PRECODD - Programme ECOtechnologies et Développement Durable



Programme ECOPLUIES

Techniques alternatives de traitement des eaux pluviales et de leurs sous-produits : vers la maîtrise du fonctionnement des ouvrages d'infiltration urbains

Projet ANR-05-ECOT-006

Délivrable D-A9

Rapport sur la quantification des taux de dégradation et de transfert de polluants organique ou minéraux vers la zone non saturée du bassin d'infiltration (Etape 1 -approche expérimentale)

Introduction

Les rejets urbains de temps de temps de pluie constituent l'un des vecteurs principaux de transfert des polluants urbains vers les milieux naturels. En effet, les eaux pluviales qui ruissellent sur les surfaces urbaines imperméabilisées transportent des sédiments fins chargés en matière organique et en polluants. Ces sédiments s'accumulent dans les systèmes de collecte d'eaux pluviales, comme les bassins d'infiltration ou les rivières péri-urbaines, ce qui conduit la plupart du temps en des phénomènes de colmatage du milieu poreux et en une contamination des ouvrages de collecte en eaux pluviales par les sédiments fins chargés en hydrocarbures, métaux lourds et matière organique. Ces résidus déposés à la surface des bassins d'infiltration sont le siège de différentes activités biologiques (micro et macro-organismes) influençant sur la mobilité, la biotransformation de différents composés (phosphates, ammonium, carbone organique, métaux lourds) et la capacité d'infiltration du système sédimentaire.

L'objectif de cette action de recherche est de quantifier les processus ayant lieu dans cette couche déposée à la surface du bassin d'infiltration de Django Reinhardt en fonction des différentes conditions hydrologiques (3 scénarii d'épisodes pluvieux seront testés) et biologiques (présence ou non d'invertébrés). Des travaux sont menés en milieu insaturés (LSE) et en milieu saturé (HBES) pour simuler l'ensemble des conditions observées sur les bassins d'infiltration.

Ce délivrable intermédiaire donne les premiers éléments de mise en oeuvre et décrit les protocoles utilisés ainsi que quelques résultats.

A- ETUDES EN CONDITIONS NON SATUREES EN EAU

A-1 Etude de l'entrant

L'influence des caractéristiques physico-chimiques de l'eau entrante dans les bassins d'infiltration sur la mobilisation des métaux et des bactéries est peu significative. (Cf DA4). Les sédiments contaminés qui s'accumulent à la surface de ces ouvrages ont un pool relargable qui est lié à la mise en contact avec l'eau mais très peu avec ses caractéristiques physico-chimiques. Nous avons alors choisi d'étudier plus spécifiquement l'effet des conditions hydrodynamiques du transfert de l'eau dans la zone non saturée des ouvrages d'infiltration sur la mobilisation des polluants et plus spécifiquement des métaux (sous forme soluble et colloïdale), et des bactéries. D'un point de vue hydrodynamique, le transfert dépend fortement du degré de saturation et du potentiel de l'eau, qui influencent directement les forces de cisaillement et la part de solution qui participe au transfert. Ces paramètres sont inhérents à la hauteur d'eau dans les bassins et à la vitesse à laquelle les effluents sont acheminés, soit à l'intensité et la durée des évènements pluvieux.

Cette étude a essentiellement été appliquée au cas du bassin d'infiltration Django Reinhardt dans l'Est Lyonnais dont les caractéristiques sont données dans le Délivrable 4.

A-1-1 Etude de la pluviométrie lyonnaise

A-1-1-1 Détermination des évènements pluvieux-types

L'objectif est de distinguer trois évènements pluvieux caractéristiques de la région lyonnaise, qui seront ensuite simulés en colonne :

- → une pluie moyenne (« Pluie Normale », notée PN);
- → deux évènements hydrodynamiques extrêmes :
 - o une pluie longue d'intensité modérée (« Pluie d'Automne », notée PA) ;
 - o une pluie courte d'intensité élevée (« Pluie d'Orage », notée PO).

On déterminera ensuite les volumes engendrés dans les bassins par ces évènements, qui seront simulés en colonnes de laboratoire.

Les caractéristiques de ces trois évènements (soit leur intensité et leur durée) ont été déterminées par les données de pluviométrie issues de deux pluviomètres installés dans le cadre de l'OTHU, et de données de terrain de Yvan Béranger (URGC-HU, INSA, Lyon). Tout d'abord, une Pluie Normale est admise comme étant représentée par 6 mm de pluie en 4h (intensité : 1,5 mm.h⁻¹). Pour déterminer les caractéristiques de PA (Pluie d'Automne) et PO (Pluie d'Orage) conformément à la pluviométrie naturelle de la région lyonnaise, on utilise les relevés des pluviomètres de Bron et Genas, proches de la zone d'étude (1).



Figure 1 : Carte du Grand Lyon : emplacement des pluviomètres utilisés pour l'étude des volumes entrants dans les bassins, par rapport aux bassins d'infiltration

La pluviométrie de 2003 étant assez particulière du fait d'une sécheresse importante cette année-là, on ne prend en compte que celle de 2004. Parmi les 91 évènements relevés par les deux pluviomètres en 2004, on élimine les pluies de hauteur inférieure à 5 mm, comme préconisé par Météo France (Ruban *et al.* 2004, L. Lassabatère, LCPC Nantes, comm. pers.).

Les 56 évènements restants considérés sont indépendants et en nombre suffisant (n=56 >30) pour que l'on considère que leur distribution suit une loi normale $N(\mu,\sigma^2)$. On peut donc appliquer la loi de Student inverse. Cette loi renvoie la valeur pour laquelle une variable a une probabilité α d'être supérieure ; $100^*(1-\alpha/2)$ % des évènements seront supérieurs à cette valeur (Figure 2) :

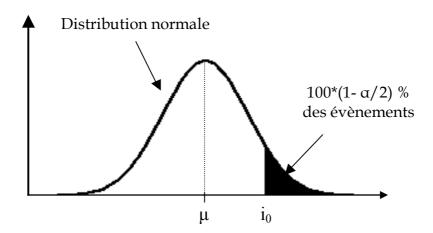


Figure 2 : Application de la loi de Student inverse

Par exemple, pour obtenir l'intensité i_0 telle que $100^*(1-\alpha/2)$ % des évènements ont une intensité supérieure à i_0 , on applique sous Microsoft Excel la formule :

$$i_0 = \mu + \sigma \times loi.student.inverse(\alpha; d)$$
 Équation 1

où d est le nombre de degrés de liberté (ici d = n = 56) et α la probabilité (pour un test à 95%, α = 0,1).

Nous nous intéressons aux évènements extrêmes, qui se situent donc dans la zone noire de la Figure 2. On a appliqué le test de Student inverse, d'une part aux durées, et d'autre part aux intensités des 56 évènements. On a ainsi obtenu :

- \rightarrow le seuil d'intensité de pluie i_0 tel que 95% des évènements ont une intensité inférieure à i_0
- $\rightarrow \,$ le seuil de durée de pluie d_0 tel que 95% des évènements ont une durée inférieure à d_0

Pour chacun des paramètres « durée » et « intensité », les données statistiques classiques, ainsi que l'application du test de Student à 95%, obtenues à partir des 56 évènements pluvieux considérés, sont présentées dans le Tableau 1 :

Tableau 1 : Application de la loi de Student à la détermination des seuils de durée et d'intensité importantes

	Durée (min)	Intensité (mm.h ⁻¹)
Moyenne µ	473,73	3,49
Ecart-type σ	379,47	5,08
Médiane	403,50	2,08
Minimum	19,00	0,47
Maximum	1392,00	35,37
Student 95%	$d_0 = 1108,40$	<u>i₀ = 11,99</u>

Ainsi 95% des pluies retenues ont une intensité inférieure à 12 mm.h⁻¹; on définit donc l'intensité de l'événement PO comme égale à 12 mm.h⁻¹. Etant donnée la variabilité des quelques évènements d'intensité supérieure à cette valeur, on ne peut pas déterminer statistiquement les autres caractéristiques de PO; on fixe arbitrairement sa durée à 100 mn, ce qui correspond à une hauteur totale de 20 mm. De même, seuls 5% de l'ensemble des pluies durent plus longtemps que 1100 mn; donc PA aura une durée de 1100 minutes, et on fixe son intensité égale à 1,1 mm.h⁻¹, soit, comme pour PO, une hauteur totale d'eau de 20 mm.

A-1-1-2 Calcul des volumes engendrés en entrée du bassin d'infiltration

Il s'agit ensuite de calculer les volumes d'eaux ruisselées que ces évènements-types engendrent et les hauteurs d'eau dans le bassin d'infiltration, en considérant les paramètres donnés dans le Tableau 2, reprenant les caractéristiques du bassin :

Coefficient d'imperméabilisation du bassin 0,75 versant (C)

Surface du bassin d'infiltration BI (m²) 10 000

Surface du bassin versant BV (m²) 1 850

Tableau 2 : Surfaces des bassins d'infiltrations et des bassins versants

On calcule les volumes totaux engendrés par chaque pluie grâce à la formule suivante :

$$V = H_{PLUJE} \times BV \times C$$
 (m³) Équation 2

où H_{PLUIE} est la hauteur de l'événement pluvieux (m), BV la surface du bassin versant (m²) et C le coefficient d'imperméabilisation.

Soit une hauteur d'eau H dans le bassin de :

$$H = \frac{V}{BI}$$
 (m) Équation 3

000

Enfin, la moitié seulement de la surface du bassin de DjR participe à l'infiltration. On a donc envisagé deux scénarii : idéal, avec toute la surface du bassin, ou réel, avec la moitié. Les hauteurs d'eau engendrées avec les deux configurations sont présentées dans le Tableau 3 :

Tableau 3 : Hauteurs totales d'eau dans les bassins, en fonction du type de pluie et du bassin

	PN	РО	PA
Intensité I (mm.h ⁻¹)	1,5	12	1,1
Durée D (min)	240	100	1100
Hauteur totale d'eau de pluie sur le BV (mm)	6		20
Hauteur totale d'eau dans le bassin DjR si toute la surface infiltre (m)	0,83	2	,78
Hauteur totale d'eau dans le bassin DjR si la moitié de la surface infiltre (m)	1,67	5	,55

La configuration (réelle) sollicitant la moitié de DjR met en jeu des volumes trop élevés pour être reproduits en laboratoire. Nous avons donc chosi de travailler avec les intensités données dans le tableau 4 et qui correspondent à d'autres calculs faits pour d'autres bassins d'infiltration.

$$A = 1000 \times \frac{H}{D}$$
 (mm.min⁻¹) **Équation 4**

où D est la durée de la pluie (en minutes).

