







Master recherche « Sciences de l'Environnement Industriel & Urbain (SEIU) »

Caractérisation sédimentologique et géochimique des sédiments du Rhône

Etude de quatre sites sur le Rhône : la lône de La Morte, la retenue du Grand Large, la darse de Crépieux et la lône de l'Ile-du-Beurre

réalisé au Laboratoire des Sciences de l'Environnement (LSE) de l'ENTPE

Mémoire soutenu le 2 septembre 2008

Par Emmanuelle CLERC

devant la commission d'examen constituée de :

Président :	M. Yves PERRODIN (Directeur de recherches, ENTPE-LSE)
Responsable :	M. Marc DESMET (Maître de conférences, ENTPE-LSE)
Examinateur(s) :	M. Henri PERSAT (Chargé de recherches, UCB-LEHF)
	M. Vincent CHATAIN (Maître de conférences, INSA-LGCIE)

ANNEE 2007-2008

Remerciements

Je souhaite remercier vivement tous les membres de l'équipe du LSE pour m'avoir accueillie au laboratoire et pour avoir rendu mes cinq derniers mois parmi eux à l'ENTPE si agréables.

Je tiens à remercier tout particulièrement Marc Desmet pour son encadrement, sa confiance et pour la liberté laissée dans le travail.

Je salue chaleureusement mes compagnons de terrain : Bernard, Henri, Marc et Annie... Sans oublier France 3 ! ; et également ceux du laboratoire : Thérèse, Marc, Myriam, Muriel, Olivia, Delphine, Anne-Sophie...

Un grand merci à Jean-Philippe qui m'a ouvert les portes de son bureau.

Je remercie également Irène Lefèvre qui m'a accueillie au LSCE (CEA-Gif-sur-Yvette) pour me présenter la technique de datation au plomb et au césium et Paul Capiez de l'UCB Lyon 1 pour les explications sur le fonctionnement du spectromètre de fluorescence X.

Afin d'éviter un oubli embarrassant, je remercie toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin au déroulement de ce stage de Master.

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'un programme financé par l'Agence de l'Eau, l'ONEMA et coordonné par le Cemagref de Lyon (M. Babut). Les trois laboratoires partenaires sont : Laboratoire des Sciences de l'Environnement (ENTPE), Laboratoire d'Ecologie et Hydrosystèmes Fluviaux (UCBL) et Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (CNRS, Gif-sur-Yvette).

Résumé

L'étude des sédiments du Rhône a pour but de documenter l'histoire de la pollution anthropique au plomb et la distribution de ce polluant de l'amont à l'aval de l'agglomération lyonnaise.

Cette analyse s'appuie sur l'étude d'archives sédimentaires, qui sont de bons témoins des pressions de l'homme sur son environnement. Des carottages ont été réalisés en quatre points du Rhône, à l'amont et à l'aval de Lyon : la lône de la Morte et la retenue du Grand Large, la darse de Crépieux et la lône de l'Ile-du-Beurre, afin d'effectuer une analyse sédimentologique (description, granulométrie, susceptibilité magnétique), géochimique (plomb total) et une datation les sédiments.

Les données de La Morte ont mis en évidence l'existence d'une corrélation négative entre la susceptibilité magnétique et le mode des sédiments, qui n'a pu être expliquée rigoureusement et l'existence d'un flux de plomb dont la valeur diminue avec la surface certainement le signe d'une diminution du plomb anthropique.

L'étude du Grand Large a mis en évidence que le plomb contenu dans les sédiments de la retenue n'était pas d'origine atmosphérique, mais plutôt lié à la nature des minéraux qui composent les sédiments ou à des apports de plomb anthropique du bassin-versant.

Les sites de Crépieux et de l'Ile-du-Beurre sont caractérisés comme la lône de La Morte par une teneur en plomb décroissante avec la surface dont l'origine est pour l'instant inconnue.

Cette étude démontre que la quantité de plomb dans les sédiments décroît depuis quelques décennies. Il convient néanmoins de préciser que l'allure des profils de plomb observée peut être expliquer par la modification des dynamiques sédimentaires.

Mots clés : Sédiments, plomb, carottage, granulométrie, Rhône

<u>**Termes géographiques**</u>: Rhône, La Morte, Ile-du-Beurre, lône, Grand Large, retenue, Crépieux, darse

Abstract

This study of Rhone sediments aims to reconstruct the history of anthropogenic lead pollution and the layout of this pollutant from upstream to downstream of Lyon.

This analysis is based on the study of short cores realised on four places upstream and downstream from Lyon (the river La Morte, dam reservoir of Grand Large, dock of Crépieux and the river Ile-du-Beurre). Sedimentological and geochemical studies have been done on sediment (description, granulometry, magnetic susceptibility), including total lead measurement which is pertinent proxy of human pressures onto environment. In order to interpret heavy metal signature of sediments in terms of human activities, sediment has been dated using gamma counting (210 Pb and 137 Cs).

The results of La Morte provide a negative correlation between susceptibility and mode of sediments and an increase of lead flux with depth which mean certainly a fall of atmospheric lead emissions.

The results of Grand Large exhibit a complex origin of lead. The hypothesis of atmospheric fall out record can be rejected. This heavy metal seems to be originated from anthropogenic lead reworked from watersheds.

Finally, the results of Crépieux and Ile-du-Beurre show an increase of lead concentration with depth like in La Morte. But the origin of this variation remains unknown.

Keywords : Sediments, lead, core, grain size, Rhône river

<u>Study area</u>: Rhône river, La Morte, Ile-du-Beurre, Grand Large, Crépieux-Charmy, river, reservoir

Sommaire

Re	emerciements	1
Re	ésumé	2
Al	bstract	3
So	ommaire	4
Li	iste des figures	7
Li	iste des tableaux	7
In	ntroduction	8
Cl	hapitre 1 : Etude du Rhône	9
1	Contexte général de l'étude	9
	1.1 Origine de l'étude	9
	1.2 Objectifs de l'étude	9
2	Dertensing	0
2	2 1 Destenoires financiare	9
	2.1 Partenaires scientifiques	9
		10
3	Missions confiées au LSE	10
Cl	hapitre 2 : Connaissances actuelles	11
1	Les sédiments	11
	1.1 Origine des sédiments du Rhône	11
	1.2 Granulométrie des sédiments	11
	1.2.1 Généralités	11
	1.2.2 Diagramme de Passega	13
	1.3 Sédimentation et dépollution des eaux	13
2	Le plomb dans l'environnement	13
	2.1 Plomb : toxicologie et écotoxicologie	14
	2.1.1 Toxicité du plomb	14
	2.1.2 Ecotoxicité du plomb	14
	2.2 Cycle naturel et anthropique du plomb	14
	2.3 Histoire des émissions de plomb	15
	2.3.1 De la civilisation gréco-romaine à l'avènement de l'automobile : les glaces polaires co	mme
	temoins des activités humaines	15
	2.3.2 Les emissions des 20 dernières années en France	10 17
	2.4 Le ploind et ses isotopes	17 17
	2.4.2 Plomb 210 et datation	17
2		10
3	Plomb et milieux aquatiques : regiementations et constats	18
	3.1 Regementations concernant la quante des sediments	10
	3.2 1 Les lacs alpins	19 10
	3.2.1 Les lacs alpins	19
	3.2.3 Le cas du Rhône	20
4	Archivage des activités humaines dans les sédiments	21
C	hanitre 3 : Sites d'étude, matériel et méthodes	22
-		22
1	Cinq sites d'étude	22
	1.1 La ione de La Morte : le Knone sauvage à l'amont de l'agglomeration lyonnaise	22

	1.2	Le Grand Large, une retenue artificielle de l'agglomération lyonnaise	23
	1.3	Le darse du champ captant de Crépieux-Charmy	23
	1.4	La lône de l'Ile-du-Beurre, le Rhône sauvage à l'aval de l'agglomération lyonnaise	24
	1.5	Le lac de Moras, témoin du plomb atmosphérique	25
2	Outil	s utilisés	25
_	2.1	Les sédiments : du terrain au laboratoire	25
		2.1.1 Prélèvements	25
		2.1.2 Ouverture	25
	2.2	Analyses sédimentologiques	25
		2.2.1 Description des carottes	25
		2.2.2 Densité sèche totale	26
		2.2.3 Granulométrie laser	26
		2.2.4 Susceptibilité magnétique	26
	2.3	Datation au plomb 210 et au césium 137	27
		2.3.1 Datation au plomb 210	27
		2.3.2 Datation au césium 137	27
	2.4	Analyses géochimiques	27
		2.4.1 Plomb « total » par absorption atomique	27
		2.4.2 Plomb « total » par spectrométrie de fluorescence X	27
C	nanitre	1 · Résultats des auatre sites de nrélèvement sur le Rhône	29
CI	upure		
1	Etude	sédimentologique des sédiments du Rhône	29
	1.1	Description visuelle	29
		1.1.1 La lône de La Morte	29
		1.1.2 La retenue du Grand Large	29
		1.1.3 La darse de Crépieux	30
	1.0	1.1.4 La lône de l'Ile-du-Beurre	30
	1.2	La densité	35
	1.3	Les apports de la granulometrie	36
		1.3.1 Grain moyen, mode, classement et asymetrie des sediments	36
	1 4	1.3.2 L'origine des depots sedimentaires et diagramme de Passega	39
	1.4	Susceptionite magnetique et granulometrie	42
		1.4.1 Une correlation positive entre susceptibilité et mode a l'he-du-Beurre	42
		1.4.2 Une correlation negative entre susceptionne et mode pour La Mone	43 42
	15	Suscentibilité magnétique et teneur en eau	43 /3
	1.5		43
2	Datat	ion des sédiments du Grand Large et de La Morte	46
	2.1	Datation des sédiments du Grand Large et taux de sédimentation	46
	2.2	Datation des sédiments du La Morte et taux de sédimentation	47
3	Sédin	ents du Rhône et teneur en plomb	47
-	3.1	Variation de la teneur en plomb des sédiments du Rhône	47
	3.2	Plomb et fraction fine	48
	3.3	Comparaison des deux techniques de dosage du plomb	48
4	Lône	de La Morte et flux de plomb	50
			00
Ch	apitre	5 : Discussion	51
1	Intéré	et de la susceptibilité magnétique pour l'étude	51
	1.1	Susceptibilité magnétique et épisode de crue	51
		1.1.1 Ile-du-Beurre : une susceptibilité corrélée au mode	51
		1.1.2 La Morte : une susceptibilité anti-corrélée au mode	51
		1.1.3 Grand Large et Crépieux : une susceptibilité indépendante de l'hydrologie du Rhône	52
	1.2	Susceptibilité magnétique et teneur en eau ou densité des sédiments	52
2	Une t	eneur en plomb particulière dans les sédiments du Rhône	53
-	2.1	Une teneur en plomb faible des sédiments	53
	2.2	Une absence de gradient amont-aval	53
~	<u> </u>		
3	Origi	nes du plomb dans les sediments du Grand Large	53

	3.1	Une origine atmosphérique du plomb à écarter	53			
	3.2	Trois explications envisagées	54			
		3.2.1 Une origine minéralogique du plomb	54			
		3.2.2 Profil de plomb et affinité particulaire	54			
		3.2.3 L'hydrologie du bassin-versant comme explication du profil de plomb	55			
4	Origi	nes du Plomb dans les sédiments dans La Morte, Crépieux et l'Ile-du-Beurre	55			
	4.1	Une diminution des retombées atmosphériques	55			
	4.2	Une variation du taux de sédimentation	55			
	4.3	Une modification de la dynamique sédimentaire	55			
	4.4	Une diminution générale du plomb dans l'environnement	56			
5	Comp	araison des deux méthodes de dosage du plomb	56			
Ca	nclusi	on et perspectives	58			
Bi	bliogra	phie	60			
Ar	Annexes I : Généralités et données					
Ar	Annexes II : Protocoles expérimentaux					

Liste des figures

Figure 1: Echelle granulométrique AFNOR	11
Figure 2 : Exemples de graphiques et de paramètres granulométriques (A : Histogramn	ne et
courbe de fréquence, B : Courbe cumulative et médiane, C : Asymétrie, D : Classement)	
(Chamley, 2000)	12
Figure 3 : Cycle biochimique du plomb (D'après Nriagu, 1978)	15
Figure 4 : Variation de plomb du 18 ^{ème} siècle à nos jours (Boutron et al., 2004)	16
Figure 5 : Carte de localisation des cinq sites étudiés	22
Figure 6 : Carte de localisation du prélèvement de La Morte	22
Figure 7 : Carte de localisation du prélèvement du Grand Large	23
Figure 8 : Carte de localisation du prélèvement de la darse de Crépieux	24
Figure 9 : Carte de localisation du prélèvement de l'Ile-du Beurre	24
Figure 10 : Description des carottes de la lône de La Morte	31
Figure 11 : Description des carottes de la retenue Grand Large	32
Figure 12 : Description des carottes de la darse de Crépieux	33
Figure 13 : Description des carottes de la lône de l'Ile-du-Beurre	34
Figure 14 : Densité (g.cm ⁻³) des sédiments des quatre sites d'étude	35
Figure 15 : Grain moyen et mode des sédiments de La Morte, du Grand Large, de Crépi	eux et
de l'Ile-du-Beurre	37
Figure 16 : Diagramme de Passega pour les quatre sites étudiés	40
Figure 17: Profil de la susceptibilité et du mode des quatre sites de prélèvement	44
Figure 18 : Corrélation entre la susceptibilité magnétique et la teneur en eau des sédime	ents45
<i>Figure 19</i> : ²¹⁰ <i>Pb et</i> ¹³⁷ <i>Cs dans les sédiments du Grand large et de La Morte</i>	46
Figure 20 : Comparaison de la teneur en plomb et de la fraction fine des sédiments	49
Figure 21 : Flux de plomb en fonction de la profondeur et en fonction de la date du dépé	ôt _ 50

Liste des tableaux

Tableau 1 : Tableau récapitulatif de divers critères de qualité pour les sédiments	18
Tableau 2 : Exemples de teneur en plomb de sédiments lacustres	19
Tableau 3 : Exemples de teneur en plomb de sédiments de rivières	20
Tableau 4 : Exemples de teneur en plomb de sédiments du Rhône	20
Tableau 5 : Classement et asymétrie, synthèse des résultats des quatre sites étudiés	36
Tableau 6 : Statistiques de la granulométrie des quatre sites étudiés	36
Tableau 7 : Statistiques de la corrélation entre la susceptibilité et la teneur en eau	43
Tableau 8 : Statistiques de la teneur en plomb des sédiments du Rhône	47

Introduction

Depuis la redécouverte, en 2005, de la contamination du Rhône, et notamment de la chair des poissons, par les polychlorobiphényles (PCB), la qualité du fleuve, l'étendue de la contamination et le risque pour l'Homme et les écosystèmes sont devenus des questions omniprésentes.

Parmi de nombreuses études en cours, ce travail a donc pour but d'apporter des réponses à ces questionnements. Dans le cadre particulier de ce mémoire, l'objectif est de documenter l'histoire récente de la contamination au plomb dans les sédiments du Rhône à l'amont et l'aval de l'agglomération lyonnaise. De nombreuses études (Shotyk et al., 1996, Boutron et al., 2004, Desmet, 2006) s'appuient, en effet, sur l'étude du plomb dans des archives sédimentaires ou glaciaires pour caractériser l'évolution historique des pressions anthropiques. Ces travaux ont montré que ce métal exploité par l'Homme est présent dans notre environnement depuis plusieurs milliers d'années. Il est donc un excellent indicateur des activités humaines passées.

Grâce à des analyses sédimentologiques et géochimique sur quatre sites à l'amont et à aval de Lyon (la lône de la Morte, la retenue du Grand Large, la darse de Crépieux et la lône de l'Ile-du-Beurre), cette étude vise à :

- Apporter les premiers résultats sur l'origine des sédiments et de leurs contaminations par le plomb.
- Documenter l'histoire des pollutions au plomb depuis les 50 voire les 100 dernières années sur un cours d'eau qui s'est vu fortement anthropisé depuis la moitié du 19^{ème} siècle.

Chapitre 1 Etude du Rhône

1 Contexte général de l'étude

1.1 Origine de l'étude

Le Rhône, quatrième fleuve européen avec un débit moyen annuel de 1800 m³.s⁻¹ à l'embouchure, s'écoule sur 812 km du Glacier du Rhône (Glacier de la Furka) en Suisse jusqu'à son delta en Camargue. Il draine un bassin-versant de 97 800 km² caractérisé par des espaces fortement anthropisés comme la vallée du Rhône et l'agglomération lyonnaise...¹ En raison des pressions et enjeux auxquels il est soumis, le fleuve est le siège de nombreuses études.

Depuis la découverte d'une contamination de la chair des poissons par des polychlorobiphényles (PCB) au cours de l'été 2005, le Rhône fait l'objet d'une attention particulière. Une première étude a été réalisée par le Cemagref entre 2005 et 2006 (Babut et Miège, 2007) afin de préciser la qualité sanitaire des poissons et de déterminer l'origine, l'étendue et l'ancienneté de la pollution. Cette étude a mis en évidence une contamination importante aux PCB des sédiments de la retenue du Grand Large (retenue artificielle au nord-est de Lyon) et des poissons jusqu'au barrage de Vaugris (i.e. la limite aval de la zone d'étude située au sud de Lyon). Ces résultats appellent à la poursuite de l'étude au sein d'un nouveau programme d'étude des sédiments du Rhône de l'amont à l'aval de l'agglomération lyonnaise piloté par le Cemagref de Lyon.

1.2 Objectifs de l'étude

L'étude a pour but de répondre à trois objectifs principaux :

- Documenter l'histoire récente des contaminations d'origine anthropique des sédiments du Rhône à travers l'étude du plomb et des PCB dans des carottes sédimentaires prélevées à l'amont et à l'aval de Lyon. Ce volet s'accompagnera d'analyses sédimentaires à haute résolution et d'une datation des sédiments prélevés.
- Etudier la distribution des PCB dans différents compartiments (sédiments, invertébrés benthiques et poissons).
- Etudier leurs impacts le long de la chaîne trophique : des invertébrés benthiques aux poissons. L'étude du benthos s'appuiera sur la structure des peuplements, l'abondance de certaines espèces et leurs teneurs en PCB. Les brèmes et les barbeaux constitueront le support de l'étude ichtyologique.

2 Partenaires

2.1 <u>Partenaires financiers</u>

Cette étude est financée à 66% dans le cadre du volet Recherche du Plan Rhône par l'Agence de l'Eau, les régions Rhône-Alpes et Provence, Alpes, Côte d'Azur, la Compagnie

¹ Source : <u>www.fleuverhone.com</u> (site géré par la Maison du fleuve Rhône à Givors)

Nationale du Rhône (CNR), le Cemagref et l'Office National de l'Eau et des Milieux Aquatiques (ONEMA, anciennement Conseil Supérieur de la Pêche (CSP)).

Ce plan fait suite aux inondations de 2002-2003 qui, ayant durement touché le sud de la France, avaient rappelé la nécessité d'une politique globale de la gestion du fleuve. La thématique initiale du Plan Rhône s'est donc par la suite élargie pour intégrer les questions de la production d'énergie, du transport fluvial, du tourisme et de la qualité des eaux et de l'environnement, thème dans lequel s'insère l'étude.

