

**2022-2023**

Mention Toxicologie Ecotoxicologie

Spécialité Toxicologie Humaine et Environnementale

# **Analyse critique du protocole de caractérisation de dangerosité de déchets écotoxiques HP14 et de rapports d'analyses de laboratoire**

-  
Titouan MASSET

Sous la direction de :  
Alain DREAU | Responsable département dragage



# Charte antiplagiat - Université d'Angers

## Préambule

Afin de garantir la qualité de ses diplômes et l'originalité des productions scientifiques et pédagogiques de ses étudiants et de ses personnels universitaires, enseignants, enseignants-chercheurs, chercheurs, l'Université d'Angers a mis en place une politique de lutte contre le plagiat. La présente charte en définit la philosophie et précise les règles, les outils et les mesures à mettre en œuvre pour s'assurer de la réalisation de travaux inédits, offrant une production originale et personnelle d'un sujet.

## Article 1<sup>er</sup>

Le plagiat est défini comme le fait, de s'approprier le travail créatif d'autrui et de le présenter comme sien ; de s'accaparer des extraits de textes, des images, des données provenant de sources externes et de les intégrer à son propre travail sans en mentionner la provenance ; de résumer l'idée originale d'un auteur en l'exprimant dans ses propres mots et en omettant d'en mentionner la source.

Toute édition d'écrits, de composition musicale, de dessin, de peinture ou de toute autre production, imprimée ou gravée en entier ou en partie, au mépris des lois et règlements relatifs à la propriété des auteurs est une contrefaçon (article L335-2 du code de la propriété intellectuelle).

La contrefaçon est considérée comme un délit au sens des articles L335-2 et L335-3 du code de la propriété intellectuelle.

## Article 2

Les étudiants et les personnels de l'Université d'Angers s'engagent à respecter les valeurs présentées dans cette charte et à ne pas commettre de plagiat, ni de contrefaçon, dans leurs travaux scientifiques et/ou pédagogiques.

Dans le strict respect de l'exception de courte citation, sont tolérées les reproductions de courts extraits de travaux préexistants en vue d'illustration ou à des fins didactiques, sous réserve que soit indiqué clairement le nom de l'auteur et la source (article L122-5 du code de la propriété intellectuelle), sans nécessité de demander le consentement de l'auteur.

Les étudiants sont tenus d'insérer et de signer l'engagement de non plagiat en première page de toutes leurs productions. Le libellé de cet engagement de non plagiat est défini dans la charte des examens de l'Université d'Angers.

## Article 3

Afin d'éviter le plagiat ou la contrefaçon, les étudiants et les personnels de l'Université d'Angers s'engagent à

indiquer clairement l'origine et la provenance de toute information prise dans des écrits, composition musicale, dessin, peinture ou toute autre production imprimée ou gravée. La citation des sources est, ainsi, à envisager dès qu'il est fait référence à l'idée, à l'opinion ou à la théorie d'une autre personne ; à chaque utilisation de données, résultats, illustrations d'autrui ; à chaque citation textuelle de paroles ou d'écrits d'autrui.

Dans le cadre de sa politique de lutte contre le plagiat, l'Université d'Angers propose des formations de sensibilisation à la recherche documentaire, à l'utilisation des documents trouvés et à la citation des sources.

#### **Article 4**

Afin de rechercher les éventuelles tentatives de plagiat ou de contrefaçon, l'Université d'Angers s'est dotée d'un logiciel de similitudes. Ainsi, les étudiants sont informés que leurs productions sont susceptibles d'être analysées par le dit logiciel. Ce logiciel compare les travaux rendus avec une vaste base de référence. Les rapports émis détaillent les similitudes repérées sans pouvoir les qualifier de plagiat ou de contrefaçon. Sur la base de ces rapports, l'appréciation du plagiat ou de la contrefaçon est laissée à l'appréciation des enseignants.

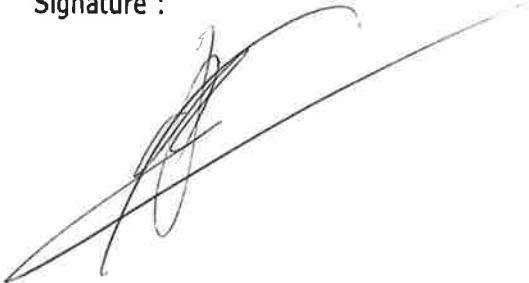
#### **Article 5**

Les manquements à la présente charte sont passibles de sanctions disciplinaires tant à l'égard des étudiants (Articles L. 811-6 et R.712-9 à R.712-46 du code de l'éducation et articles 40 et 41 du décret n°92-657 du 13 juillet 1992 – version consolidée du 21 août 2013) que des personnels (loi n°84-16 du 11 janvier 1984 et articles L952-8 et L952-9 du code de l'éducation). En cas de plagiat avéré ou de contrefaçon, la procédure disciplinaire ne préjuge pas d'éventuelles poursuites judiciaires.

**ENGAGEMENT DE NON PLAGIAT**

Je, soussigné (e) M.A.S.S.E.T Tiltawen, déclare être pleinement conscient(e) que le plagiat de documents ou d'une partie d'un document publiés sur toutes formes de support, y compris l'internet, constitue une violation des droits d'auteur ainsi qu'une fraude caractérisée. En conséquence, je m'engage à citer toutes les sources que j'ai utilisées pour écrire ce rapport ou mémmoire.

Signature :



# Analyse critique du protocole de caractérisation de dangerosité de déchets écotoxiques HP14 et de rapports d'analyses de laboratoire

Titouan MASSET

## Résumé

Cette étude s'intéresse au protocole de caractérisation de déchets écotoxiques HP14, plus précisément pour les sédiments issus de dragage, ainsi que sur des rapports d'analyses de laboratoire portant sur celui-ci. L'étude se déroule en deux phases, d'abord une phase explicative du protocole HP14 avec une mise en lumière des limites connues identifiées. La seconde phase traite des rapports d'analyses de laboratoire présentant de potentiels faux positifs ou résultats difficiles à interpréter. La limite la plus importante pour le protocole HP14 est la salinité des sédiments, dans le cas d'une origine marine de la matrice, qui peut induire des effets écotoxiques non recherchés. Les résultats d'analyses de laboratoire présentaient bien des résultats difficiles à interpréter, qui peuvent être considérés comme des faux positifs. L'origine ou les causes de ces derniers est cependant difficile à identifier.

Mots-clés : Dragage ; sédiments ; protocole HP14 ; laboratoires ; écotoxic

## Abstract

This study focuses on the characterization protocol for ecotoxic waste HP14, specifically for dredged sediments, as well as laboratory analysis reports related to it. The study consists of two phases: first, an explanatory phase of the HP14 protocol with an emphasis on known identified limitations, and second, the examination of laboratory analysis reports presenting potential false positives or results that are difficult to interpret. The most significant limitation for the HP14 protocol is the salinity of sediments in the case of a marine origin of the matrix, which can induce unintended ecotoxic effects. The laboratory analysis results indeed presented results that were difficult to interpret, which can be considered as false positives. However, identifying the origin or causes of these results is challenging.

Keywords : dredging ; sediment ; protocol HP14 ; laboratory ; ecotoxic

## Abréviations

Éléments Traces métalliques (ETM) ; Polychlorobiphényles (PCB) ; Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) ; Tributylétain (TBT) ; Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM) ; Institut national de l'environnement industriel et des risques (INERIS)



## Présentation d'IDRA Environnement

IDRA Environnement est une société d'ingénierie en environnement, créée en 2000 par trois associés. Son siège se situe à Bruz (35) en périphérie de Rennes.

