
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-B1

Rapport sur l'étude du prétraitement biologique des résidus de curage de bassin de rétention

Responsable du rendu :

BENBELKACEM Hassen
DESJARDIN-BLANC Valérie

Décembre 2008

SOMMAIRE

1	Rappels des objectifs	3
2	Introduction.....	3
3	Matériels et Méthodes	4
3.1	Prélèvements et conditionnement des sédiments	4
3.2	Caractérisation des sédiments.....	6
3.2.1	<i>Granulométrie</i>	6
3.2.2	<i>pH</i>	6
3.2.3	<i>Taux d'humidité</i>	7
3.2.4	<i>Taux de matières organiques</i>	7
3.2.5	<i>Dosage du contenu en carbone sur solide</i>	7
3.2.6	<i>Teneur en polluants dans les matrices solides</i>	7
3.2.7	<i>Test de lixiviation</i>	7
3.2.8	<i>Dosage du contenu en carbone sur liquide</i>	8
3.2.9	<i>Détermination de la concentration en métaux en milieu liquide</i>	8
4	Pilotes de biotraitement.....	8
4.1	Description des pilotes 1 ^{ère} phase.....	10
4.2	Description des pilotes 2 ^{ème} phase	11
5	Résultats	11
5.1	Série 1 :.....	11
5.2	Série 2.....	15
5.2.1	<i>Teneur en hydrocarbures</i>	15
5.2.2	<i>Mobilité des métaux</i> :.....	17
6	Conclusion.....	19

1 Rappels des objectifs

L'entretien des bassins ou autres ouvrages d'infiltration des eaux de ruissellement, indispensable afin de garantir leur efficacité sur le long terme, impose des campagnes périodiques de curage de la couche de surface. Outre des fines particules, cette couche concentre de nombreux polluants organiques (hydrocarbures) et inorganiques (principalement Pb, Zn, Cd et Cu). L'objectif de cette action est d'optimiser le pré-traitement biologique de ces résidus et le couplage à un lavage afin d'obtenir un sable valorisable. Le pré-traitement est envisagé en vue d'abattre la fraction organique polluante (en particulier les hydrocarbures) pour laquelle le lavage ultérieur, classiquement réalisé dans l'unité de lavage des résidus de "dessablage" de l'ensemble du réseau d'assainissement de la ville, risque d'être inopérant.

2 Introduction

Ce livrable présente la réalisation des pilotes et les résultats obtenus pour évaluer la biodégradabilité des hydrocarbures piégés dans les sédiments. Des études préliminaires à l'échelle du laboratoire avaient montré qu'il existait dans les sédiments une flore microbienne abondante. Les essais, qui avaient été menés, avaient montré que les hydrocarbures n'inhibaient pas l'activité de la microflore mais pouvaient même être dégradés par les micro-organismes. La dégradation des hydrocarbures par la microflore endogène constitue un bio-traitement intéressant puisqu'il est possible d'envisager une diminution de la charge polluante sans procédés physico-chimiques coûteux. Les sédiments contenant aussi une pollution métallique importante, il convient de vérifier que le traitement proposé n'a pas d'impact négatif sur le comportement des métaux. En effet, toute activité biologique peut modifier le milieu. Cette modification (pH, Eh...) peut, dans certains cas, conduire à la re-solubilisation de certaines espèces métalliques. Les sédiments issus du curage des ouvrages de rétention des eaux pluviales sont envoyés dans des stations de lavage des sables. À l'issue du lavage et de la séparation par hydrocyclone, les sables sont récupérés et l'eau et les particules fines sont ré-envoyées dans la station d'épuration qui est associée à la station de lavage (voir Figure 1). Si un pré-traitement biologique des sédiments a pour conséquence un relargage de certaines espèces métalliques, les métaux en solution vont se retrouver dans la station d'épuration. Il est donc important de proposer un bio-traitement des sédiments qui permettent à la fois de réduire la charge en hydrocarbures sans rendre solubles les métaux piégés.

Cette étude a été effectuée sur les sédiments du bassin de rétention de Django-Reinhardt à Chassieu et sur ceux de ZAC du Chêne à Bron.

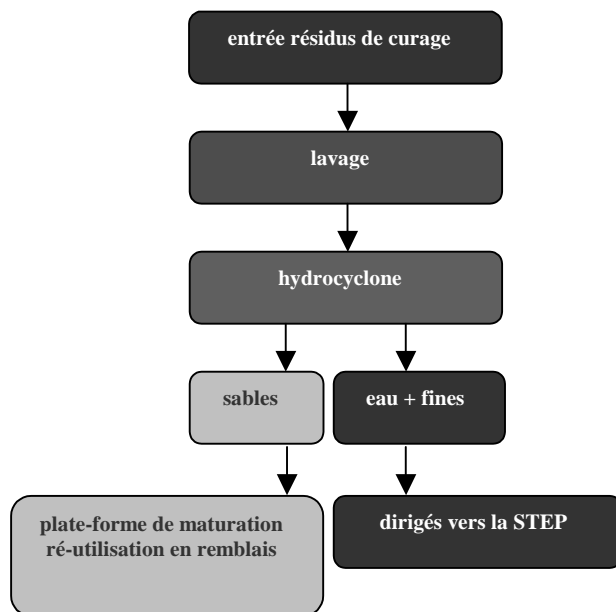


Figure 1 : Schéma simplifié du traitement des sédiments issus des bassins de rétention des eaux pluviales.

3 Matériels et Méthodes

3.1 Prélèvements et conditionnement des sédiments

Sédiments de Django-Reinhardt (sédiments DR) : Le bassin d'infiltration rétention draine une zone industrielle de 253 ha à Chassieu dans l'est lyonnais. Le prélèvement a été effectué près de la rigole qui relie le bassin de rétention au bassin d'infiltration (voir Figure 2). Le prélèvement a concerné une épaisseur de 2-3 cm sur une bande de 4 m de long sur 1,5 m de large à environ 50 cm de la rigole (voir Figure 3 et Figure 4). Les débris végétaux tels que les feuilles ont été exclus manuellement. 3 fûts de 55 L ont été récupérés.

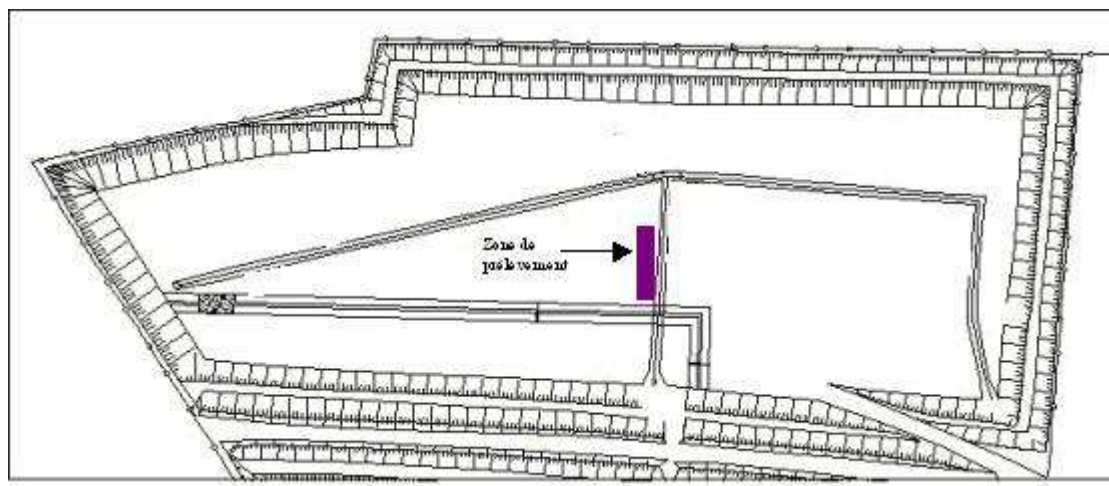


Figure 2 : Plan du bassin d'infiltration de Django-Reinhardt et zone de prélèvement des sédiments utilisés dans l'étude de la traitabilité biologique.