Tableau 4: Taux d'alimentation (mm.min⁻¹) retenus pour l'approvisionnement des colonnes, pour chaque type de Pluie

	PN	РО	PA
A (mm.min ⁻¹)	3,02	24,18	2,20

On considère les volumes générés à l'entrée du bassin, donc drainés sur toute la surface du bassin versant. Les vitesses et les hauteurs d'eau, des Pluies d'Orage en particulier, sont donc importants au regard de ce qui est généralement reproduit en laboratoire.

A-1-1-3 Evaluation de la pluviométrie totale dans l'Est lyonnais

Les banques de données utilisées sont issues des pluviomètres de Bron et de Genas de l'OTHU et des relevés fournis par Michel Gagnard (UFR de Mécanique de l'Université Lyon I), président de l'association Météo d'entre Rhône et Loire (http://www.meteociel.fr) pour la commune de Bron (Tableau 5):

Tableau 5: Pluviométrie dans l'est lyonnais sur les années 2003, 2004, 2005

	Source	Année	Cumul (mm)
	Pluviomètre de	2003	665
OTHU	Bron	2004	543
	Pluviomètre de	2003	726
	Genas	2004	575
Météo d'entre Rhône et Loire		2003	663
		2004	748
		2005	650

On retient la moyenne de ces différentes valeurs, soit une pluviométrie annuelle de 650 mm. On a environ 5 pluies d'orage PO par an, et 5 pluies d'automne PA par an. On considère donc que le reste de la pluviométrie est due à des pluies normales PN, soit 75 évènements :

$$5 \times 20 + 5 \times 20 + 75 \times 6 = 650 \text{ mm}$$

Équation 5

A-2 <u>Etude de l'influence des paramètres</u> <u>hydrodynamiques</u>

Il s'agit d'étudier les différents horizons de surface remaniés et reconstitués en colonnes, leur capacité à retenir ou relarguer les métaux lourds et les bactéries en conditions de transfert non-saturé et le lien entre les deux Horizons A et B et leur interface (Grandes Colonnes). L'horizon A est la zone d'accumulation des sédiments apportés par les eaux pluviales, horizon très fortement organique, contaminés et constitué de particules fines. L'horizon B est le dépôt fluvio-glaciaire en place dans l'est lyonnais. Il présente de fortes capacités d'infiltration, est très calcaire et de textures graveleuse et sableuse (Février, 2001). Des alternances de séchage/humidification avec les évènements PN, PO et PA déterminés précédemment sont simulées dans des colonnes à grande échelle dans lesquelles sont reproduits les Horizons A et B superposés, pour évaluer la mobilisation et le transfert potentiels des polluants et des bactéries dans les bassins d'infiltration.

Les Grandes Colonnes sont alimentées par le haut, et le drainage est libre, purement gravitaire : aucune succion n'est exercée en sortie de colonne, afin de permettre la récupération des colloïdes et des particules.

Les expériences en colonne exigent une mise en œuvre plus lourde que les en batch ou plus généralement en conditions statiques mais :

- → prennent en compte la structure du matériau et le caractère non-saturé de l'écoulement, donc les surfaces de contact mises en jeu entre le sol et la solution de sol ;
- ightarrow respectent l'aspect dynamique du transfert, donc les temps de contact pendant l'infiltration

A-2-1 Mise en oeuvre des colonnes

Les Grandes Colonnes visent à évaluer l'influence de l'Horizon B sur le transfert et la rétention des métaux et des colloïdes issus des horizons de surface, et à mieux comprendre le fonctionnement hydraulique du sol.

A-2-1-1 Mise en œuvre

Présentation du montage

Les colonnes reproduisent la superposition des Horizons A_{DjR} et B dans les bassins d'infiltration : l'Horizon B, sur une épaisseur de 36 cm, est surmonté d'une couche de l'Horizon A_{DjR} de 5 cm, une épaisseur effectivement mesurée sur le terrain. Les colonnes sont alimentées en solution (NaBr 10^{-3} M) par le haut et le drainage s'effectue librement par le bas de colonne.

La colonne est constituée de trois parties distinctes. La base permet l'écoulement des effluents en sortie. La pièce (en PEHD) a une pente d'environ 62% (32°); elle est polie dans le sens de la pente pour que les sillons dus à l'usinage n'emprisonnent pas les fines. L'eau s'écoule par un tuyau en plexiglas.

La partie médiane, transparente, en polycarbonates, contient le sol. Des piquages latéraux permettent d'insérer des sondes dans l'Horizon B, à 15, 95 et 145 mm de profondeur. Le sol est posé sur une plaque, percée tous les 5 mm de trous de 1 mm de diamètre, qui permettent de laisser le passage libre des particules.

Enfin, la partie supérieure est un cylindre transparent en polycarbonates, dans lequel la lame d'eau en excès s'accumule. On fixe à la surface du sol une plaque percée de trous de 4 mm de diamètre intérieur, selon un maillage de 2,5 cm de côté. Chaque trou est surmonté d'un petit tube en inox de 10 mm de haut (diamètre intérieur 4 mm, extérieur 6 mm). La plaque permet à la fois d'éviter un affouillement localisé dû à l'arrivée d'eau, et de répartir de façon

homogène l'alimentation sur toute la surface du sol : au début de l'alimentation, l'eau s'accumule à la surface de la plaque, puis déborde dans tous les trous simultanément . Les trois parties sont vissées deux à deux, l'étanchéité étant assurée par des joints toriques.

Chaque colonne est équipée de tensiomètres, qui mesurent la succion de l'eau, et de sondes CS 616, mesurant la teneur en eau volumique. Ces sondes permettent de suivre l'évolution des conditions hydriques dans la colonne et de connaître la courbe caractéristique d'humidité du sol $\psi(\theta)$. Elles sont placées dans l'Horizon B, à trois cotes différentes, 15 mm, 95 mm et 245 mm en-dessous de la limite entre les deux horizons.

Les Figures 3a et 3b présentent le schéma des colonnes et leurs dimensions :

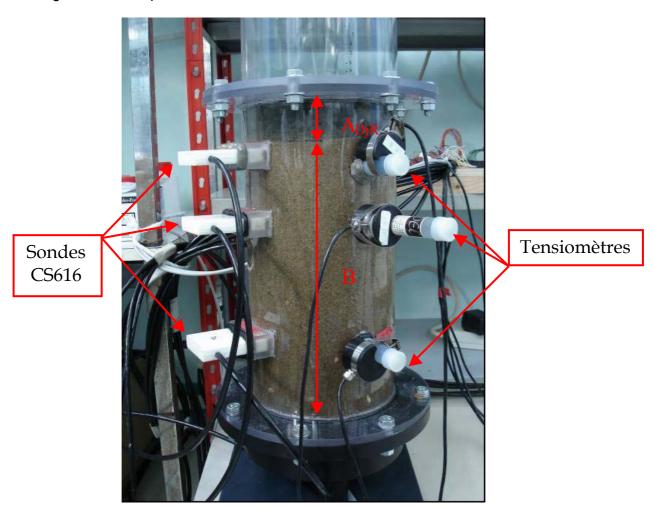


Figure 3a: Photo d'une colonne mise en place

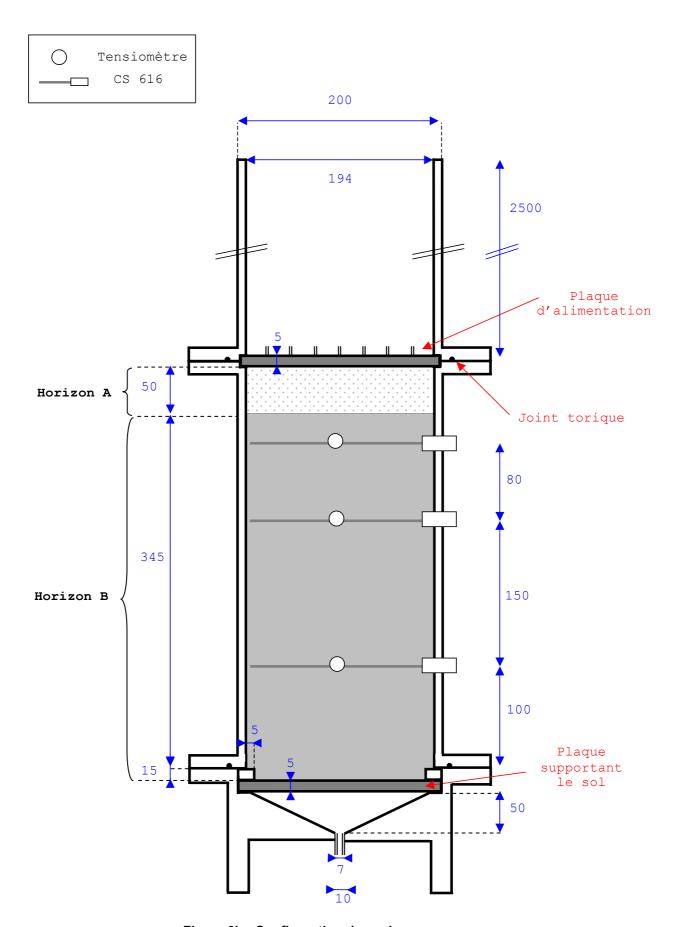


Figure 3b : Configuration des colonnes

Mesure de la teneur en eau

La teneur volumique en eau \square du sol a été mesurée par réflectométrie dans le domaine temporel (TDR : Time Domain Reflectometry). Les sondes utilisées ici sont des CS616 (Campbell Scientific, Inc) (Figure 4). Elles sont robustes, et dimensionnées pour des mesures sur le long terme. Elles consistent en deux tiges reliées à un circuit électronique. Une partie du circuit détecte la réflexion de l'onde et lance alors la pulsation suivante. On mesure donc la période T de la tension de sortie (+/- 700 mV), qui dépend de la teneur volumique en eau θ du sol. Les éléments théoriques de la méthode TDR et la calibration des sondes CS616 sont exposés dans l'Annexe IV.