IDRA Environnement fait partie du groupe ARTESA, regroupant notamment les entités suivantes :

- **IDRA Bio & Littoral**, bureau d'études spécialisé dans les expertises en océanographie ;
- **Solvalor**, société industrielle en traitements et en recyclage de terres et sédiments ;
- **Valoterre**, société spécialisée dans le secteur de traitement de déchets non dangereux et de leurs valorisations ;
- **Solrem**, bureau d'études spécialisé dans les activités de dépollution de sites et sols pollués, de la gestion de sédiments et du traitement des effluents ;

Le bureau d'étude IDRA Environnement ce compose de deux pôles : le pôle Dragage et le pôle Sites et Sols Pollués, intervenant chacun dans leur cœur de métier mais aussi en appui du groupe. Les différentes activités du bureau d'études sont résumées ci-dessous :

**Economie circulaire**  
Du conseil aux applications opérationnelles nous étudions à vos côtés les meilleures options de réemploi des déblais, de construction de boucles vertes locales et d'une gestion de projet sur de nouveaux modèles d'éco-innovation. Concrétisons la transition énergétique !

**Expertise réglementaire**  
Dossier loi sur l'eau, déclaration ou autorisation d'exploiter ICPE, étude au cas par cas, étude d'impact, appuis DDTM ou DREAL... l'expertise des équipes IDRA accompagne nos maîtres d'ouvrage à toutes les étapes de la construction et de l'aboutissement législatif de leur projet d'aménagement, d'extension ou d'entretien. Votre partenaire conseil réglementaire !

**4 expertises au service de l'économie circulaire**

**Gestion des sites et sols pollués (SSP)**  
Du diagnostic initial des milieux (sols, eaux, airs...) jusqu'aux solutions optimisées de gestion des déblais et de remise en état viabilisées c'est tout le panel des compétences normalisées de l'ingénierie spécialisée qu'offre le pôle environnement SSP pour vos projets fonciers. L'engagement sécurité, traçabilité et efficacité !

**Dragage et gestion des milieux aquatiques**  
Fer de lance des savoir faire historiques et de l'ADN IDRA, les compétences déployées par les équipes sur les projets de dragage, curage et plus globalement gestion des milieux maritimes, lacustres ou fluviaux garantissent les approches stratégiques et les orientations les plus optimales pour concrétiser vos opérations en préservant vos ouvrages et l'environnement. Vous avez sûrement un sujet à creuser ?

**MASE ATLANTIQUE**



## 1. Introduction

Le dragage est l'opération qui consiste à extraire de la matière, principalement des sédiments, située au fond d'un plan d'eau. Ce plan d'eau peut prendre différentes formes : ports, lacs, fleuves, rivières, canaux, estuaires, etc.

Le dragage est réalisé, en premier lieu, majoritairement par les ports. En effet ces opérations sont nécessaires au maintien de leurs activités économiques. L'apport en continu de sédiments et matériaux venant du bassin versant et/ou de la mer réduit la profondeur d'eau nécessaire à la navigation. Les opérations de dragage ont donc pour but, ici, de rajuster un tirant d'eau suffisant à la circulation et à la sécurité des navires. Bien que la majeure partie des dragages soit réalisée par les grands ports industriels et de commerce (Grands Ports Maritimes), ces opérations sont toutes aussi importantes pour les ports de plus petites tailles, soutenant des activités de pêche ou de plaisance.

D'autres causes justifient, moins fréquemment, le recours aux dragages : la lutte contre les inondations en zone estuarienne, la défense contre l'érosion maritime et le maintien du trait de côte sur des zones littorales sensibles, l'entretien des accès à des prises d'eau, etc. [01]

La majorité des dragages, notamment pour les grands ports, consiste à du dragage d'entretien, que ce soit pour les chenaux d'accès des ports estuariens, des ports maritimes ou les bassins portuaires. Cela est notamment lié, comme cité précédemment, à une sédimentation, d'autant plus importante au niveau des estuaires, qui s'opère à un rythme élevé. Une accumulation importante de sédiment amènera un rehaussement des fonds et à l'impossibilité de navigation pour les navires. Le dragage d'entretien va donc être utilisé pour maintenir une profondeur minimale nécessaire à une activité portuaire continue. D'autres types de dragages existent, comme le dragage d'approfondissement qui est notamment lié à un développement économique du port, afin d'augmenter son activité et son trafics maritime ou fluvial. [01]

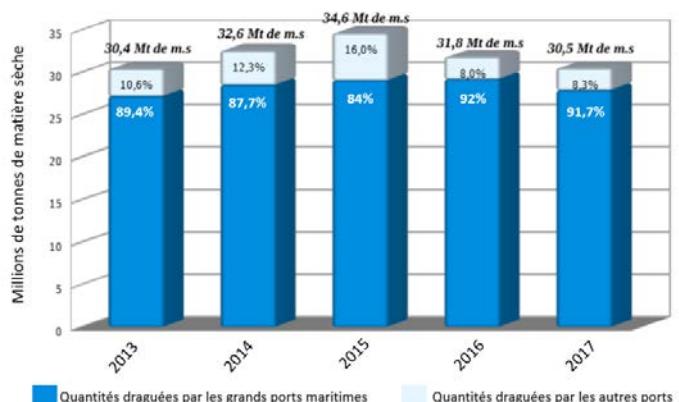


Figure 1: Évolution des quantités de matière draguée entre 2013 et 2017 (Cerema, 2018) [02]

Le volume de dragage des ports maritimes en France représente une quantité sédimentaire considérable. En 2017, la quantité de sédiment dragué est de 30 millions de tonnes en matière sèche, quantité qui reste constante depuis 2013. (Fig. 1)

Le dragage de sédiment ne peut être réalisé librement, il est soumis à des procédures réglementaires (autorisation ou déclaration), et répond à un ensemble de Lois au titre de la Loi sur l'Eau. La procédure dépend principalement de la concentration des divers éléments présents dans les sédiments par rapport à des niveaux de référence, au volume à draguer et au niveau de sensibilité du milieu. Les niveaux de référence pour les sédiments marins ou terrestres sont définis en France, par l'arrêté du 9 août 2006 [03] relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux, modifié le 30 juin 2020. Ces niveaux de références concernent :

- Les Éléments Traces métalliques (ETM) : Arsenic (As), Cadmium (Cd), Chrome (Cr), Cuivre (Cu), Mercure (Hg), Nickel (Ni), Plomb (Pb), Zinc (Zn) ;
- Les Polychlorobiphényles (PCBi dits indicateurs) : PCB 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180 et totaux ;
- Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP) : naphtalène, acénaphtylène, acénaphtène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, dibenzo(ah)anthracène, benzo(ghi)perylène, indéno(123-cd)pyrène et



## Σ16 HAP

- Le Tributylétain (TBT) et ses produits de dégradations (DBT, MBT)

La circulaire n° 2000-62 du 14 juin 2000 [04] relative « aux conditions d'utilisation du référentiel de qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire », permet l'interprétation des seuils N1 et N2. Les seuils N1 et N2 issus de cette circulaire et réutilisés dans l'arrêté du 9 août 2006 [03], permettent d'apprecier sous quel régime administratif (déclaration ou autorisation) s'applique l'opération de dragage. Ils permettent d'obtenir un point de référence, et de connaître l'impact environnemental potentiel des sédiments issus du dragage (**Tab 1**). Les seuils N1 et N2 s'interprètent de la manière suivante [04] :

- Inférieur au seuil N1 : l'impact potentiel des sédiments dragués est considéré comme neutre ou négligeable et est comparable aux bruits de fond environnementaux. De manière générale, il ne sera pas nécessaire de réaliser des investigations complémentaires.
- Entre le seuil N1 et N2 : des investigations complémentaires seront nécessaires, comme des tests écotoxicologiques, en fonction du degré de dépassement du niveau N1 et du projet de drague envisagé.
- Supérieur au seuil N2 : Les sédiments de dragages présentent un impact pour le milieu marin. Des investigations complémentaires seront obligatoires.