L'ONEMA apporte 28% des ressources du projet pour la réalisation de missions spécifiques (élaboration d'une étude bibliographique, réalisation d'analyse de polluants organiques complémentaires...).

Le reste du financement provient du Cluster Environnement Rhône-Alpes pour l'accueil de chercheurs de haut niveau. Ce cluster, proposé par le Schéma Régional de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche (SRESR), a pour but de promouvoir, fédérer et structurer un réseau de laboratoires travaillant à la réalisation de programmes de recherches pluridisciplinaires.

2.2 <u>Partenaires scientifiques</u>

Le projet est réalisé grâce à un partenariat entre l'Unité de Recherche Biologie des Ecosystèmes Aquatiques (BEA) du Cemagref de Lyon et le LSE. Dans le cadre de cette collaboration, le LSE prend en charge le prélèvement des sédiments par carottage, les analyses sédimentaires et le dosage du plomb. Parallèlement, le volet biologique et le dosage des PCB sont confiés au Cemagref.

D'autres partenaires scientifiques sont également intégrés au projet tels que :

- Le Laboratoire d'Ecologie des Hydrosystèmes Fluviaux (LEHF) de l'Université Claude Bernard (UCB) Lyon 1
- Le Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (LSCE : UMR CEA/CNRS) à Gif-sur-Yvette, qui procède aux datations des sédiments.

3 Missions confiées au LSE

Le LSE assure la partie amont du travail sur le volet « histoire de la contamination du Rhône » en réalisant les prélèvements par carottage, le dépouillement des carottes et leurs répartitions chez les différents partenaires. Il exécute, également, les analyses nécessaires à la compréhension des archives sédimentaires et à l'élaboration des profils de plomb.

Dans le cadre du Master Recherche, je collabore aux actions du LSE, ce qui me permet dans la suite de ce mémoire d'apporter les premiers éléments de réponse sur la dynamique sédimentaire du Rhône et sur l'historique de sa pollution par le plomb.

Chapitre 2 Connaissances actuelles

Le but de ce chapitre est d'apporter les bases théoriques nécessaires à l'étude des sédiments du Rhône. Une présentation de la problématique du plomb dans l'environnement fera suite à une synthèse succincte sur l'origine et la granulométrie des sédiments. Une dernière partie, consacrée à la reconstitution de l'histoire des pollutions anthropiques grâce aux enregistrements sédimentaires, conclura ce chapitre.

1 Les sédiments

1.1 Origine des sédiments du Rhône

Classiquement, les sédiments sont définis comme un dépôt de matériel meuble de nature variée d'origine minéralogique ou biogénique (Ramade, 2002). Les particules clastiques (ou minéralogiques) proviennent de roches émergées qui sont érodées par des processus d'altération physique, chimique et/ou biologique (Chamley, 2000). Les débris organiques (ou biogéniques) constituent un composant ubiquiste des sédiments qui peut conduire à une coloration noire ou gris foncée des dépôts (Chamley, 2000).

Le Rhône se trouve dans ce cadre classique. Ces sédiments sont donc constitués de matériaux minéraux allochtones (provenant de son bassin-versant) et de particules organiques allochtones ou autochtones (i.e. produites dans le fleuve).

1.2 Granulométrie des sédiments

1.2.1 <u>Généralités</u>

Les sédiments sont définis également par la taille des particules qui les composent. Cette dernière est fonction de la présence ou l'absence de particules très fines (de diamètre inférieur au micromètre) transportées par voie éolienne et de gros blocs (de taille supérieure au mètre) charriés par les glaciers. La classification des sédiments est assurée par diverses échelles granulométriques comme l'US Standard et la norme AFNOR (*Figure 1*) qui sera utilisée dans ce mémoire.



Figure 1: Echelle granulométrique AFNOR

Généralement, l'analyse texturale des sédiments est menée via une analyse granulométrique, qui apporte les premières informations sur leur milieu de sédimentation. Les principaux paramètres utilisés sont les suivants :

- La médiane, obtenue à partir de la courbe cumulative (*Figure 2*), correspond à la taille des particules pour une masse cumulée² de 50% des sédiments.
- Le mode principal définit la classe granulométrique la plus représentée. Il est déterminé sur la courbe de fréquence (*Figure 2*).
- Le grain moyen est la moyenne de la taille des grains. Il renseigne sur l'éloignement entre la source et le site de dépôt du sédiment, qui se traduit par une diminution du grain moyen avec la distance. De manière générale, le grain moyen exprime la force du courant à l'origine du transport des particules. Il est calculé grâce à la formule suivante : grainmoyen = (Q₁₀ + Q₃₀ + Q₅₀ + Q₇₀ + Q₉₀)/5.
- Le classement (Annexe I- 1 et Figure 2) indique la dispersion des tailles de l'échantillon par rapport à la moyenne, définissant ainsi le tri des sédiments lors de son transport ou de son dépôt. Il se calcule de la façon suivante : Classement = $(\frac{Q_{75}}{Q_{25}})^{0.5}$.
- L'asymétrie (Annexe I- 1 et Figure 2) renseigne sur la prépondérance, ou non, de particules fines ou grossières par rapport au grain moyen de l'échantillon. Il contribue à la caractérisation du milieu de dépôt. Elle est donnée par la formule suivante : $Asymétrie = ((Q_{25} * Q75)/Q_{50})^2$.



Figure 2: Exemples de graphiques et de paramètres granulométriques (A : Histogramme et courbe de fréquence, B : Courbe cumulative et médiane, C : Asymétrie, D : Classement) (Chamley, 2000)

<u>NB</u> : Source du paragraphe : Chamley, 2000.

 $^{^2}$ Dans la suite du mémoire, du fait de l'utilisation de la granulométrie, la médiane correspond à la taille des particules pour un volume cumulé de 50% des sédiments.

<u>NB</u> : Il existe plusieurs méthodes de calcul du grain moyen, du classement et de l'asymétrie. Il a été choisi d'appliquer la méthode géométrique de Folk et Ward, qui apparaît comme étant la plus robuste pour comparer des sédiments variés (Blott et Pye, 2001). L'*Annexe I- 1* fournit les valeurs des paramètres de classement et d'asymétrie utilisées dans la suite du mémoire.

1.2.2 Diagramme de Passega

La méthode de Passega (Passega, 1957) permet d'établir le processus de dépôt d'un sédiment à partir de la médiane et du centile supérieur³, deux paramètres facilement obtenus de la courbe cumulative.

En étudiant le fonctionnement de divers systèmes sédimentaires (rivières, plate-formes continentales...), une relation entre la granulométrie des sédiments et les caractéristiques des milieux de dépôt et des types de sédimentation a été mise en évidence. Sur un graphique, où le centile supérieur est fonction de la médiane, Passega a délimité ainsi cinq zones correspondant chacune à un processus de dépôt différent.

Cette méthode peut être appliquée à des sédiments anciens, permettant ainsi de reconstituer leurs modes de dépôt.

1.3 <u>Sédimentation et dépollution des eaux</u>

La sédimentation en milieux aquatiques est définie comme le processus de dépôt des sédiments au fond de l'eau.

Les métaux lourds (et notamment le plomb) présentent une forte affinité pour les matières en suspension (MES) transportées par les masses d'eau (Davide et al., 2003)⁴. La sédimentation des MES semble donc être un phénomène favorisant la décontamination des écosystèmes aquatiques. Il apparaît, en effet, que le temps de demi-vie⁵ du plomb dans les sédiments est de 1700 ans contre seulement 25 jours dans la colonne d'eau (Ramade, 2005). Cependant, le plomb reste piégé dans les sédiments, s'il est enfoui assez profondément pour être protégé des phénomènes d'échange physico-chimique à l'interface eau-sédiment et des processus de remise en suspension conduisant à sa libération dans le milieu aquatique (Ramade, 2002).

En tout état de cause, cette affinité MES-métaux lourds est à l'origine d'un phénomène de concentration et de stockage des polluants dans les dépôts sédimentaires suite au processus de sédimentation. Le pourcentage de métaux dans les phases particulaires (MES et sédiments) représente 90% des métaux contenus dans les systèmes aquatiques (Calmano et al., 1993).

2 Le plomb dans l'environnement

Cette partie est consacrée à la présentation synthétique du plomb dans l'environnement. Elle s'attachera à définir l'(éco)toxicologie du plomb, son origine, ainsi que quelques uns de ses isotopes et leurs usages.

³ Le centile supérieur est la taille de 99% des grains sur la courbe cumulative.

⁴ Les travaux de Davide (Davide et al., 2003) sur le fleuve Po ont mis en évidence des valeurs du coefficient de partition K_D (ratio fraction particulaire sur fraction dissoute) du plomb comprises entre 4,5 et 5, témoignant d'une forte affinité du métal pour les MES.

⁵ Le temps de demi-vie est « le temps nécessaire pour que la moitié d'une quantité ou d'une concentration de polluant disparaisse du biotope ou de l'organisme qu'il contamine » (Ramade, 2002).

2.1 Plomb : toxicologie et écotoxicologie

« La toxicologie est l'étude des mécanismes de contamination, de biotransformation et d'action des toxiques aux échelles moléculaire, cellulaire, à celle de l'organe enfin à celle des êtres vivants pris dans leur intégrité, ainsi que les conséquences physiopathologiques qui en découlent ». Parallèlement, « l'écotoxicologie est la science qui étudie les polluants toxiques dans les écosystèmes » (Ramade, 2007).

2.1.1 <u>Toxicité du plomb</u>

La toxicité du plomb et de ses dérivés pour l'Homme est connue depuis plusieurs siècles. De nombreuses études ont donc été réalisées afin d'en préciser les conséquences. Elles ont montré l'existence d'une reprotoxicité⁶ et d'une toxicité aigue⁷ et chronique⁸ à l'origine de troubles hématologiques, immunologiques, digestifs, hépatiques, nerveux, rénaux, cardiaques et osseux (INRS, 2006 et INERIS, 2003).

Ces atteintes font suites à une exposition au plomb par voie respiratoire (contexte professionnel) et alimentaire, cette dernière étant la voie principale d'absorption du plomb (INERIS. 2003).

Dans le cas de la pollution d'un sédiment au plomb, il n'y a pas d'exposition directe de l'homme. En revanche, une exposition indirecte via la chaîne alimentaire est possible.

2.1.2 <u>Ecotoxicité du plomb</u>

Des études écotoxicologiques conduites sur les organismes benthiques ont permis de déterminer des valeurs au-delà desquels le sédiment présente un risque écotoxicologique (INERIS, 2003) :

- Dans le cas d'un exposition aigue, la CL50 (Concentration Létale 50%) à 28 jours pour un organisme benthique (Hyallela aztaca⁹) est de 6840 mg(Pb).kg⁻¹(sédiments secs). Ce résultat signifie que 50% des organismes mis en contact avec un sédiment contenant une telle concentration en plomb sont morts au bout des 28 jours de l'expérience.
- La valeur de la PNEC (Predictive Non Effect Concentration) pour une exposition chronique à des sédiments contaminés est de 6,8 mg(Pb).kg⁻¹ (sédiments secs), en sus du bruit de fond naturel. Cette valeur a été extrapolée à partir d'un unique bioessai en exposition aigue sur Hyallela aztaca en appliquant un facteur 1000 de correction.

2.2 <u>Cycle naturel et anthropique du plomb</u>

Le plomb est naturellement présent dans la croûte terrestre et dans tous les compartiments de la biosphère. Les échanges naturels entre la biosphère, l'hydrosphère, l'atmosphère et la lithosphère sont à l'origine du cycle naturel du plomb représentant un flux de 202 000 t.an⁻¹ dont seulement 22 000 tonnes sont émises sous forme particulaire dans l'atmosphère (suite à du volcanisme et de l'érosion éolienne) (*Figure 3*) (Ramade, 2007).

⁶ Toxicité entraînant un dysfonctionnement de la fonction de procréation.

⁷ Toxicité suite à une exposition brève à une forte concentration de polluant.

⁸ Toxicité due à une exposition prolongée à une concentration « faible » de polluant

⁹ Hyallela aztaca est un amphipode, i.e. un crustacé de l'ordre des Malacostracés.

Or le plomb est l'un des métaux non ferreux dont la consommation mondiale annuelle est la plus élevée (6,57 millions de tonnes raffinées¹⁰ dont 2,96 millions extraites de mines) (Ramade, 2007). Son cycle naturel est donc perturbé par les activités humaines qui sont devenues la source principale d'émission de plomb dans l'atmosphère. En 1980, le flux atmosphérique anthropique était 18 fois plus important que le flux naturel provenant du volcanisme et de l'érosion éolienne (Ramade, 2005).

De ce phénomène est né un cycle anthropique du plomb (*Figure 3*) dont les sources principales d'émission sont à l'heure actuelle (INERIS, 2003, Ramade, 2005, CITEPA) :

- Le transport routier et les autres sources mobiles
- Les processus de combustion (transformation de l'énergie, industrie, incinération des déchets ménagers...)
- Les procédés de production (sidérurgie, cimenterie, métallurgie...).



* Flux anthropique direct

** Nriagu donne en 1978 un flux particulaire légèrement inférieur à celui de Ramade en 2007.

Figure 3 : Cycle biochimique du plomb (D'après Nriagu, 1978)

2.3 <u>Histoire des émissions de plomb</u>

2.3.1 <u>De la civilisation gréco-romaine à l'avènement de l'automobile : les</u> glaces polaires comme témoins des activités humaines

Les travaux de Boutron (Boutron et al., 2004) ont permis de reconstituer l'histoire des émissions de plomb de l'époque gréco-romaine jusqu'aux années 80, en dosant le métal piégé dans les glaces du Groenland. Trois maxima de concentrations ont été mis en évidence (*Figure 4*) :

¹⁰ Sur les 6,57 millions de tonnes raffinées, 2,96 sont extraites de mines et 3,61 sont issues du recyclage de batteries et d'autres matériaux.

- Le premier, avec une concentration 6 fois supérieure au bruit de fond géochimique, correspondant aux extractions minières et à la sidérurgie à l'époque gréco-romaine entre 500 et 500 après Jésus-Christ.
- Un second au 19^{ème} et au début du 20^{ème} siècle 20 fois supérieur au bruit de fond de l'Holocène dû de manière générale à la révolution industrielle.
- Le troisième, qui commence son ascension à partir des années 20 avec le début de la vente de l'essence plombée (février 1923) pour atteindre son maximum entre la fin des années 60 et le début des années 70 avec l'interdiction de l'alkylplomb dans les essences aux Etats-Unis puis en Europe. Le maximum atteint au cours de cette période était 200 fois supérieur au bruit fond.

Ces résultats illustrent la perturbation du cycle géochimique du plomb par les émissions atmosphériques de plomb d'origine anthropique dans un espace, qui paraissait *a priori* préservé des activités humaines.





2.3.2 Les émissions des 20 dernières années en France

Dans le contexte de l'étude des sédiments du Rhône et de leurs contaminations, les données du CITEPA (2008) donnent un aperçu intéressant de l'évolution des émissions de plomb des 20 dernières années. Les tonnages de plomb émis en France sont passés de 4272 tonnes en 1990 à 127 tonnes en 2007 soit une diminution de 97% en moins de vingt ans, et ce, principalement dans le secteur des transports routiers (*Annexe I- 2*). Cette diminution spectaculaire fait suite au remplacement de l'essence plombée par les essences sans plomb en application de la Directive Européenne n°98-70¹¹ qui interdit la vente d'essence contenant des alkylplomb à compter du 1^{er} janvier 2000.

¹¹ Source Légifrance : www.legifrance.gouv.fr

2.4 <u>Le plomb et ses isotopes</u>

2.4.1 <u>Isotopes stables et ratios isotopiques</u>

91¹², ce nombre correspond à l'ensemble des isotopes¹³ du plomb. Parmi ces isotopes, les quatre suivants, ²⁰⁴Pb, ²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb et ²⁰⁸Pb, sont stables. La différence des compositions isotopiques entre les minerais de plomb et la lithosphère est à l'origine d'une méthode qui permet de tracer les sources de plomb dans l'environnement, et notamment dans les dépôts sédimentaires.

Cette technique s'appuie sur la réalisation de deux ratios isotopiques :

- Le ratio ²⁰⁶Pb/²⁰⁷Pb est le plus utilisé. Toute diminution de sa valeur dans un sédiment par rapport au bruit de fond de la zone d'étude est une preuve d'un apport de plomb d'origine anthropique (Renberg et al., 2002, Alfonso et al., 2001 et Monna et al., 2000). Cette méthode permet de différencier le plomb naturel du plomb anthropique, mais également les différentes sources anthropiques de plomb (essences plombées et industrie) (Roussiez et al., 2005).
- Le ratios ²⁰⁴Pb/²⁰⁸Pb et ²⁰⁶Pb/²⁰⁴Pb dont une diminution par rapport au bruit de fond est le signe d'un apport anthropique (Monna et al., 1995, Monna et al., 2000 et Roussiez et al., 2005).
- Le ratio ²⁰⁸Pb/²⁰⁶Pb qui indique une source anthropique si sa valeur est supérieure au bruit de fond (Monna et al., 2000).

Cette méthode des ratios isotopiques peut apparaître éloignée du sujet initial. Néanmoins, elle met en évidence la nécessité d'utiliser des techniques d'analyses plus pointues, pour déterminer précisément l'origine du plomb contenu dans un sédiment.

2.4.2 Plomb 210 et datation¹⁴

Le Plomb 210 (²¹⁰Pb) est un isotope radioactif du plomb issu de la chaîne de désintégration de l'uranium 238 (²³⁸U). L'²³⁸U, contenu naturellement dans la croûte terrestre, subit la série de désintégration suivante :

Uranium 238 \rightarrow Uranium 234 \rightarrow Thorium 230 \rightarrow Radium 226 (²²⁶Ra) \rightarrow Radon 222 (²²²Rn)

Le ²²²Rn, ainsi généré, se trouve sous une forme gazeuse inerte. Lorsqu'il est produit à proximité de la surface, le gaz s'échappe dans l'atmosphère où il se transforme rapidement (demi-vie de 3,8 jours) en un radionucléide métallique, le Polonium 218 (²¹⁸Po) qui se désintègre en quelques minutes en ²¹⁰Pb (demi-vie de 22,3 ans). Suite aux retombées atmosphériques d'aérosol, le ²¹⁰Pb peut se fixer sur les sédiments car il a une forte affinité particulaire. Ce plomb est dit « non supporté », car sa quantité au sein d'un sédiment diminue avec le temps selon la loi de décroissance radioactive ($A = A_0 e^{-\lambda t}$ où t correspond au temps

¹² Source CEA :

http://www-phynu.cea.fr/science_en_ligne/carte_potentiels_microscopiques/carte_potentiel_nucleaire.htm

¹³ Les isotopes sont des éléments chimiques identiques mais ayant des masses atomiques différentes dues à un nombre variable de neutrons.