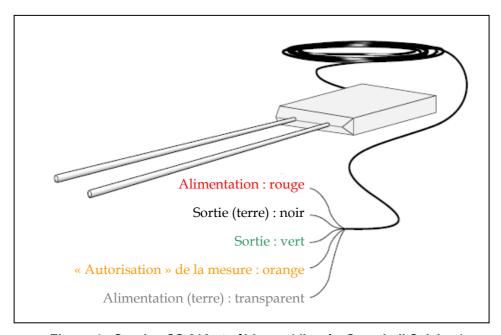


Figure 4 : Sondes CS 616 et câblages (d'après Campbell Sci. Inc.)

Les CS616 présentent trois avantages principaux :

- → leur coût :
- → leur faible temps d'acquisition (inférieur à 500 µs) :
- ightarrow leur forme : deux tiges relativement fines qui perturbent peu la structure du sol et le régime hydraulique de la colonne.

Les sondes sont influencées par les conductivités électriques supérieures à 0,5 dS.m⁻¹, qui peuvent en particulier être induites lorsque des ions sont libérés par la matrice par dissolution. La matière organique du sol et les argiles peuvent également influencer la mesure. Enfin, la réponse est atténuée lorsque le sol est compacté ou qu'il contient des teneurs importantes en argiles. L'influence de la matière organique, enfin, est discutée. C'est pourquoi nous avons placé ces sondes dans l'Horizon B seul. La faible épaisseur de l'Horizon A mis dans les colonnes aurait de plus remis en question la validité de la mesure, et risqué de nuire à l'homogénéité de cet horizon dans la colonne.

Dans la gamme de variation de teneur en eau rencontrée ici, on obtient la teneur en eau volumique à partir de l'équation de calibration suivante (Annexe IV) :

$$\theta = -1.285 \times 10^{-4} T^2 + 0.0402 T - 0.5605$$
 Equation 6

avec T la période mesurée par la sonde (en μs) et θ la teneur volumique en eau (en %).

Mesure de la tension de l'eau

Les tensiomètres permettent de mesurer les variations de potentiel hydraulique (H = ψ + z) détectées dans le sol. Ils sont constitués d'un capteur électronique (SKT 850T, SDEC France), placé sur une canne tensiométrique (SMS(S), SDEC France). La canne tensiométrique comporte une bougie poreuse fixée à l'extrémité d'un tube par une canne souple (Figure 5) :

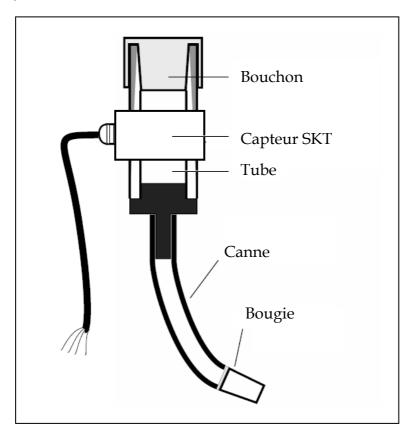


Figure 5 : Canne tensiométrique et capteur électronique (d'après SDEC France)

L'inconvénient des tensiomètres est que la gamme de potentiels qu'ils permettent de mesurer est limitée. Lorsque la charge atteint des pressions de l'ordre de 0,8 à 1 bar (pression atmosphérique), les pores de la bougie poreuse se désaturent et l'air peut rentrer [Musy et Soutter 1991, Melounou 1998] : les pressions s'équilibrent à pression atmosphérique, on dit que les tensiomètres « décrochent ».

La fonction de calibration obtenue est :

$$H = 9.9076U - 2.268$$
 Equation 7

avec U est la tension mesurée par la sonde (en mV) et H la charge hydraulique (en hPa ou mbar).

Acquisition des mesures

La centrale d'acquisition utilisée est le HP 34970, équipé de deux modules :

- → un multiplexeur HP34901, sur lequel sont connectés les signaux de sortie des sondes CS 616 et des tensiomètres ;
- → un module entrées/sorties HP 34903, qui permet de n'autoriser la mesure par les CS 616 que lorsque défini par l'utilisateur, afin de limiter la consommation énergétique.

Le logiciel Agilent VEE Pro permet de récupérer les données acquises par la centrale d'acquisition sur un ordinateur, *via* une interface RS232, qui connecte le port série de l'ordinateur et la centrale d'acquisition. Le logiciel a été programmé pour les besoins spécifiques de cette série d'expériences par Jean-Paul Laurent (LTHE, Grenoble). VEE Pro commande ainsi les mesures réalisées par les CS 616 et les tensiomètres, à pas de temps modifiable par l'utilisateur entre deux mesures.

Un bornier réalisé grâce à l'aide de Jean-Marc Lapetite (LTHE, Grenoble) et Rémi Bonnet-Casson (LOG., ENTPE) assure les liaisons entre l'alimentation électrique, les appareils et la centrale d'acquisition (Figure 6).

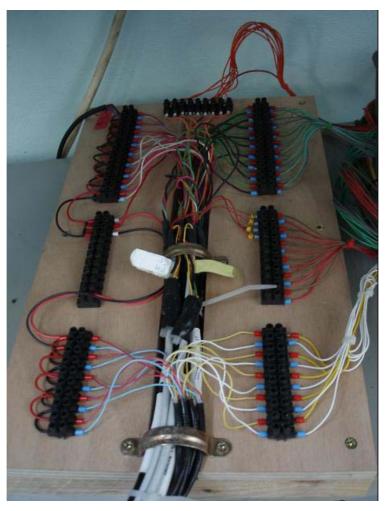


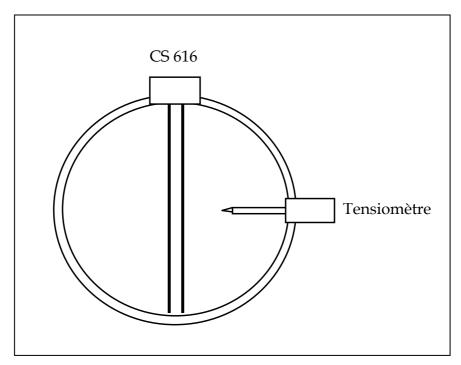
Figure 6 : Bornier liant les sondes, la centrale d'acquisition HP 34970 et l'interface RS 232 de l'ordinateur

Remplissage des colonnes

Une expérience préliminaire avec l'Horizon B seul a montré que ce sable se tasse lors de l'infiltration, sur plus de 10% de sa hauteur. Le sol est donc passé d'une densité apparente initiale de 1,63 g.cm⁻³ à une densité finale de 1,83 g.cm⁻³. Le contact entre le sol et les différentes sondes s'en est probablement trouvé altéré. De plus, les échantillons collectés en sortie de colonne étaient très turbides en début d'infiltration.

Par la suite, pour conjointement assurer une stabilité optimale du sol et éliminer une partie des fines particules, nous avons saturé le sol sous-jacent (Horizon B) au fur et à mesure de sa mise en place par le bas de la colonne (avec une solution de NaBr 10⁻³). La saturation progressive des colonnes est réalisée à l'aide de bouteilles de Mariotte, pour assurer des débits faibles, pour ne pas déstructurer le sol et assurer l'évacuation de l'air occlus dans les pores. Le sol est placé de façon homogène et tassé régulièrement dans les colonnes jusqu'à hauteur des sondes, puis laissé se saturer jusqu'à ce que l'eau parvienne jusqu'à la surface. Les sondes sont alors mises en place, et les piquages dans lesquelles elles sont insérées sont étanchéifiés à l'aide d'un mastic chimiquement inerte.

La Colonne 1 (C1) est équipée d'une sonde CS 616 et d'un tensiomètre à chacune des cotes suivantes : à 15 mm, 95 mm et 245 mm en-dessous de la limite entre les deux horizons. Les Colonnes 2 et 3 (C2 et C3) comporte une sonde CS 616 à chacune des cotes, mais un seul tensiomètre, 15 mm en-dessous de l'interface entre les deux horizons. Les sondes sont placées perpendiculairement pour respecter leurs champs de mesure respectifs (Figure 7) :



7 : Mise en place de la sonde CS616 et du tensiomètre aux différentes cotes

On réitère l'opération jusqu'à ce que toutes les sondes aient été mises en place, et que la hauteur totale de l'Horizon B atteigne 36 cm (soit un volume de 10 597 cm 3). Les 5 cm restant dans la colonne sont ensuite remplis avec l'Horizon A_{DjR} tassé tous les centimètres (soit un volume de 1478 cm 3).

L'Horizon A_{DjR} est séché à l'air une semaine avant sa mise en place dans la colonne pour obtenir une texture compatible avec sa mise en couche de 5 cm.

A-2-1-2 Phases d'expérimentation

On applique aux colonnes une alternance de simulations de pluies d'intensités et de durées variables, séparées par différents temps d'interruption (temps secs TS) (Figure 8) :

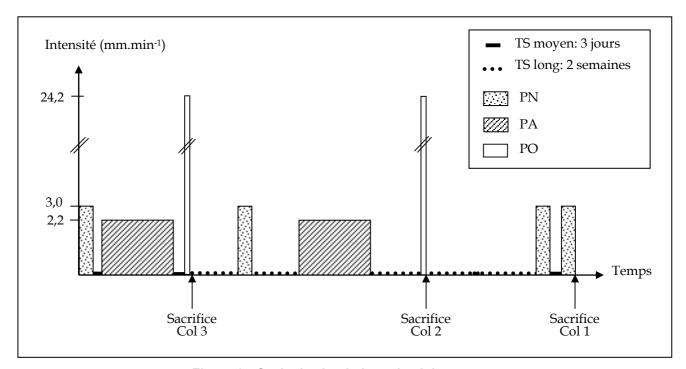


Figure 8 : Cycle de simulations de pluies

Les mesures de teneur volumique en eau (par les sondes CS 616) et de succion (par les tensiomètres) sont complétées par le suivi :

- → de la hauteur de la lame d'eau qui se développe pendant l'infiltration ;
- → des volumes écoulés en sortie de colonne (déterminés par pesées).

On calcule ainsi les vitesses (mm.min⁻¹) et les débits (ml.min⁻¹) infiltrés.