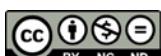
L'interprétation des seuils N1 et N2 va interférer sur le devenir des sédiments de dragage issus du milieu marin. Les sédiments marins présentant des niveaux inférieurs au seuil N1 sont la majeure partie du temps relargués au large des côtes au niveau de sites spécifiques, dits sites de « clapage » (ré-immersion). Les sédiments situés entre N1 et N2, doivent subir des analyses complémentaires, pour savoir s'ils peuvent ou non être relargués au large. Enfin, si l'un des paramètres analysés dépasse le seuil N2, il est nécessaire de réaliser des investigations complémentaires et étude d'impact démontrant que l'immersion est la solution admissible. Dans le cas contraire, ils doivent être gérés à terre, et sont donc évalués comme des déchets. Un futur seuil N3 sera mis en place pour interdire complètement l'immersion de sédiments si celui-ci est dépassé (En cours pour le MTES).

Ces sédiments non immergables, au vu de la gestion à terre, doivent subir une évaluation de leur dangerosité. Celle-ci vise à caractériser le sédiment au regard de l'annexe de la décision 2014/955/UE de la Commission européenne du 18 décembre 2014 [05] établissant une liste de codes déchet pour les qualifier de dangereux (rubrique 17 05 05) ou non dangereux (rubrique 17 05 06). Un déchet est considéré comme dangereux s'il présente une des quinze propriétés énoncées par l'annexe III de la directive 2008/98/UE relative au déchet. Ces quinze propriétés sont classées de HP1 à HP15 dans l'ordre suivant : Explosif, Comburant, Inflammable, Irritant-irritation cutanée et lésions oculaires, Toxicité spécifique pour un organe cible (STOT) / toxicité par aspiration, Toxicité aiguë, Cancérogène, Corrosif, Infectieux, Toxique pour la reproduction, Mutagène, Dégagement d'un gaz à toxicité aiguë, Sensibilisant, Écotoxique, Déchet capable de présenter une des propriétés dangereuses susmentionnées que ne présente pas directement le déchet d'origine. [06]

La propriété écotoxique, HP14, est le critère jugé le plus pertinent pour caractériser la dangerosité ou non des sédiments marins et terrestres. La détermination de la propriété écotoxique HP14 se base avant tout sur un seuil différent, le seuil S1, issu lui aussi de l'arrêté du 9 août 2006. Ce seuil S1 s'adresse aux sédiments extraits de cours d'eau ou canaux, soit des sédiments issus de manière générale du milieu terrestre. Ce seuil S1 à l'origine défini pour les sédiments extraits de cours d'eau ou canaux, reprend les mêmes paramètres analysés que les seuils N1 et N2, mais avec des valeurs seuils différentes et notamment la somme des PCB et HAP totaux plutôt qu'une valeur pour chaque composé. (**Tab 1**)

L'interprétation du seuil S1 se base sur le même principe que l'interprétation du seuil N1 et N2 :

- Les niveaux sont inférieurs à S1, les sédiments sont considérés comme non dégradés pour le milieu terrestre et il n'est pas nécessaire de réaliser les tests écotoxicologiques. Ces sédiments partent en filière de valorisations dans de nombreux domaines (liste non exhaustive) : Valorisation en techniques routières, en agronomie, en aménagement paysager, en renforcement des berges, remblais de carrière et de ballastière, couverture d'installation de stockage de déchets, travaux maritimes, produits de construction, travaux



d'aménagements industriels : terre-pleins, plates-formes... [01]

- Si un des éléments dépasse le seuil S1, le sédiment est considéré comme présentant une dégradation : des tests d'écotoxicités doivent être réalisés, pour caractériser sa dangerosité possible, par le biais du protocole HP14, en plus de la caractérisation de son statut inerte ou non de déchet (Arrêté du 12 décembre 2014 [07])

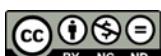
Le protocole HP14 est constitué de deux sous protocoles : un pour le cas général (pour tous déchets) et un spécifique aux sédiments. La création du protocole HP14 spécifique aux sédiments, est née de la volonté de mieux évaluer leur écotoxicité dû aux

volumes considérables annuellement dragués. Le protocole fut établi par le groupe de travail du Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM) en 2012 [08] et fut éprouvé en 2013 par le BRGM lui-même [09]. Puis, il est repris en 2016, par l'Institut national de l'environnement industriel et des risques (INERIS), dans la création de la classification réglementaire des déchets – guide d'application pour la caractérisation en dangerosité. [06]

L'objectif de ce travail est une analyse et une mise en lumière des limites connues du protocole HP14. Avec en parallèle une étude critique de rapports d'analyses issus de laboratoire, portant sur le protocole HP14, présentant de potentiel résultats « faux positifs » ou difficile à interpréter.

*Tableau 1: Valeurs des seuils N1, N2 et S1 pour les différents paramètres chimiques analysés issus de l'arrêté du 9 août 2006 modifié le 30 juin 2020. [03]*

Paramètres analysés	Arrêté du 9 août 2006 modifié le 30 juin 2020			Paramètres analysés	Arrêté du 9 août 2006 modifié le 30 juin 2020				
	N1	N2	S1		N1	N2	S1		
Éléments traces métalliques (ETM)					Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)				
Arsenic (As)	mg/kg MS	25	50	30	Naphtalène	mg/kg MS	0,16	1,13	
Cadmium (Cd)	mg/kg MS	1,2	2,4	2	Acénaphtylène	mg/kg MS	0,04	0,34	
Chrome (Cr)	mg/kg MS	90	180	150	Acénaphtène	mg/kg MS	0,015	0,26	
Cuivre (Cu)	mg/kg MS	45	90	100	Fluorène	mg/kg MS	0,02	0,28	
Mercure (Hg)	mg/kg MS	0,4	0,8	1	Phénanthrène	mg/kg MS	0,24	0,87	
Nickel (Ni)	mg/kg MS	37	74	50	Anthracène	mg/kg MS	0,085	0,59	
Plomb (Pb)	mg/kg MS	100	200	100	Fluoranthène	mg/kg MS	0,6	2,85	
Zinc (Zn)	mg/kg MS	276	552	300	Pyrène	mg/kg MS	0,5	1,5	
Polychlorobiphényles (PCB)					Benzo(a)anthracène	mg/kg MS	0,26	0,93	
PCB 28	mg/kg MS	0,005	0,01		Chrysène	mg/kg MS	0,38	1,59	
PCB 52	mg/kg MS	0,005	0,01		Benzo(b)fluoranthène	mg/kg MS	0,4	0,9	
PCB 101	mg/kg MS	0,01	0,02		Benzo(k)fluoranthène	mg/kg MS	0,2	0,4	
PCB 118	mg/kg MS	0,01	0,02		Benzo(a)pyrène	mg/kg MS	0,43	1,015	
PCB 138	mg/kg MS	0,02	0,04		Dibenzo(ah)anthracène	mg/kg MS	0,06	0,16	
PCB 153	mg/kg MS	0,02	0,04		Benzo(ghi)pérylène	mg/kg MS	1,7	5,65	
PCB 180	mg/kg MS	0,01	0,02		Indeno(1,2,3-c,d)pyrène	mg/kg MS	1,7	5,65	
PCB totaux	mg/kg MS	-	-	0,68	Somme des HAP	mg/kg MS	-	-	22,8
Composés organostaniques					Tributylétain (TBT)	μg/kg MS	100	400	100



## 2. Matériels & Méthodes

L'évaluation de la dangerosité au regard de la propriété écotoxique est réalisée via une démarche graduée. Une analyse des paramètres chimiques figurant dans le **Tableau 1** est réalisée. Les concentrations obtenues sont comparées aux valeurs du seuils S1 de l'arrêté du 9 août 2006. Les sédiments dont aucun des paramètres n'est supérieur aux valeurs seuils, sont évalués *de facto* comme non dangereux au regard de la propriété HP 14. Si au moins un des polluants est présent en concentration supérieure à la valeur seuil S1, alors une batterie d'essais biologiques est réalisée suivant le déroulé de la **Figure 6**.