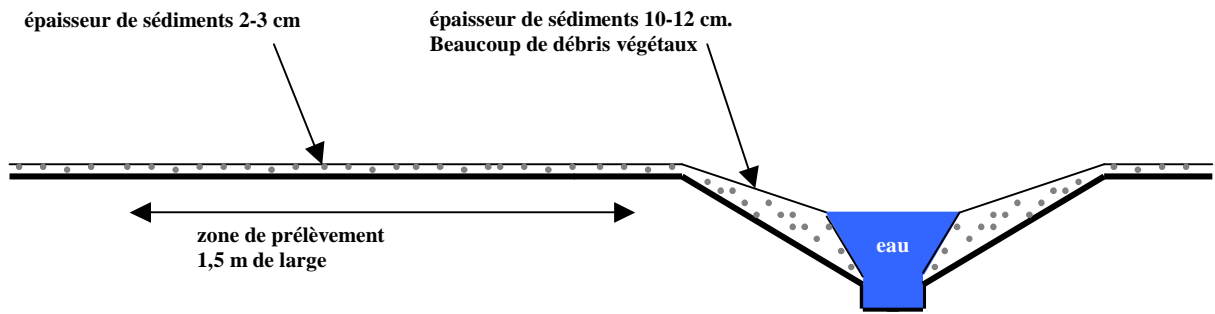


Figure 3 : Schéma de la zone de prélèvement près de la rigole du bassin d'infiltration

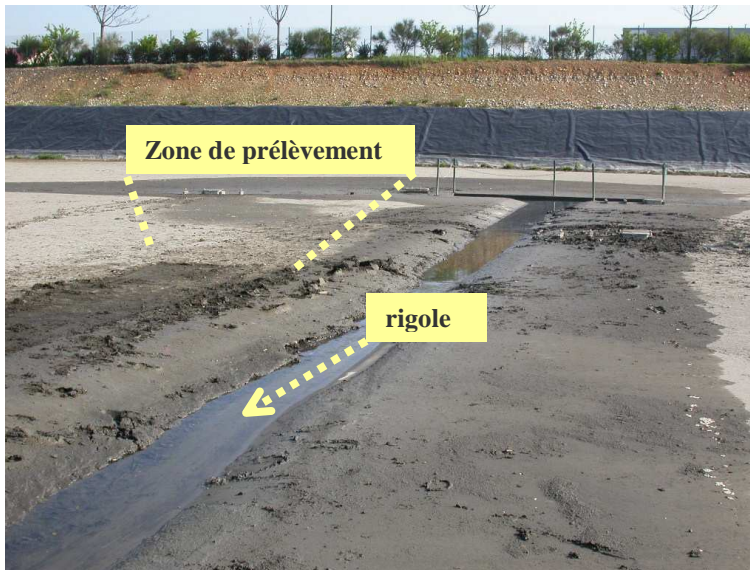


Figure 4 : Zone de prélèvement dans le bassin d'infiltration Django-Reinhardt.

Sédiments de ZAC du Chêne (sédiments ZAC): Le bassin de rétention de la ZAC du Chêne draine une zone d'activités tertiaires de 74 ha. Il se localise à Bron, dans l'est lyonnais. Le bassin de rétention (Figure 5) se localise à quelques centaines de mètres du bassin d'infiltration.



Figure 5 : Vue du bassin de rétention de ZAC du chêne.



Figure 6 : Étape de tamisage des sédiments.

Les sédiments d'un bassin sont étalés sur une bâche plastique dans une salle de séchage pendant 3 semaines. Une fois séchés, les sédiments ont été mélangés manuellement pour être homogénéisés et enfin tamisés (voir Figure 6). Les sédiments ont ensuite été stockés en chambre froide (4°C).

Un premier tamisage à 2 mm a permis d'obtenir 2 fractions. Un échantillon de sédiments inférieur à 2 mm à été tamisé à 1,25 mm. La répartition des différentes fractions est présentée ci dessous :

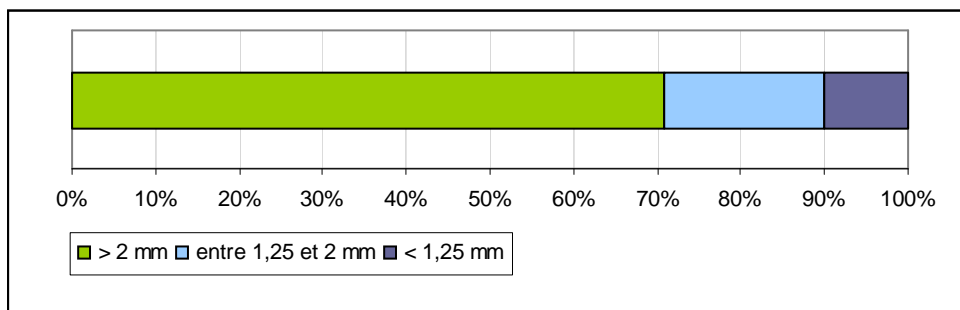


Figure 7 : Répartition en masse des différentes fractions des sédiments secs de Django-Reinhardt.

3.2 Caractérisation des sédiments

3.2.1 Granulométrie

L'analyse granulométrique des sédiments (séchés et tamisés à 1,25 mm) a été effectuée à l'ENTPE avec le granulomètre laser Mastersizer 2000 MALVERN. L'analyse granulométrique a permis de classer ces sédiments dans la catégorie des sédiments sablo-limoneux/limono-sableux. Ils contiennent 70 % de sables en volume.

3.2.2 pH

Le pH des sédiments a été déterminé selon la norme NF ISO 10390 à l'eau avec 5 g (équivalent masse sèche) de sédiments dans 25 mL d'eau déminéralisée. Le pH est compris entre 7,4 et 7,6.

3.2.3 Taux d'humidité

Le taux d'humidité (TH) est mesuré par différence de masse avant et après séchage dans une étuve à 105°C jusqu'à stabilisation de la masse (norme NF I SO 11465 AFNOR X 90-029). Le taux d'humidité des sédiments après séchage est inférieur à 2%. Pour les expériences de bio-traitement, le taux d'humidité est ajusté à entre 30 et 40 % en ajoutant la quantité d'eau nécessaire en la pulvérisant à l'aide d'un spray.

3.2.4 Taux de matières organiques

Le taux de matières organiques (MO) a été mesuré par la méthode de la "perte au feu". Les sédiments sont chauffés pendant 6 heures à 550°C. On estime qu'à cette température, toutes les matières organiques présentes dans un échantillon se sont volatilisées. La teneur en eau de l'échantillon est évidemment prise en compte dans les calculs. Le taux de matières organiques des sédiments est de 20,2 % ± 3,6.