¹⁴ Références du paragraphe : Site Internet de la société du Docteur Robert Flett : <u>http://www.flettresearch.cawebdoc.htm</u> (Understanding the Pb-210 method) et communications personnelles avec les partenaires du LSCE

écoulé depuis la sédimentation, A_0 est l'activité initiale du dépôt, A l'activité mesurée au temps t et λ la constante de décroissance¹⁵).

Le principe de la datation via le ²¹⁰Pb s'appuie sur l'hypothèse selon laquelle le flux atmosphérique en ²¹⁰Pb est constant, ce qui implique que l'activité de l'isotope radioactif à la surface des sédiments reste toujours identique. Cette hypothèse permet en mesurant l'activité du ²¹⁰Pb non supporté à un horizon sédimentaire et en appliquant la loi de décroissance radioactive de déterminer l'âge des sédiments : $A = A_0 e^{-\lambda t} \rightarrow t = -\frac{T}{\ln 2} \ln \left(\frac{A}{A_0}\right)$ (1)

radioactive de determiner 1 age des sediments : $A = A_0 e^{-r} r = -\frac{1}{\ln 2} \ln (\frac{1}{A_0})$ (1)

Néanmoins, l'activité initiale du ²¹⁰Pb n'est pas connue au moment du dépôt. Le calcul du taux de sédimentation grâce à la construction d'une droite de régression entre l'activité et la profondeur, permet de s'affranchir de cette contrainte :

- Equation de la droite de régression : $A = A_0 e^{-\alpha d}$ (2) où α est le coefficient de la droite de régression et d la profondeur.
- Expression du taux de sédimentation $\tau_{s\acute{e}d}$: $\tau_{s\acute{e}d} = \frac{d}{t}$ d'où $\tau_{s\acute{e}d} = \frac{\lambda}{\alpha} = \frac{\ln 2}{T * \alpha}$ en application des formules (1) et (2).

Cependant, il faut noter qu'il existe une fraction supportée du ²¹⁰Pb qui est issue de la désintégration permanente de ²³⁸U au sein des sédiments. Du fait de l'équilibre séculaire, l'activité du ²¹⁰Pb supporté et celle de ²²⁶Ra sont identiques. L'activité du ²¹⁰Pb non supporté est donc obtenue par différence entre l'activité du ²¹⁰Pb total et celle du ²²⁶Ra.

3 <u>Plomb et milieux aquatiques : réglementations et constats</u>

3.1 <u>Réglementations concernant la qualité des sédiments</u>

En France, il n'existe pas de réglementation concernant la qualité des sédiments, même en matière de produits de dragages. La détermination de leurs qualités s'appuie donc sur des guides méthodologiques (guide MATE (Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement), guide VNF (Voies navigables de France), Méthodologie d'évaluation des risques écologiques...) ou sur des indices (SEQ-Eau, PNEC) (*Tableau 1*) (CNR, 2005).

Guide MATE	(sol)	Guide VNF (dragage)		PEC	SEQ-Eau		PNEC
VDSS	200	Bonne qualité	100		Très bonne qualité	3,5	
VCI usage sensible	400	Qualité médiocre	100 à 367,5	128	Bonne qualité	35	6,8
VCI usage non sensible	2000	Mauvaise qualité	> 367,5		Moyenne qualité	120	

VDSS : Valeur de définition Source Sol / VCI : Valeur de Constat d'Impact / PEC : Probable Effect Concentration / PNEC : Predictive Non Effect Concentration

Tableau 1 : Tableau récapitulatif de divers critères de qualité pour les sédiments

3.2 Sédiments : état actuel de leurs contaminations au plomb

Cette partie a pour but d'apporter une vision globale des teneurs en plomb dans les sédiments des écosystèmes lentiques et lotiques français et étrangers.

3.2.1 Les lacs alpins

Les sédiments de certains lacs alpins ont fait l'objet étude qui ont amené à déterminer leurs concentrations en plomb. Le tableau ci-dessous est une synthèse des résultats obtenus pour 8 lacs.

Il met en évidence une grande disparité entre les lacs, notamment entre ceux du Massif des Aiguilles Rouges dont les dosages ont tous été réalisés au LSE avec le même protocole. Ces résultats montrent également l'impact des apports anthropiques avec des valeurs de plomb 3 à 23 fois supérieure aux bruits de fond géochimique supposés.

	Lac		Protocole			ltats kg ⁻¹)	Référence
Nom	Localisation	Caractéristiques	Echantillon Analyse Plomb		Min	Max	
Anterne	nterne Alpes françaises (Massif Elo des Aiguilles Rouges) sourc		Carotte	Minéralisation à l'eau régale puis dosage par SAA	9	30	Arnaud, 2003
Bourget	Chambéry–Aix-les- Bains	Influence des villes	Carotte	ICP-MS	12	47	Arnaud, 2003
Cornu	Alpes françaises (Massif Lac de haute des Aiguilles Rouges) altitude		Carotte	Minéralisation à l'eau régale puis dosage par SAA	10-13 (BF)	77	Desmet, 2006
Brévent	BréventAlpes françaises (Massif des Aiguilles Rouges)Lac d alti		Carotte	Minéralisation à l'eau régale puis dosage par SAA	10-13 (BF)	90	Desmet, 2006
Lac Noir	ir Alpes françaises (Massif Lac de des Aiguilles Rouges) altitu		Carotte	Minéralisation à l'eau régale puis dosage par SAA	6-8 (BF)	136	Desmet, 2006
Promenaz	Promenaz Alpes françaises (Massif L des Aiguilles Rouges)		Carotte	Minéralisation à l'eau régale puis dosage par SAA	33-68 (BF)	210	Desmet, 2006
Lac Blanc	Massif des Grandes Rousses - Huez	Lac de haute altitude	Carotte	Minéralisation à l'eau régale 100 puis dosage par SAA		600	Chapron et al., in prep.
Etang de la Gruère	Etang de a GruèreJura suisseEntouré d'une tourbière		Carotte	Fluorescence X	5	80	Shotyk et al., 1996
Koltjärn	Suède	/	Carotte	ICP-MS	20 (BF)	55	Renberg et al., 2002

SAA : Spectrométrie d'absorption atomique / ICP-MS : Spectromètre de masse à plasma induit par haute fréquence Fluorescence X : Spectrométrie de fluorescence aux rayons X / BF : Bruit de fond géochimique

Tableau 2 : Exemples de teneur en plomb de sédiments lacustres

3.2.2 <u>Quelques fleuves</u>

Le *Tableau 3* donne des ordres de grandeur de concentrations en plomb qui peuvent être dosées dans des grands fleuves soumis à des fortes pressions anthropiques. La comparaison de ces données avec les valeurs obtenues pour les lacs d'altitudes (*Tableau 2*) montre une pollution maximale des rivières 2 à 5 fois plus importante (exception faite du lac de Promenaz).

Rivière			Protocole		Re	ésultats (Dáfánanaa		
Nom	Localisation	Caractéristiques	Echantillon	Analyse Plomb	Min	Max	Моу	Reference	
Ро	Italie	10 stations le long du Po	Prélèvement	Fluorescence X sur fraction fine	18,2	63,2	/	Camusso et al., 2002	
Lot	France	3 stations	Carottage	ICP-MS			46/140/255	Audry et al., 2004 (a)	
Garonne	France	Amont de Bordeaux	Carottage dans un réservoir de crue	ICP-MS	53	250	/	Grousset et al., 1999	
Seine et affluents	France	Aval de Paris	Sédiments avant dragage	ICP-AES	<5	278	72	Carpentier et al., 2002	

Fluorescence X : Spectrométrie de fluorescence aux rayons X / ICP-MS : Spectromètre de masse à plasma induit par haute fréquence / ICP-AES : Spectromètre d'émission atomique

Tableau 3 : Exemples de teneur en plomb de sédiments de rivières

3.2.3 Le cas du Rhône

Le tableau ci-dessous constitue une première approche de la contamination du Rhône par le plomb.

	Rhône	Pr	Ré	sultats (1	Dátánon og																													
Localisation	Caractéristiques	Echantillon Analyse Plomb		Min	Max	Moy	Kelerence																											
Montélimar	Vieux Rhône (Marge fluviatile)	Carottage	Minéralisation à l'eau régale puis dosage par SAA	10	290	/	Bravard et al., 2008																											
Vaugris	Aval du barrage	Dragage (MES)	Minéralisation à l'eau régale puis ICP-AES	27	34	31	Neto, 2007																											
Pougny	Barrage électrique (Ain)			11,2	23,0	17,3																												
Culoz	Usine hydroélectrique (Ain)			16,5	18,0	13,8																												
Murs-et- Gélinieux	Barrage de Bregnier- Cordon (Ain)	Prélèvement (type de prélèvement non connu)		19,0	30,0	24,5																												
St Sorlin	Barrage de Villebois (Ain)		Prélèvement (type de prélèvement non connu)	Prélèvement Pro (type de du j	Prélèvement Protocole de dosage (type de du plomb non fourni	11,8	18,0	13,8																										
Jons	Barrage hydroélectrique de Jonage (Rhône)					Prélèvement (type de						D (1)			13,8	35,0	20,9																	
Vernaison	Centrale électrique (Rhône, Sud Lyon)																						Protocole de dosage du plomb non fourni	7,0	33,1	19,2	CNR, 2005							
Chasse	Centrale électrique (Isère)			dans le rapport de la CNR	14,2	24,2	20,2																											
St Vallier	Usine hydroélectrique de Gervans (Drôme)				0,5	31,0	2,8																											
Charmes	Barrage de Charmes-sur- Rhône (Ardèche)					31,1	38,3	51,0																										
Donzère	Barrage (Drôme)			0,5	32,2	20,1																												
Aramon	Usine électrique de Beaucaire (Gard)			16,0	48,1	31,2																												
Arles	Bouche du Rhône			18,0	37,5	26,3																												

Tableau 4 : Exemples de teneur en plomb de sédiments du Rhône

4 Archivage des activités humaines dans les sédiments

Les sédiments peuvent être utilisés, comme les archives glaciaires (*Chapitre 2, § 2.3.1*), pour reconstituer l'histoire des émissions anthropiques de plomb.

De nombreuses études, effectuées sur des sédiments lacustres, ont permis de documenter l'histoire de ces émissions. Les travaux de Shotyk (Shotyk et al., 1996) sur l'étang de la Gruère dans le Jura Suisse en sont un parfait exemple. Ce dernier a reconstitué deux millénaires de l'histoire de l'Homme et des ses émissions de plomb atmosphérique grâce à l'étude de carottes de sédiments lacustres. Le dosage du plomb et la mesure de l'activité du ²¹⁰Pb ont permis d'établir un profil de plomb (*Annexe I- 3*) mettant en évidence l'époque romaine, la Révolution Industrielle, la crise des années 30 et l'usage de l'essence plombée et son interdiction.

Les travaux réalisés en milieu lotique sont plus rares, du fait de la complexité des processus sédimentaires des cours d'eau. Néanmoins une étude (Audry and al., 2004 (b))(avec un protocole proche¹⁶ de celui de Shotyk) réalisée sur des sédiments de trois réservoirs de la rivière Lot (réservoirs dus à la construction de barrages hydroélectriques) a permis de reconstruire l'histoire de l'industrie minière du bassin-versant durant les cinquante dernières années.

Ce résultat montre que, sous certaines conditions, les rivières peuvent présenter des séries sédimentaires constituant un enregistrement de l'historique des pressions anthropiques auxquelles elles ont été soumises.

¹⁶ Le protocole de l'étude du Lot s'appuie sur la datation des sédiments par le ²¹⁰Pb et le ¹³⁷Cs et sur le dosage de quatre métaux lourds (Cu, Zn, Pb et Cd) indicateurs de l'activité industrielle, comme dans le cas de l'étang de la Gruère.

Chapitre 3 Sites d'étude, matériel et méthodes

1 Cinq sites d'étude

L'aire d'étude (Figure 5) s'étend de l'amont à l'aval de Lyon entre la centrale hydro-électrique de Brégnier-Cordon au nord-est de l'agglomération et l'île du Beurre au sud (au nord de Condrieu), dans laquelle cinq sites de référence ont été choisis pour les carottages, permettant ainsi d'établir une distribution amontaval des polluants. Dans ce mémoire, les quatre sites sur le Rhône sont étudiés. Le lac de Moras sera carotté au cours du second semestre 2008.



Figure 5 : Carte de localisation des cinq sites étudiés

1.1 <u>La lône de La Morte : le Rhône sauvage à l'amont de l'agglomération</u> <u>lyonnaise</u>

La lône de La Morte, constitue le site de prélèvement le plus en amont de l'aire d'étude. Elle a été carottée au cours du mois de mai 2008 dans l'axe médian du cours d'eau (45°42'095'' N, 05°33'233'' E) (*Figure 6*).

Cette lône du Haut Rhône se situe à l'aval de l'usine de Brégnier-Cordon (mise en service en 1984¹⁷), au niveau du méandre du Saugey. La Morte, par sa localisation dans le Rhône sauvage, à l'amont de la zone industrielle de Saint-Vulbas, d'où provient une des sources de contamination du fleuve par les PCB, constitue un site intéressant pour déterminer la contamination des sédiments à l'amont de la zone incriminée.



Figure 6 : Carte de localisation du prélèvement de La Morte¹⁸

¹⁷ Source : Site Internet de la CNR : www.cnr.tm.fr/fr/index.htm

¹⁸ Source fond de carte : www.geoportail.fr

1.2 <u>Le Grand Large, une retenue artificielle de l'agglomération lyonnaise</u>

En rive gauche du Canal de Jonage, construit en 1898, fut aménagé dans un infléchissement naturel de la lône de La Balme un réservoir compensateur pour l'usine hydroélectrique de Cusset, plus connu sous le nom de la retenue du Grand Large. Cette zone à l'origine marécageuse est devenue à la fin du 19^{ème} siècle (mise en service officielle de l'usine de Cusset durant l'été 1899) un bassin de 150 hectares assurant la décantation des particules fines des eaux du Rhône et la régulation du niveau d'eau à l'approche de l'usine (Varaschin, 1992).

C'est donc dans cette retenue artificielle du nord-est lyonnais (*Figure 5*) que la première série de carottage a été réalisée en avril 2008. Les prélèvements ont été réalisés en son centre (45°47'051'' N, 04°58'640'' E) (*Figure 7*). Le prélèvement a été effectué au voisinage du point GL3, qui fut carotté en 2006 au cours de l'étude du Cemagref sur la contamination du Rhône aux PCB et qui avait mis en évidence leur présence (Babut et Miège, 2007).



Figure 7 : Carte de localisation du prélèvement du Grand Large¹⁹

1.3 Le darse du champ captant de Crépieux-Charmy

Des carottages ont été réalisés en juillet 2008 sur une « darse »²⁰ du Rhône (45°48'175'' N, 04°55'058'' E) (*Figure 8*) situé au nord-est de l'agglomération lyonnaise au niveau du champ captant de Crépieux-Charmy.

L'extraction de granulats au début des années 1980 est à l'origine du creusement de la darse.

¹⁹ Source fond de carte : www.geoportail.fr

²⁰ Une darse est un bassin de forme rectangulaire permettant l'amarrage de bateau. Le terme de darse pour qualifier le site de Crépieux fait référence uniquement à sa forme.



Figure 8 : Carte de localisation du prélèvement de la darse de Crépieux²¹

1.4 La lône de l'Ile-du-Beurre, le Rhône sauvage à l'aval de l'agglomération lyonnaise

Une campagne de prélèvement a eu lieu courant mai 2008 sur la lône de l'Ile-du-Beurre (45°28'483'' N, 04°46'827'' E) (Figure 9).

Ce bras du Rhône se situe en amont du barrage de Vaugris (Figure 5) (dernier aménagement réalisé par la CNR sur le Bas Rhône en 1980²²). Cette lône, non curée, a été choisie car elle doit présenter une séquence sédimentaire préservée. De plus, sa localisation à l'aval de Lyon permettra d'étudier la distribution amont-aval de la contamination des sédiments au plomb et aux PCB et de mettre en évidence l'impact éventuel de l'agglomération lyonnaise sur la qualité du Rhône.



Figure 9 : Carte de localisation du prélèvement de l'Ile-du Beurre²³

 ²¹ Source fond de carte : www.geoportail.fr
 ²² Source : Site Internet de la CNR : www.cnr.tm.fr/fr/index.htm

²³ Source fond de carte : www.geoportail.fr

1.5 Le lac de Moras, témoin du plomb atmosphérique

Des carottages seront réalisés en Isère dans le lac de Moras (*Figure 5*) au cours du second semestre 2008. Ce plan d'eau se situe au sein d'un bassin-versant peu anthropisé avec un réseau hydrographique limité. Ainsi, le profil de plomb construit à partir de ses sédiments constituera un enregistrement de la pollution au plomb d'origine atmosphérique. Ce lac permettra d'avoir une idée du flux atmosphérique de plomb reçu par le Rhône en s'affranchissant des apports liés aux transports des Matières En Suspension (MES) et des phénomènes de remise en suspension des sédiments dans le fleuve. Il constitue donc par sa proximité géographique du Rhône un excellent site de référence des apports atmosphériques en plomb d'origine anthropique et naturelle.

2 <u>Outils utilisés</u>

Cette partie présente les outils analytiques employés dans le cadre du Master. Le détail des protocoles est fourni dans l'Annexe II. Un tableau récapitulatif des expérimentations effectuées sur chaque carotte se trouve à l'*Annexe I-* 8.

2.1 Les sédiments : du terrain au laboratoire

2.1.1 <u>Prélèvements</u>

Sur chaque site, en un point central, quatre carottes d'une dimension variant entre 50 et 100 cm sont effectuées manuellement à l'aide d'un carottier UWITEC. Elles sont ensuite conditionnées de manière à préserver le signal sédimentaire.

Le voisinage immédiat des quatre prélèvements permet d'assurer la corrélation nécessaire à la confrontation des données issues de carottes différentes d'un même site.

 \underline{NB} : Trois critères, que sont la présence effective de sédiments, un courant raisonnable (i.e. permettant techniquement la réalisation d'un prélèvement) et un positionnement central ou médian afin de limiter les effets de bords, conditionnent le choix de la zone de carottage.

2.1.2 <u>Ouverture</u>

L'ouverture des carottes est effectuée au LSE. Elle assure l'obtention de huit demicarottes qui servent d'archives pour les différentes analyses.

2.2 Analyses sédimentologiques

L'intégralité des analyses sédimentologiques a été réalisée au LSE. Elles permettent d'appréhender des données essentielles sur la nature des sédiments visant à comprendre, en autre, le mode et l'environnement de dépôt.

2.2.1 <u>Description des carottes</u>

Après ouverture, les carottes sont décrites visuellement (nature, granulométrie, couleur des horizons sédimentaires grâce à la charte colorimétrique révisée de Munsell²⁴...), avant d'être photographiées. Cette étape apporte les premières informations sur la nature et l'origine

²⁴ La charte colorimétrique de Munsell, crée en 1909 par Albert Munsell, constitue un système d'identification des couleurs s'appuyant sur la teinte, la valeur (luminosité) et la chroma (saturation).

des sédiments et permet également de s'assurer de l'existence d'une corrélation entre les prélèvements.