De plus, les colonnes sont pesées pendant les expériences. On calcule le volume d'eau (en litres) dans la colonne à chaque instant, par différence entre le poids total de la colonne et le poids de la lame d'eau :

$$V_{eau}(litres) = P - \frac{H \times S}{1000}$$
 Équation 8

où P est le poids total de la colonne (en kg), H la hauteur de la lame d'eau (en cm), S la surface de la colonne (en cm²).

A-2-1-3 Sacrifice des colonnes

La Colonne 3 est sacrifiée après 4 simulations de pluies successives (PN – PA – PO – PN BIS). La Colonne 2 est sacrifiée après le second cycle de pluies (PN – PA – PO – PN BIS – PA BIS – PO BIS). Enfin, la Colonne 1 est sacrifiée après deux PN supplémentaires (PN – PA – PO – PN BIS – PA BIS – PO BIS – PN TER – PN QUATER).

On sépare le sol en tranches d'épaisseur variant entre 0,3 et 2,2 cm pour l'Horizon A_{DjR} et entre 0,3 et 5,5 cm dans l'Horizon B.

Les fractions remaniées récupérées sont pesées, leur humidité massique est déterminée par pesée puis les échantillons sont conservés à 4°C pour les analyses.

Des dénombrements totaux de bactéries ont été réalisés sur chaque fraction selon le même protocole que celui décrit dans le délivrable 4.

Les teneurs en métaux ont été réalisées sur les tranches de sol récupérées. Pour les tranches de sol émanant de l'Horizon A_{DjR} , environ 100 mg d'échantillon sont minéralisés avec 2 ml de HNO $_3$ et 6 ml de HCl, par une montée à 180 °C en 15 min et un palier de 30 min. Les échantillons sont repris dans 25 ml après filtration sur filtres Whatmann 541.

Pour les échantillons de l'Horizon B, environ 200 mg sont minéralisés dans 7 ml de HNO₃ et 3 ml d'HF, par une montée à 180°C en 25 min et un palier de 30 min. On a eu recours à l'acide fluorhydrique et à une montée en température plus longue pour assurer une minéralisation optimale des fractions difficilement solubles de la matrice carbonatée. Les échantillons minéralisés sont alors repris dans 25 ml sans filtration.

Les teneurs en métaux ont ensuite été mesur&es dans le minéralisat par adsorption atomique.

Le Carbone Organique Total sur les solides a été dosé au LAEPSI, selon la norme NF ISO 10694 (appareillage COT-mètre OI Analytical). La limite de détection du Carbone est de 0.2% en masse.

A-2-1-4 Test de Beerkan

Le test de Beerkan consiste à imposer la saturation à la surface du sol, par une charge hydraulique proche de zéro, et de suivre l'évolution de l'infiltration au cours du temps [Lassabatère *et al.* 2007].

On utilise pour cela un anneau (de 9,5 cm de diamètre), que l'on installe à la surface du sol. On verse dans cet anneau un volume précis d'eau du robinet (de volume V) et on mesure le temps nécessaire à l'infiltration de ce volume. Dès que cette lame d'eau a disparu, on verse une nouvelle dose d'eau de volume V, et on mesure à nouveau le temps d'écoulement. L'opération est répétée, idéalement jusqu'à l'obtention du régime permanent. On suppose alors que l'on a obtenu la teneur à saturation en eau à la surface du sol.

On représente l'évolution de la capacité d'infiltration par le cumul des volumes infiltrés (ml) en fonction du temps (min). Le début des courbes (régime transitoire) nous renseigne sur les forces capillaires (sorptivité), et le régime permanent sur les forces gravitaires [Lassabatère *et al.* 2007].

Cette méthode a été appliquée sur la Colonne 1 au moment de son sacrifice, à trois cotes différentes :

- → à la surface de la colonne, soit de l'Horizon A ;
- → une fois cette couche retirée, juste en-dessous de l'interface entre les deux sols, soit à la surface de l'Horizon B ;
- → une dernière fois après qu'une épaisseur de 12,5 cm d'Horizon B a été retirée, soit davantage en profondeur dans l'Horizon B.

On utilise un volume V = 50 ml pour le test conduit sur l'Horizon A_{DjR} , de faible conductivité hydraulique, et V = 100 ml pour l'Horizon B.

A-2-2 Détermination des caractéristiques physiques des colonnes

A-2-2-1 Densité

La masse volumique réelle est définie comme le rapport de la masse des constituants solides rapportée à leur volume [Musy et Soutter 1991] :

$$\rho_S = \frac{M_S}{V_S}$$
 Équation 9

La masse volumique réelle d'un sol minéral est comprise entre 2,6 et 2,7 g.cm⁻³ (celle des minéraux pouvant varier entre 2 et 5,3 g.cm⁻³), celle de la matière organique entre 1,2 et 1,5 g.cm⁻³ [Musy et Soutter 1991]. La masse volumique du sol dépend donc de sa composition. Rühlmann *et al.* [2006] ont proposé une méthode pour évaluer la masse volumique de la part organique du sol, et ainsi la masse volumique réelle globale :

On définit respectivement les masses (en g) du sol M_S , de la matière organique M_{MO} , de la matière minérale M_{MM} , les volumes (en cm³) du sol V_S , de la matière organique V_{MO} , de la matière minérale V_{MM} , et les densités des particules (en g.cm³) du sol ρ_S , de la matière organique ρ_{MO} et de la matière minérale ρ_{MM} . Ces grandeurs sont reliées par les formules suivantes :

$$\rho_S = \frac{M_S}{V_S}$$

$$\rho_{MO} = \frac{M_{MO}}{V_{MO}}$$

$$\rho_{MM} = \frac{M_{MM}}{V_{MM}}$$

De plus, le sol est constitué de matière organique (en proportion massique m_{MO}) et de matière minérale (en proportion massique m_{MM}) :

$$m_{MO} = \frac{M_{MO}}{M_S}$$

$$m_{MM} = \frac{M_{MM}}{M_S}$$

avec $m_{MO} + m_{MM} = 1$

Ainsi, la densité totale du solide ps peut s'écrire :

$$\rho_{S} = \frac{M_{S}}{V_{S}} = \frac{M_{S}}{V_{MO} + V_{MM}}$$

$$\rho_{S} = \frac{M_{S}}{\frac{M_{MO}}{\rho_{MO}} + \frac{M_{MM}}{\rho_{MM}}} = \frac{M_{S}}{\frac{m_{MO}M_{S}}{\rho_{MO}} + \frac{m_{MM}M_{S}}{\rho_{MM}}}$$

$$\rho_{S} = \frac{1}{\frac{m_{MO}}{\rho_{MO}} + \frac{m_{MM}}{\rho_{MM}}} = \frac{1}{\frac{m_{MO}}{\rho_{MO}} + \frac{1 - m_{MO}}{\rho_{MM}}}$$

Soit

$$\rho_S = \left(\frac{m_{MO}}{\rho_{MO}} + \frac{1 - m_{MO}}{\rho_{MM}}\right)^{-1}$$

Équation 10

La proportion massique de matière organique m_{MO} est calculée par le ratio entre la teneur en carbone organique contenue dans l'échantillon (C_S) et celle contenue dans la matière organique (C_{MO}):

$$m_{MO} = \frac{C_{S}}{C_{MO}}$$
 Équation 11

où $C_{MO} = 55\%$ d'après Rühlmann et al. [2006]¹.

A partir d'une régression linéaire sur un ensemble de sols de teneurs variables en matière organique, Rühlmann *et al.* [2006] ont obtenu que la densité de particules de la matière organique ρ_{MO} pouvait être approchée par l'équation :

$$\rho_{MO} = 1{,}127 + 0{,}373 * m_{MO}$$
 Équation 12

Quand à ρ_{MM} , la valeur communément admise est 2,65 g.cm⁻³ [Musy et Soutter 1991]. Rühlmann *et al.* [2006] proposent quant à eux la valeur 2,684 g.cm⁻³, obtenue sur leur panel de sols. On retient cependant la valeur de ρ_{MM} = 2,65 g.cm⁻³, utilisée par Février [2001] dans le cadre d'une étude sur le sol sous-jacent des bassins d'infiltration (correspondant à notre Horizon B).

A-2-2-2 Masse volumique apparente sèche

La masse volumique apparente sèche ρ_{AS} est le rapport entre la masse des éléments solides (masse de sol sec) et le volume total apparent du sol [Musy et Soutter 1991] :

$$\rho_{AS} = \frac{M_S}{V_t} = \rho_S \times \frac{V_S}{V_t} < \rho_S$$
 Équation 13

A-2-2-3 Porosité ou volume de pore V_P

On détermine le volume de pores V_P, c'est-à-dire le volume des vides :

$$V_P(\%) = \frac{\rho_S - \rho_{AS}}{\rho_S}$$
 Équation 14

$$V_P(cm^3) = V_t \times \frac{\rho_S - \rho_{AS}}{\rho_S}$$
 Équation 15

¹ Sasal *et al.* [2006] proposent : $1/C_{MO} = 1,72$ soit $C_{MO} = 58,14\%$. Mayer *et al.* [2004] considèrent quant à eux que le Carbone organique représente 50% de la masse totale de matière organique.

A-3 <u>Les méthodes d'analyse des effluents</u>

A-3-1 Analyses chimiques

A-3-1-1 Les métaux lourds étudiés

Les échantillons sont acidifiés (HNO₃ NORMAPUR Prolabo pour analyse des traces, en quantité suffisante pour abaisser le pH à 2).

Pour les Petites Colonnes, l'appareillage utilisé est un spectromètre d'absorption atomique Les mesures de Zn (limite de détection LD = 0,1 mg.l⁻¹) sont réalisées à la flamme et celles de Cd (LD = 0,1 μ g.l⁻¹) et de au four.

Les teneurs en Cu ont été mesurées au LSE par adsorption atomique (HITACHI Z8200).au four (Cu (LD = 1 μ g.l⁻¹)). Pour Zn et Cd, les analyses ont été réalisées par le Service Central d'Analyse du CNRS (Vernaison), équipé d'un ICP-MS permettant des limites de quantification plus faibles : respectivement 1 μ g.l⁻¹ pour le Zn et 0,1 μ g.l⁻¹ pour le Cd. L'appareil, très sensible, serait capable de détecter des concentrations inférieures ; cependant de par l'occurrence de ces éléments dans l'environnement, on ne pourrait alors pas affirmer que ces traces seraient issues des effluents.