3.2.5 Dosage du contenu en carbone sur solide

On distingue généralement le contenu en carbone organique total (COT) contenu dans les matières organiques et celui en carbone inorganique total (CIT) comme les carbonates par exemple. La somme des deux constitue le carbone total. Cette analyse a été réalisée par l'équipe analyse du LGCIE-Carnot selon la norme NF ISO 10694 AFNOR X 31-409. Elle est exprimée en % massique.

3.2.6 Teneur en polluants dans les matrices solides

L'analyse des sédiments de bassins d'infiltrations montre une pollution organique constituée principalement par des hydrocarbures (aliphatiques et/ou aromatiques polycycliques). Dans le cas des sédiments du bassin de Django-Reinhardt, les analyses effectuées sur différents prélèvements depuis quelques années ont montré que ces sédiments contenaient relativement peu d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP). Nous avons donc décidé de ne suivre que la pollution en hydrocarbures aliphatiques.

Il existe 2 méthodes d'analyses des hydrocarbures aliphatiques totaux (que l'on appelle aussi HCT pour hydrocarbures totaux) : une par spectrométrie à infra-rouges (IRTF pour Infra-Rouges à Transformée de Fourier) et une par chromatographie en phase gazeuse (GC FID). La méthode par IRTF est moins onéreuse que celle par GC-FID mais présente l'inconvénient de donner beaucoup de "faux positifs". Après plusieurs analyses, il a été choisi de quantifier les hydrocarbures par GC-FID de façon à avoir une image correcte de la pollution. La méthode par GC-FID permet aussi de connaître la répartition des hydrocarbures en fonction de leur taille.

On retrouve aussi beaucoup de métaux dans les sédiments. Les principaux sont le plomb, le zinc, le cuivre et le cadmium.

Ces analyses ont été réalisées par le laboratoire Wessling.

3.2.7 Test de lixiviation

La détermination des fractions de polluants mobilisables (ou lixiviables) à l'eau permet d'appréhender la quantité de polluants qui pourrait être relarguée par les sédiments en cas de contact prolongé avec

de l'eau. Les conditions expérimentales de ce test ne sont pas le reflet d'un scénario réel mais ce test étant normalisé, il permet de comparer différentes matrices solides.

Les sédiments sont mis en contact avec de l'eau déminéralisée avec un rapport L/S de 10 (25 g sédiments équivalent secs dans 250 g d'eau). Les flacons sont placés dans un éluteur rotatif qui assure une bonne mise en suspension des particules solides sans les déstructurer. La phase de contact dure 24 h. Les suspensions sont alors décantées (pendant environ 15 minutes), la phase liquide (lixiviats) est ensuite filtrée sur une membrane de polypropylène avec un seuil de coupure soit à 180 µm, soit 0,45 µm (selon les analyses à effectuer ensuite). Cette filtration est nécessaire pour permettre les analyses des solutions sans endommager les appareils de mesure.

3.2.8 Dosage du contenu en carbone sur liquide

La détermination du carbone organique, du carbone inorganique et du carbone dissous est réalisé au laboratoire selon la norme NF EN 1484 T 90-102 sur les lixiviats filtrés à 0,45 µm. L'analyse est possible sur des lixiviats filtrés à 180 µm. Dans ce cas on obtiendra la quantité de carbone organique, de carbone inorganique et de carbone total en phase liquide.

3.2.9 Détermination de la concentration en métaux en milieu liquide

La quantité de métaux dissous en phase liquide est déterminée par ICP-AES (Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry) appareil JOBIN YVON ULTIMA 2 selon la norme NF EN ISO 11885.

4 Pilotes de biotraitements

Une étude antérieure de laboratoire avait montré que l'aération des sédiments permettait de réduire considérablement la quantité d'hydrocarbures contenue dans l'échantillon. Dans une première phase (Série 1, Tableau 1), nous avons tenté d'affiner les paramètres d'aération et de température pour connaître les conditions optimales : 2 types d'aération testées (mécanique et flux d'air humide), pour chacune, différentes fréquences ou débits ont été appliqués et certains pilotes ont été incubés à différentes températures (température froide correspondant à une incubation dans une salle du sous-sol du bâtiment où la température est autour de 15°C, température chaude correspondant à une incubation dans une pièce thermostatée à 30°). Dans un second temps, la présence de cyclodextrines a été testée sur les sédiments de Django-Reinhardt et sur ceux de ZAC du chêne (Série 2, Tableau 2). Les cyclodextrines (Figure 8) sont des molécules cycliques dites "cages" Les unités β-Dglucopyranosyl qui les composent présentent des groupements polaires "à l'extérieur" et un cœur "hydrophobe". Les cyclodextrines sont connues pour augmenter la solubilité de certaines molécules hydrophobe. En effet, le composé peut se nicher dans la cavité offerte par la cyclodextrine. C'est le complexe "cyclodextrine-composé hydrophobe" qui se retrouve en solution. Les cyclodextrines testées possèdent des groupements méthyles (MCD) ou hydroxypropyles (HPCD) à la place de certains hydroxyles. Cette substitution permet à la fois augmenter la solubilité de la cyclodextrine et aussi, préserve la cyclodextrine de la dégradation microbienne. En l'absence de ces substitutions, la cyclodextrine est dégradée extrêmement rapidement.

Tableau 1 : Pilotes de bio-traitement des sédiments : conditions initiales pour la série 1

colonne	sédiments	retournements	aération	température
1	DR	jamais	non	ambiante
2	DR	1 fois/semaine	non	ambiante
3	DR	3 fois/semaine	non	ambiante
3 bis	DR	3 fois/semaine	non	ambiante
3 ter	DR	3 fois/semaine	non	ambiante
4	DR	5 fois/semaine	non	ambiante
5	DR	jamais	débit 2 L/j	ambiante
6	DR	jamais	débit 4 L/j	ambiante
7	DR	jamais	débit 8 L/j	ambiante
8	DR	3 fois/semaine	non	T froide
9	DR	3 fois/semaine	non	T chaude

Tableau 2 : Pilotes de bio-traitement des sédiments : conditions initiales pour la série 2

colonne	sédiments	retournements	cyclodextrines
1	DR	jamais	non
2	DR	1 fois/semaine	non
3	DR	1 fois/semaine	MCD
4	DR	1 fois/semaine	MCD
5	DR	1 fois/semaine	MCD
6	DR	1 fois/semaine	HPCD
7	ZAC	jamais	non
8	ZAC	1 fois/semaine	non
9	ZAC	jamais	MCD
10	ZAC	1 fois/semaine	MCD
11	ZAC	1 fois/semaine	HPCD

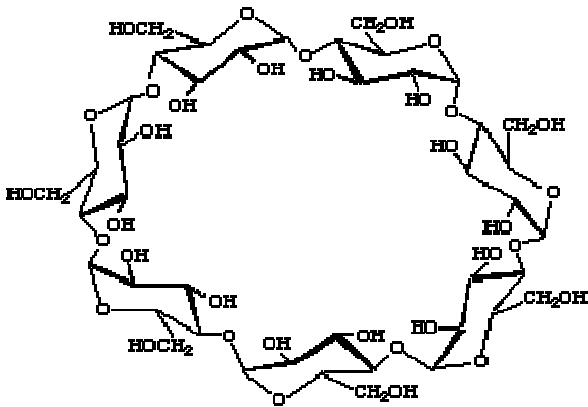


Figure 8 : β -cyclodextrine constituée de sept unités de β -Dglucopyranosyl

4.1 Description des pilotes 1^{ère} phase

11 petits pilotes (1 m de hauteur, 0,08 m de diamètre) maintenus à la verticale contenant environ 1 kg de sédiments tamisés à 2 mm et ré-humidifiés à 40 % sont réalisés (voir Figure 9). Le but est d'étudier l'influence du type d'aération sur l'abattement de la pollution organique. Ces dimensions de colonne sont choisies pour insister sur la hauteur du tas de sédiment introduit dans le pilote, soit 50 cm, représentative de conditions réelles de stockage. Il est important de noter qu'aucun apport d'inoculum bactérien n'est effectué.