2.2.2 Densité sèche totale

La densité de sédiments secs par unité de volume humide est obtenue en divisant le poids d'une quantité de sédiments secs par le volume qu'elle occupait avant séchage. Cette valeur participe à la caractérisation de la nature des sédiments et à l'élaboration des flux de polluant.

Pour chaque site d'étude, une demi-carotte est consacrée à la détermination de la densité. Elle est échantillonnée entièrement tous les centimètres.

<u>NB</u>: La mesure de la densité sèche totale permet également d'obtenir la teneur en eau des sédiments grâce à la formule suivante : $\theta = \frac{M_{sé \dim ents bruts} - M_{sé \dim ents sec s}}{(M_{sé \dim ents bruts})} \times 100.$

2.2.3 Granulométrie laser

La granulométrie d'une demi-carotte est réalisée avec un pas centimétrique à l'aide du granulomètre laser Malver MastersizerTM du LSE. Cet appareil permet de mesurer le pourcentage de volume occupé par chaque classe granulométrique en mesurant l' « *obscuration* »²⁵ d'un faisceau laser à travers une cellule dans laquelle l'échantillon est injecté en suspension dans de l'eau. Le principe de la mesure s'appuie sur la théorie de Fraunhofer, selon laquelle il est possible d'assimiler les particules à des sphères non poreuses opaques aux rayons du laser.

Les données obtenues sont traitées grâce au logiciel Gradistat, qui fournit notamment le grain moyen (i.e. la taille moyenne des grains), la médiane (i.e. la taille de grain représentant 50% de l'échantillon sur la courbe cumulative), le mode (i.e. la classe granulométrique la plus représentée), le classement²⁶ (i.e. la dispersion par rapport à la moyenne) et l'asymétrie²⁷ de l'échantillon. Ces données granulométriques contribuent à la caractérisation de la nature des sédiments et de leurs processus de dépôts grâce au diagramme de Passega (Passega, 1957).

2.2.4 <u>Susceptibilité magnétique</u>

La susceptibilité magnétique est mesurée tous les centimètres avec une résolution de 1*10⁻⁵ unité SI sur une demi-carotte à température ambiante grâce à un appareil Bartington muni d'une sonde MS2E avec correction de la dérive de l'appareil toutes les cinq mesures.

Cette mesure résulte de la capacité d'aimantation de certains minéraux présents dans le prélèvement lorsqu'ils sont soumis au champ magnétique. Ces variations renseignent sur l'occurrence d'événements particuliers sur le bassin-versant tels que les inondations ou de forts apports détritiques (Wolfe et al., 2005 et Ghilardi et al., 2008).

<u>NB</u> : La susceptibilité magnétique a été réalisée sur une seule demi-carotte pour les sites du Grand Large et de la lône de La Morte et sur toutes les demi-carottes pour les deux autres sites, afin de pouvoir établir des corrélations entre les différentes carottes d'un même site (Wessels, 1998).

²⁵ Néologisme propre à la granulométrie laser, synonyme d'occultation.

²⁶ Choix de la méthode géométrique de Folk et Ward

²⁷ Choix de la méthode géométrique de Folk et Ward

2.3 Datation au plomb 210 et au césium 137

2.3.1 Datation au plomb 210

La datation au ²¹⁰Pb a été réalisée avec une résolution centimétrique au LSCE. Le principe de la méthode de datation est fourni au *Chapitre 2*, *§*2.4.2.

 \underline{NB} : Au moment de la rédaction de ce mémoire, seule une partie des résultats est disponible. Le LSCE a pu fournir des données partielles concernant le site du Grand Large et de la lône de La Morte.

2.3.2 Datation au césium 137

Le ¹³⁷Cs est un élément radioactif d'origine exclusivement anthropique dont les sources principales sont les armes nucléaires et les centrales nucléaires lors de dysfonctionnement. Les émissions atmosphériques de césium sont bien documentées. Au cours des cinquante dernières années, un pic de césium a fait suite aux Essais Nucléaires Aériens (ENA) des années 60 avec un maximum d'émission en 1963 et un autre en 1986 après l'accident de la centrale de Tchernobyl (26 avril 1986).

La datation au ¹³⁷Cs s'appuie donc sur la mise en évidence des horizons sédimentaires présentant des teneurs maximales en césium. Cette technique contribue au calage de la datation au plomb 210.

2.4 <u>Analyses géochimiques</u>

Les teneurs en plomb « total » ont été réalisés à partir de sédiments secs et broyés échantillonnés avec une résolution centimétrique.

2.4.1 <u>Plomb « total » par absorption atomique</u>

Après minéralisation à l'eau régale (mélange d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique ultrapures) d'une quantité définie de sédiments dans un four à micro-onde, les échantillons sont analysés par un spectromètre d'absorption à four graphite. Cet appareil mesure l'absorption résultant du passage d'une lumière de longueur d'onde spécifique à travers l'échantillon atomisé. La teneur en métal est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage mettant en évidence le lien de proportionnalité entre l'absorbance et la concentration en métal.

<u>NB</u> : La mesure du plomb « total » a été effectuée au LSE pour les quatre sites carottés.

2.4.2 <u>Plomb « total » par spectrométrie de fluorescence X</u>

Les échantillons de sédiments secs et broyés sont « grillés », afin de les débarrasser de leur matière organique. Les sédiments sont ensuite pesés et compressés pour former des cylindres de sédiments compacts qui sont analysés par spectrométrie de fluorescence au rayon X. Cette technique de dosage s'appuie sur la théorie selon laquelle un atome excité par un rayon X et ayant eu un électron arraché d'une couche électronique interne retourne vers un équilibre stable par le comblement de l'espace vacant par un électron de la couche externe. Ce déplacement d'électron s'accompagne de l'émission d'un photon spécifique de l'atome excité (i.e. d'une longueur d'onde propre à cet atome). L'intensité des photons émis est

proportionnelle à la teneur en atome recherché dans l'échantillon. Les teneurs en métal sont obtenues via une courbe d'étalonnage.

<u>NB</u> : Seuls, les sédiments du Grand Large ont été dosés par spectrométrie de fluorescence X au Laboratoire Dynamique de la Lithosphère de l'université Claude Bernard LYON 1. Cette double approche du dosage du plomb permet une comparaison de deux méthodes d'analyse.

Chapitre 4 Résultats des quatre sites de prélèvement sur le Rhône

Cette partie est consacrée à la présentation des résultats à disposition au moment de la rédaction du mémoire de Master. Ils seront abordés synthétiquement en exposant parallèlement les données des quatre sites étudiés que sont la lône de La Morte, la retenue du Grand Large, la darse de Crépieux et la lône de l'Ile-du-Beurre.

1 Etude sédimentologique des sédiments du Rhône

1.1 <u>Description visuelle</u>

La description visuelle des carottes apportera les premières informations sur la nature et l'origine des sédiments et permettra, dans la suite de l'étude, d'établir des corrélations entre les prélèvements.

1.1.1 La lône de La Morte

Les quatre carottes prélevées sur le site de La Morte (MTE08-01, MTE08-03, MTE08-04 et MTE08-05) présentent une structure « identique » (*Figure 10*). Une granulométrie uniforme de type silt, correspondant à des particules de taille inférieure à 63 μ m, les caractérise.

De plus, trois zones peuvent être mises en évidence sur chacun des prélèvements :

- La partie sommitale est définie par une couleur dans les teintes « olive » et par une texture à tendance visqueuse du fait de la forte teneur en eau de cette zone. Elle présente une épaisseur qui varie entre 15 et 24 cm selon la carotte.
- La zone intermédiaire se distingue de la précédente par une couleur foncée, caractéristique de la présence de matière organique partiellement dégradée. La puissance de cette couche est moindre avec une variation comprise entre 4 et 13 cm. Un élément essentiel est la présence d'une lamine de couleur gris clair sur toutes les carottes sauf la MTE08-03. Cette couche se situe dans les trois cas à une profondeur voisine de 25 cm. Elle constitue un point de repère intéressant pour mettre en corrélation les prélèvements.
- La partie basale d'une couleur gris-olive et d'une texture très compacte se caractérise par une épaisseur importante (supérieure à 24 cm) et par une structure présentant de nombreuses lamines qui se distinguent par leur nature organique ou par leur couleur gris clair.

1.1.2 La retenue du Grand Large

Les quatre carottes (GDL08-01, GDL08-02, GDL08-03 et GDL08-04) provenant de la retenue du Grand Large montrent une structure proche constituée d'une alternance de couches de silts et de silts argileux d'épaisseur variable parsemée de lamines de sables non granoclassées de teinte grise (*Figure 11*). Tous les dépôts de sables présentent une taille de l'ordre de 0,5 à 1 cm, hormis un lit de sable de 6 cm d'épaisseur se situant à la côte 8 de la carotte GDL08-03. La partie sommitale des prélèvements d'une épaisseur, variant de 36 à 46

cm, se distingue par une couleur beige tandis que la partie basale, mesurant entre 19 et 36 cm, affiche une couleur gris-beige.

La lamine argileuse de couleur grise, présente sur les quatre prélèvements à des côtes entre 36 et 46 cm, assure un niveau de référence commun qui permet la mise en corrélation des carottes.

1.1.3 La darse de Crépieux

Les carottes prélevées dans la darse de Crépieux (CPX08-01, CPX08-02, CPX08-03 et CPX08-04) présentent des structures hétérogènes composées de silt, de sable et d'un mélange silt-sable (*Figure 12*).

Une corrélation entre les structures des carottes ne semble pas évidente, cependant il est possible de mettre en avant des éléments communs aux quatre prélèvements :

- Une partie sommitale d'épaisseur variant entre 54 et 65 cm composée principalement de silt de teinte olive et/ou olive foncé avec la présence de zone « marbrée » et de nombreuses lamines olive foncées.
- Une partie basale de teinte olive ou gris-olive constituée de silt et d'un mélange silt-sable parsemée de lamines de sable de puissance variable et semblant non granoclassées. Cependant il apparaît que la granulométrie des grains de sable croît avec la profondeur à laquelle se trouve la lamine sableuse.
- La présence sur toutes les carottes de lamines de silt olive foncé à 42 et 47cm de profondeur.

 \underline{NB} : Les carottes CPX08-01 et CPX08-03 présentent des lamines non horizontales dans la partie basale. Cette particularité ne semble pas être due à un biais de l'expérimentateur au cours des prélèvements, mais plutôt à une irrégularité du fond de la darse suite à son creusement par une pelleteuse.

1.1.4 <u>La lône de l'Ile-du-Beurre</u>

Pour la lône de l'Ile-du-Beurre, les trois carottes ouvertes (BRE08-01, BRE08-03 et BRE08-04) mettent en évidence une structure très proche de teinte grise constituée de lamines de silt, de sable et d'un mélange de silt sableux de puissance variable (*Figure 13*).

La structure des carottes montre la présence de trois zones avec des caractéristiques spécifiques :

- Une partie sommitale de 3 à 10 cm d'épaisseur composée de silt de teinte olive piquetée de matière organique.
- Une zone intermédiaire de teinte grise constituée d'un mélange de silt et de sable (les silts étant le matériel dominant) d'une trentaine de centimètres d'épaisseur et pouvant contenir selon les carottes une lamine sableuse (BRE08-03) ou silteuse (BRE08-01) plus ou moins puissante.
- Une partie basale structurée par une alternance de lamines grises de sable d'épaisseur hétérogène (de 1 à 16cm) et de lamines de silt de teinte grise ou olive (notamment dans le bas des prélèvements) de puissance variant de 1 à 25 cm.

La corrélation entre les différents prélèvements est assurée par la lamine silteuse d'une vingtaine de centimètres d'épaisseur située dans la partie basale des carottes et par la lamine olive de silt sous-jacente.



Figure 10 : Description des carottes de la lône de La Morte



<u>Figure 11</u> : Description des carottes de la retenue Grand Large



Figure 12 : Description des carottes de la darse de Crépieux







Figure 14 : Densité (g.cm⁻³) des sédiments des quatre sites d'étude

Les sédiments de La Morte (MTE08-05) sont caractérisés par la présence de deux zones distinctes (*Figure 14*). La partie sommitale, entre 0 et 30 cm, présente une densité uniforme (σ_1 =0,06) avec une valeur moyenne de 0,45 g.cm⁻³. Dans la partie basale (au-delà de 30 cm), la densité y est également homogène (σ_2 =0,09) avec une moyenne de 0,89 g.cm⁻³ soit quasiment le double de la densité moyenne de la partie sommitale. L'origine de cette variation ne peut être expliquée que par la variation de la teneur en eau des sédiments. En effet, il a été montré précédemment (*Chapitre 4, §1.1.1*) une bonne homogénéité des sédiments sur l'intégralité de la carotte, ce qui exclut la nature des sédiments comme origine de la variation de la densité. Cependant la modification de la texture, décrite dans le même paragraphe, indique un changement de la teneur en eau des sédiments qui pourrait être à l'origine de l'évolution de la densité.

Les sédiments du Grand Large (GDL08-03), à partir de 9 cm de profondeur, sont caractérisés par une densité relativement uniforme ($\sigma_2=0,06$) de 1,11 g.cm⁻³ de moyenne (*Figure 14*). En revanche, celles de la partie sommitale du prélèvement (de 0 à 9 cm) sont moins homogènes avec une moyenne de 0,69 g.cm⁻³ et une forte dispersion avec un écart-type de 0,2 (*Figure 14*). Cette différence entre les sections de la carotte est due à la teneur en eau des sédiments qui sont « gorgés » d'eau au sommet du prélèvement mais plus compacts et secs dans la partie basale.

Dans le cas de Crépieux, les sédiments (CPX08-02) présentent une variation de leurs densités en fonction de la profondeur. Il apparaît, en effet, que leurs densités croient avec la profondeur bien que la structure des sédiments semble homogène au sein de la carotte (exception faite des lits de sable entre 70 et 74 cm et entre 90 et 94 cm qui correspondent à des pics de densité). Ces sédiments sont caractérisés par une densité moyenne de 0,85 g.cm⁻³ avec une variation moyenne de 0,6 g.cm⁻³ à 1,2 g.cm⁻³ entre le sommet et la base du prélèvement.

La densité des sédiments de l'Ile-du-Beurre (BRE08-03) avec une moyenne de 0,98 g.cm⁻³ et un écart-type faible (σ =0,12), présente plusieurs changements de tendance qui
peuvent être mis en corrélation avec la granulométrie de la carotte. Les silts correspondent aux faibles valeurs de densité, tandis que les sables peuvent être mis en corrélation avec les densités plus élevées.

 \underline{NB} : Pour les quatre sites, il y a une excellente corrélation négative entre la teneur en eau des sédiments et la densité ($r_{LaMorte}$ =-0,99, $r_{GrandLarge}$ =-0,90, $r_{Crépieux}$ =-0,98 et $r_{Ile-du-Beurre}$ =-0,96).

1.3 Les apports de la granulométrie

1.3.1 Grain moyen, mode, classement et asymétrie des sédiments

La *Figure 15* et les tableaux suivants (*Tableau 5* et *Tableau 6*) illustrent les variations de quatre paramètres granulométriques (le grain moyen, le mode, le classement et l'asymétrie) pour les sites étudiés sur le Rhône. Pour chaque site, l'intégralité d'une demi-carotte a été échantillonnée, les pourcentages ci-dessous correspondent aux pourcentages d'échantillons de chaque catégorie de classement et d'asymétrie.

		La Morte	Grand Large	Crépieux	Ile-du-Beurre
	Très mal classé	38,5%	52,1%	30,5%	49,0%
ent	Mal classé	61,5%	42,9%	69,5%	45,9%
em	Moyennement classé	0%	0%	0%	2,04% (92,94)
ass	Assez bien classé	0%	0%	0%	1,02% (95)
CI	Bien classé	0%	0%	0%	2,04% (76,96)
métrie	Forte asymétrie PP*	0%	40,7%	$7,4\% \qquad \stackrel{(15,17,18,24,}{26,34,63}$	58,8%
	Asymétrie PP*	0%	44,0%	9,5% $70 \rightarrow 73, 76, 91 \rightarrow 94$	12,4%
	Symétrie	81,5%	18,3% (0→8, 65, 66, 83, 89, 90)	81%	26,8% (69→89)
Asy	Asymétrie GP**	18,5% (8, 14, 22→25, 38, 45, 46, 51, 53, 58)	0%	2,1% (51,65)	2,0% (76, 89)

* PP : Vers les petites particules / ** GP : Vers les grosses particules / () : Profondeur des horizons particuliers

Tableau 5 : Classement et asymétrie, synthèse des résultats des quatre sites étudiés

		La Morte	Grand Large	Crépieux	Ile-du-Beurre
a .	Mimimum	10,5	7,3	10,0	7,1
Grain	Maximum	39,3	36,2	186,2	258,2
(um)	Moyenne (M)	21,7	18,4	25,4	64,8
(µ)	Ecart-type (σ)	7,3	6,8	27,4	58,3
	Mimimum	10,7	9,4	9,4	8,1
Mode	Maximum	112,5	24,6	257,7	257,7
(µm)	Moyenne (M)	53,9	15,6	44,6	125,6
	Ecart-type (σ)	25,2	4,9	66,6	75,1

Tableau 6 : Statistiques de la granulométrie des quatre sites étudiés



Figure 15 : Grain moyen et mode des sédiments de La Morte, du Grand Large, de Crépieux et de l'Ile-du-Beurre

Dans le cas de la lône de La Morte, la granulométrie a été effectuée sur la carotte MTE08-05. L'analyse des résultats a dégagé les éléments suivants :

- La *Figure 15* montre une « co-variation²⁸ » entre le grain moyen et le mode. De plus, ces deux paramètres ont des valeurs voisines comme le confirme la moyenne du grain moyen et celle du mode (*Tableau 6*). Cependant, entre 18 et 27 cm, il y a une grande différence entre la valeur du grain moyen et celle du mode, qui correspond à la zone intermédiaire de la carotte (*Chapitre 4, §1.1.1* et *Figure 10*). Les courbes granulométriques laissent apparaître une certaine homogénéité des sédiments au sein d'un échantillon, mais également avec la profondeur principalement à partir de 30 cm (profondeur correspondant au changement de la densité).
- Les pics observés du grain moyen (*Figure 15*) correspondent généralement à des lamines organiques ou minérales mises en évidence sur le log comme par exemple les lamines situées aux côtes 12, 14, 25 et 40 (*Figure 10*).
- Les sédiments de La Morte ne sont pas classés.
- D'un point de vue de l'asymétrie, les échantillons sont, dans la plupart des cas, symétriques (*Tableau 5*). Cependant, certains horizons présentent une asymétrie vers les gros grains qui peut être mise en parallèle avec la présence de lamines organiques ou minérales sur le log (*Figure 10*).

En résumé, les sédiments de la lône de La Morte sont définis par une homogénéité intra-échantillon de leur granulométrie (exception faite de la zone intermédiaire et des lamines), une absence de granoclassement et une symétrie des échantillons (hormis dans le cas des lamines).