Le protocole HP14 ne possède aucune méthode d'évaluation ayant un statut réglementaire. De plus celui-ci repose sur un ensemble de normes. Ces normes, présentant un coût financier élevé pour le Bureau d'Etudes et plutôt à vocation des laboratoires d'analyse, n'ont pu être obtenues. Le protocole, qui va être présenté, a été établi sur base de discussion avec les laboratoires pour connaître et comprendre le protocole ainsi que sur base des recherches bibliographiques (guides (BRGM ; INERIS)).

### 2.1. Prélèvement *in situ*

Les échantillons, pour le protocole HP14, sont prélevés, lors de la campagne de prélèvement pour la caractérisation physico-chimique des sédiments. Un échantillon HP14 est constitué d'un ensemble d'échantillons premiers réalisés sur les différents points de prélèvement, qui constituent alors un échantillon moyen représentatif d'un ou plusieurs secteurs portuaires. Les prélèvements sont réalisés par benne Van-Veen qui va venir récupérer les sédiments de surface. Le prélèvement est ensuite mis dans un seau en plastique de 15L non stérile (**Fig. 1**). Entre chaque prélèvement la benne est simplement rincée avec de l'eau. Ce mode de prélèvement est cadré par la circulaire du 14 juin 2000 [**10**].

L'échantillon est ensuite expédié au laboratoire dans la journée. Quand le laboratoire réceptionne l'échantillon, celui-ci est mis en réserve dans une chambre froide et n'est utilisé que si nécessaire, puisque celui-ci ne fera l'objet du déclenchement d'un test HP 14 qu'en fonction des analyses physico-chimiques.



Figure 1 : photo du matériel de prélèvements pour le protocole HP14. À gauche une Benne Van-Veen et à droite un seau en plastique de 15 L.

### 2.2. Préparation des échantillons

Avant toutes expérimentations, les échantillons subissent un tamisage <4mm afin d'enlever la présence de matières végétales, de sédiments grossiers et coquillages. Une centrifugation à 8150g à 3000 tours/min pendant 30 minutes est réalisée afin d'éliminer l'eau interstitielle du sédiment.

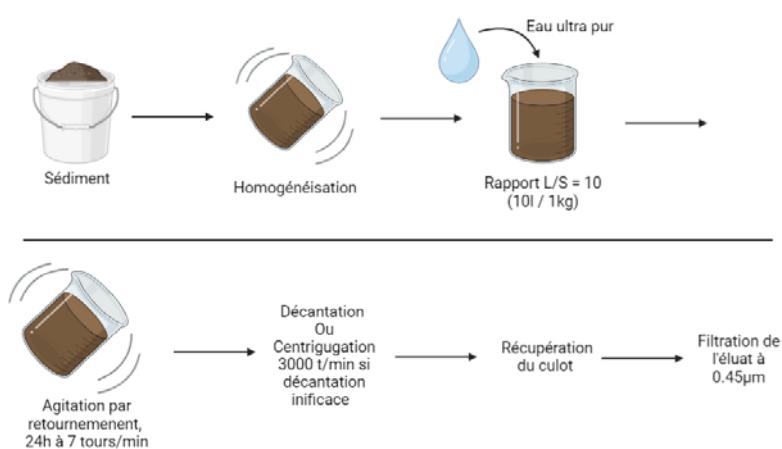
Une partie des sédiments, 3 à 4 kg, est mis de côté pour la réalisation du test d'inhibition de l'émergence et de la croissance de semences sur matrice solide (valeurs données par les laboratoires). L'autre partie des sédiments va subir une lixiviation et doit peser un minimum de 1kg.

### 2.3. Préparation des éluats (EN 12457-2, 2003)

Pour obtenir les éluats nécessaires au test sur matrice liquide, les échantillons sont soumis à un protocole de lixiviation de la norme EN 12457-2, 2003, qui se déroule de la manière suivante (**Fig. 2**) :

- Échantillon de sédiment pesant minimum 1 kg
- Après homogénéisation de l'échantillon, ajout du lixiviant (eau ultra pure) pour un rapport L/S=10 (10 l / kg)
- Agitation par retournement de la prise d'échantillon pendant 24h à 5-10 tours/min. Une décantation est réalisée, cependant si elle n'est pas suffisante, une centrifugation à 3000 tours/min de l'échantillon est faite.
- Récupération du culot puis filtration à 0,45 µm sur filtre nylon.





*Figure 2 : schéma simplifié du protocole de lixiviation (EN 12457-2, 2003)*

A la fin de la lixiviation, le pH des éluats obtenus est mesuré et doit être compris entre 5,5 et 8,5. Si le pH est inférieur ou supérieur aux valeurs précédemment citées, alors un réajustement de pH doit être réalisé à l'aide d'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) utilisé comme acide ou d'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ) utilisé comme base. Ce réajustement du pH est réalisé afin que celui-ci soit compatible avec la survie des organismes qui vont être utilisés dans les différents tests sur matrice liquide.

La conductimétrie est aussi mesurée via un conductimètre, étalonné de manière quotidienne avec des solutions de référence. Cela permet de connaître la salinité résiduelle de l'éluat.

#### 2.4. Test de toxicité aiguë - Test d'inhibition de la luminescence de bactéries marines *Vibrio fischeri* ou Microtox® (NF EN ISO 11348-3, 2009)

Le test Microtox® repose sur la détermination de l'inhibition de la luminescence émise par *Vibrio fischeri*, une bactérie marine. Des *V. fischeri*, de la souche NRRL B-11177 sous forme lyophilisée, sont réhydratée avec une solution de reconstitution puis transférées dans une cuvette. La cuvette est agitée au vortex pendant 5min et placée dans le puit du réactif à 5°C. (Fig. 3)

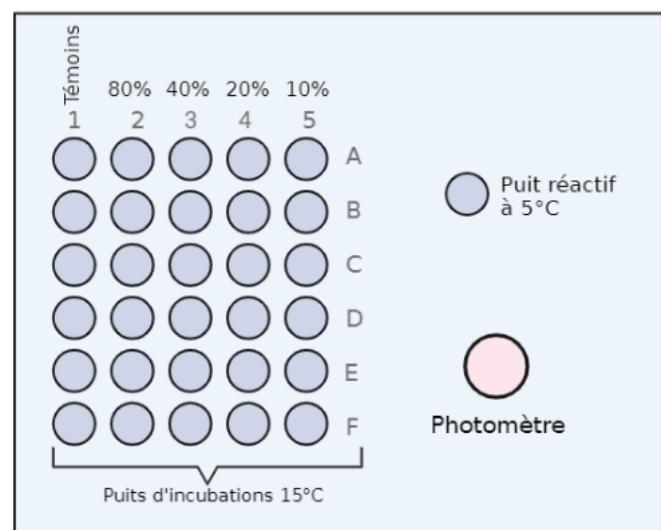
Des dilutions en cascade sont réalisées dans les puits tests sur 4 concentrations différentes à 15°C : 80 – 40 – 20 et 10% d'éluat (concentration utilisée par le laboratoire A). Si un effet écotoxique est observé, l'essai est reconduit, cette fois en testant 9

concentrations : 80 – 40 – 20 – 10 – 5 – 2,5 – 1,25 – 0,63 et 0,31 %. Pour chaque concentration il y a deux replicats et un témoin.