A-3-1-2 Fe, Al, Mn

Les teneurs en Fe, Al, Mn sont dosées au LAEPSI (norme NF EN ISO 11885), avec un ICP-AES (Jobion Yvon ULTIMA 2). Les limites de quantification (égales à 3 fois la valeur de la limite de détection) sont respectivement de 3, 6 et 3 μg.l⁻¹. Les teneurs sont mesurées sur les échantillons filtrés à 0,45 μm (filtres Sartorius en nitrate de cellulose) puis acidifiés (HNO₃ NORMAPUR Prolabo pour analyse des traces).

A-3-1-3 Les éléments majeurs

Les teneurs en Ca et Na sur les échantillons filtrés à $0,45~\mu m$ (filtres Sartorius en nitrate de cellulose) puis acidifiés (HNO $_3$ NORMAPUR Prolabo pour analyse des traces) sont dosées au LAEPSI (norme NF EN ISO 11885), avec un ICP-AES (Jobion Yvon ULTIMA 2). Les limites de quantification sont respectivement de 3 et 27 $\mu g.l^{-1}$.

Les analyses visant à déterminer les teneurs en Ca et Na contenus dans les échantillons acidifiés sans filtration préalable ont été réalisées par le Service Central d'Analyse du CNRS (Vernaison), également par ICP-AES. Les limites de détection sont de l'ordre de 0,1 mg.l⁻¹.

Les mesures des teneurs en NO_2^- , NO_3^- , PO_4^{2-} , Br^- et Cl^- sont réalisées par le LAEPSI par chromatographie ionique (Dionex IC25), sur les échantillons filtrés à 0,45 µm (filtres Sartorius en nitrate de cellulose). Les limites de détection sont de 100 µg. l^{-1} pour le phosphate et 50 µg. l^{-1} pour les autres anions.

A-3-1-4 Le Carbone Organique Total (COT)

Les échantillons sont au préalable acidifiés (H₃PO₄ NORMAPUR Prolabo pour analyse) afin de prévenir toute dégradation biologique du Carbone présent des échantillons.

Le COT est dosé grâce à un COT-mètre LABTOC (Pollution and Process Monitoring). La mesure est basée sur une transformation du Carbone organique présent dans l'échantillon en CO₂, par une solution de persulphate de Sodium (Na₂S₂O₈) et un rayonnement Ultra-Violet. L'échantillon est préalablement dégazé pour éliminer le Carbone inorganique. La quantité de gaz émis est dosée par un détecteur Infra-Rouge. On en déduit la concentration en COT de l'échantillon grâce à une courbe d'étalonnage réalisée sur une gamme 0-10 ou 0-100 mg.l⁻¹ en fonction de la teneur des échantillons.

Il ne s'agissait cependant pas du même appareil pour les analyses des effluents issus des Petites et des Grandes Colonnes. Le COT-mètre du Laboratoire des Sciences de l'Environnement ayant rencontré des problèmes techniques, le service de Mr D. Fontvieille (Université de Savoie) a mis à notre disposition son appareil. Bien qu'il s'agisse du même modèle, la comparaison des teneurs obtenues entre les deux séries d'expériences devra se faire avec précaution.

A-3-1-5 La conductivité et le pH

La conductivité électrique et le pH sont mesurés dans les effluents des Grandes Colonnes grâce à des sondes directement plongées dans les effluents : un conductimètre WTW LF318 et un pH-mètre Hanna Instruments 8417 respectivement. On vérifie au préalable l'étalonnage du conductimètre grâce à une solution-étalon ; le pH-mètre est quant à lui étalonné avant chaque série de mesure.

A-3-2 Analyses dédiées à l'étude des compartiments particulaire et colloïdal

A-3-2-1 La granulométrie laser

La distribution granulométrique des effluents est déterminée, comme celle des sols, par un granulomètre laser Malver Mastersizer (MS 2000), selon la norme NF ISO 13320-1. Les échantillons sont pour cela dispersés dans le module Hydro G de l'appareil, et éventuellement désagrégés par l'application préalable d'ultrasons .

A-3-2-2 Séparations par filtration

Les appareillages imposent que les échantillons soient au préalable acidifiés et filtrés à 0,45 µm. Ce seuil est généralement admis comme étant la limite de séparation entre la fraction dissoute et la fraction particulaire d'un échantillon.

On a également dosé des teneurs « pseudo-totales » de métaux, d'ions majeurs et de COT, en analysant des échantillons acidifiés sans filtration préalable. On n'obtient pas des teneurs « totales », puisque les échantillons n'ont pas été minéralisés et que les appareillages ne sont pas spécifiquement adaptés pour détecter les éléments dans des fractions supérieures à 0,45 µm. Mais ces mesures rendent compte de l'existence ou de l'absence de fractions particulaires ou colloïdales dans les effluents.

La filtration classique a montré ses limites lors des tests de désorption (Délivrable 7) : l'accumulation de matière dans le rétentat induit une filtration à un seuil inférieur à la porosité du filtre. La filtration membranaire occasionne également une rétention à la surface des membranes, au moins des bactéries. Mais les échantillons issus des Grandes Colonnes sont moins turbides que ceux collectés à partir des tests de désorption ou d'instabilité. Une

filtration normale à la surface semble donc tout aussi adaptée à la séparation de ces effluents, moins lourde à mettre en œuvre et moins contraignante vis-à-vis des volumes d'échantillon nécessaires.

A-3-2-3 Les comptages totaux de bactéries

Les bactéries ont été dénombrées par coloration au DAPI, couplée à la microscopie à épifluorescence, comme pour les comptages réalisés sur les sols (Délivrable 4).

Contrairement aux dénombrements réalisés dans les extractions de sols, le protocole a pu être appliqué sans étape particulière de séparation ou d'optimisation de la coloration pour les dénombrements réalisés dans les effluents, en raison des faibles quantités de particules présentes. Seuls des ultrasons ont été appliqués aux échantillons lorsque ceux-ci était trop agglomérés pour permettre une répartition homogène des cellules sur le filtre. Des essais préalables ont montré que dans les conditions mises en œuvre, aucun effet néfaste des ultrasons sur les comptages n'était observé.

A-3-2-4 La Microscopie Electronique à Transmission (MET)

La Microscopie Electronique à Transmission a été utilisée pour observer :

- ightarrow des échantillons issus de l'Horizon B seul : ils proviennent de l'expérience préliminaire réalisée en Grandes Colonnes;
- \rightarrow des échantillons issus de la superposition des Horizons A_{DjR} et B : à divers moments de l'alternance de simulations de Pluies en Grandes Colonnes.

Deux modes de préparation ont été testés. Des échantillons ont tout d'abord été occlus dans des résines époxy. Les gélules ainsi préparées ont été découpées en lames de 80 et 140 nm d'épaisseur grâce à un couteau en diamant, puis déposées sur les grilles d'observation (Magali Floriani, IRSN, Cadarache). Mais les effluents des Grandes Colonnes n'étaient pas suffisamment concentrés, malgré plusieurs étapes de centrifugation. C'est pourquoi des gouttes d'effluents ont également été directement déposées sur les grilles ; les échantillons sont au préalable dispersés dans un bain à ultrasons de faible énergie, éventuellement dilués puis à nouveau dispersés, avant que l'on ne prélève une goutte (500 µl environ), qui est déposée sur une grille et séchée sous une lampe (Jeanne-Chantal DUR, INRA, Versailles).

On a utilisé l'appareil de l'INRA de Versailles (Philips EM 420), grâce au savoir-faire de Mme Jeanne-Chantal Dur (INRA, Versailles). L'appareil est équipé d'une caméra SOFT IMAGING SYSTEM Megaview II et du logiciel associé, qui permettent l'acquisition et le traitement des images numériques. L'analyseur INCA (Electron Backscatter Diffraction Oxford Instruments) et son logiciel associé (INCA Crystal EBSD system) ont permis une analyse élémentaire des éléments observés.

On couple les informations recueillies avec les spectres, la distribution en pourcentage atomique et l'analyse des écarts-types relevés par le logiciel INCA, pour déterminer quels éléments sont présents de façon certaine ; ainsi, on ne conserve pas les éléments qui :

- → soit ne sont pas identifiés par le logiciel dans le spectre ;
- → soit sont identifiés avec un écart-type élevé ;
- → soit représentent un pourcentage massique inférieur à 0,02%.

Des critères de forme couplés à l'analyse permettent d'identifier les minéraux présents.

On détecte systématiquement du Béryllium (présent dans l'appareil), du Nickel et du Cuivre (contenus dans la grille et/ou le portoir), et du Carbone (qui est le constituant principal du collodion, qui recouvre les grilles). Cependant, des mesures réalisées à l'extérieur des particules permettent de déterminer la composition du fond dissous. Il y a apparemment peu

de Ni dans les échantillons, donc cet élément peut servir de comparaison pour l'intensité des pics.

- La Microscopie Electronique à Transmission est un outil puissant d'imagerie et d'analyse élémentaire, mais comporte certaines limites :
- ightarrow lorsque les échantillons contiennent des teneurs importantes en sels, comme nos échantillons « naturels », des cristaux se forment quel que soit le mode de préparation, et gênent les observations ;
- ightarrow la préparation des échantillons est dommageable pour les cellules bactériennes, en particulier leurs parois ;
 - → les éléments les plus légers, comme N, ne sont pas détectés ;
- → certains éléments ne possèdent qu'une raie d'émission, qui peut être masquée par celle d'un autre élément. En particulier, le Brome, présent dans la solution d'alimentation, peut masquer la raie d'émission de l'Aluminium ;
- ightarrow il est difficile d'analyser la matière organique, plus diffuse que les particules minérales.

A-4 Résultats de la caractérisation des échantillons de bassins d'infiltration

A-4-1 Paramètres chimiques et biologiques

A-4-1-1 Caractérisation de la matière organique

L'humidité massique, ainsi que la caractérisation de la matière organique des horizons et les paramètres qui lui sont liés sont donnés dans le Tableau 6. Les différentes teneurs sont exprimées par unité de poids sec.