Les données granulométriques du Grand Large, obtenues à partir de la carotte GDL08-03, mettent en évidence les points suivants :

- La *Figure 15* montre un lien entre le grain moyen et le mode. Ces paramètres présentent les mêmes évolutions avec la profondeur. Cependant, le mode affiche des amplitudes de variations plus importantes à l'origine d'une différence élevée entre le grain moyen et le mode. En effet, la moyenne des grains moyens est de 22,5 µm tandis que celle des modes est de 56,5 µm (*Tableau 6*). Ce point montre que la granulométrie de ces sédiments est très hétérogène que ce soit avec la profondeur (inter-échantillon) ou au sein même d'un échantillon (intra-échantillon).
- La confrontation des données de la *Figure 15* et du log de la carotte GDL08-03 (*Figure 11*) permet d'établir le lien entre les pics du grain moyen (ou du mode) et la présence de lamines de sable. Par exemple, le pic maximum du mode correspond à une lamine de sable se situant à 30 cm de profondeur. Parallèlement, le pallier bas du mode entre 36 et 41 cm sur le graphique (*Figure 15*) est lié à la présence d'une couche d'argile. Il y a donc une bonne corrélation entre la description visuelle de la carotte et la granulométrie réelle.
- Les valeurs du classement et de l'asymétrie (*Tableau 5*) mettent en évidence l'absence de granoclassement des sédiments et une dominance de l'asymétrie de la granulométrie vers les petites particules (85% de la carotte) à l'exception des huit premiers centimètres argileux du prélèvement et de quelques lamines argileuses et silteuses.

²⁸ Dans ce contexte, « co-variation » signifie que les deux courbes suivent les mêmes variations dans la carotte, i.e. par exemple que si l'une croît, l'autre également.

En résumé, les sédiments du Grand Large sont hétérogènes, non granoclassés et majoritairement asymétriques.

La carotte CPX08-02 a fournit pour la darse de Crépieux les données granulométriques suivantes :

- La *Figure 15* montre une excellente corrélation entre l'évolution du grain moyen et du mode. Comme dans le cas de la lône de La Morte, les sédiments de Crépieux sont relativement homogènes avec des valeurs du mode et du grain moyen voisines. Cependant les moyennes du grain moyen et du mode (*Tableau 6*) ne font pas ressortir ce résultat du fait de la présence dans la carotte d'échantillons de granulométrie hétérogène.
- Hormis quelques horizons particuliers, le grain moyen est relativement constant avec la profondeur.
- Les horizons de granulométrie dite hétérogène, i.e. correspondant à des pics importants du mode, sont corrélés sur le log de la carotte CPX08-02 (*Figure 12*) avec les lamines de sable et avec celle de silt-sable à 18 cm de profondeur.
- Les sédiments se caractérisent également par une absence de granoclassement, une symétrie de 81% du prélèvement et une asymétrie vers les petites particules (17% de la carotte) correspondant aux lamines de sable (*Tableau 5*).

<u>NB</u> : Les niveaux de sables à la base des prélèvements correspondent manifestement à la base du remplissage de la darse dans les années 80.

En résumé, les sédiments de Crépieux présentent une homogénéité intra et interéchantillon, un mauvais classement et une certaine symétrie.

La granulométrie des sédiments de l'Ile-du-Beurre fait ressortir trois sections différentes sur la carotte BRE08-03 :

- La première, entre 0 et 69 cm, présente des caractéristiques très proches de celles des sédiments du Grand large, i.e. une hétérogénéité intra-échantillon, des pics de mode correspondant aux lamines sableuses, une absence de classement et une asymétrie vers les petites particules (*Figure 15, Tableau 5* et *Tableau 6*).
- Une seconde, entre 70 et 89, est constituée d'un matériel très fin présentant une homogénéité intra et inter-échantillon, une absence de classement et une symétrie des échantillons. Cette section a des caractéristiques proches de celle de La Morte.
- La dernière, entre 90 et 96 cm, correspondant à un horizon sableux, présente une homogénéité inter et intra-échantillon mais avec des valeurs plus élevées que dans la section précédente.

1.3.2 L'origine des dépôts sédimentaires et diagramme de Passega

La réalisation du diagramme CM^{29} , correspondant à la représentation de la médiane en fonction du centile supérieur³⁰, repose sur les travaux de Passega qui ont montré l'existence d'une relation entre la texture de sédiments et leur processus de dépôt (Passega, 1957). La *Figure 16* représente les diagrammes des quatre sites étudiés.

²⁹ CM signifie Centile supérieur et Médiane.

³⁰ Le centile supérieur est la taille de 99% des grains sur la courbe cumulative.



Figure 16 : Diagramme de Passega pour les quatre sites étudiés

Dans le cas de la lône de La Morte, peu d'échantillons sont localisés sur le diagramme de Passega. Ils sont, en effet, situés en haut à gauche de la branche SR, ce qui correspond à des échantillons avec une taille médiane voisine de celle attendue pour des échantillons de cette branche mais contenant de grosses particules. Il n'y a donc pas d'interprétation évidente du diagramme. Toutefois, il est possible d'avancer les deux explications suivantes :

- Premièrement, les dépôts de sédiments de la lône de La Morte seraient de type suspension uniforme (branche SR), soit des dépôts de lits majeurs de cours d'eau et de plaines alluviales inondées correspondant à des conditions de décantation dans lesquelles la vitesse de fond est très faible, voire nulle (Passega, 1957 et Rivière, 1977). Le décalage entre le positionnement des échantillons et la branche SR s'expliquerait par la présence de matière organique. En effet, la majorité des échantillons présentant un centile supérieur à 500 µm correspondent à des lamines organiques.
- Deuxièmement, les échantillons seraient issus de dépôt de suspension gradée (branche RQ) ayant eu lieu lorsque la charge du cours d'eau est supérieure à la capacité de transport de ce dernier. Ce dépôt est essentiellement caractérisé dans la représentation de Passega par une relation de proportionnalité entre la médiane et le centile supérieur (Passega, 1957 et Rivière, 1977). La corrélation entre ces deux paramètres est faible (r=0,52). Cependant, les caractéristiques du cours d'eau peuvent être en accord avec cette interprétation du diagramme.

La *Figure 16* montre également des groupements d'échantillons en fonction de leur section d'origine (*Chapitre 4, §1.1.1*).Néanmoins, il n'apparaît pas de manière évidente de lien entre la profondeur et la localisation des échantillons au sein d'un groupe.

Au niveau du Grand Large, la *Figure 16* met en évidence des différences de comportement des particules en fonction de leur taille. Il apparaît, en effet, que les couches de silt et de sable (hormis quatre échantillons) sont issues d'une suspension dite uniforme. Dans le même temps, l'origine des dépôts d'argile et d'argile silteuse est plus délicate à déterminer, du fait de leur dispersion sur le graphique. Cependant, les dépôts sédimentaires de la retenue semblent être majoritairement de type suspension uniforme.

Pour le site de Crépieux, le diagramme de Passega fait ressortir cinq groupes d'échantillons (*Figure 16*) :

- Le groupe 1 est constitué de la majorité des échantillons de silt et de mélange silt-sable de la carotte. Il est correspond à un dépôt de suspension uniforme.
- Le groupe 2 est composé de quatre échantillons correspondant à des profondeurs différentes (18, 63, 70, 93 et 94), mais issus probablement d'un dépôt de suspension uniforme.
- Les échantillons de sable du groupe 3 situés à 71, 72 et 73 cm de profondeur proviennent d'une suspension gradée.
- Les groupes 4 (76, 91 et 92)31 et 5 (8, 9, 11, 31 et 88)32 sont composés d'échantillons ne correspondant pas à des lamines particulières sur le log de la carotte de Crépieux (Figure 12).

³¹ Profondeurs des échantillons du groupe 4.

³² Profondeurs des échantillons du groupe 5.

En l'absence d'éléments justifiant leurs localisations sur le diagramme de Passega, ils pourront être envisagés comme des outliers.

L'interprétation du diagramme de Passega pour les sédiments de l'Ile-du-Beurre est assez délicate. Le type de suspension à l'origine des dépôts n'est pas évident. Néanmoins le graphique met en évidence l'existence de deux catégories d'échantillons :

- Le premier se situe à gauche de la branche SR et correspond aux échantillons homogènes de silt situés entre 70 et 89 cm de profondeur. Sa localisation laisse supposer à un dépôt de type suspension uniforme.
- Le second, parallèle à la branche SR, est constitué de sédiments différents regroupés en fonction de leur granulométrie. Il est probable qu'à l'intérieur de ce groupe différents types de dépôt aient été mis en jeu. Toutefois, un dépôt de type suspension gradée et roulement (branche PQ), correspondant à des couches de sables entre 41 et 46 cm et 92 et 96 cm de profondeur, est mis en évidence par le diagramme.

En résumé, le diagramme de Passega des quatre sites de prélèvement sur le Rhône montre que l'origine des dépôts de sédiments est variable en fonction des sites et également de la granulométrie. Cependant, la suspension uniforme apparaît prépondérante dans tous les cas étudiés.

1.4 <u>Susceptibilité magnétique et granulométrie</u>

La susceptibilité magnétique a été mesurée sur les carottes MTE08-01, GDL08-04 et sur toutes les carottes de Crépieux et de l'Ile du Beurre. Ce paramètre est intéressant car des études ont établi :

- Le lien entre les pics de susceptibilité et les forts apports détritiques suite à des périodes de fort débit des tributaires (Fritz et al., 2006).
- La possibilité de reconstituer l'histoire des inondations à partir de ce paramètre (Wolfe et al., 2005 et Hall et al., 2004).

1.4.1 <u>Une corrélation positive entre susceptibilité et mode à l'Ile-du-Beurre</u>

La susceptibilité magnétique des sédiments de l'Ile-du-Beurre, mesurée sur la carotte BRE08-03, met en évidence la présence :

- De deux pics importants de susceptibilité à 18 et 24 cm de profondeur et de pics secondaires tout au long du profil (*Figure 17*). Ces pics peuvent être corrélés avec la présence de lamines sableuses (*Figure 13*) à l'exception de quelques points (notamment les lamines 18 et 64).
- D'une zone homogène avec une valeur de la susceptibilité faible entre 70 et 89 cm correspondant à l'horizon de silt décrit précédemment (*Figure 13*).

De plus, la comparaison du profil de susceptibilité avec celui du mode (*Figure 17*) montre une corrélation positive ($r^{33}=0,55$) entre ces deux paramètres (hormis entre 22 et 29 cm), ce qui pourrait confirmer la relation entre la susceptibilité et les forts apports en

³³ r : coefficient de corrélation

matériaux détritiques en période de crue. Cependant, la datation des sédiments n'étant pas encore réalisée, ce point ne pourra pas être développé dans la suite de ce mémoire.

1.4.2 <u>Une corrélation négative entre susceptibilité et mode pour La Morte</u>

Le graphique de susceptibilité (Figure 17) de La Morte indique :

- La présence de 3 pics à 32, 38 et 46 cm de profondeur.
- Une augmentation de la susceptibilité avec la profondeur à partir de la côte 30 cm.
- Un horizon de faible susceptibilité se situant entre 21 et 27 cm. Cette zone correspond à une partie de la zone intermédiaire de la carotte MTE08-01, zone riche en matière organique. Or, il a été montré que la présence de matière organique s'accompagnait d'une susceptibilité plus faible (Ghilardi, 2008 et Anderson, 1988).

Contrairement à l'Ile-du Beurre, une corrélation négative est mise en évidence entre la susceptibilité et le mode (*Figure 17*). Mais elle est de faible poids statistique (r=-0,67). Ce résultat va à l'encontre des travaux de Fritz qui lient l'augmentation de la susceptibilité à celle de la granulométrie des sédiments.

1.4.3 <u>Une absence de corrélation pour le Grand Large et Crépieux</u>

Les deux sites présentent des profils de susceptibilité magnétique assez semblables (hormis le pic à 11 cm pour le site du Grand Large) avec des valeurs centrées autour de $20*10^{-5}$ SI et une absence de corrélation entre le mode et la susceptibilité ($r_{GrandLarge}=0,0045$ et $r_{Crépieux}=0,057$) (*Figure 17*). La localisation très proche de ces deux sites et leur nature de « pseudo-retenue » pourraient expliquer les similitudes dans les profils de susceptibilité.

1.5 <u>Susceptibilité magnétique et teneur en eau</u>

	La Morte	Grand Large	Crépieux	Ile-du-Beurre
Coef. Corrélation	-0,84	-0,36	-0,48	-0,36

Tableau 7 : Statistiques de la corrélation entre la susceptibilité et la teneur en es

Les profils de susceptibilité (*Figure 17*) montre que la valeur de la susceptibilité magnétique des sédiments diminue à la surface des carottes. Or, à la surface les sédiments sont plus riches en eau qu'en profondeur. Le lien entre ces deux paramètres a donc été étudié. En préalable, il convient de préciser que, compte tenu de la diversité des échantillons, les études statistiques sont utilisées pour dégager des tendances ; elles doivent donc être interprétées avec précaution.

Les résultats du graphique de la *Figure 18* et du *Tableau 7* montre l'existence d'une corrélation négative entre la susceptibilité et la teneur en eau dans le cas des sédiments de La Morte. En ce qui concerne les autres sites, cette relation est moins évidente, même si l'étude est limitée aux fractions fines de sédiments comme dans le cas de La Morte où l'intégralité du prélèvement est constituée de silt.



Figure 17: Profil de la susceptibilité et du mode des quatre sites de prélèvement



Figure 18 : Corrélation entre la susceptibilité magnétique et la teneur en eau des sédiments

2 Datation des sédiments du Grand Large et de La Morte

Au moment de la rédaction de ce mémoire, seule une partie des échantillons de la retenue du Grand Large et de la lône de La Morte ont pu être datée. La suite de ce paragraphe se limitera donc à ces deux cas.



Figure 19 : ²¹⁰Pb et ¹³⁷Cs dans les sédiments du Grand large et de La Morte

2.1 Datation des sédiments du Grand Large et taux de sédimentation

La datation des sédiments du Grand Large a été réalisée sur les trente premiers centimètres de la carotte GDL08-03 et a donné des résultats difficilement exploitables (*Figure 19*) :

- Premièrement, le profil de ¹³⁷Cs ne peut pas être relié à l'accident de Tchernobyl, ni aux essais nucléaires. En effet, la teneur en césium est significative même en surface des sédiments, ce qui ne peut être expliqué que par un remaniement ou par l'existence d'autres sources d'émission de césium. Ce point avait déjà été relevé durant l'étude du Cemagref en 2005-2006 (Babut et Miège, 2007).
- Deuxièmement, en appliquant la théorie de la datation au ²¹⁰Pb (*Chapitre 2, §2.4.2*), à partir des résultats significatifs (i.e. obtenus sur les huit premiers centimètres de la carotte), le taux de sédimentation calculé est de 26 mm/an⁻¹. Or, la construction du modèle âge-profondeur révèle que le ²¹⁰Pb « non supporté » disparaît des sédiments en 1977 soit après 41, alors que il ne devrait avoir disparu qu'au bout d'un ou deux siècles.
- Troisièmement, ces résultats sont totalement différents de ceux obtenus au cours de l'étude du Cemagref (Babut et Miège, 2007) qui avançait un taux de sédimentation proche

de 40 mm/an⁻¹ pour la retenue du Grand Large (carottage GL3 proche de ceux de cette étude).

Dans la suite de ce mémoire, les résultats de la datation pour la retenue du Grand Large ne seront pas utilisés, faute de cohérence.

2.2 Datation des sédiments du La Morte et taux de sédimentation

Dans le cas de la lône de La Morte, les premiers résultats obtenus concernant la datation semblent plus cohérents (*Figure 19*) :

- Le ¹³⁷Cs, bien que le profil présente une forme particulière, peut être attribué très certainement à l'accident de Tchernobyl. Il est, en effet, impossible de confondre le pic de¹³⁷Cs de Tchernobyl et celui des ENA du fait de l'absence d'Américium, provenant uniquement des ENA. Le maximum de ¹³⁷Cs est atteint à 26 cm de profondeur, ce qui donne un taux de sédimentation de 18 mm/an⁻¹ en supposant que ce dernier soit constant.
- La datation au ²¹⁰Pb, quant à elle, établit un taux de sédimentation de 15 mm/an⁻¹.

Ces résultats, bien que cohérent indépendamment l'un de l'autre, ne sont pas corrélés entre eux. En effet, le modèle âge-profondeur obtenu grâce au ²¹⁰Pb, localise l'accident de Tchernobyl à 33 cm de profondeur dans la carotte. Cette différence peut s'expliquer par une plus grande sensibilité aux perturbations des dépôts sédimentaires de la technique de datation au ¹³⁷Cs qui s'appuie sur une période d'analyse plus courte que pour la datation au ²¹⁰Pb (Saravana Kumar et al., 1999).

<u>NB</u>: Dans la suite de ce rapport, le taux de sédimentation obtenu grâce au 137 Cs (i.e. 18 mm/an⁻¹) sera utilisé pour calculer les flux de plomb dans les sédiments de La Morte.

3 Sédiments du Rhône et teneur en plomb

Les dosages de plomb ont été réalisés sur les 50 à 70 premiers centimètres des carottes MTE08-05, GDL08-01, CPX08-02 et BRE08-03.

3.1 Variation de la teneur en plomb des sédiments du Rhône

Le tableau ci-dessous présente de façon synthétique les résultats obtenus pour le plomb dans les sédiments des quatre sites étudiés. Il ressort de ce tableau les faibles teneurs en plomb des sédiments du Rhône, notamment pour le site du Grand Large et de Crépieux.

	La Morte	Grand Large	Crépieux	Ile-du-Beurre
Minimum*	16,43	9,75	15,94	15,64
Maximum*	33,94	25,88	26,27	75,42
Moyenne*	24,05	17,00	21,39	32,56
Ecart-type*	5,02	3,97	2,63	11,59
Nombre d'échantillons	51	59	68	56

* Teneurs exprimées en mg.kg⁻¹ MS.

Tableau 8 : Statistiques de la teneur en plomb des sédiments du Rhône

L'observation des profils de plomb (Figure 20) laisse entrevoir trois types de profil :

- Le profil du Grand Large est caractérisé par une variation de la teneur en plomb qui décroît entre 49 et 39 cm de profondeur pour se stabiliser à une teneur moyenne de 12,8 mg.kg⁻¹ MS entre 39 et 30 cm. On observe ensuite entre 30 et 13 cm un pic de plomb à 22 cm de profondeur à 25,88 mg.kg-1 MS. La teneur s'équilibre à 13,5 mg.kg-1 MS de moyenne entre 13 et 6 cm. Sur les 6 premiers centimètres de la carotte, la concentration en plomb augmente pour atteindre une concentration de 21,07 mg.kg⁻¹ MS à l'interface eausédiments.
- Les profils de La Morte et de Crépieux montre une augmentation de la teneur en plomb des sédiments avec la profondeur, mais avec une faible variation entre les échantillons successifs.
- Le profil de l'Ile-du-Beurre, comme précédemment, met en évidence une augmentation de la teneur en plomb en profondeur, mais avec une grande amplitude entre les échantillons à l'origine d'un profil de plomb assez « chaotique ».