Les bactéries *V. fischeri* sont des bactéries marines, si les éluats sont issus de sédiments continentaux qui ne sont pas salins, un ajout de sel est réalisé pour la survie des bactéries. Une mesure de l'absorption des bactéries est réalisée à 5, 15 et 30min.

Un essai sur des substances de référence sont réalisés sur chaque série analytique comprenant au moins un essai définitif : -  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ou 3,5-dichlorophénol ( $\text{C}_6\text{H}_4\text{OCl}_2$ ) ou  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  et une fois par mois sur l'ensemble des substances

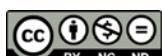
Ce bio -essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 30 minutes, inhibe 50 % de la luminescence des bactéries. Cette concentration est désignée par une Concentration Efficace 50 (CE50). La valeur seuil est une CE50 de 30min < 10% de la concentration de l'échantillon. Si la valeur CE50 30 min < 10% alors le sédiment est considéré comme déchet écotoxique, si la valeur CE50 30min > 10% le sédiment passe au test suivant.



*Figure 3 : Schéma des puits de l'appareil Microtox®*

#### 2.5. Test de toxicité chronique - Détermination de la toxicité chronique vis-à-vis de *Brachionus calyciflorus* - Essai d'inhibition de la croissance de la population (NF ISO 20666, 2009)

Le test de toxicité sur *Brachionus calyciflorus* repose sur la détermination de l'inhibition de la croissance de la population. *B. calyciflorus* est une



espèce de rotifère planctonique présente en eau douce.

De jeunes femelles *B. calyciflorus*, sous forme de sporocyste, sont réhydratées via une solution spécifique composée de : NaHCO<sub>3</sub>, CaSO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O, MgSO<sub>4</sub> et KCl. Les femelles doivent être âgées de moins de 2 heures au début de l'essai.

Une plaque 24 puits est utilisée pour l'expérience. Une femelle *B. calyciflorus* est placée par puits avec témoins et au total 5 concentrations d'éluats différents testés : 7%, 13%, 25%, 47% et 90% (concentrations utilisées par le laboratoire A). Les éluats sont complétés avec de l'eau osmosée. La plaque est doublée, ce qui nous donne 5 concentrations avec 8 réplicats et 8 témoins pour l'ensemble des concentrations. (**Fig. 4**). *Brachionus calyciflorus*, pratiquant la parthénogénèse, n'a pas besoin de mâle pour se reproduire.

Les plaques ainsi préparées sont incubées à 25°C pendant 48h. Au bout des 48h, le nombre de rotifères femelles est déterminé par comptage et, par comparaison avec le témoin, les pourcentages d'inhibition de la croissance de la population sont déterminés à chaque concentration. Pour que l'essai soit validé, il faut que le nombre moyen de *B. calyciflorus* dénombrées par puits dans le lot témoin, soit supérieur à 3 à la fin de l'essai.

Les populations de *B. calyciflorus* en cours d'utilisation ou les nouvelles populations, sont testées au moins une fois par mois avec du sulfate de cuivre pentahydraté (CuSO<sub>4</sub>, 5H<sub>2</sub>O) comme témoins positifs.

Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui, après 48 heures inhibe 20 % de la croissance de la population. Cette concentration est désignée par une Concentration Efficace 20 (CE 20). La valeur seuil est une CE20 de 48h < 1%. Si la valeur CE20 48h <1%, le sédiment est considéré comme déchet écotoxique, si la valeur CE20 48h >1%, le sédiment passe au test suivant.

## 2.6. Test d'inhibition de l'émergence et de la croissance de semences par une matrice potentiellement polluée (NF EN ISO 11269-2, 2013)

Les 3 à 4 kg de sédiments mis de côté après la centrifugation sont mélangés avec un milieu ISO. Ce milieu ISO est composé d'un mélange de 70% de sable de fontainebleau, 20% de kaolinite et 10% de tourbe. Le pH du milieu ISO est mesuré et doit être compris entre 5,5 et 6,5. Si nécessaire le pH est réajusté grâce à du carbonate de calcium.

Les sédiments sont dilués dans le milieu ISO, lorsque la matrice est non salée, les concentrations testées sont de 100 – 50 – 25 – 12.5 et 6.25% de matrice centrifugée. Lorsque la matrice est salée, les concentrations sont de 80 – 40 – 20 – 10 et 5% de matrice centrifugée.

Des semences d'*Avena sativa* (Avoine), non traitées, sont plantées dans différents pots, 10 par pots plus précisément. Les pots font 9,5 cm de diamètre et peuvent accueillir 250g de milieu préparé.

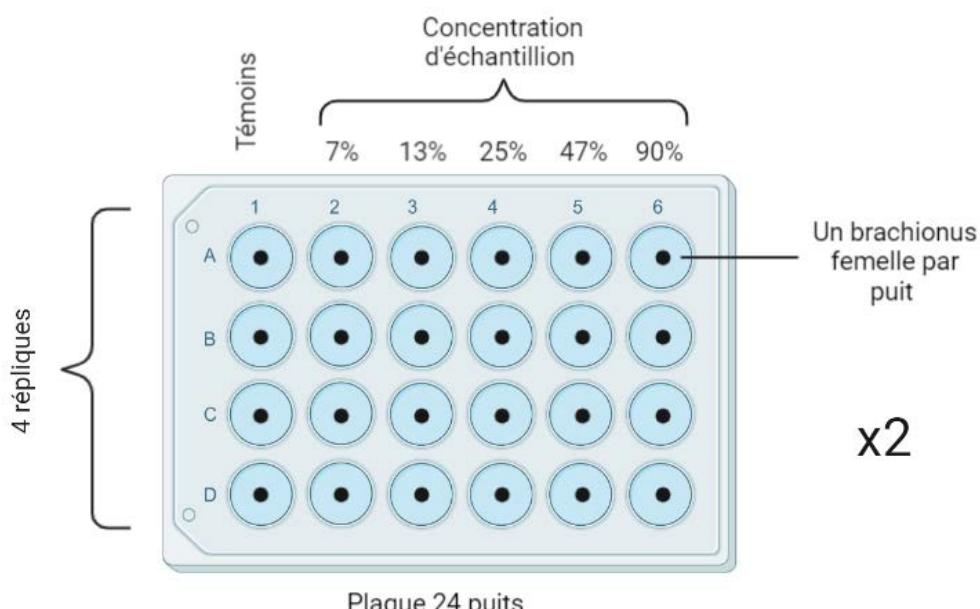


Figure 4 : Schéma de réalisation du test de toxicité chronique sur *Brachionus calyciflorus* sur microplaques 24 puits.



Une série de 5 gammes de dilutions est réalisée avec pour chaque concentration 4 réplicats (**Fig. 5**). Un total de 8 témoins sera aussi réalisé pour l'ensemble de l'expérience. Les pots sont placés dans un phytotron qui va permettre de maintenir les paramètres suivants :

- Cycle jour/nuit : 16 heures/8 heures.
- Température : 22 °C +/- 1 °C (jour) / 18 °C +/- 1 °C (nuit).
- Humidité relative : 70 %.
- Type d'éclairage : tubes fluorescents « lumière du jour ».
- Intensité de l'éclairage : environ 7 500 lux.

Après 7 jours, les graines germées sont comptabilisées dans les différentes dilutions pour déterminer l'effet sur la germination et le nombre de pousses est réduite à cinq. Le critère de germination est une semence ouverte avec un germe apparent. Après 14 jours minimum et au maximum au bout de 21 jours après que 50 % des semis témoins ont émergés, la biomasse foliaire, c'est-à-dire la partie supérieure de la plante, est prélevée, séchée, quantifiée par pesée et comparée avec les témoins.

L'émergence et la croissance des semences sont suivies quotidiennement lors de l'arrosage, réalisé

avec de l'eau osmosée.