Les types d'aération testés sont :

le renouvellement d'air par retournement mécanique (plusieurs fréquences hebdomadaires testées : 1, 3 ou 5 fois par semaine). Le renouvellement d'air s'effectue manuellement en vidant la colonne et en réintroduisant les sédiments dans la colonne,

l'apport d'air humide en continu par le bas par le biais d'une pompe (plusieurs débits testés : 2, 4, ou 8 L.jour⁻¹). L'ajout d'air humide permet de maintenir le taux d'humidité de la matrice solide, évitant ainsi de l'assécher.

L'effet stripping de l'air pouvant entraîner une volatilisation des hydrocarbures avait été testé dans une étude précédente (rapport MGD) en faisant passer un flux d'air dans une colonne contenant des sédiments, l'air étant passé ensuite à travers un filtre à charbon actif. L'analyse du filtre n'avait pas révélé la présence d'une quantité importante d'HCT entraînés par l'air. Ceci provient très certainement du fait que la partie des HCT qui serait volatilisable se serait déjà volatilisée pendant la phase de préparation des échantillons en particulier pendant la phase de séchage des sédiments (étalés sur une grande surface à température ambiante, retournés plusieurs fois pendant 2 semaines minimum).

L'indice hydrocarbure (par GC FID) ainsi que le COT sur solide sont mesurés au bout de 4 et 8 semaines de traitement.

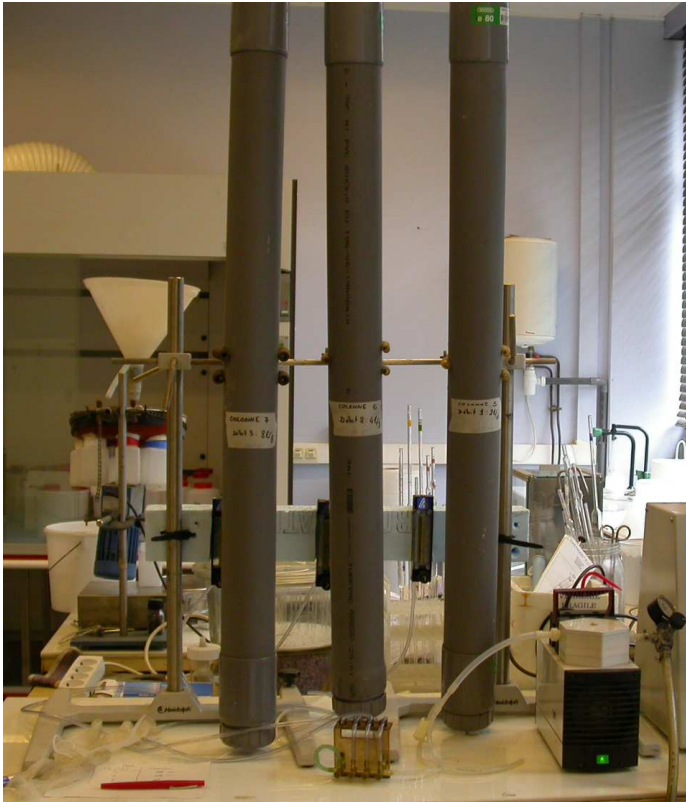


Figure 9 : Pilote de bio-traitement : colonnes en PVC contenant environ 1 kg de sédiments pollués

4.2 Description des pilotes 2^{ème} phase

Pour cette série de petits pilotes, nous avons étudiés les sédiments DR (prélèvement différent de celui de la série 1) et ceux de ZAC. Les sédiments ont été ré-humidifiés à 40 et 30 % respectivement (de façon à avoir la même texture). Le renouvellement d'air s'effectue manuellement en vidant la colonne et en réintroduisant les sédiments dans la colonne 1 fois par semaine. La durée de cette série a été de 5 semaines.

5 Résultats

5.1 Série 1 :

Le Tableau 3 montre les résultats obtenus sur les différentes colonnes au bout de 56 jours de traitement biologique. Les caractéristiques de l'échantillon initial sont précisées dans la colonne échantillon brut. Une condition d'aération est réalisée 3 fois pour observer la répétabilité de ce type d'expériences.

Tableau 3 : Evolution de la pollution organique après 56 j de pré-traitement biologique

Mode d'aération	Ech. brut	Sans aération	Retournement mécanique (nb de fois par semaine)					Débit air humide (L.j ⁻¹)		
			1	3	3bis	3ter	5	2	4	8
Indice HCT (g.kg ⁻¹ MS)	13,0	11,0	7,7	7,0	7,7	8,8	7,8	6,5	6,8	7,1
COT (% massique)	10,5	9,1	9,9	11,1	10,8	10,9	11,4	10,0	9,5	10,0

Les résultats fournis par l'indice HCT (hydrocarbures totaux) montrent que l'apport d'air humide en continu par le bas donne de meilleurs résultats : près de 50 % d'abattement d'hydrocarbures en 56 jours de traitement contre 40 % par retournement mécanique et seulement 15 % lorsque la colonne n'est pas aérée du tout. En revanche, la fréquence de retournement mécanique comme les débits d'air étudiés n'influent pas sur l'abattement. Les résultats de COT sont difficilement exploitables dans la mesure où ils n'indiquent pas de diminution de la teneur en carbone organique dans les sédiments, la précision de ces résultats étant de 10 % pour chaque mesure.

Généralement, en biologie, plus une molécule est longue et complexe, plus il sera difficile pour les micro-organismes de la dégrader. Nous nous attendions, lors du bio-traitement des sédiments à voir disparaître les hydrocarbures les plus courts (C16-C21). Or, nous observons que la diminution des HCT est corrélée avec une diminution de la coupe C21-C35 (voir Figure 10). La coupe C16-C21 diminue seulement légèrement. Il est très probable que les hydrocarbures courts (C16-C21) ne soient pas "accessibles" à la dégradation aérobie.

