le pH du premier éluat et de la moyenne de tous les suivants < 0,5 et c1/c2-4 > 1,8									
lessivage ?	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable	pas de pH stable
c6/c5	0,77	0,81	0,84	0,58	0,61	0,63	0,65	0,76	0,82
Appauvrissement établie pour un mécanisme non identifié si l'écart type du pH < 0,25, c8/c7 < 0,9 et c6/c5 < 0,9									
appauvrissement ?	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable	pH instable