3.2 <u>Plomb et fraction fine</u>

L'existence d'un lien entre les teneurs en métaux (notamment le plomb) et le pourcentage de la fraction fine, i.e. le pourcentage de particules de diamètre inférieur à $63 \mu m$ (limite supérieure des silts), a été mis en évidence, entre autre, par Cauwenberg (Cauwenberg et al., 1998). Ce paragraphe consiste à étudier l'existence de cette relation pour les quatre sites étudiés.

Pour la lône de La Morte (*Figure 20*), le lien entre les deux paramètres semble être présent tout au long de la carotte, cependant ce lien présente un cœfficient de corrélation de 0,57, ce qui est peu significatif.

Dans le cas du Grand Large (*Figure 20*), le graphique montre que les deux courbes (Plomb et Fraction fine) ont tendance à suivre les mêmes variations, à l'exception des 10 premiers centimètres. Néanmoins, le poids statistique de la corrélation entre la fraction fine et la teneur en plomb est peu significative (r=0,49) pour l'intégralité des échantillons. Toutefois, la corrélation passe à 0,67 en supprimant le début du prélèvement.

En ce qui concerne les de Crépieux et de l'Ile-du-Beurre, une relation entre le plomb et la fraction fine peut être dégagée sur certaines sections des prélèvements (*Figure 20*). Les coefficients de corrélation pour ces deux sites sont donc très faibles et tendent à être non significatifs. Crépieux (respectivement l'Ile-du-Beurre) affiche un coefficient de 0,39 (respectivement 0,25).

3.3 <u>Comparaison des deux techniques de dosage du plomb</u>

La *Figure 20* permet de comparer les résultats obtenus à partir de la spectrométrie d'absorption atomique et de fluorescence X. Dans les deux cas, les profils de plomb du Grand Large suivent les mêmes variations. La réalisation d'une régression linéaire entre les résultats des deux dosages montre que les deux techniques sont corrélées à 86%.

Cependant, les résultats obtenus par spectrométrie de fluorescence X sont plus élevés que ceux obtenus par absorption atomique. L'écart moyen entre les valeurs issues des deux techniques est de 8,7 mg(Pb).kg⁻¹ MS avec un écart-type de 2,1 mg(Pb).kg⁻¹ MS.



Figure 20 : Comparaison de la teneur en plomb et de la fraction fine des sédiments

4 <u>Lône de La Morte et flux de plomb</u>



Figure 21 : Flux de plomb en fonction de la profondeur et en fonction de la date du dépôt

Le flux de plomb reçu par la lône de La Morte a été calculé grâce à la formule suivante : $\varphi(x) = [Pb]_x * d_x * \tau_{séd}$ où $\varphi(x)$ est le flux à x cm, $[Pb]_x$ est la teneur en plomb à la profondeur x, d_x est la densité à côte x et $\tau_{séd}$ est le taux de sédimentation, i.e. 15 mm/an⁻¹. L

Le flux ainsi obtenu varie entre 10,8 et 55,7 μ g.cm⁻².an⁻¹ avec une moyenne de 28,3 μ g.cm⁻².an⁻¹. La représentation du flux de plomb en fonction de la profondeur (*Figure 21*) montre que l'existence d'une corrélation négative significative (r=0,92) entre ces deux paramètres. Néanmoins, entre la surface et 15 cm de profondeur, un fléchissement de la courbe est observé, sans conséquence sur la significativité de la corrélation.

La combinaison du résultat précédent avec ceux de la datation permet d'établir le flux de plomb reçu au niveau de la lône de La Morte en fonction de l'année du dépôt sédimentaire (*Figure 21*). Ce graphique indique que le flux de plomb reçu diminue depuis au minimum 1971 en moyenne de 4 ng.cm⁻².an⁻¹ entre 1971 et 1999, puis de 1 ng.cm⁻².an⁻¹ entre 1999 et 2008. Il y a donc récemment un ralentissement de la diminution du flux de plomb. Néanmoins depuis 1971, le flux de plomb annuel a été divisé par 5.

Chapitre 5 Discussion

Cette dernière partie constitue la discussion des résultats obtenus concernant l'origine des dépôts sédimentaires des quatre sites étudiés, l'origine des profils de plomb enregistrés et la variabilité observée entre les deux méthodes employées pour doser le plomb.

1 Intérêt de la susceptibilité magnétique pour l'étude

1.1 <u>Susceptibilité magnétique et épisode de crue</u>

Les travaux, menés sur le lien entre la susceptibilité magnétique des sédiments d'un bassin-versant et son hydrologie, ont mis en évidence l'existence d'une corrélation positive entre les fortes valeurs de susceptibilité et les épisodes de crues (Wolfe et al., 2005, Hall et al., 2004). Wolfe (Wolfe et al., 2005) s'appuie sur cette corrélation pour reconstituer l'histoire des inondations sur un bassin-versant.

Dans un cours d'eau, les inondations s'accompagnent également d'un dépôt sédimentaire de granulométrie plus élevé, qu'en période normale. Il est repérable par un horizon grossier dans les profils sédimentaires largement mis en évidence par le diagramme de Hjulström³⁴.

Les deux points précédents indiquent que les crues sont enregistrées dans les sédiments par une susceptibilité et une granulométrie plus importante.

1.1.1 <u>Ile-du-Beurre : une susceptibilité corrélée au mode</u>

La corrélation entre la susceptibilité magnétique et le mode au niveau du site de l'Iledu-Beurre, même si elle est de faible poids statistique (*Chapitre 3, §1.4.1*), semble indiquer les épisodes de crue sur le Rhône. Le profil de susceptibilité (*Figure 17*) montre, en effet, la présence de plusieurs pics qui pourraient être corrélés avec les neuf épisodes de forts débits³⁵ (i.e. un débit journalier supérieur à 4000 m³.s⁻¹) qui ont eu lieu entre 1966 et 2008³⁶à Ternay en amont de Condrieu. Toutefois, en l'absence des résultats de la datation des sédiments de l'Ile-du-Beurre, il est impossible de justifier l'existence d'une corrélation entre la susceptibilité magnétique et les crues du Rhône.

1.1.2 La Morte : une susceptibilité anti-corrélée au mode

La susceptibilité magnétique des sédiments de La Morte est anti-corrélée au mode, ce qui pondére l'hypothèse selon laquelle les crues du Rhône étaient enregistrées dans les sédiments par un pic de susceptibilité. De plus ce point est confirmé par la comparaison du profil daté de susceptibilité et des chroniques de débits journaliers (chroniques incomplètes :

³⁴ Représentation graphique du comportement des particules dans une rivière (dépôt, érosion ou transport) en fonction de leurs tailles et de la vitesse du courant (Chamley, 2000).

³⁵ Source : Banque HYDRO : www.hydro.eaufrance.fr

³⁶ Dates des éventements : 1981,1982,1983, 1990, 1992, 1993, 1999, 2001 et 2002.

1970 à 1978 et 1993 a2005)³⁷ à Brens en amont de la lône de La Morte qui ne montre pas de réel lien entre les pics de susceptibilité et les pics de débits journaliers.

Ce résultat tend donc à démonter l'existence d'une source de matériaux détritiques de petite taille fortement magnétisable à l'origine du profil de susceptibilité de La Morte. La diminution du mode s'expliquerait par une augmentation des apports de la dite source.

1.1.3 <u>Grand Large et Crépieux : une susceptibilité indépendante de</u> <u>l'hydrologie du Rhône</u>

Les résultats du site du Grand Large et de Crépieux (*Figure 17*) indiquent une absence de corrélation entre le mode et la susceptibilité magnétique. Il faut donc *a priori* écarter l'explication de la survenue d'une crue à l'origine du pic de susceptibilité.

En l'absence d'explication hydrologique, la variation de la susceptibilité doit provenir d'un apport ponctuel et massif de minéraux de petites tailles et fortement magnétisables du bassin-versant dans la retenue du Grand Large et dans la darse de Crépieux (comme pour la lône de La Morte). La datation de l'horizon sédimentaire en question pourrait permettre de valider (ou d'invalider) cette hypothèse par la présence (ou l'absence) d'une modification majeure concomitante du bassin-versant du Rhône.

En résumé, quelque soit le site, il n'est pas possible au moment de la rédaction de ce mémoire d'établir un lien entre la susceptibilité magnétique des sédiments et les épisodes de crues du Rhône. Une source de matériaux magnétisable semble être la meilleure hypothèse pour expliquer les profils de susceptibilité. Cette étude démontre donc qu'il est raisonnable de remettre en cause l'utilisation systématique de la susceptibilité magnétique en tant qu'outil d'évaluation du détritisme. Ce qui fonctionne à l'échelle des dix milles dernières années dans les sédiments du lac du Bourget (corrélation étroite entre susceptibilité magnétique et crues du Rhône) ne peut être transposé à l'étude de sédiments fluviatiles (Desmet, 2006).

1.2 <u>Susceptibilité magnétique et teneur en eau ou densité des sédiments</u>

Les résultats montrent une corrélation positive (respectivement négative) entre la susceptibilité et la densité (respectivement la teneur en eau). Sachant que la teneur en eau et la densité sont significativement anti-corrélées, il est impossible de déterminer statistiquement si la susceptibilité est liée à la densité ou à la teneur en eau des sédiments. Afin de déterminer le paramètre conditionnant la susceptibilité, il faudrait réaliser une expérience sur un sédiment dans lequel une quantité d'eau serait ajouté. En prélevant, à chaque ajout d'eau un même volume du mélange sur lequel la mesure de susceptibilité serait réalisée sur le mélange brut et sec, cela permettrait de déterminer s'il s'agit de la présence d'eau elle-même ou la diminution de la quantité de sédiments dans l'échantillon du fait de la présence d'eau qui induit une diminution de la susceptibilité magnétique.

En tout état de cause, que la susceptibilité soit liée à la teneur en eau ou à la densité, le résultat obtenu pour les sédiments du Rhône est cohérent avec d'autres travaux, dont notamment ceux de Chapron (Chapron et al., 2007) qui ont mis en évidence une corrélation entre la densité et la susceptibilité sur le lac Blanc d'Huez et particulièrement la même

³⁷ Source : Banque HYDRO : www.hydro.eaufrance.fr

diminution de la susceptibilité pour les sédiments proches de la surface que celle observée sur les sédiments du Rhône.

2 <u>Une teneur en plomb particulière dans les sédiments du Rhône</u>

2.1 <u>Une teneur en plomb faible des sédiments</u>

Au regard des différents guides et indices sur la qualité des sédiments, les sédiments des quatre sites étudiés sont de relativement bonne qualité (exception faite de quels échantillons de l'Ile-du-Beurre de moyenne qualité). En effet, seule la PNEC laisse entrevoir la présence d'un risque sur l'écosystème lié au plomb. Néanmoins cette valeur, issue d'un unique bioessai, maximise le risque encouru (Chapitre 2, §2.1.2).

De plus, la comparaison des profils de plomb par rapport aux données de la littérature en matière de contamination des sédiments au plomb (Chapitre 2, §3.2) indique que la pollution des sédiments du Rhône est étonnamment faible. En effet, les résultats de la lône de La Morte, de la retenue du Grand Large et de la darse de Crépieux sont voisins de ceux du lac d'Anterne (un lac de haute altitude, isolé des pressions urbaines directes) et nettement plus faibles que ceux d'autres grands fleuves européens (2 à 10 fois moins importants que dans le Po et la Seine). En ce qui concerne la lône de l'Ile-du-Beurre, les teneurs en plomb sont légèrement plus importantes que celle du lac d'Anterne, néanmoins elles restent nettement inférieures à celles observées dans d'autres fleuves ou lacs européens.

Néanmoins, la variabilité de la teneur en plomb avec la profondeur montre l'importance d'élaborer un protocole spécifique de dosage du plomb à différentes profondeurs. Il apparaît, en effet, que des horizons sédimentaires plus profonds et donc plus contaminés puissent être remobilisés lors d'épisodes de crues. Il est donc important de connaître le profil des polluants au sein des archives sédimentaires déposées par le Rhône depuis plusieurs décennies.

2.2 <u>Une absence de gradient amont-aval</u>

Aux vues des pressions auxquelles le Rhône est soumis notamment au droit de l'agglomération lyonnaise, il était possible d'attendre un gradient de plomb entre l'amont et l'aval de Lyon. Cependant à l'heure actuelle, il n'est pas possible de mettre en évidence un tel gradient. Il apparaît, en effet, une augmentation de la teneur en plomb entre la lône de La Morte et celle de l'Ile-du-Beurre, mais au niveau des deux sites lyonnais (Grand Large et Crépieux), les concentrations en plomb observées sont les plus faibles de l'étude.

L'absence de gradient pourrait s'expliquer par la dépendance des teneurs en plomb aux caractéristiques des milieux sédimentaires. Le calcul pour les quatre sites étudiés du flux de plomb à partir du taux de sédimentation permettra de s'affranchir d'une partie des contraintes liées aux milieux de dépôt et éventuellement de mettre en avant un gradient de polluant entre l'amont et l'aval de l'agglomération lyonnaise.

3 Origines du plomb dans les sédiments du Grand Large

3.1 <u>Une origine atmosphérique du plomb à écarter</u>

La *Figure 20* comparant le profil de plomb avec la fraction fine (<63 μ m) des sédiments, montre l'existence d'une corrélation positive si le sommet du prélèvement, dont les caractéristiques sédimentologiques diffèrent du reste du carottage, est exclu.

L'existence de cette corrélation n'est donc pas compatible avec l'hypothèse qui attribuait le plomb sédimentaire à des apports atmosphériques. En revanche, elle illustre le lien entre le plomb et la nature du dépôt sédimentaire. Même si le plomb est indiscutablement d'origine anthropique, sa distribution dans les sédiments du Rhône est presque systématiquement liée aux processus sédimentaires et hydrologiques (outre peut-être la tendance à la décroissance observée sur les dernières décennies.

3.2 <u>Trois explications envisagées</u>

Les résultats obtenus par les analyses sédimentologiques et géochimiques permettent de dégager trois hypothèses concernant l'origine du plomb dans les sédiments du Grand Large.

3.2.1 <u>Une origine minéralogique du plomb</u>

La corrélation positive entre la fraction fine (<63 $\mu m)$ des sédiments et leurs teneurs en plomb (

Figure <u>20</u>) peut s'expliquer par la minéralogie des sédiments issus d'un ruissellement sur le bassin-versant.

Afin de valider ou d'invalider cette hypothèse, il serait possible de calculer le facteur d'enrichissement (EF) qui définit le dégré de contamination par rapport au bruit de fond naturel (Shotyk et al., 1996, Radakovitch et al., 2008) ou encore les ratios isotopiques pour confirmer ou infirmer cette hypothèse.

Cependant, une étude réalisée dans le Golf du Lion a mis en avant que le facteur d'enrichissement du Rhône en plomb indiquait une origine anthropique. Néanmoins, malgré les fortes pressions anthropiques auxquelles est soumis le fleuve, son facteur d'enrichissement est proche de celui d'une petite rivière (Radakovitch et al., 2008). Ce point semble donc aller à l'encontre de l'hypothèse minéralogique, mais il explique éventuellement les faibles teneurs en plomb du Grand Large.

3.2.2 <u>Profil de plomb et affinité particulaire</u>

La granulométrie est connue pour influencer le degré de contamination des sédiments. Les petites particules ont une grande surface d'échange et fixent donc plus de polluants que les grosses particules présentant une surface spécifique plus réduite. Les travaux de Cauwenberg (Cauwenberg et al., 1998) ont, en effet, montré un grande affinité des métaux pour la fraction des matériaux de dragages de taille inférieure à 5 μ m, matériaux qui possèdent une grande surface d'échange. Ainsi, ce sont principalement les argiles, les oxydes de Fe et de Mn et la matière organique qui présentent la plus grande affinité pour les métaux lourds (Calmano et al., 1993).

Cependant, la fraction fine à elle seule ne peut pas expliquer totalement la teneur en métaux lourds. En effet, le coefficient de corrélation entre le fraction fine (<50 μ m) et la teneur en plomb pour des sédiments de la Seine est de -0,12 (Carpentier et al., 2002), alors que dans le cas du Grand Large le coefficient est de 0,67.

En somme, dans le Grand Large, la teneur en plomb est effectivement liée à la fraction fine des sédiments et ce probablement du fait de sa composition riche en argile, en oxydes ou en matière organique. En tout état de cause, cette hypothèse met en avant que la teneur en plomb des sédiments est une propriété intrinsèque de ces derniers. Il faudrait donc déterminer la teneur en matière organique et en argiles des sédiments pour valider ou non l'hypothèse.

3.2.3 L'hydrologie du bassin-versant comme explication du profil de plomb

Sur la *Figure 20*, il apparaît un début de périodicité sur le profil de plomb avec des périodes de teneurs relativement élevées de plomb et d'autre avec des teneurs faibles. Cette périodicité, qu'il faudrait éventuellement confirmer en dosant le plomb au delà des 50 premiers centimètres, résulterait de l'hydrologie propre au bassin-versant du Rhône. L'étude des chroniques historiques du Rhône, associée à la datation du profil de plomb aurait pu permettre de comprendre l'origine des ces variations.

4 <u>Origines du Plomb dans les sédiments dans La Morte, Crépieux et l'Ile-</u> <u>du-Beurre</u>

Que ce soit pour la lône de La Morte, de l'Ile-du-Beurre ou pour la darse de Crépieux, les profils de plomb (*Figure 20*) présentent la même tendance générale qui indique une décroissance de la teneur en plomb avec la surface. En l'absence de données complémentaires, ces résultats seront traités conjointement.

Quatre hypothèses sont envisageables pour expliquer la tendance observée sur les profils de plomb (*Figure 20*).

4.1 <u>Une diminution des retombées atmosphériques</u>

Il est possible de considérer que le taux de sédimentation dans les trois sites est constant. La diminution de la teneur en plomb peut donc s'expliquer par une diminution des retombées atmosphériques. Dans ce cas, il y a toujours la même quantité de plomb dans l'atmosphère, mais une modification des précipitations ou de tout autre phénomène favorisant les retombées de métaux lourds serait à l'origine de la variation du plomb dans les sédiments. A noter qu'au cours de ce Master, il a été impossible de vérifier cette hypothèse.

4.2 <u>Une variation du taux de sédimentation</u>

Dans le cas de Crépieux et de l'Ile-du-Beurre, les taux de sédimentation n'ont pu être calculés. La diminution de la teneur en plomb dans les sédiments avec la surface peut donc s'expliquer par une augmentation du taux de sédimentation. En effet, si l'hypothèse d'un apport atmosphérique constant est posée, la variation de la teneur en plomb observée peut s'expliquer par une augmentation du taux de sédimentation, entraînant une « dilution » du flux de plomb annuel sur une plus grande épaisseur de sédiments.

4.3 <u>Une modification de la dynamique sédimentaire</u>

Dans les trois cas, le plomb est corrélée plus ou moins bien avec la fraction fine des sédiments. La modification du profil de plomb avec la profondeur peut donc s'expliquer par une modification de l'origine des sédiments de la zone d'étude. Sachant que les particules de petites tailles présentent une plus grande affinité pour les métaux lourds (*Chapitre 4, §3.2.2*),

une modification de la source sédimentaire pourrait expliquer la diminution de la teneur en plomb observée.