	В	A _{DjR}
Humidité massique H _m (%)	3,12 (±0,36)	38,43 (±0,76)
Azote total (g.kg ⁻¹)	0,4	4,8
Phosphore JoretH (g.kg ⁻¹)	0,038	0,304
Perte au feu (%)	0,37 (±0,33)	13,22 (±1,27)
Carbone organique (g.kg ⁻ 1)	2,3	85,4
Rapport C/N	5	17
Bactéries (.g ⁻¹ de sol sec)	1,83.10 ⁷ (±5,27.10 ⁶)	1,23.10 ¹⁰ (±3,14.10 ⁹)

Tableau 6 : Caractéristiques relatives à la matière organique

Note : les écarts-types sont indiqués entre parenthèses, sauf lorsque les mesures ont été réalisées par le laboratoire CESAR, auguel cas aucun écart-type n'est disponible.

Ces analyses montrent tout d'abord une différence marquée entre les horizons de surface et le sol originel. Les Horizons A ont évolué à partir du sol originel (Horizon B), sous l'influence de l'infiltration.

Le Phosphore et l'Azote sont des nutriments, nécessaires au développement de la vie dans les bassins.

Le Phosphore est très abondant dans les horizons de surface des bassins, alors qu'il est faiblement présent dans l'Horizon B. Cet élément joue un rôle important pour les êtres vivants (bactéries, plantes) d'une part, et pour la stabilisation des sols d'autre part.

La surface de DjR s'est considérablement enrichi en Azote; il est probable que l'apport ponctuel d'eaux usées qui a été observé dans ce bassin puisse être responsable de cette différence. Cela peut expliquer la rapidité avec laquelle les plantes se développent à la surface du bassin de Django Reinhardt.

D'après les valeurs élevées de la perte au feu et des teneurs en Carbone organique, les horizons de surface sont très organiques, tandis que l'Horizon B est minéral. On remarque que les horizons de surface se sont considérablement enrichis en matière organique, par les apports d'eaux pluviales.

Le rapport C/N exprime le degré de minéralisation du sol : plus le taux d'Azote est important, plus le rapport C/N est bas et plus la vitesse de minéralisation est élevée. Cet indicateur est théoriquement utilisé pour des sols agricoles, qui n'ont pas la spécificité de nos matrices ; il nous informe cependant que dans les horizons de surface, la matière organique est peu évoluée, la minéralisation est lente.

Enfin, les teneurs en bactéries sont classiquement exprimées en valeurs logarithmiques. Elles sont donc 2,5 à 3 fois plus nombreuses dans l' Horizons A que dans l'Horizon B. Cette abondance et le rôle significatif qu'elles peuvent jouer dans l'évolution des horizons de surface justifient l'importance qu'on leur a accordée dans cette étude.

A-4-1-2 Caractérisation élémentaire et ionique

Les teneurs en Fe, Al et Mn, et en cations majeurs sont présentées dans le Tableau 7 :

Elément (g.kg ⁻¹ MS)	В	A _{DjR} *
Fe	5,3 (±0,9)	27
Al	4,7 (±0,4)	35,4
Mn	0,21 (±0,02)	0,44
Са	68,9 (±2,1)	104,5
Mg	1,8 (±0,2)	6,9
Na	0,09 (±0,01)	5
K	1,22 (±0,10)	10,45

Tableau 7: Teneurs en Fe, Al, Mn et éléments majeurs

Le Calcium est présent de façon très majoritaire dans le sol sous-jacent.

Le Calcium est l'élément majeur le plus abondant dans les horizons de surface. On peut supposer une compétition importante avec les cations métalliques, de même valence, pour les sites d'adsorption. En particulier, le rayon ionique du Calcium (0,099 nm) est très proche de celui des métaux étudiés: il pourra donc être un compétiteur dans les réactions d'échange de cations

Pour tous les autres éléments majeurs, on observe un enrichissement significatif des horizons de surface, dû aux apports des eaux pluviales.

^{*} Pour ce sol, les analyses ont été réalisées par le LCPC de Nantes ; les écarts-types ne sont pas disponibles.

Le pH, la conductivité, la Capacité d'Echange Cationique, les concentrations en cations majeurs échangeables et la teneur en calcaire total (exprimées par unité de poids sec) sont présentées dans le tableau suivant ; la charge représentée et la part jouée dans la CEC par chaque cation majeur est de plus reportée (Tableau 8) :

Tableau 8: Humidité et caractéristiques physico-chimiques des Horizons

	В	A _{DjR}
pH H₂O	9,6	7,2
pH KCI	9,4	7,1
Conductivité (µS.cm ⁻¹)	114,5 (±6,1)	218,7 (±13,6)
CEC (méq.kg ⁻¹)	7	138
K échangeable (méq.kg ⁻¹)	0,3	3,5
K (%CEC)	4	3
Ca échangeable (méq.kg ⁻¹)	212,9	260
Ca (%CEC)	2 928	189
Mg échangeable (méq.kg ⁻¹)	2,5	6,5
Mg (%CEC)	34	5
Na échangeable (méq.kg ⁻¹)	0,6	0,7
Na (%CEC)	9	1
Calcaire total (g.kg ⁻¹)	230	259

On observe également pour ces différents paramètres de grandes différences entre les Horizons A et B.

Les horizons de surface du bassin d'infiltration sont neutres à légèrement alcalins. L'Horizon B est alcalin, en raison des teneurs élevées en calcaire qu'il contient. Les teneurs importantes en matière organique dans les horizons de surface ont en partie responsable de l'acidification de ces sols par rapport au sol sous-jacent.

La valeur du pH_{KCI} est proche de celle du pH_{H2O} . L'acidité potentielle des sols est donc assez faible, ils possèdent un fort pouvoir tampon.

La conductivité est élevée, surtout dans les horizons de surface (deux fois plus que dans le sol sous-jacent). Elle est directement corrélée à la quantité de matière, minérale et organique, susceptible d'être relarguée dans la phase liquide, dont se sont enrichis les horizons de surface.

Quel que soit l'Horizon, les valeurs de Capacité d'Echange Cationique sont peu élevées : on considère que la CEC des sols de surface varie de 50 (oxisols) à 1400 (histosols) meq.kg⁻¹ [Liu et Lee 2006], et que la matière organique pure possède une CEC de 2000 meq.kg⁻¹ [Delmas-Gadras 2000]. On peut donc supposer que les processus de précipitation et d'adsorption chimique (spécifique) sont prépondérants par rapport à la

sorption non-spécifique, comme les échanges de cations. Les liaisons sont fortes : la fixation des cations métalliques est stable, moins sensible aux variations de force ionique.

La CEC des horizons de surface est cependant 14 à 20 fois plus élevée que celle de l'Horizon B; on peut attribuer cette augmentation à l'apparition d'éléments plus réactifs, en particulier à l'apport en cations métalliques, en matière organique et en ions majeurs.

L'extraction réalisée pour la mesure des teneurs en cations échangeables est basée sur l'utilisation de l'ammonium. Celui-ci n'est pas à même d'extraire tous les éléments échangeables (seulement dans les argiles, pas dans le calcaire); mais c'est bien cette donnée qui nous intéresse, puisque c'est la part mobile des cations qui nous préoccupe. On peut alors comparer la part de CEC due à chaque cation, comme cela a été suggéré par le CESAR et indiqué dans le tableau ci-dessus. Cependant, la mesure de la CEC est basée sur un dosage de la quantité d'ions NH₄⁺ retenue dans le sol. La mesure de CEC est donc une mesure de sorption. Les cations dits « échangeables » sont en revanche ceux qui ont été déplacés par ce même ammonium. De plus, les phénomènes de dissolution (surtout dans le cas des sols étudiés, calcaires) ne sont donc pas dissociés de l'échange pur de cation. Cela explique que le Calcium puisse représenter un pourcentage largement supérieur à 100% de la valeur de la CEC ; ceci est courant en sols calcaires comme les nôtres.

Le Calcium est d'ailleurs l'élément mobilisable dominant. On considère en effet des sols dérivant d'un dépôt fluvio-glaciaire carbonaté. Les teneurs en matière organique peuvent constituer un autre élément d'explication. En effet, les composés humiques présentant une affinité particulière pour ce cation, l'adsorption de Ca²⁺ en présence de matière organique est favorisée [Delmas-Gadras 2000].

La teneur en calcaire est plus importante dans A_{DjR} que dans l'Horizon B. La méthode analytique peut ici aussi être mise en cause. On mesure en effet le dégagement de CO_2 après ajout d'acide, qui occasionne, outre la dissolution des carbonates et bicarbonates, la minéralisation d'une partie de la matière organique. Une partie du gaz dosé peut donc ne pas être liée au calcaire.

A-4-1-3 Teneurs en métaux

On note un enrichissement important en métaux lourds des horizons de surface par rapport au sol originel. La pollution présente dans les eaux de ruissellement est ainsi mise en évidence (Tableau 9).

	В		A _{DjR}	
	Moyenn e	Ecart- type	Moyenn e	Ecart-type
Zn (g.kg ⁻¹)	0,04	0,01	2,09	0,37
Cu (mg.kg ⁻¹)	7,93	0,68	181,61	26,98
Cd (mg.kg ⁻¹)	0,23	0,06	4,79	0,46

Tableau 9 : Teneurs en métaux des horizons

Ces trois métaux ont également été dosés dans l'Horizon A_{DjR} au LCPC de Nantes. Ils ont obtenu des teneurs similaires en Zn et en Cu (respectivement 2,354 g.kg⁻¹ et 232 mg.kg⁻¹), mais la moitié seulement de la teneur en Cd (2,58 mg.kg⁻¹). Soit ce métal est fortement lié à certains éléments dans le sol, insoluble même dans les conditions acides imposées par la minéralisation, soit il est présent dans le sol de façon hétérogène, sous forme de « pépites ».

A-4-2 Paramètres physiques

A-4-2-1 Densité des matériaux

Les teneurs en Carbone organique (C_S) des horizons superficiels est égal à 8,54% pour l'Horizon A_{DjR} . On peut donc calculer grâce aux Equations 10, 11, 12 la proportion massique de matière organique (m_{MO}), la densité de la matière organique ρ_{MO} et la densité du solide ρ_S (Tableau 10) :

Tableau 10 : Proportion de matière organique, densité de la matière organique et densité du solide des horizons de surface

	A _{DjR}
m _{MO} ²	0,15
	5
ρ _{MO} (g.cm ⁻³)	1,18
	5
ρ _s (g.cm ⁻	2,22
3)	3

La densité de l'Horizon B, très minéral, est quant à elle admise comme égale à 2,65 g.cm⁻³.