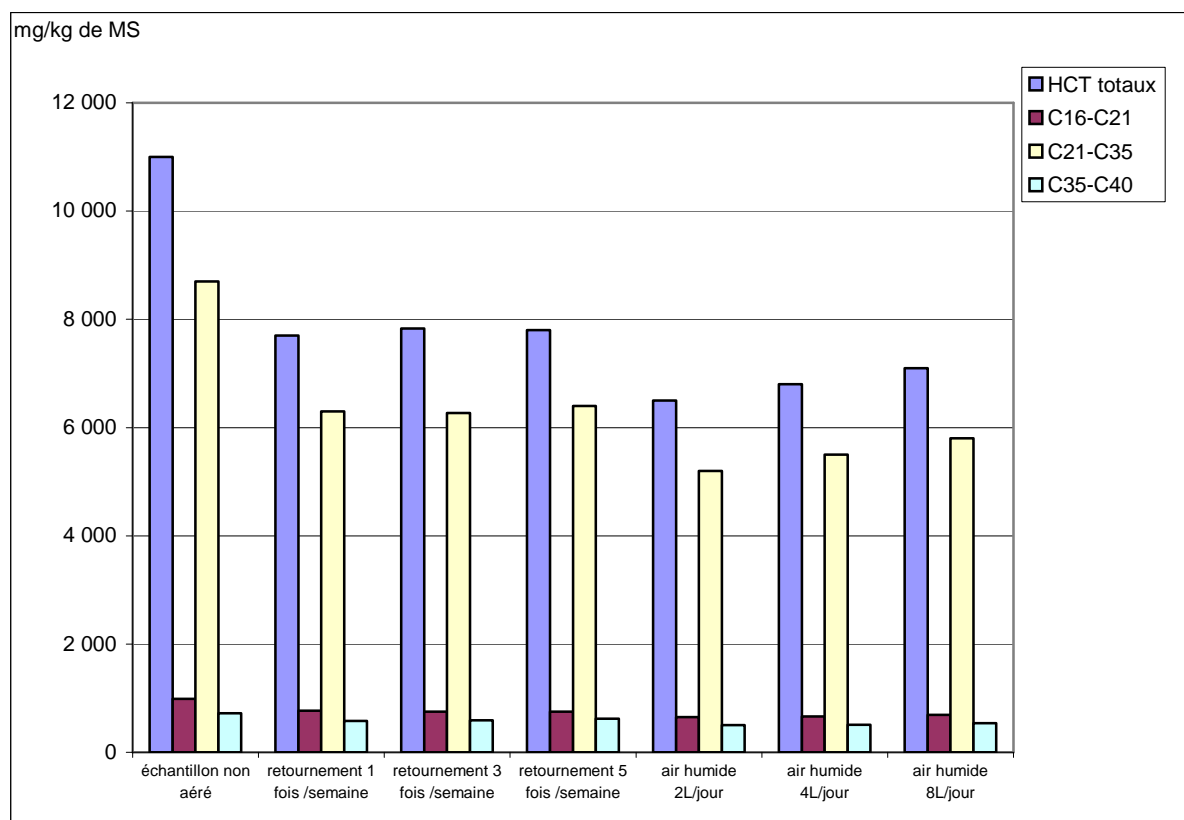


Figure 10 : Quantité d'hydrocarbures (déterminés par GC-FID) après 56 jours de traitement. Conditions d'incubation : température ambiante.

La cinétique de dégradation (t 0, 28 et 56 jours) montre un ralentissement de celle-ci (Figure 11). Ce phénomène est très souvent observé dans le cas des biotraitements. Ce ralentissement laisse supposer qu'un certain seuil sera atteint et qu'il sera difficile de dégrader la majorité des hydrocarbures ceci probablement en raison d'une non accessibilité des micro-organismes aux polluants.

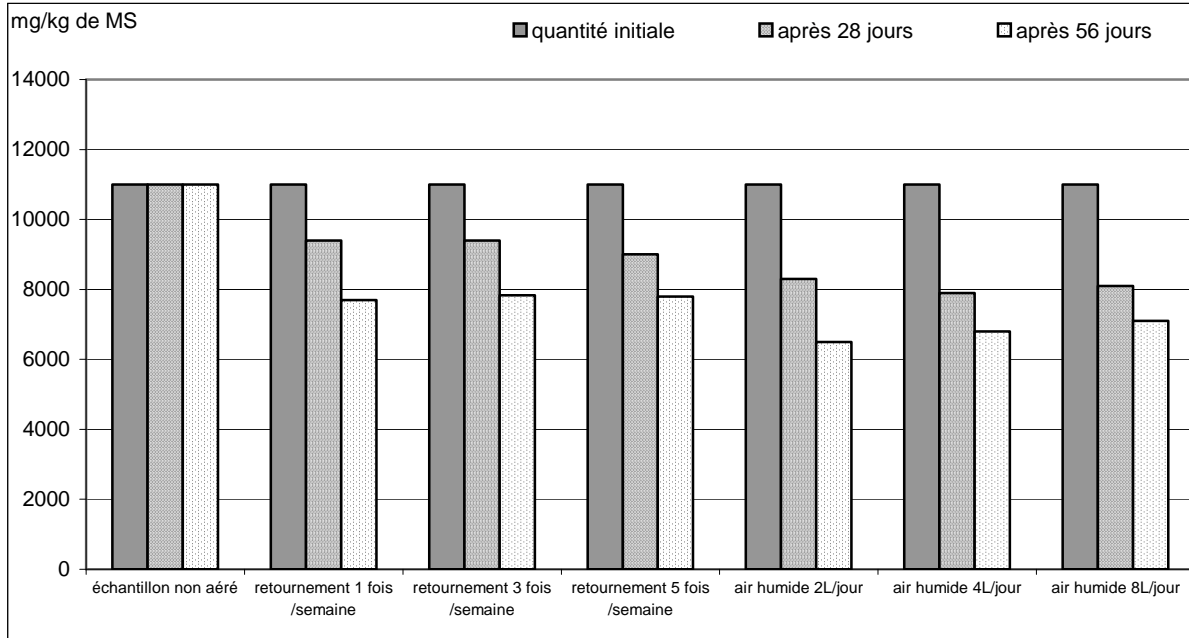


Figure 11 : Cinétique de disparition des HCT dans les pilotes de bio-traitement incubés à température ambiante.

Des mesures de COT sur liquide (Figure 12 et Figure 13) et de dosage de Cd, Cu, Pb et Zn après lixiviation (Tableau 4) ont également été réalisées.

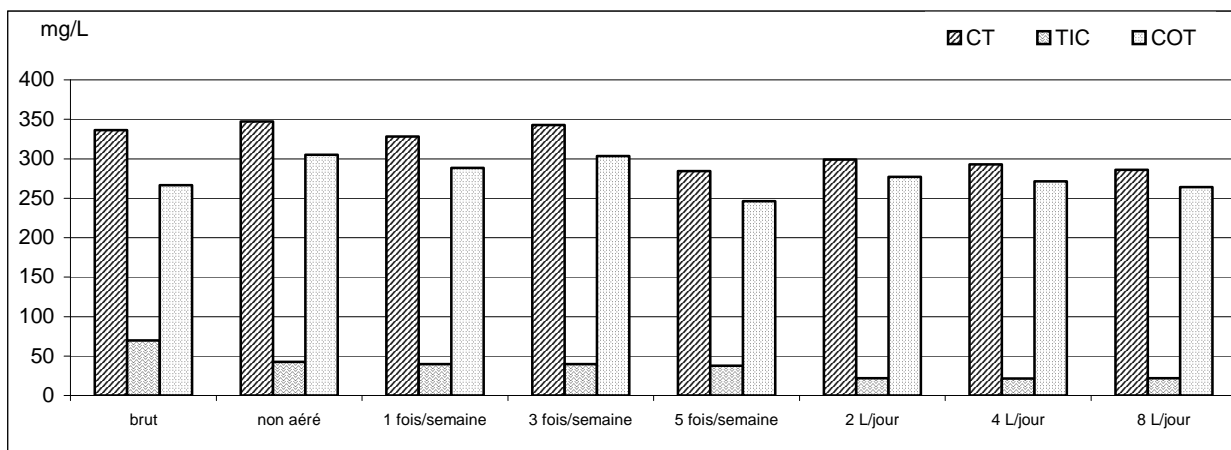


Figure 12 : Dosage du carbone total, carbone organique total et carbone inorganique dans les lixiviats filtrés à 180 µm.