4.4 <u>Une diminution générale du plomb dans l'environnement</u>

La dernière hypothèse, qui apparaît comme la plus plausible, est la diminution des émissions de plomb dans l'atmosphère. Le paragraphe 2.3.2 au *Chapitre 2* indique qu'il y a eu une diminution des émissions de plomb ces vingt dernières années grâce à la réglementation concernant l'utilisation des alkylplomb comme anti-détonnant. Cependant avant la diminution des années 80, la concentration en alkylplomb dans l'atmosphère augmentait régulièrement. Or les courbes de plomb indiquent probablement une diminution du plomb plus ancienne, ce qui peut éventuellement s'expliquer par une diminution des émissions polluantes de plomb par l'industrie. Ce point a été mis en avant dans les travaux de Meybeck (Meybeck et al., 2007) sur le bassin de la Seine. Il a été montré que la décontamination des sédiments de la Seine entre 1960 et 1980 a été principalement causée par des changements majeurs des activités industrielles et notamment la désindustrialisation de l'Ile-de-France.

En ce qui concerne l'industrie en région Rhône-Alpes (deuxième région industrielle française après l'Ile-de-France), il y a eu une baisse de l'emploi salarial dans ce secteur de 1975 à 1993, puis une stabilisation du taux d'emploi jusqu'en 2001, puis une nouvelle diminution³⁸. Dans ces travaux (Meybeck et al., 2007), Meybeck a utilisé la baisse de l'emploi dans l'industrie pour renseigner la baisse de l'activité industrielle, mais également la diminution des émissions polluantes.

Dans le cas particulier de la lône de La Morte, une forte diminution du flux de plomb est observée dès 1971 et jusqu'en 1994-1995 où le flux de plomb se stabilise. Ce résultat semble donc être assez cohérent avec les données sur l'évolution de l'industrie Rhône-Alpines.

5 <u>Comparaison des deux méthodes de dosage du plomb</u>

Le calcul du pourcentage de précision de la valeur réelle par rapport au standard est très souvent réalisé (Baffi et al., 2002, Ramessur et Ramjeawon, 2002, Meybeck et al., 2007) pour déterminer la précision des mesures de dosage, et ce, notamment lorsque plusieurs techniques de mesure ont été employées. Ce pourcentage se calcule grâce à la formule suivante : $Pr = Vm^* \frac{100}{Vs}$ où Pr est le pourcentage de précision de la mesure, Vm est la valeur mesurée et Vs la valeur du standard.

La valeur de Pr pour la mesure par absorption atomique est de 77,6% (valeur moyenne) et de 111,0% pour le dosage par fluorescence X. Il apparaît donc assez naturellement que, bien que le dosage par fluorescence maximise la valeur réelle, cette technique de mesure est plus précise (une erreur de 11% contre 22% pour l'absorption atomique).

Cependant, il n'y a pas dans la littérature une réelle explication à la différence observée. En effet, Kipriayanova (Kipriyanova et al., 2001), en dosant le plomb dans des sédiments par absorption atomique et par fluorescence, a obtenu des résultats similaires avec les deux méthodes. En revanche, Polukhina (Polukhina et al., 1998) trouvait des valeurs

³⁸ Source : Site Internet Insee : http://www.insee.fr/regions/rhone-alpes

supérieures par absorption atomique à celles obtenues par fluorescence X. Il n'existe donc pas *a priori* de méthode qui maximise plus que l'autre les résultats obtenus.

Dans le cas présent, la différence entre les valeurs obtenues par absorption atomique et par fluorescence X doit s'expliquer par un biais dû à l'expérimentateur et/ou à l'appareil de mesure. Une mauvaise digestion des sédiments pour le dosage par absorption atomique est, par exemple, une source d'erreur aléatoire et systématique qui pourrait expliquer les teneurs plus faibles obtenues par absorption atomique (Ramessur et Ramjeawon, 2002).

Toutefois, la donnée, qui est la plus intéressante pour l'étude conduite sur les sédiments du Rhône, est la variation de la teneur en plomb et non la valeur « exacte ». Cette étude ne cherche pas à donner une valeur de plomb « absolue », mais plutôt à comprendre l'évolution du plomb durant les années passées. Une valeur « relative » du plomb est donc suffisante pour répondre au objectif de l'étude.

Conclusion et perspectives

Cette étude a pour but de documenter l'histoire de la contamination des sédiments du Rhône par le plomb contemporain $(20^{em} siècle)$ et d'établir une distribution du plomb de l'amont à l'aval de Lyon en s'appuyant sur des analyses sédimentologiques et géochimiques.

A l'heure actuelle, les données partielles de quatre sites à l'amont et à l'aval de Lyon (la lône de La Morte, la retenue du Grand Large, la darse de Crépieux et la lône de l'Ile-du-Beurre) ont été analysées et ont donné les résultats suivants :

- Pour la lône de La Morte, tous les résultats des analyses sédimentologiques et géochimique et de la datation sont disponibles. Ils ont mis en évidence :
 - Une homogénéité granulométrique des archives sédimentaires et l'existence d'une anti-corrélation entre la susceptibilité magnétique et le mode principale des sédiments. Cette relation étonnante n'a pas été rencontrée dans la littérature. Mais une hypothèse sur la nature magnétisable des minéraux des sédiments et particulièrement de la fraction fine peut être avancée.
 - Une faible teneur des sédiments en plomb et une diminution du flux annuel de plomb depuis 1971 qui doit très certainement être liée à la diminution des activités industrielles en région Rhône-Alpes.
- Les analyses sédimentaire et géochimique des sédiments de la retenue du Grand Large ont mis en évidence une contamination au plomb faible dont l'origine atmosphérique est à exclure. Cependant l'origine du plomb n'a pu être déterminée avec certitude. Trois hypothèses sont, en effet, envisageables :
 - Une origine du plomb due à la présence de minéraux riches en plomb.
 - Une origine due aux propriétés physico-chimiques des sédiments qui auraient ainsi une forte affinité pour le plomb conduisant à la concentration du plomb lors du processus de sédimentation.
 - Une origine due à un cycle de fonctionnement propre au bassin-versant du Rhône avec des périodes de ruissellement important vers le milieu fluvial.
- Les analyses sédimentologique et géochimique ont été réalisées pour les sites de Crépieux et de l'Ile-du-Beurre. Elles ont montré :
 - Une hétérogénéité des archives sédimentaires avec la présence d'horizons fins et grossiers.
 - Une corrélation positive entre le mode et la susceptibilité magnétique des sédiments de l'Ile-du-Beurre, ce qui pourrait indiquer des épisodes de crues.
 - Une faible teneur en plomb des sédiments, teneur qui décroît avec la surface pouvant s'expliquer par une modification des retombées atmosphériques, une modification du taux de sédimentation dans le milieu, une modification de la dynamique sédimentaire ou une diminution du plomb dans l'environnement.

Les perspectives à court terme de cette étude, seront :

• D'intégrer les résultats de la datation pour les sites de Crépieux et de l'ile-du-Beurre, afin de limiter le nombre d'hypothèses concernant l'origine du plomb.

- D'intégrer les résultats de la datation pour le site de l'ile-du-Beurre afin de valider ou d'invalider l'hypothèse d'un lien entre susceptibilité et crues pour ce site.
- Pour la lône de La Morte, de poursuivre l'étude du lien entre l'industrie et le flux de plomb avec des données plus précises et plus complètes que celles utilisées dans ce mémoire.

Les perspectives à plus long terme sont :

- De poursuivre l'acquisition des données avec le lac de Moras, afin d'avoir un ordre de grandeur du flux de plomb atmosphérique.
- Voire, dans le cadre d'une poursuite du projet de réaliser cette étude sur un plus grand linéaire du Rhône pour tendre vers une approche plus exhaustive de sa contamination.
- De recommencer la même analyse de sédiments du Grand Large, afin de savoir si des résultats identiques seront dégagés.

Bibliographie

- Alfonso, S., Grousset, F., Massé, L. &Tastet, J.P., 2001. A European lead isotope signal recorded from 6000 to 300 years BP in coastal marshes (SW France). Atmospheric Environment, 35, 3595-3605.
- Anderson, N.J. & Rippey, B., 1988. Diagenesis of magnetic minerals in the recent sediments of a eutrophic lake. *Limnology and Oceanography*, 33, 1476-1492.
- Arnaud, F., Revel, M., Winiarski, T., Bosch, D., Chapron, E., Desmet, M. & Tribovillard, N., 2003. Lead fall-out isotopic signal over French northern Alps: Timing and sources constraints from distant lake sediments records in XIIth International Conference on Heavy metals in the Encironment, Boutron C. and Ferrari C. eds. *Journ. De Physique IV*, 107-1, 61-64.
- Audry, S., Schäfler, J., Blanc, G., Bossy, C. & Lavaux, G., 2004. Anthropogenic components of heavy metal (Cd, Zn, Cu, Pb) budgets in the Lot-Garonne fluvial system (France). *Applied Geochemistry*, 19, 769-786. (a)
- Audry, S., Schäfler, J., Blanc, G. & Jouanneau, J.M., 2004. Fifty-year sedimentary record of heavy metal pollution (Cd, Zn, Cu, Pb) in the Lot River reservoirs (France). *Environmental Pollution*, 132, 413-426. (b)
- Babut, M. et Miège, C., 2007. Contamination des poissons et des sédiments du Rhône par les polychlorobiphényles : Synthèse des données recueillies en 2005-2006. Cemagref. 37p.
- Baffi, C., Bettinelli, M., Beone, G.M. & Spezia, S., 2002. Comparision of different analytical procedures in the determination of trace elements in lichens. *Chemosphere*, 48, 299-306.
- Blott, S.J. & Pye, K., 2001. Gradistat: a grain size distribution and statistics package for the analysis of unconsolisated sediments. *Earth Surface Processes and Landforms*, 26, 1237-1248.
- Boutron, C., Rosman, K., Barbante, C., Bolshov, M., Adams, F., Hong, S. & Ferrari, C., 2004. L'archivage des activities humaines par les neiges et glaces polaires : le cas du plomb. C. R. Geoscience, 336, 847-867.
- Bravard, J.P., Collilieux, G., Desmet, M., Fruchart, F., Motchalova,O. & Valé. Widening bypassed reaches of the Rhone River following gsediment deposition, France. Interdisciplinary studies and procedures. 4th ECRR Conference on River Restoration (Italy, Venice S. Servolo Island), 16-21 June 2008.
- Calmano, W., Hong, J. & Forstner, U., 1993. Binding and mobilization of heavy metals in contaminated sediments affected by pH and redox potential. *Water Science and Technology*, vol.28, n°8-9, 223-235.
- Camusso, M., Galassi, S. & Vignati, D., 2002; Assessment of river Po sediment quality by micropollutant analysis. *Water Research*, 36, 2491-2504.
- Carpentier, S., Moilleron, R., Beltran, C., Hervé, D. & Thévenot, D., 2002. Quality of dreged material in the river Seine basin (France). II. Micropolluants. *The Science of the Total Environment*, 299, 57-72.

- Cauwenberg, P., Verdonckt, F. & Maes, A., 1998. Flotation as a remediation technique for heavily polluted dredged material. 2. Characterisation of flotated fractions. The *Science of the Total Environment*, 209, 121-131;
- Chamley, H., 2000. Bases de sédimentologie (2^{ème} Edition). Ed. Dunod, Paris, pp. 178.
- Chapron and Tico group members, in prep.. Lake Blanc Huez (France): Sediments and record of mining activity.
- Chapron, E., Faïn, X., Magand, O., Charlet, L., Debret, M. & Mélières, M.A., 2007. Reconstructing recent environmental changes from proglacial lake sediments in the Western Alps (Lake Blanc Huez, 2543 m a.s.l., Grandes Rousses Massif, France). *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaoecology*, 252, 586-600.
- Chiffoleau, J.F., Auger, D., Boutier, B., Rouzel, E. & Truquet, I., 2003. Dosage de certains métaux dans les sédiments et les MES par AA. Ed. IFREMER, Brest, 46p.
- CITEPA, 2008. Emission dans l'air en France Métropole. Substances relatives à la contamination par les métaux lourds.
- CNR, 2005. Analyse de l'impact des dragages du Rhône au regard de la qualité physicochimique des sédiments. Rapport Technique, CNR, 102p.
- Davide, V., Pardos, M., Diserens, J., Ugazio, G., Thomas, R. & Dominik, J., 2003. Characterisation of bed sediments and suspension of the river Po (Italy) during normal and high flow condition. *Water Research*, 37, 2847-2864.
- Desmet, M., 2006. Les sédiments des lacs alpins : Archives du climat et des activités humaines depuis 15 000 ans. Habilitation à Diriger des Recherches, 72 p. + Annexes.
- Fritz, S.C., Baker, P.A., Tapia, P. & Garland, J., 2006. Spatial and temporal variation in cores from lake Titicaca, Bolivia/Peru during the last 13,000 yrs. *Quaternary International*, 158, 23-29.
- Ghilardi, M., Kunesch, S., Styllas, M. & Fouache, E., 2008. Reconstitution of Mid-Holocene sedimentary environments in the central part of the Thessaloniki Plain (Greece), based on microfaunal identification, magnetic susceptibility and grain-size analyse. *Geomorphology*, 97, 617-630.
- Grousset, F.E., Jouanneau, J.M., Castaing, P., Lavaux, G. & Latouche, C., 1999; A 70 year record of contamination from industrial activity along the Garonne river an dits tributaries (SW France). Estuarine, Coastal and Shelf Science, 48, 401-414.
- Hall, R.I, Wolfe, B.B., Edwards, T.W.D., Karst-Riddoch, T.L., Vardy,S.R., McGowan, S., Sjunneskog, C., Paterson, A., Last, W., English, M., Sylvestre, F., Leavitt, P.R., Warner, B.G., Boots, B., Palmini, R., Clogg-Wright, K., Sokal, M., Falcone, M.D., van Driel, P. & Asada, T., 2004. A multi-century flood, climate, and ecological history of the Peace-Athabasca Delta, Northern Alberta, Canada, Final Report to BC Hydro, 163 pp + Appendices.
- INERIS, 2003. Plomb et ses dérivés (Version n°2-1/2003), p.90.
- INRS, 2006. Fiche toxicologique : Plomb et composés minéraux (Ft 59). Ed. INRS, p.12.
- Kipriyanova, L.M., Dvurechenskaya, S.Ya., Sokolovskaya, I.P., Trunova, V.A. & Anoshin, G.N., 2001. XRF SR technique in the investigations of elements content in aquatic

vascular plant and bottom sediments. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Rechearch*, A 470, 331-443.

- Monna, F., Clauer, N., Toulkeridis, T. & Lancelot, J.R., 2000. Influence of anthropogenic activity on the lead isotope signature of Thau Lake sediments (southern France): origin and temporal evolution. *Applied Geochemistry*, 15, 1291-1305.
- Monna, F.,Ben Othamn, D. & Luck, J.M., 1995. Pb isotopes and Pb, Zn and Cd concentration in the rivers fleeding a coastal pond (Thau, southern France) constraints on the origin(s) and flux(es) of metals. *The Science of the Total Environment*, 166, 19-34.
- Meybeck, M., Lestel, L., Bonté, P., Moilleron, R., Colin, J.L., Rousselot, O., Hervé, D., de Pontevès, C., Grosbois, C. & Thévenot, D.R., 2007. Historical perspective of heavy metals contamination (Cd, Cr, Cu, Hg, Pb, Zn) in the Seine River basin (France) following a DPSIR approach (1950-2005), *Science of Total Environment*, 375, 204-231.
- Neto, M., 2007. Scénario de gestion des boues de dragage de cours d'eau : Rôle des bactéries dans la mobilité des polluants métalliques. Thèse sci. : Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 311p.
- Nriagu, 1978. The biogeochemistry of lead in the environment, parts A and B. Elsevier-North Holland, Amsterdam.
- Passega, R., 1957. Texture as characteristic of clastic deposition. *Bulletin of the Amercican* Association of Petroleum Geologists, vol. 41, no. 9, 1952-1984.
- Polikhina, N.I., Dvurechenskaya, S.Ya., Sokolovskaya, I.P., Baryshev, V.B., Anoshin, G.N. & Vorotnikov, B.A., 1998. Some toxic microelements in Novosibirsk reservoir's ecosystem (data XRF SR and SAA techniques). *Nuclear Instruments and Methods in Physics Rechearch*, A 405, 423-427.
- Radakovitch, O;, Roussiez, V., Ollivier, P., Ludwig, W., Grenz, C. & Probst, J.L., 2008; Input of particulate heavy metals from rivers and associated sedimentary deposits on the Gulf of Lion continental shelf. Estuarine, *Coastal and Shelf Science*, 77, 285-295.
- Ramessur, R.T. & Ramjeawom, T., 2002. Detremination of lead, chromium and zinc in sediments from an urbanized river in Mauritius. *Environment International*, 28, 315-524.
- Ramade, F., 2002. Dictionnaire encyclopédique de l'écologie et des sciences de l'environnement (2^{ème} Edition). Ed. Dunod, Paris, pp.1075.
- Ramade, F., 2005. Elément d'écologie. Ecologie appliquée (6^{ème} Edition). Ed. Dunod, pp.846 (125-128, 309-311, 314).
- Ramade, F., 2007. Introduction à l'écotoxicologie. Fondements et applications. Ed. Lavoisier, Paris, pp.618 (4, 92, 309-318).
- Renberg, I., Brânnvall, M.L., Blinder, R., & Emteryd, O., 2002. Stable lead isotopes and lake sediments-a useful combination for the study of atmospheric lead pollution history. *The Science of the Total Environment*, 292, 45-54.
- Rivière, A., 1977. Méthodes granulométriques. Techniques et interprétations. Ed. Masson, Paris, pp. 45-49.

- Roussiez, V., Ludwig, W., Probst, , J.L., & Monaco, A., 2005. Background levels of heavy metals in surficial sediments of the Gulf of Lions (NW Mediterranean): An approach based on ¹³⁷Cs normalization and lead isotope measurements. *Environmental Pollution*, 138, 167-177.
- Saravana Kumar, U., Navada, S.V., Rao, S.M., Nachiappan, Rm.P., Kumar, B., Krishnamoorthy, T.M., Jha, S.K. & Shukla, V.M., 1999. Determination of recent sedimentation rates and pattern in lake Naini, India by ²¹⁰Pb and ¹³⁷Cs dating technique. *Applied Radiation and Isotopes*, 51, 97-105.
- Shotyk, W., Cheburkin, A.K., Appelby, P.G., Frankhauser, A. &Kramers, J.D., 1996. Two thousand years of atmospheric arsenic, antimony, and lead deposition recorded in an ombrotrophic peat bog profile, Jura Mountains, Switzerland. *Earth and Planetary Science Letters*, 145, E1-E7.
- Varaschin, A. & Varaschin, D., 1992. La construction du Canal de Jonage. Ed. pp. 315 (96-97)
- Wessels, M., 1998. Natural environmental changes indicated by Late Glacia and Holocene sediments from Lake Constance, Germany. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 140, 421-432.
- Wolfe, B.B., Karst-Riddoch, T.L., Vardy,S.R., Falcone, M.D., Hall, R.I. & Edwards, T.W.D., 2005. Impacts of climate and river flooding on the hydro-ecology of a floodplain basin, Peace-Athabasca Delta, Canada since A.D. 1700. *Quaternary International*, 64, 147-162.