A-4-2-2 Caractérisation granulométrique

Horizon B

L'Horizon B est tamisé à 2 mm avant les analyses : les particules de tailles supérieures ne pourraient pas passer dans le granulomètre laser. Les distributions granulométriques de l'Horizon B (tamisé à 2 mm), brut et à différents degrés de désagrégation (10 secondes, 1 ou 2 minutes d'ultrasons), sont présentées sur la Figure 9, en termes de pourcentage volumique :

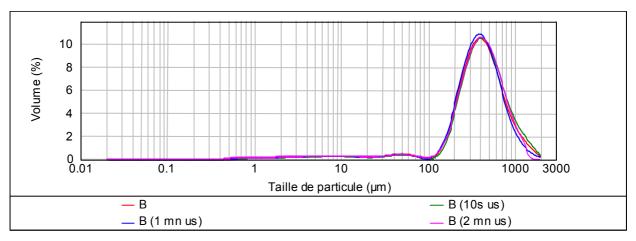


Figure 9: Distribution granulométrique de l'Horizon B, en termes de pourcentage volumique

² On retrouve approximativement les teneurs en matière organique présentées dans le Tableau 10. Le laboratoire César a quant à lui déterminé 170,4 g.kg⁻¹ de matière organique pour A_{BR} et 146,9 g.kg⁻¹ pour A_{DjR} .

Ce sol présente une granulométrie avec un mode grossier dominant, entre 100 et 2000 μ m. Il est très peu agrégé : les distributions sont similaires quelle que soit la durée d'ultrasons imposée avant la mesure.

Horizons de surface A_{BR} et A_{DjR}

Les Figures 10 et 11 montrent les distributions granulométriques de l'Horizon A_{DjR} , en pourcentages respectivement volumiques et numériques :

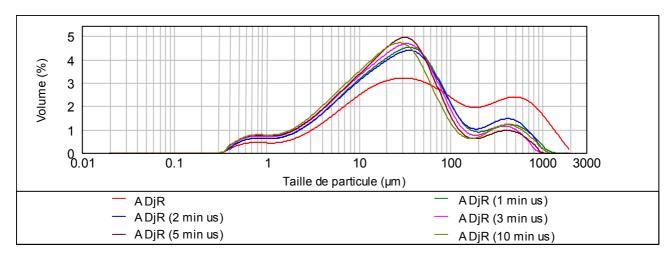


Figure 10 : Distribution granulométrique l'Horizon A_{BR}, en termes de pourcentage volumique

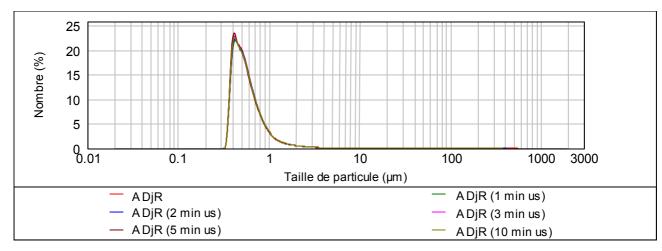


Figure 11 : Distribution granulométrique l'horizon ABR, en termes de pourcentage numérique

Les horizons de surface présentent des granulométries similaires. Ils sont tri-modaux et contiennent des agrégats, en grande partie dans la fraction supérieure à 100 μ m, constitués de particules élémentaires plus fines (3-100 μ m). Les particules inférieures à 3 μ m, les plus nombreuses, ne sont pas agrégées. Le mode numérique prédominant est compris entre 0,3 et 1 μ m.

L'Horizon A_{DjR} contient des agrégats solides : il faut 10 min d'ultrasons pour détruire tous les agrégats.

Comparaison des Horizons A et B

Le sol sous-jacent contient un mode prépondérant, composé de particules de diamètres supérieurs à 100 µm, et est très peu agrégé.

Les horizons de surface quant à eux se ressemblent beaucoup sur le plan de leur granulométrie :

- → les fractions les plus grossières sont partiellement constituées d'agrégats;
- → ils contiennent de nombreuses particules fines, élémentaires.

Il y a donc eu un enrichissement de l'Horizon B initialement en place en particules de tailles comprises entre 0,3 et $100 \ \mu m$. Il a évolué avec les infiltrations vers les Horizons A_{DjR} .

A-5 Synthèse

Les résultats concernant les caractéristiques chimiques, physiques et biologiques des sols étudiés sont liés et cohérents. L'Horizon B, dépôt originel, évolue vers les Horizons A enrichis par les apports en éléments réactifs dus aux effluents de ruissellement, porteurs d'une pollution urbaine et routière.

En particulier, les carbonates et la matière organique contribuent à un fort pouvoir tampon . La matière organique vivante ou non favorise la stabilité des agrégats [Jacobsen *et al.* 1998]. Les horizons de surface contiennent des agrégats, mais les particules les plus fines (0,3-1 µm) sont libres et abondantes : elles sont donc susceptibles d'être mobiles. Enfin, bien que les bactéries soient nombreuses, la minéralisation est lente et peu avancée, probablement du fait de la pollution importante.

On considère donc des matrices polluées et diversifiées. Les méthodes analytiques, destinées à la caractérisation de sols naturels ou agricoles, ne sont pas toujours adaptées.

Des teneurs totales ne sauraient présager de la mobilité des polluants, surtout dans des matrices aussi complexes et diversifiées. La caractérisation des matériaux étudiés sera donc complétée par des études en colonnes.

B- ETUDES EN CONDITIONS SATUREES EN EAU

B1- Protocole retenu en milieu saturé

Pour les travaux menés en milieu saturé, des colonnes en plexiglas (n=6), saturées en eau, ont été remplie d'un substrat hétérogène (sable et gravier) permettant de simuler l'horizon B (cf. partie A) rencontré au niveau des bassins d'infiltration (Figure 1). Une couche de 5 cm de sédiment urbain pollué collectée sur le bassin de Django Reinhardt est apportée en surface. Ces colonnes sont mises en circulation avec un apport en eau synthétique, grâce à l'application d'une charge constante en eau. Lorsque le système est stabilisé, 50 oligochètes tubificidés sont ajoutés dans 3 colonnes pour tester l'impact des invertébrés sur la perméabilité du milieu ainsi que sur les processus biogéochimiques et les transferts de polluants (cf. Figure 12).

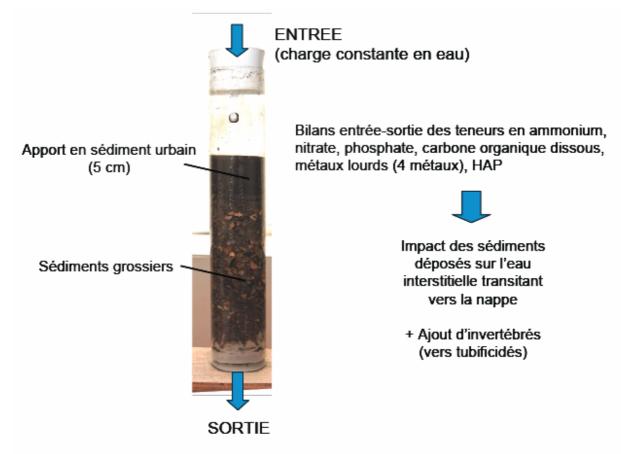


Figure 12 : Présentation d'une unité expérimentale et des mesures effectuées afin d'obtenir des bilans de transfert de polluants et nutriments de la surface vers l'eau de percolation

B-1-1-1 Suivi de la conductivité hydraulique

Le suivi des débits en sortie de colonne permet de déterminer si les sédiments urbains pollués et les oligochètes ont un rôle sur la perméabilité des sédiments hétérogènes. A l'aide des débits mesurés, la conductivité hydraulique K est mesurée grâce à la loi de Darcy :

 $q=K^*\Delta H/z$

avec K = Conductivité hydraulique (cm/h)

ΔH = Différence de hauteur d'eau appliquée (cm)

z = Hauteur de sédiment hétérogène (cm)

q = Q/A avec Q = Débit (mL/h) et A = surface de la colonne = 22,9 cm²

Donc K=q*z/ΔH

B-1-1-2 Mesures de flux biogéochimiques et de polluants

A l'aide des débits et des mesures effectuées à différents temps au cours des expérimentations, il nous a été possible de calculer la quantité des différents composants mesurés qui a été produite ou consommé lors du passage dans la colonne. Les concentrations en nitrite, nitrate, ammonium et phosphate ont été mesurées sur des échantillons filtrés (sur GF/F) à l'aide d'un analyseur de nutriment EasyChem de marque SYTEA (automate couplé à un spectrophotomètre). Les méthodes d'analyses correspondent aux techniques colorimétriques standards (AFNOR 1999). Par exemple, le N-NH₄⁺ a été analysé par colorimétrie au bleu d'indophénol avec une précision de \pm 10 \Box g/l. Les précisions pour les différentes méthodes étaient de \pm 10 \Box g/l pour le P-PO₄³⁻, \pm 10 \Box g/l pour le N-NO₂⁻ et de \pm 20 \Box g/l pour le N-NO₃⁻.

Durant l'expérimentation, la concentration en oxygène dissous en entrée et sortie de colonnes est mesurée à l'aide d'une microsonde couplée à un pico-ampèremètre de marque UNISENSE (Danemark). L'utilisation de ce type de sonde permet d'éviter le contact de l'eau de percolation avec l'atmosphère ambiant (la sonde étant directement dans le tube d'écoulement). Les différences d'oxygénation entre l'entrée et la sortie des colonnes témoignent de la respiration aérobie dans la matrice sédimentaire.

Les concentrations en carbone organique dissous sont mesurées sur des échantillons filtrées à 0.45 □m à l'aide d'un COTmètre de marque Analytik Jena. Les échantillons sont acidifiés puis bullés afin de supprimer le carbone inorganique contenu dans l'eau. Ensuite,

l'échantillon d'eau est brulé par pyrolyse et le CO₂ dégagé est détecté par détection infra rouge. Ce CO₂ dégagé est ensuite rapporté à une quantité de carbone organique dissous.