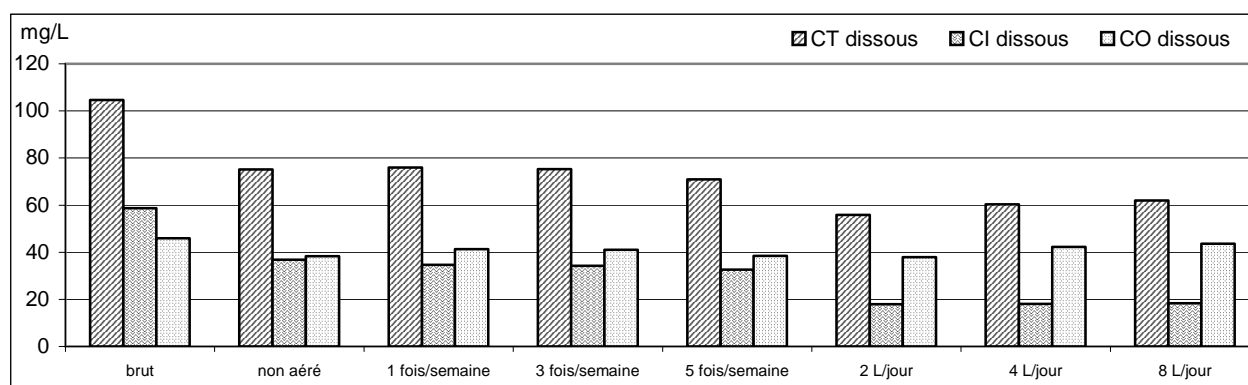


Figure 13 : Dosage du carbone dissous (total, organique et inorganique) dans les lixiviats filtrés à 0,45 µm.

Tableau 4 : Dosage du Cd, Cu, Pb et Zn par ICP-AES dans les lixiviats provenant des sédiments après bio-traitement.

	Cd mg/L	Cu mg/L	Pb mg/L	Zn mg/L
<i>LQ (mg/l)</i>	0,014	0,003	0,010	0,001
brut	<LQ	0,022	<LQ	0,625
non aéré	<LQ	0,017	<LQ	0,538
retournement 1 fois/semaine	<LQ	0,012	<LQ	0,413
retournement 3 fois/semaine	<LQ	0,006	<LQ	0,317
retournement 3 fois/semaine	<LQ	0,013	<LQ	0,381
retournement 3 fois/semaine	<LQ	0,004	<LQ	0,261
retournement 5 fois/semaine	<LQ	0,009	<LQ	0,315
aération 2 L/jour	<LQ	0,039	<LQ	0,473
aération 4 L/jour	<LQ	0,053	<LQ	0,493
aération 8 L/jour	<LQ	0,059	<LQ	0,447

Les analyses de COT sur lixiviats ne montrent pas de différences significatives entre les sédiments bio-traités et les sédiments bruts. Les concentrations de carbone total mesurées sont comprises entre 280 et 350 mg.L⁻¹. On remarque néanmoins une légère diminution du carbone inorganique dans les lixiviats dans les cas où le bio-traitement a été le plus efficace (50 % d'abattement des hydrocarbures). Cette plus faible quantité de carbone inorganique dans les lixiviats des sédiments qui ont été aérés s'observe également les échantillons filtrés à 0,45 µm.

Les analyses des métaux dans les lixiviats montrent que le Cd, le Pb et le Zn ne sont pas plus relargués après bio-traitement. Pour le cadmium et le plomb, les concentrations sont inférieures au seuil de détection de l'appareil. Concernant le Zn, il semble que les bio-traitements appliqués permettent de diminuer légèrement les concentrations mesurées dans les lixiviats. Le cuivre, quant à lui, semble être légèrement plus relargué dans les cas où le rendement de disparition de hydrocarbures a été le plus important (aération par air humide), mais les valeurs mesurées sont tout de même faibles.

5.2 Série 2

5.2.1 Teneur en hydrocarbures

5.2.1.1 **Sédiments DR**

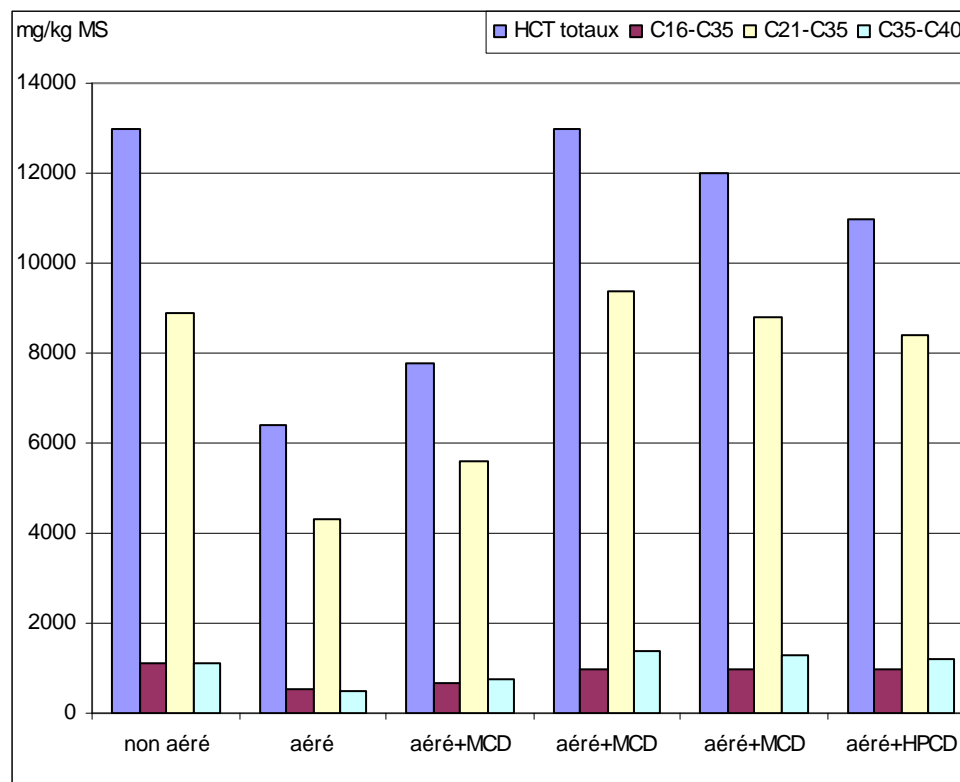


Figure 14 : Quantité d'hydrocarbures (déterminés par GC-FID) des sédiments DR après 4 semaines de traitement. Conditions d'incubation : température ambiante, retournement mécanique 1 fois par semaine, avec ou sans méthylcyclodextrine (MCD) 1 % ou hydroxypropyl-cyclodextrine (HPCD) 1 %.