Cet essai permet de déterminer la concentration d'échantillon (en %) qui inhibe 50 % la croissance et/ou la germination. Cette concentration est désignée par une Concentration Efficace 50 (CE 50). La valeur seuil est une CE50 <10%. Si la valeur CE50 >10% alors le sédiment est considéré comme déchet non écotoxique, si la valeur CE50 <10% alors le sédiment est considéré comme déchet écotoxique.

## 2.7. Essais aux seuils

Afin de rendre le protocole plus abordable en termes de coût, de quantités de sédiments nécessaires et de durée des essais, il est possible de mettre en œuvre une procédure dite "aux seuils", c'est-à-dire de réaliser les essais décrits ci-dessus uniquement à la valeur seuil (1 % pour l'essai *B. calyciflorus* et 10 % pour les essais *V. fischeri* et *A. sativa*). Dans ce cas, les niveaux de toxicité seuils seront respectivement de 20 % pour l'essai *B. calyciflorus* et 50 % pour les essais *V. fischeri* et *A. sativa* : le déchet sera classé comme dangereux si la concentration d'effet mesuré à l'essai au seuil est respectivement supérieure à 20 % ou à 50 %. (**Fig. 7**)

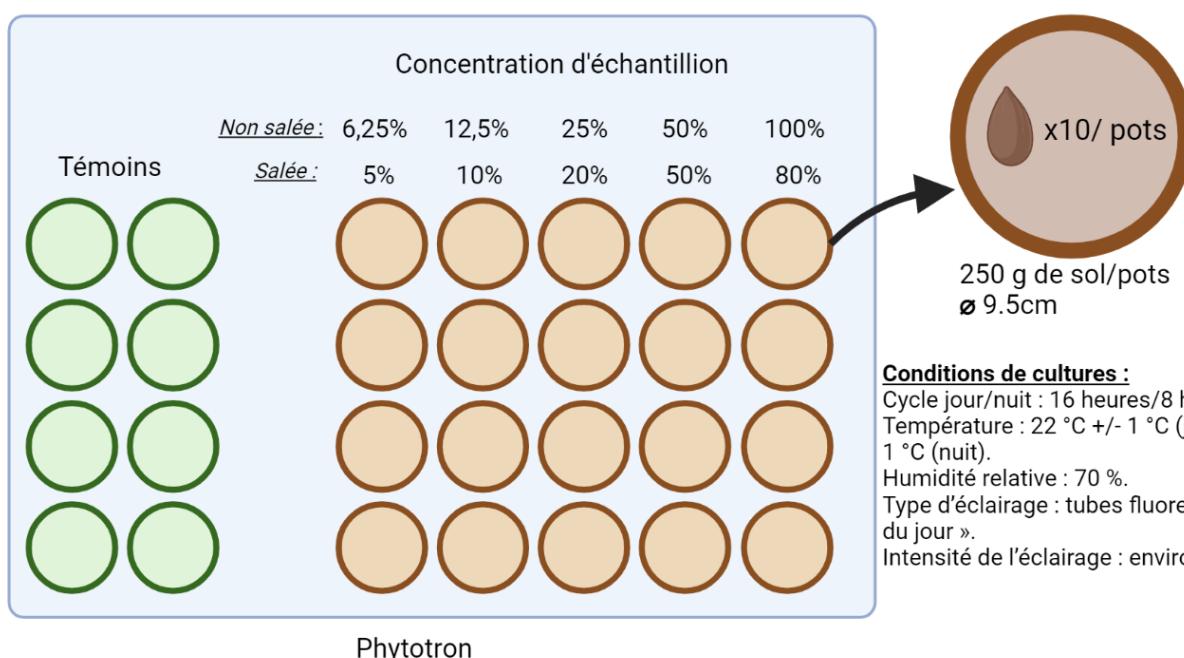


Figure 5 : Schéma du test de croissance et germination sur *A. sativa* avec les différentes conditions de cultures et les concentrations d'échantillons utilisés pour des conditions salée et non salée.

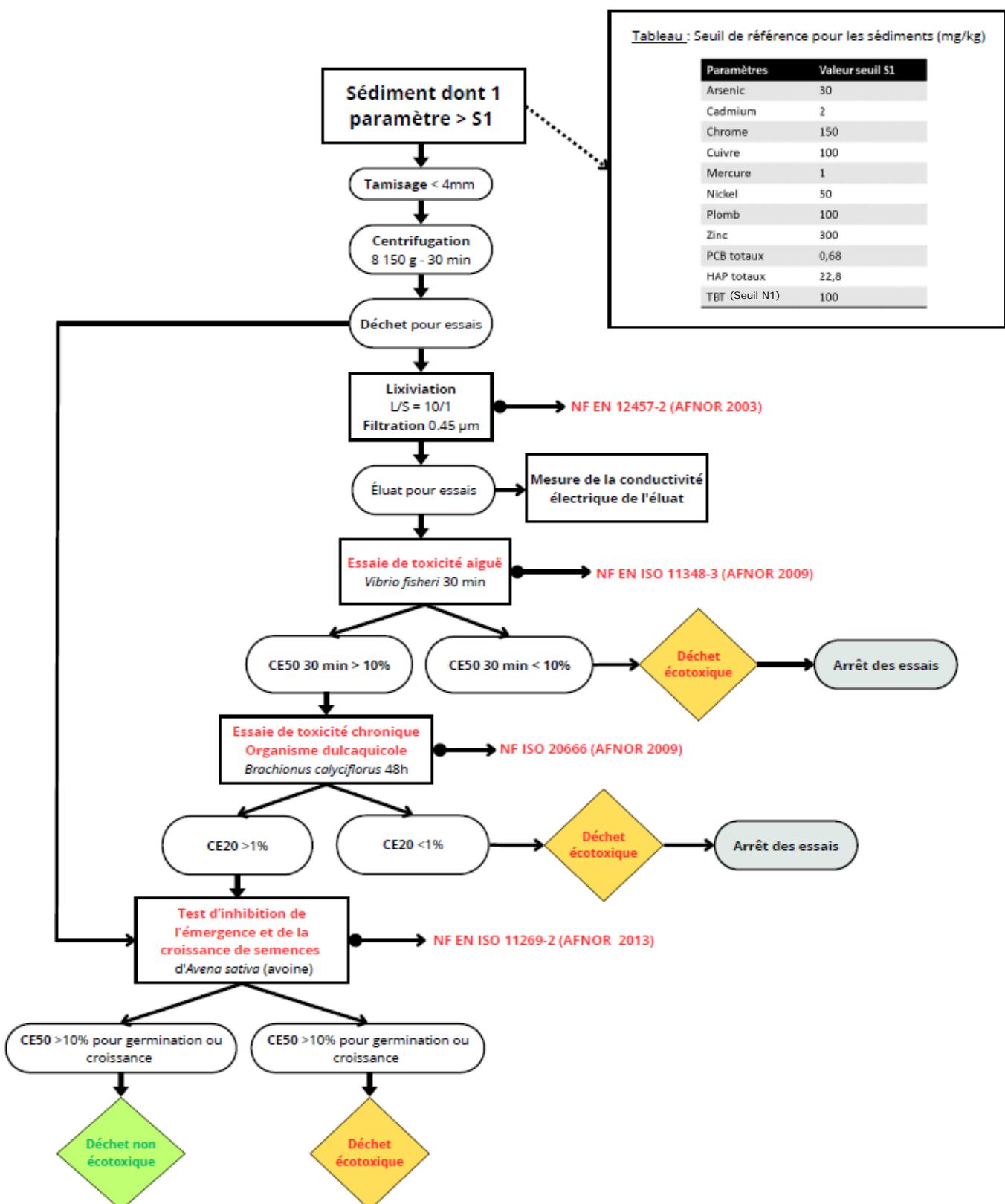


Figure 6 : Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP 14 pour les sédiments (INERIS, 2016) [06]