Annexes I : Généralités et données

Annexe I-1 : Valeur des paramètres de classement et d'asymétrie par la méthode géométrique de Folk et Wa	rd
(Blott et Pye, 2001)	65
Annexe I-2: Emissions atmosphériques françaises de plomb entre 1990 et 2007 (CITEPA, 2008)	65
Annexe I-3 : Profil de plomb de l'étang de la Gruère (Shotyk et al., 1996)	66
Annexe I- 4: Concentration en plomb des sédiments du La Morte	67
Annexe I- 5: Concentration en plomb des sédiments du Grand Large	68
Annexe I- 6: Concentration en plomb des sédiments de Crépieux	69
Annexe I- 7: Concentration en plomb des sédiments de l'Île-du-Beurre	70
Annexe I- 8: Tableau récapitulatif des analyses effectuées pour chaque site	71

<u>Annexe I-1 : Valeur des paramètres de classement et d'asymétrie par la</u> <u>méthode géométrique de Folk et Ward (Blott et Pye, 2001)</u>

Classement		
Très bien classé	< 1,27	
Bien classé	1,27 à 1,41	
Assez bien classé	1,41 à 1,62	
Moyennement classé	1,62 à 2	
Mal classé	2 à 4	
Très mal classé	4 à 16	
Extrêmement mal classé	>16	

Asymétrie			
Forte asymétrie vers les petites particules	-1 à -0,3		
Asymétrie vers les petites particules	-0,3 à -0,1		
Symétrie de l'échantillon	-0,1 à 0,1		
Asymétrie vers les grosses particules	0,1 à 0,3		
Forte asymétrie vers les grosses particules	0,3 à 1		

Annexe I- 2: Emissions atmosphériques françaises de plomb entre 1990 et 2007 (CITEPA, 2008)



Annexe I- 3 : Profil de plomb de l'étang de la Gruère (Shotyk et al., 1996)



TOP(cm)	Pb total
	(mg/kg MS)
0	16,62
1	17,25
2	17,97
3	17,2
4	18,28
5	19,15
6	18,16
7	17,16
8	18,55
9	18,16
10	18,52
11	17,69
12	19,34
13	19,85
14	20,5
15	18,88
16	19,62
17	24,78
18	18,86
19	17,16
20	16,43
21	18,62
22	22,68
23	25,23
24	26,13
25	26,64
26	25,83
27	27,69
28	20,83
29	23,07

Annexe I- 4: Concentration en	olomb des sédiments du La Morte

	Pb total
TOP(cm)	(mg/kg MS)
30	23,85
31	26,78
32	26,04
33	24,21
34	29,57
35	23,63
36	25,46
37	25,86
38	25,34
39	33,5
40	27,1
41	23,75
42	29,04
43	27,89
44	27,93
45	26,56
46	26,47
47	29,87
48	26,97
49	28,89
50	27,21
51	29,15
52	29,37
53	33,94
54	32,94
55	28,09
56	32,23
57	27,11
58	33,32

TOD (am)	Pb total
IOF (cm)	(mg/kg MS)
0	21,07
1	18,97
2	19,14
3	14,09
4	14,36
5	18,19
6	12,3
7	14,87
8	13,78
9	12,93
10	13,11
11	13,97
12	13,91
13	12,75
14	16,65
15	17,93
16	15,66
17	21,05
18	20,76
19	22,66
20	25,36
21	25,7
22	25,88
23	21,73
24	18,35
25	17,44
26	17,56
27	18,87
28	16,01
29	15,96

Annexe I- 5: Concentration en	plomb des	sédiments du	Grand Large
	-		•

TOD (am)	Pb total
IOP (cm)	(mg/kg MS)
30	12,08
31	12,64
32	11,7
33	11,71
34	14,98
35	14,92
36	14,16
37	16,16
38	10,39
39	9,75
40	15,8
41	15,44
42	15,7
43	20,74
44	19,86
45	18,55
46	23,92
47	20,65
48	20,58
49	19,31

	Pb total
	(mg/kg MS)
Etalon 1	58,69
Etalon 2	60,69
Roubion REF 1	60,34
Valeur Nominale LGC6 187	77,2
Blanc Série 1	0,29
Blanc Série 2	0,24
Blanc Série 3	0,47
Blanc Série 4	0,3

TOP (cm)	Pb total		
0	$(\operatorname{III}_{\mathbf{g}}/\operatorname{Kg}_{\mathbf{N}})$		
0	20,88		
1	20,13		
2	15,94		
3	20,49		
4	19,14		
5	19,31		
6	20,01		
7	19,45		
8	20,51		
9	20,77		
10	20,08		
11	19,1		
12	17,92		
13	18,97		
14	15,94		
15	20,52		
16	19,55		
17	23,21		
18	24,08		
19	18,29		
20	20,01		
21	23,35		
22	19,73		
23	19,61		
24	20,88		
25	20,5		
26	21,53		
27	20,7		
28	24,92		
29	20,22		
30	19,47		
31	22,98		
32	18,73		

TOP (cm)	Pb total	
	(mg/kg MS)	
33	19,62	
34	24,08	
35	23,53	
36	21,58	
37	24,11	
38	24,33	
39	25,66	
40	20,87	
41	26,27	
42	25,37	
43	25,5	
44	20,39	
45	22,55	
46	18,67	
47	24,28	
48	24,73	
49	24,14	
50	23,94	
51	19,45	
52	16,23	
53	24,96	
54	23,53	
55	25,88	
56	22,52	

	Pb total
	(mg/kg MS)
Etalon 1	74,34
Etalon 2	73,89
Blanc série 1	2,88
Blanc série 2	0,23
Blanc série 3	0
Blanc série 4	0,27

Annexe I- 6: Concentration en plomb des sédiments de Crépieux

TOP (cm)	Pb total		
	(mg/kg MS)		
0	27,15		
1	26,61		
2	27,41		
3	31,98		
4	27,31		
5	28,54		
6	29,24		
7	29,86		
8	29,29		
9	27,01		
10	28,75		
11	30,42		
12	49,44		
13	29,25		
14	35,98		
15	30,96		
16	31,29		
17	29,44		
18	23,47		
19	26,1		
20	28,6		
21	25,74		
22	20,8		
23	43,57		
24	36,49		
25	28,51		
26	19,95		
27	28,33		
28	29,47		
29	22,89		
30	18,91		
31	16,69		
32	20,98		
33	29,81		

TOP (cm)	Pb total		
	(mg/kg MS)		
34	29,78		
35	28,54		
36	30,85		
37	49,68		
38	53,02		
39	20,63		
40	21,51		
41	16,52		
42	15,64		
43	40,09		
44	33,72		
45	24,69		
46	26,57		
47	24,24		
48	36,14		
49	28,62		
50	39		
51	52,32		
52	51,68		
53	29,49		
54	20,52		
55	45,27		
56	42,78		
57	29,8		
58	24,81		
59	27,26		
60	46,97		
61	58,8		
62	56,96		
63	52,96		
64	30,11		
65	30,67		
66	48,62		
67	75,42		

Annexe I- 7: Concentration en plomb des sédiments de l'Ile-du-Beurre

Lieu	Date	Carottes	Taille (cm)	Demi- carotte	Analyses		
		GDL08-01	64	А	Dosage du Pb par spectrométrie d'absorption atomique		
				В	Dosage du Pb par spectrométrie de fluorescence X		
Grand Large		abz aa aa	70	А	Dosage des PCB		
site A N45° 47'		GDL08-02		В	Dosage des PCB		
051", E4° 58' 640" (WGS84)		GDL08-03	91	А	Datation Pb et Cs et mesure de la densité		
0+0 (11050+)	19-avr			В	Granulométrie		
	08	GDL08-04	92	А	Archive		
				В	Susceptibilité		
Grand Large				А	Archive		
site C N45 47 168, E4 58 640 (palplanche coté Rhône)		GDL08-05	67	В	Archive		
,		MTE09 01	53	А	Susceptibilité		
		M1E08-01	53	В	Archive		
		MTF08-07	60	А	Archive		
		WI1E00-02	07	В	Archive		
La Morte N 45°	20-mai-	MTE08-03	60	А	Dosage des PCB		
47' 095", E 05° 33' 233"	08			В	Dosage des PCB		
33" 233"	M	MTE08-04	66	А	Dosage du Pb par spectrométrie d'absorption atomique		
				В	Archive		
		MTE08-05	73	А	Datation Pb et Cs et mesure de la densité		
				В	Granulométrie		
		BRE08-01	106	А	Dosage des PCB		
	19-juin- 08			В	Dosage des PCB		
		9-juin-	92,5	А	Archive		
(N45° 28' 483''.				В	Archive		
E004° 46'		08 BRE08-03	98	А	Datation Pb et Cs et mesure de la densité		
827'')				В	Granulométrie		
		BRE08-04	112	А	Dosage du Pb par spectrométrie d'absorption atomique		
				В	Archive		
Crépieux (N45° 48' 175'', E 004° 55' 058'')	CPX08-01 CPX08-02	CPX08-01	77	А	Dosage des PCB		
				В	Dosage des PCB		
		CDV08 02	92	А	Datation Pb et Cs et mesure de la densité		
		il		В	Granulométrie		
	08	CPX08-03	76	А	Archive		
, , , , , , , , , , , , , , , , , , , ,				В	Archive		
		CPX08-04	89	А	Dosage du Pb par spectrométrie d'absorption atomique		
						В	Archive

Annexe I- 8: Tableau récapitulatif des analyses effectuées pour chaque site
Annexes II : Protocoles expérimentaux

Annexe II-1 : Prélèvements	ents
xe II-2 : Ouverture et description des carottes xe II-3 : Microgranulométrie laser	
Annexe II-5 : Mesure de la susceptibilité magnétique	
Annexe II-6 : Dosage du plomb « total » par spectrométrie d'absorption atomique après minéralisation	79

Annexe II-1 : Prélèvements

Temps nécessaire : 1/2 journée

Matériel :

- Un carottier UWITEC muni d'une tige télescopique
- 4 tubes en Plexiglas de 60 mm de diamètre avec leurs bouchons
- Mousse pour compositions florales (ou mousse fleuriste)
- Un GPS
- Un Sondeur de fond
- Bandes adhésives
- Appareil photo

Descriptif du carottier UWITEC :



Figure I-1-1 : Schéma descriptif d'un carottier UWITEC (Source de l'image : www.uwitec.at)

Protocole :

1. Le carottage est effectué manuellement depuis un bateau ancré au milieu du site de prélèvement.

2. Le carottier muni d'un tube de plexiglas (2a) est descendu au fond du lac (2b), puis enfoncé dans les sédiments grâce à une tige télescopique.

3. Il est ensuite remonté manuellement à la surface. Après la sortie de la carotte, un bouchon est mis en place à sa base afin d'éviter la perte de la colonne sédimentaire.

4. Un bouchon de mousse fleuriste est introduit au sommet de la carotte pour assurer l'extraction de l'eau sus-jacent les sédiments et le maintien du signal sédimentaire notamment l'interface eau-sédiments.

5. Le prélèvement est finalisé par la découpe du tube, la mise en place d'un second bouchon et le maintient des bouchons grâce à du ruban adhésif.

6. La carotte est ensuite identifiée (« 3 lettres correspondant au lieu de prélèvement » + « année » + « - » + « numéro du prélèvement » : GDL08-01 est la première carotte prélevée au Grand Large durant la campagne de 2008), mesurée et photographiée.

Quatre carottes sont prélevées sur un secteur restreint (identifié par ses coordonnées GPS), afin d'assurer une bonne corrélation entre les prélèvements.



<u>Figure I-1-2</u> : Protocole de carottage (Photos du carottage du Grand Large)

Annexe II-2 : Ouverture et description des carottes

Temps nécessaire : 1 heure à 1 heure et demi par carotte

Matériel :

- Appareil Dremel® multi-usages muni d'un disque diamant
- Bandes adhésives
- Fil de pêche
- Spatule
- Banc photographique et appareil photo

<u>Protocole d'ouverture</u> :

L'ouverture des carottes a été effectuée au laboratoire de géologie du LSE. Après avoir retiré les deux bouchons plastique, la carotte est découpée grâce l'appareil Dremel® suivant deux bandes adhésives placées à 180°.

Les deux demi-carottes sont ensuite séparées grâce à une spatule après le passage d'un fil de pêche du bas vers le haut de la carotte.

Protocole de description :

Avant toute description, la surface des sédiments est lissée avec une spatule et les résidus de plastique issus de l'ouverture de la carotte sont soigneusement ôtés.

La carotte est ensuite minutieusement décrite afin de mettre en évidence les points suivants :

- La présence de débris végétaux, de coquilles...
- Les lamines
- La différentes couches en présence : leur granulométrie, le granoclassement, leur couleur à l'aide de la charte de Munsell...

Toutes ces informations sont reportées sur un schéma descriptif de la structure de la carotte. Les schémas descriptifs sont ensuite réalisés sur ordinateur grâce au logiciel Adobe Illustrator 10.0^{39} . Il permettra de s'assurer de la corrélation des quatre carottes prélevées.

La carotte est ensuite passée sur un banc photographique, afin de garder une archive visuelle.

³⁹ Il faut compter en moyenne 30 à 60 min par description.

Annexe II-3 : Microgranulométrie laser

<u>Temps nécessaire</u> : 8 échantillons par 1 heure

Matériel :

- Granulomètre laser Mastersizer 2000 (Malvern Instrument) muni d'un préparateur d'échantillon Hydro 2000G
- Tamis de maille 1mm
- Spatule
- Verre de montre

Protocole:

Une demi-carotte est échantillonnée de manière continue tous les centimètres (le zéro correspondant à la base de la mousse fleuriste). Chaque échantillon est, ensuite, tamisé à 1mm par mesure de sécurité pour l'appareil de mesure.

L'agitateur du préparateur d'échantillon est réglé à 600 tr.min⁻¹ et la pompe à 1500 tr.min⁻¹ pour toutes les mesures.

Les mesures sont alors effectuées en introduisant dans le préparateur d'échantillon une quantité d'échantillon permettant d'assurer une « *obscuration* » de la cellule de comptage compris entre 10 et 12%. Les échantillons sont « *ultrasonés* » à pleine puissance pendant environ 1 minute, afin d'assurer la destruction des agglomérats.

Entre chaque mesure, deux cycles de nettoyage de l'appareil sont réalisés

 \underline{NB} : Les données fournies dans ce rapport correspondent aux moyennes des trois mesures réalisées pour chaque échantillon.

<u>NB</u> : En présence de lamine spécifique, la granulométrie a été réalisée afin de ne conserver que des éléments de la lamine.

Annexe II-4 : Mesure de la densité des sédiments secs et de leur teneur en eau

Principe : Mesurer la densité des sédiments secs et de leur teneur en eau tous les cm.

Temps nécessaire : 2 heures par site

Matériel :

- Balance de précision Mettler AE 240 (précision d'affichage : 0,1mg)
- Bouchons de pilulier préalablement pesés à la balance de précision
- Etuve Memmert
- Spatule

Protocole :

Des sédiments correspondant à une tranche de 1cm sont prélevés avec précaution dans une demi-carotte de manière à remplir entièrement un bouchon.

Les bouchons sont ensuite pesés avec la balance de précision et placés à l'étuve à 60°C pendant 5 jours de manière à éliminer toute l'eau.

A la sortie de l'étuve, les bouchons sont à nouveau pesés.

La densité est obtenue grâce au calcul suivant :

$$\mu = \frac{M_{s\acute{e} \dim ents \sec s}}{V}$$

La formule, ci-dessous, fournit la valeur de la teneur en eau des sédiments (Chiffolleau et al., 2003) :

$$\theta = \frac{M_{s\acute{e} \dim ents brutes} - M_{s\acute{e} \dim ents \sec s}}{(M_{s\acute{e} \dim ents brute})} \times 100$$

<u>NB</u> : Le volume des bouchons a été approximé grâce à une éprouvette graduée à environ 14 ml. En effet, la tension superficielle de l'eau ne permettait de déterminer avec précision leurs volumes.

Annexe II-5 : Mesure de la susceptibilité magnétique

Temps nécessaire : 1 heure par site

Matériel :

- Appareil de mesure Bartington
- Sonde MS2E
- Ordinateur
- Film plastique transparent

Protocole :

La susceptibilité magnétique est mesurée sur une demi-carotte à température ambiante emballée dans un film plastique en appliquant la sonde sur la carotte pendant une seconde.

La mesure est acquise directement via un ordinateur.

Afin de limiter l'effet de dérive de la mesure, une correction est appliquée toutes les cinq mesures.

 \underline{NB} : La résolution choisie pour la mesure est de $1*10^{-5}$ unité SI.

<u>Annexe II-6 : Dosage du plomb « total » par spectrométrie d'absorption</u> <u>atomique après minéralisation</u>

<u>Principe</u> : Le dosage du plomb « total » est réalisé tous les centimètres afin de réaliser un profil de plomb continu.

Temps nécessaire : 28 échantillons par jour pour les minéralisations

Matériel de minéralisation :

- Minéralisateur à micro-ondes Mars Xpress (CEM micro wave)
- Creusets en téflon
- Pipettes
- Fioles jaugés de 25 ml
- Filtre Whatmann
- Balance de précision Mettler AE 240 (précision d'affichage : 0,1mg)

Réactif pour la minéralisation à l'eau régale :

- Acide nitrique ultrapure à 65% (HNO₃)
- Acide chlorhydrique ultrapure à 30% (HCl)

Protocole de minéralisation et de mesure :

Environ 100 mg de sédiments secs (sédiments passés à l'étuve pendant 5 jours à 60° C puis broyés au pillon) sont prélevés et introduits dans un creuset avec 2 ml de HNO₃ et 6 ml de HCl.

Les creusets sont placés dans le minéralisateur à micro-ondes pour subir une attaque à chaud pendant 30 min à 180°C.

Le contenu des creusets est, en suite, filtré et transféré dans une fiole jaugée et dilué à 25 ml avec de l'eau ultra pure.

Le filtrat est conservé dans un pilulier en plastique pour analyse par absorption atomique.

Les filtrats passent dans le spectromètre d'absorption atomique où ils vont être vaporisés par une lumière d'argon. Cette vaporisation modifie la stabilité des atomes qui retournent à l'état stable en émettant une lumière dont la longueur d'onde est spécifique à chaque métal. La comparaison de l'intensité lumineuse émise avec une courbe étalon permet de déterminer la concentration en métal de l'échantillon.

<u>NB</u> : L'étalon LGC6 187 (correspondant à des sédiments de rivière), dont la teneur en plomb est connue, a été utilisé afin de contrôler la reproductible des résultats.

<u>NB</u> : Le seuil de détection du spectromètre est de 1 ppm $(1mg.kg^{-1})$.