S'il on s'intéresse aux 3 premières conditions présentées dans la Figure 14 : "non aéré", "aéré" et "aéré + MCD" on remarque que dès que le sédiment est aéré, la teneur en hydrocarbure diminue. Cependant, certains essais ont fait l'objet de triplicat (3 colonnes différentes) afin de s'assurer de la répétabilité de nos expériences et les résultats obtenus avec les 2 autres colonnes "aéré + MCD" montrent très clairement que la diminution de la teneur en hydrocarbures n'est pas nécessairement observée en cas d'aération. Le contenu de nos colonnes après traitement ayant été conservé en chambre froide, nous les avons envoyés de nouveau à l'analyse mais en procédant à une préparation préalable pour garantir l'homogénéité de ceux-ci. Les résultats pour les colonnes "non aéré" et "aéré + MCD" sont présentés dans le Tableau 5. Lorsque les échantillons ont été envoyés humides, il existe entre la condition "non aéré" et aéré + MCD une différence importante de l'ordre de 2 fois moins d'hydrocarbures lorsqu'il y a eu aération et cyclodextrines. En revanche, lorsque l'échantillon a été au préalable séché et broyé finement, il n'y a plus de différence. La teneur en hydrocarbures est de l'ordre de 14 000 mg.kg⁻¹ dans les sédiments quel que soit le traitement. De plus, les seuils de détermination sur les fractions carbonées C10-C12 et C12-C16 sont différents et surtout très élevés. En effet, pour certaines analyses, le seuil de détermination peut être autour de 20 mg.kg⁻¹ mais dans le cas des sédiments DR, très chargés en hydrocarbures, les seuils sont de 100 à 200 mg.kg⁻¹ dans le cas où les échantillons ont été envoyés humides et atteignent la valeur de 400 mg.kg⁻¹ lorsque les

échantillons étaient séchés et broyés. Il apparaît que les quantités très importantes d'hydrocarbures présentes dans les sédiments DR ne permettent pas une analyse précise de celles-ci et rend très difficile l'interprétation des résultats.

Tableau 5 : Teneurs en hydrocarbures des sédiments DR après traitement pour les colonnes "non aéré" et "aéré + MCD" envoyés à l'analyse sans traitement préalable du prélèvement (échantillon humide) ou séchés puis broyé finement.

	non aéré	aéré + MCD (1)
HCT (GC-FID) sur échantillons humides	13000	7800
C10-C12	<200	<100
C12-C16	<200	<100
C16-C21	1100	670
C21-C35	8900	5600
C35-C40	1100	750
HCT (GC-FID) sur échantillons séchés et broyés	13000	15000
C10-C12	<400	<400
C12-C16	<400	<400
C16-C21	1100	1200
C21-C35	10000	11000
C35-C40	1500	1700

5.2.1.2 Sédiments ZAC

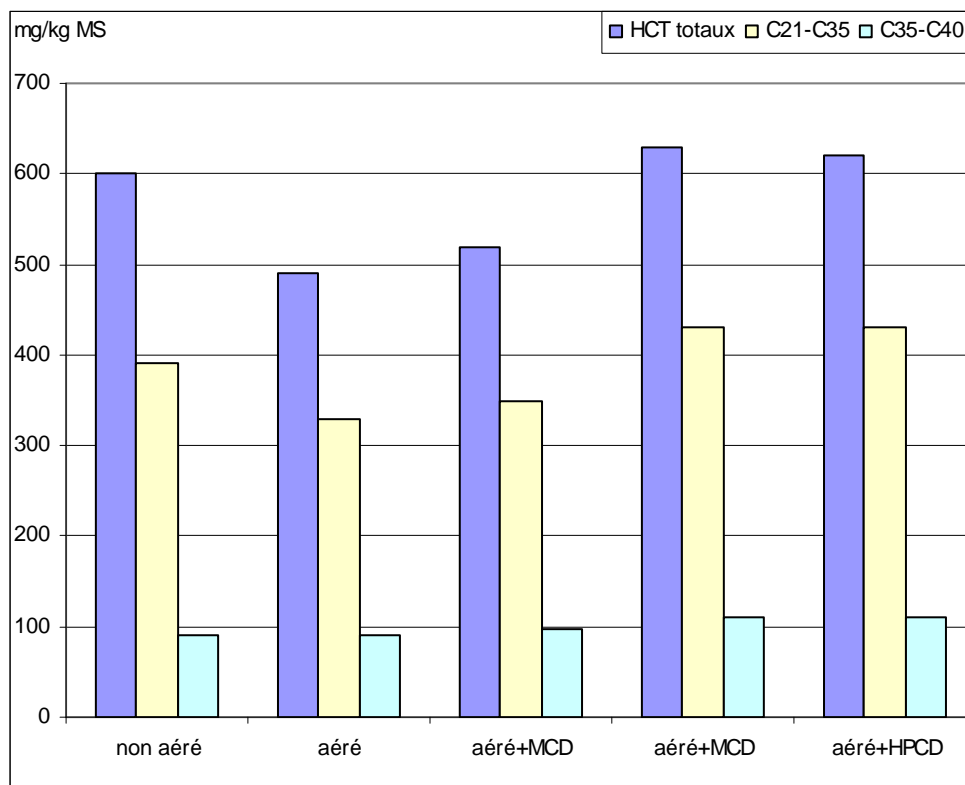


Figure 15 : Quantité d'hydrocarbures (déterminés par GC-FID) des sédiments ZAC après 4 semaines de traitement. Conditions d'incubation : température ambiante, retournement mécanique 1 fois par semaine, avec ou sans méthylcyclodextrine (MCD) 1 % ou hydroxypropyl-cyclodextrine (HPCD) 1 %.

De la même manière que pour les sédiments DR, on remarque que si l'on s'intéresse aux 3 premières conditions de la Figure 15, la conclusion pourrait être que l'aération permet de faire diminuer la quantité d'hydrocarbures. La colonne avec la MCD a été réalisée en duplicat et dans cette deuxième colonne, la diminution des hydrocarbures n'est pas observée.

Le contenu de nos colonnes après traitement ayant été conservé à la chambre froide, nous les avons envoyés de nouveau à l'analyse mais en procédant à une préparation préalable pour garantir l'homogénéité de ceux-ci. Les résultats pour les colonnes "non aéré" et "aéré + MCD" sont présentés dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Teneurs en hydrocarbures des sédiments ZAC après traitement pour les colonnes "non aéré" et "aéré + MCD" envoyés à l'analyse sans traitement préalable du prélèvement (échantillon humide) ou séchés puis broyé finement.

	non aéré	aéré + MCD (1)
HCT (GC-FID) sur échantillons humides	600	520
C10-C12	<20	<20
C12-C16	<20	<20
C16-C21	<20	<20
C21-C35	390	350
C35-C40	91	97
HCT (GC-FID) sur échantillons séchés et broyés	740	560
C10-C12	<20	<20
C12-C16	<20	<20
C16-C21	29	<20
C21-C35	480	370
C35-C40	160	110

Cette double analyse montre que, comme dans le cas des sédiments DR, selon si les échantillons ont été séchés ou non avant analyse, la teneur en hydrocarbures analysée est légèrement différente. Les seuils de détermination sont identiques à 20 mg.kg⁻¹.

5.2.2 Mobilité des métaux :

Tableau 7 : Contenu total en cadmium, cuivre, plomb et zinc des sédiments DR et ZAC après minéralisation à l'eau régale.

en mg.kg ⁻¹	sédiments DR	sédiments ZAC
Cadmium	28	0,5
Cuivre	260	71
Plomb	930	65
Zinc	1400	750

L'analyse du Tableau 7 nous indique que les sédiments sont fortement pollués par le zinc, le plomb, le cuivre et le cadmium. Les sédiments DR sont davantage pollués que ceux de ZAC.