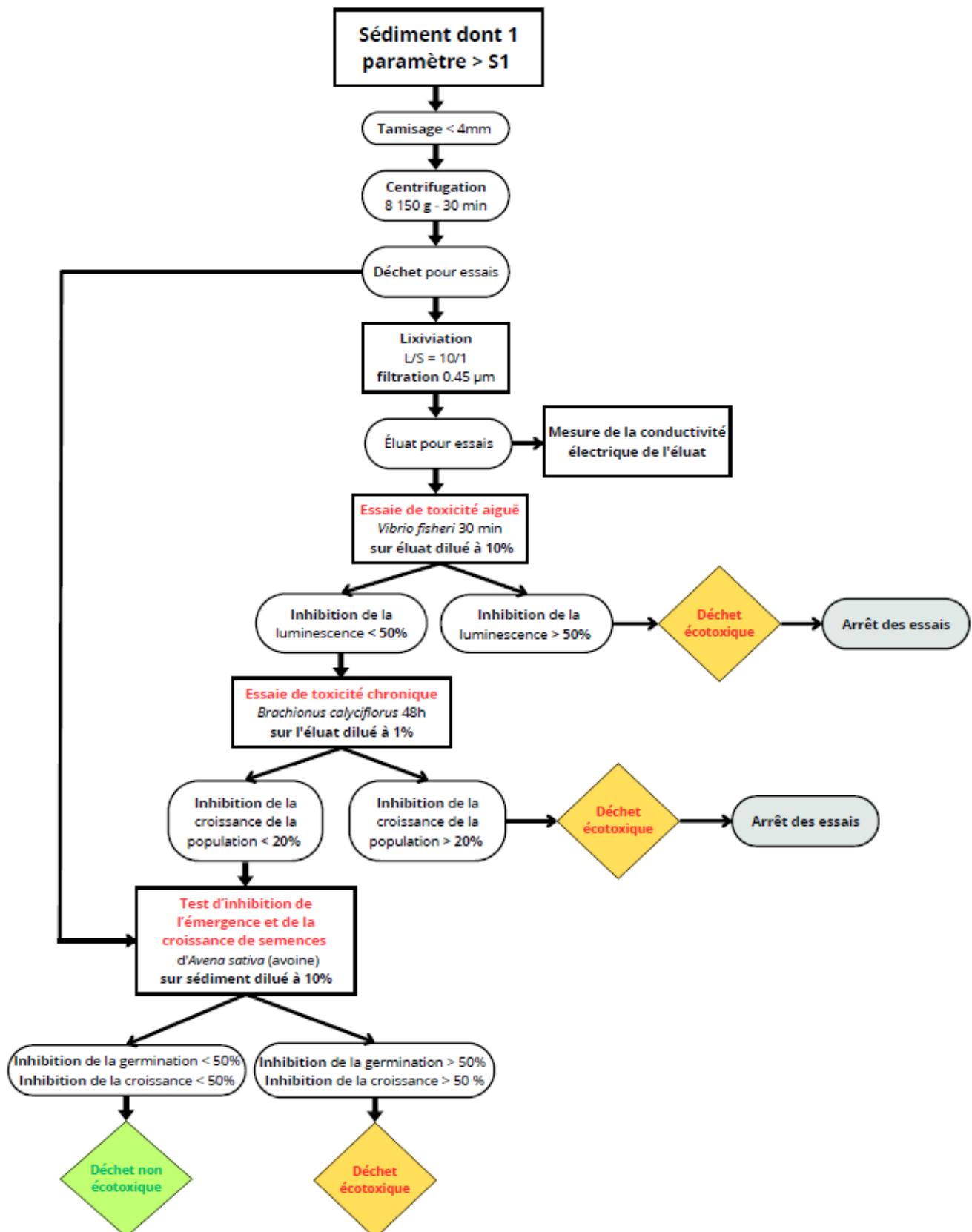


Figure 7 : Protocole d'évaluation de la propriété de danger HP 14 pour les sédiments « optimisée aux seuils » (INERIS, 2016) [06]

## 2.8. Analyse des données

Les analyses de données sont réalisées via des logiciels ou macro Excel :

- Test Microtox® : calcul de la CE50 à partir du logiciel Microtox-Ommi lié à l'appareil spécifique de Microtox®
- Test sur *B. calyciflorus* : calcule de la CE20 à partir d'une macro Excel, regtox\_ev6.6.2.xls qui est un modèle logistique basé sur l'équation de Hill pour une détermination dose-réponse.
- Test sur *A. sativa* : calcule de CE50 via modèle statistique Log-Probit ou par interpolation linéaire (logiciel Toxcalc)

## 2.9. Recherche bibliographique des limites du protocole.

Les références bibliographiques sont très limitées dû à la nature très spécifique et national du protocole. Rare sont les articles scientifiques qui traitent de l'ensemble du protocole. Les recherches bibliographiques se sont donc portées sur chaque élément ou étapes du protocole. Ce procédé peut être réalisé puisque que chacune des expériences est indépendante des unes des autres.

# 3. Résultats - Analyses bibliographiques

## 3.1. Limites du protocole HP14

### Salinité

La plus grande limite du protocole HP14 est qu'il traite à la fois du sédiment marin et du sédiment terrestre. Entre ces matrices, la plus grande différence, outre leur origine, est le paramètre de salinité. La salinité de l'eau dans l'océan Pacifique et Atlantique est autour des 35g/L, alors que dans les eaux douces continentales la salinité est inférieure à 1g/L en moyenne. En milieu estuarien, la salinité fluctue donc aussi en fonction des apports continentaux. Cette concentration en sels va grandement varier en fonction des sites de dragage. Les ports se trouvent généralement dans les embouchures de fleuve et rivière, l'eau n'aura pas la même salinité que l'eau de mer. Cette eau sera plutôt saumâtre, c'est-à-dire une eau dont la teneur en sel

est inférieure à celle de l'eau de mer, soit généralement entre 1 et 10g/l.

Il est connu que le sel va avoir un effet plutôt néfaste sur le développement et la croissance, induisant notamment un stress hydrique sur les plantes [11], d'où une étape préalable de centrifugation des sédiments pour faire diminuer cette salinité à des niveaux qui permettent aux plantes, théoriquement, de ne pas subir les effets du sel.

Cette question de la salinité a déjà été soulevée par le rapport du BRGM en 2013 [09] qui teste le protocole HP14. Le rapport souligne dans un premier temps que la centrifugation préalable des sédiments pour éliminer cette salinité n'est pas suffisante, constat qui est soutenu par des rapports d'analyses internes à IDRA qui a déjà observé le même phénomène. Dans un second temps, le BRGM, a mis en évidence une relation décroissante entre le pourcentage de sédiment entraînant une CE50 et la conductivité des éluats, qui reflète une salinité résiduelle des sédiments, après centrifugation, significative à  $p=0,001$  et ceci sur un pool de 47 échantillons marins testés, issus de sites différents. Le BRGM préconise que si des sédiments ayant obtenu un résultat écotoxique positif, avec des conductivités  $>8\ 000\ \mu\text{s}/\text{cm}$ , ils devront être commentés avec prudence au vu des effets écotoxiques possibles de la salinité afin de prévenir des faux positifs.

Cette problématique du sel étant le principal paramètre pouvant induire des effets non recherchés, va donc se retrouver sur l'ensemble des tests le long de la démarche expérimentale du protocole HP14.