Afin d'estimer les taux de relargage de métaux lourds des sédiments urbains vers l'eau de percolation, les concentrations en Cadmium, Plomb, Zinc et Cuivre sont mesurées en entrée et sortie de colonnes sur échantillons filtrés par ICP-AES (laboratoire d'analyses : EEDEMS, INSA Lyon).

B2- Résultats obtenus et quantification des flux

Les expériences ont montré que l'apport des sédiments urbains conduisait en un colmatage très important du système (la conductivité hydraulique chutant de 30-50 cm/h à 10⁻⁴ cm/h, Figure 13). La présence de vers tubificidés n'a eu aucun effet sur la perméabilité du milieu. En effet, les vers tubificidés n'ont pas pu traverser la couche de sédiment colmatée et réduire du même coup le phénomène de colmatage (Figure 14). La grande proportion de particules inférieures à 10 □m (environ 60%) produit une couche très dure au contact du sédiment hétérogène sableux alors que cela n'était pas observé dans un sédiment urbain plus grossier dans lequel les vers ont la possibilité de réduire le colmatage (Nogaro et al. 2006).

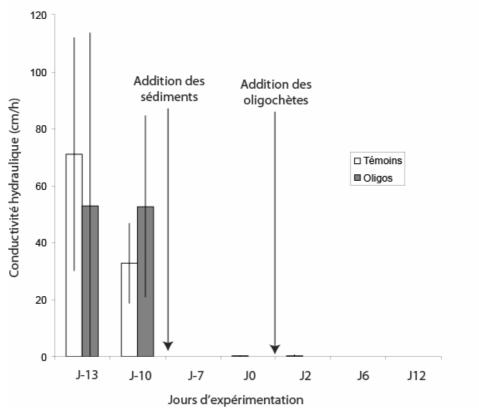


Figure 13 : Evolution des conductivités hydraulique dans les colonnes au cours des expérimentations

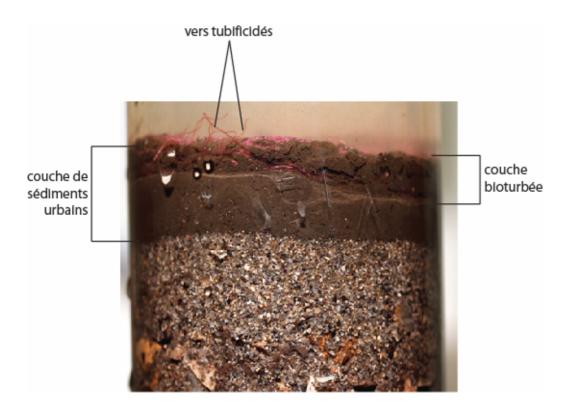


Figure 14 : Photographie d'une colonne avec vers lors des expérimentations

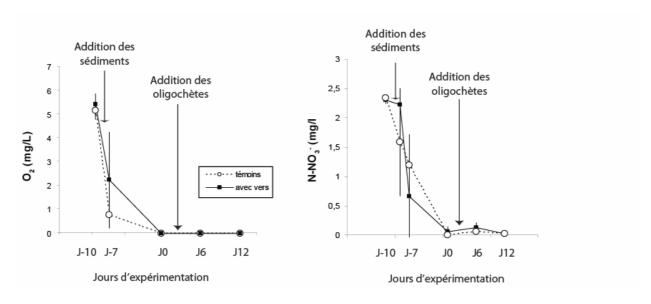


Figure 15 : Evolution des teneurs en oxygène dissous et nitrates en sortie de colonnes

L'addition des sédiments urbains induit une forte décroissance des concentrations en oxygène dissous et nitrates en bas de colonne (Figure 15, les concentrations en entrée étant de 7.8 mg/L en oxygène dissous et de 2.5 - 2.8 mg/L en N-NO₃-). La réduction de la perméabilité ainsi que l'apport de matière organique par les sédiments urbains produisent des conditions anoxiques en bas de colonne (faibles concentrations en oxygène, dénitrification conduisant en une perte complète en nitrates). Comme pour la perméabilité,

les oligochètes n'ont pas d'effet significatif sur les concentrations en oxygène dissous et nitrates en bas de colonne.

L'apport de sédiments urbains conduit aussi en des concentrations importantes en ammonium, ortho phosphates et carbone organique dissous en bas de colonne (Figure 16). De fortes concentrations en Zinc sont mesurées dans l'eau de percolation. Les sédiments urbains sont donc une source en différents composés pour le milieu sous-jacent (potentiellement la nappe phréatique). Les vers oligochètes n'ont pas d'effet significatif sur le relargage de ces différents composés des sédiments urbains vers l'eau interstitielle.

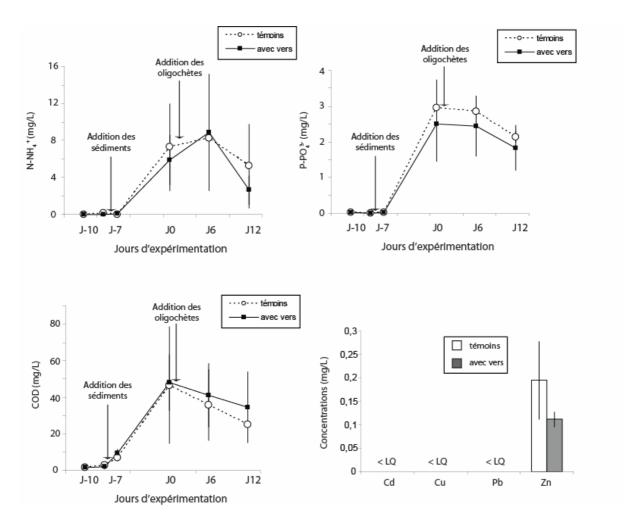


Figure 16 : Mesures des teneurs en ammonium (N-NH4+), orthophosphates (P-PO43-), carbone organique dissous (COD) et métaux lourds en sortie de colonne

Malgré cette pollution de l'eau de percolation par différents composés, les taux de transferts restent faibles lorsque l'on prend en compte la vitesse d'écoulement verticale (Tableau 11). Par exemple, les taux de consommation en O_2 sont de l'ordre de 10 mg d' O_2 par jour et par m^2 alors que dans un système infiltrant de rivière les consommations en O_2 sont 3 fois supérieures (autour de 32 mg d' O_2 par jour et par m^2 , Mermillod-Blondin & Rosenberg, 2006).

Tableau 11 : Flux des différents composés entre l'entrée et la sortie des colonnes

Flux calculés	Témoin	Vers tubificidés
mg d'O ₂ par jour et m ²	-12,25 (+/- 0,05)	-9,30 (+/- 0,14)
mg de N-NO ₃ par jour et m ²	-4,07 (+/- 0,05)	-3,01 (+/- 0,10)
mg de COD par jour et m²	55,58 (+/- 31,23)	48,74 (+/- 20,41)
mg deP-PO ₄ 3- par jour et m ²	4,46 (+/- 0,36)	2,90 (+/- 1,01)
mg de N-NH₄⁺ par jour et m²	12,92 (+/- 7,30)	10,33 (+/- 7,19)
mg de Zn par jour et m²	0,30 (+/- 0,13)	0,13 (+/- 0,02)

B3-Synthèse

En résumé, le phénomène de colmatage observé en milieu saturé limite considérablement les transferts de polluants, nutriments et matière organique des sédiments urbains vers la nappe. A l'échelle d'un ouvrage d'infiltration, les flux pouvant se produire à l'interface entre les sédiments urbains et l'eau de surface (retenue du fait du colmatage) nous semblent plus pertinents dans l'évaluation de la dynamique des échanges liée à ces sédiments urbains.

En perspective, il est donc envisagé de mesurer les flux à l'interface eau-sédiment et de les comparer à ceux présentés dans le présent document. Un autre aspect envisagé sera d'évaluer l'impact possible de l'eau surnageante (potentiellement rechargée en différents polluants) en la faisant percoler sur une surface perméable (simulant une zone non impactée du bassin d'infiltration).

C- REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- AFNOR (1999). La qualité de l'eau. Association Française de la normalisation, Paris.
- Delmas-Gadras C. (2000). Influence des conditions physico-chimiques sur la mobilité du plomb et du zinc dans un sol et un sédiment en domaine routier. Thèse en Chimie et Microbiologie de l'eau, Université de Pau et des pays de l'Adour.
- Février L. (2001). Transfert d'un mélange Zn-Cd-Pb dans un dépôt fluvio-glaciaire carbonaté Approche en colonnes de laboratoire. Thèse en Sciences et Techniques du Déchet, INSA Lyon.
- Jacobsen O.H., Moldrup P., De Jonge H. and De Jonge L.W. (1998). Mobilization and transport of natural colloids in a macroporous soil. Phys. Chem. Earth **23**(2): 159-162.
- Lassabatère L., Angulo-Jaramillo R., Winiarski T. and Delolme C. (2007). Hydraulic characterization of settled sediment layer and subsoil in an urban infiltration basin. Novatech, Lyon (France).
- Liu Z. and Lee C. (2006). Drying effects on sorption capacity of coastal sediment: the importance of architecture and polarity of organic matter. Geochimica and Cosmochimica Acta **70**: 3313-3324.
- Melounou J. (1998). Instrumentation de terrain en géographie physique. Strasbourg, Mémoire de maîtrise UFR de Géographie de l'Université Louis Pasteur.Rühlmann,
- Körschens J.M. and Graefe J. (2006). A new approach to calculate the particle density of soils considering properties of the soil organic matter and the mineral matrix. Geoderma **130**: 272-283.
- Mermillod-Blondin F. and Rosenberg R. (2006) Ecosystem engineering: the impact of bioturbation on biogeochemical processes in marine and freshwater benthic habitats. Aquatic Sciences 68: 434-442.
- Musy A. et Soutter M. (1991). Physique du sol. Lausanne.
- Nogaro G., Mermillod-Blondin F., François-Carcaillet F., Gaudet J.P, Lafont M. and Gibert J. (2006). Invertebrate bioturbation can reduce the clogging of sediment: an experimental study using infiltration sediment columns. Freshwater Biology 51: 1458-1473.
- Ruban V., Larrate F., Berthier M., Favreau L., Sauvourel Y., Letellier L., Mosini M.L. and Raimbault G. (2004). Quantitative and qualitative hydrologic balance for a small suburban watershed in the nantes région, France. Novatech, Lyon (France).