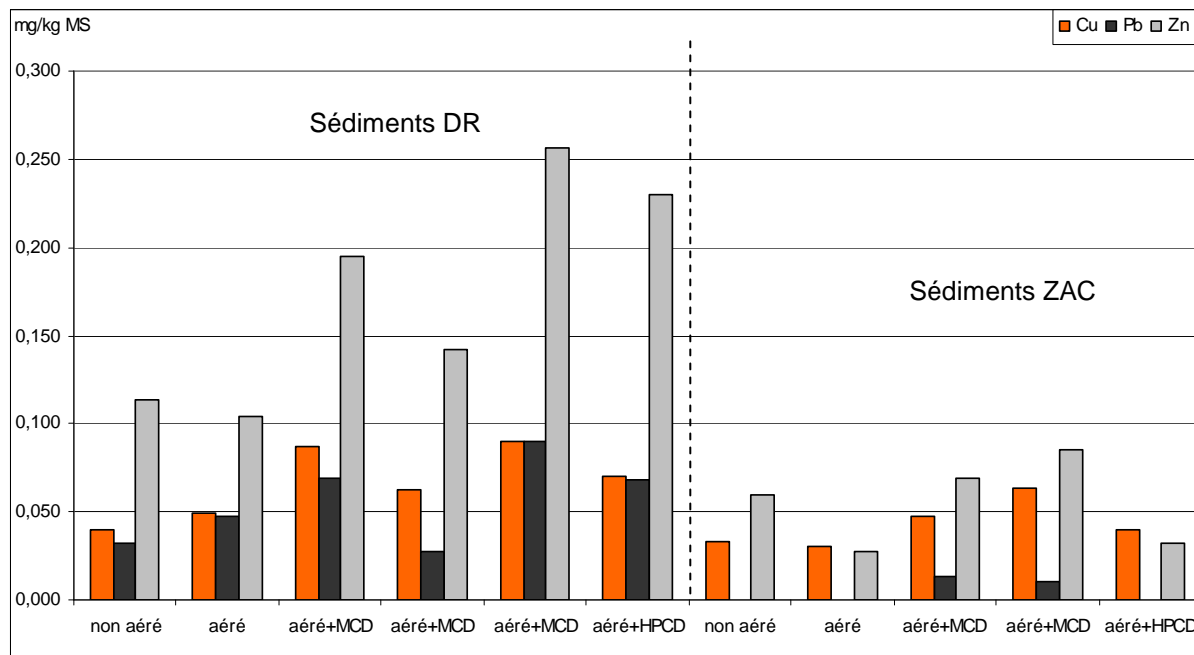


Figure 16 : Quantités de Cu, Pb et Zn en mg.L⁻¹ retrouvées dans la phase liquide après lixiviation des sédiments (DR ou ZAC) après un traitement de 4 semaines.

Les sédiments contiennent des hydrocarbures dont nous cherchons à en diminuer la teneur. Nous souhaitons vérifier que les traitements appliqués aux sédiments ne rendent pas plus solubles les métaux qu'ils contiennent en grande quantité. Pour cela, nous procédons à des tests de lixiviation. Les résultats obtenus avec les sédiments DR et ZAC sont présentés dans la Figure 16. Nous constatons que dans les conditions de test de lixiviation, le cadmium n'est jamais retrouvé en solution (limite de détection de nos appareils pour Cd : 0,005 mg.L⁻¹). La présence de cyclodextrines n'a pas modifié le comportement de ce métal.

On remarque que le cuivre est retrouvé en solution en concentration légèrement supérieure à celle du sédiment (DR ou ZAC) non aéré chaque fois que le sédiment a été traité avec des cyclodextrines. Mais ces concentrations sont relativement faibles et ne représentent qu'au maximum 0,35 % du contenu en cuivre des sédiments DR et 0,9 % pour les sédiments ZAC.

Le plomb est quant à lui retrouvé en solution en concentration très légèrement plus importante que dans le témoin de référence (sédiment non aéré) en présence de cyclodextrines. Cette concentration représente moins de 0,1 % du contenu en plomb du sédiment DR et moins de 0,2 % pour les sédiments ZAC.

Pour le zinc, la solubilité est augmentée de 2 à 2 fois et demie dans le cas des sédiments DR en présence de cyclodextrines MCD et HPCD. Cette concentration représente moins de 0,2 % du contenu en zinc des sédiments. Cette augmentation de la solubilité du zinc en présence de cyclodextrines est moins marquée pour les sédiments ZAC. Mais il semble néanmoins que les cyclodextrines augmentent légèrement cette solubilité.

6 Conclusion

La première partie de notre étude avait permis de conclure sur l'efficacité d'un pré-traitement biologique aérobie sans apport d'inoculum bactérien ou de source nutritive et en aérant de façon continue par le bas avec de l'air humide pour maintenir l'humidité à 40 %. Près de la moitié des hydrocarbures a ainsi pu être éliminée en 8 semaines de traitement sans re-mobiliser le Pb, le Zn, le Cd et le Cu. De plus, nous n'avons pas noté de différences significatives entre les 3 températures testées.

Les expériences réalisées dans un second temps ont soulevées beaucoup de questions. Le protocole analytique des hydrocarbures que nous sous-traitons à un laboratoire extérieur est-il finalement adapté à ce type de sédiments et à ce type d'étude ? En effet, les sédiments sont des matrices extrêmement complexes d'autant qu'elles sont fortement polluées. Interpréter le résultat d'une analyse sans pouvoir s'assurer du protocole de préparation, extraction, sans pouvoir modifier un seul paramètre se révèle difficile. Le même échantillon a parfois été envoyé en parallèle dans deux laboratoires différents. Pour un même prélèvement, en fonction de la façon dont il est préparé avant l'envoi au laboratoire d'analyse (humide ou séché/broyé) et en fonction du laboratoire où il est analysé, les résultats sont différents et varient parfois du simple au double.

L'indicateur Carbone Organique Total sur solide avait aussi été abandonné pour le même type de raisons. L'analyse étant réalisée dans notre laboratoire, nous avons tenté de modifier certains paramètres en particulier la prise d'essai et l'attaque acide. En dépit de nos efforts, il ne nous a pas été possible d'avoir une valeur moyenne significative pour un même échantillon, ni une évolution logique de celui-ci avant et après traitement.

L'indicateur HCT par fraction carbonée n'était peut-être pas le plus simple à suivre. Le suivi d'une seule molécule moins lourde (< à 10 atomes de carbone) aurait peut-être été préférable.

La biodégradation implique une durée du traitement de l'ordre de plusieurs semaines voire de plusieurs mois qui n'est pas forcément compatible avec les contraintes du terrain : il faudrait disposer de surface relativement importante pour aérer les sédiments. Or cette surface n'est généralement ni disponible à proximité des bassins de rétention, ni près de la station de lavage des sables. De plus, dans les stations de lavage des sables, les sédiments des bassins de rétention sont mélangés à d'autres déchets (sédiments issus du nettoyage de la voirie par exemple). La nature de la pollution, les variations de la quantité et de la qualité du gisement entrant dans la station de lavage des sables rendent l'étude plus complexe. Une connaissance plus approfondie du gisement entrant dans la station de lavage des sables est nécessaire pour envisager ou non le bio-traitement biologique en amont de l'étape de lavage.

Actuellement, les sédiments sont lavés et les fractions fines/sables séparées par hydrocyclonage. La présence de cyclodextrines pourrait permettre une meilleure séparation. Les essais non aéré et aérés+MCD ont fait l'objet d'une étude par hydrocyclonage pour répondre à cette question. Les résultats sont présentés dans le livrable D-B2.