### *Brachionus calyciflorus*

L'impact du sel peut se poser sur *Brachionus calyciflorus* étant une espèce d'eau douce. Cette espèce peut se retrouver dans les estuaires et est donc confrontée à augmentation de salinité de manière régulière (marée, débits des fleuves). Cependant une salinité trop importante pourrait être néfaste pour eux. Une concentration en sel supérieur à  $2-3\ \text{g}.\text{l}^{-1}$  inhiberait la croissance de la population [12], même si certaines études indiquent une croissance des rotifères pouvant supporter jusqu'à  $5\ \text{g}.\text{l}^{-1}$  [13]. Le principe de la conductivité  $>8000\ \mu\text{s}/\text{cm}$  peut aussi s'appliquer ici pour s'assurer de ne pas avoir d'effet possible de la salinité dans les résultats. Cependant,



l'effet du sel est à limiter puisque les éluats seront dilués durant l'expérience.

Une autre limite possible dans les paramètres d'expérimentation, autre que le paramètre humain, est le pH. Les éluats, qui sont utilisés pour l'expérience, doivent avoir un pH compris entre 5,5 et 8,5. Une étude de **Mitchell & al. (1992) [14]**, a expérimenté les effets du pH sur *B. calyciflorus*. Celle-ci a démontré qu'entre un pH 5,5 et 6,5, la capacité de croissance de la population était diminuée et qu'entre un pH 7,5 et 10,5 elle réaugmentait. Un pH se trouvant dans la limite basse pourrait avoir un effet potentiel sur la croissance des populations de *B. calyciflorus* testés.

### *Microtox®*

Le test Microtox® ne rencontre pas ce problème de salinité puisqu'il s'agit d'une bactérie marine. Le problème rencontré pourra être inverse, avec l'absence de salinité avec les eaux douces, mais un ajout de sel est réalisé pour justement contre balancer le problème. De plus, ce test qui est normé a fait ces preuves. Il fut établi dans les années 80 par **A. Bulich (1979) [15]**. Il permet une excellente reproductibilité et répétabilité, notamment dû à l'utilisation de cultures clonales, *V. fischeri* NRRL B-11177, ce qui réduit les différences génétiques possibles et garanti le contrôle de la qualité de la souche d'essai ainsi qu'une sensibilité et une précision accrues [16][17]. Bien que l'essai affiche une très bonne répétabilité et stabilité, les problèmes les plus courants et les plus prévisibles concernent l'échantillonnage, la température des puits, la salinité de l'essai et la régulation osmotique, le pH, la couleur et la turbidité.

### *Avena sativa*

Cette problématique du sel peut être poussée plus loin. En effet en fonction du génotype de l'avoine utilisée celle-ci possédera une résistance plus ou moins innée au sel [18]. Cependant le génotype des graines utilisées n'a pu être déterminé à la suite d'une discussion avec les laboratoires car ils se fournissent auprès de fournisseurs différents. Seul le caractère de graine non traitée et non issue d'OGM a pu être déterminé.

Le fait qu'il ne s'agit pas des mêmes graines, implique bien évidemment, un biais de mesure supplémentaire dans les interprétations des résultats. Ce constat est aussi applicable au population *B. calyciflorus* mais pas

au test Microtox® car il s'agit d'un test normalisé avec une souche clonale.

## 3.2. Résultats des rapports d'analyse présentant de potentiels faux positifs

Avant toutes analyses des rapports, il est important de dire qu'il s'agit de résultats confidentiels qui n'ont pas pour but d'être transmis à d'autres personnes que le bureau d'études, le maître d'œuvre et les personnes concernées, au projet. Pour des raisons de confidentialité les noms des laboratoires d'analyses ne seront pas divulgués. Le but n'étant pas de discréditer un laboratoire plus qu'un autre, que ce soit dans leurs travaux ou leurs compétences, mais bien d'un échange scientifique pour comprendre la nature des résultats obtenus. Les deux laboratoires concernés ici prendront les noms de laboratoire A et laboratoire B.

L'ensemble des résultats seront exprimés en pourcentage d'échantillons utilisés. Ce qui signifie que moins on utilise d'échantillon, soit un faible pourcentage de ceux-ci pour atteindre la concentration efficace cible, plus le sédiment est toxique.

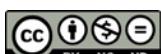
### 3.2.1. Site du port de Lanildut

#### Contexte

Le port de Lanildut est un port se situant au Nort Ouest de Brest, dans le Finistère (29), en Bretagne. Il s'agit d'un milieu ouvert, où l'eau va être renouvelée suivant le rythme des marées. Il a pour activité principale la plaisance. Le prélèvement a été réalisé à la Cale de Tréglonou en 2019. (**Annexe 1**)

Les conditions de prélèvement sont peu renseignées car menées directement par le Maitre d'Ouvrage. L'analyse de la propriété écotoxique (HP14) a été réalisée par le laboratoire B, sous-traitant du laboratoire LABOCÉA qui a réalisé l'analyse physico-chimique. Les résultats du protocole HP14 sont résumés dans le **Tableau 2** et sont basés sur un protocole HP14 optimisé au seuil. (**Fig. 7**)

Le rapport d'analyse sur sédiment brut ne présentait aucun dépassement du seuil N1, que ce soit pour les PCB et les HAP. Cependant aucune analyse de métaux et TBT n'a été réalisée.



Le résultat d'analyse granulométrique par classes nous indique qu'il s'agit, en majeur partie, d'un sable grossier à 85,40%. (**Annexe 1**)

*Tableau 2 : Résultat du test HP14 de la Cale de Tréglonou. En rouge, les valeurs indiquant une écotoxicité.*

<b>Test HP14 sur sédiment</b>		<b>Cale de Tréglonou</b>
Conductivité de l'éluat à 25°C	µS/cm	119
Taux humidité	%	9,8
Matières sèches du matériau soumis à la lixiviation	%	91,10
Matières sèches	%	91,00
<b>Test Microtox® (<i>Vibrio fischeri</i>) sur éluat sédiment dilué à 10%</b>		
pH de l'échantillon avant l'essai	Unité pH	7,9
Oxygène dissous de l'échantillon avant l'essai	Mg(O2) / L	11,4
Inhibition de la luminescence de bactéries marines ( <i>Vibrio fischeri</i> ) à 30mn	%	>45
<b>Conclusion</b>		Non écotoxique
<b>Test <i>Brachionus calyciflorus</i> sur éluat sédiment dilué à 1%</b>		
Inhibition de la croissance de la population de <i>Brachionus calyciflorus</i>	%	<b>38</b>
<b>Conclusion</b>		Écotoxique

## Résultats

Les résultats du test HP 14 (**Tab. 2**) indiquent que le sédiment analysé est écotoxique.

Sur le test Microtox® on observe une inhibition de la luminescence >45% avec un éluat dilué à 10%, soit inférieur à la valeur seuil de 50% pour que considérer l'échantillon comme écotoxique. Cependant pour le test de toxicité chronique sur *B. calyciflorus*, il y a une inhibition de la croissance de la population à 38% soit supérieur au seuil qui est de 20%, ce qui classe le sédiment en écotoxique.

## Interprétation

Le problème majeur de ce résultat écotoxique est la nature même du sédiment analysé : du sable grossier. Le sable ne retient pas de manière importante les polluants, par comparaison à des sédiments fins (argiles, limons), dont la nature et la structure même y est plus favorable. [19]

Le fait que ce résultat ressorte positif interpelle, notamment sur la nature du sédiment, et sur l'analyse chimique de celui-ci qui ne fait ressortir aucune trace de pollution particulière. De plus, le sel n'a eu aucun effet sur le résultat puisque que la conductivité résiduelle est de 119 µS/cm et que la présence d'eau après centrifugation est limitée avec près de 91,00 % de matières sèches.

Le contact avec le laboratoire B n'a donné aucune information pertinente et indique qu'ils sont dans l'incapacité d'expliquer ce résultat.

L'analyse datant de 2019, les sédiments ne sont plus disponibles pour une contre analyse et confirmer ou infirmer le résultat. De plus un test d'inhibition de croissance et germination sur plantes aurait été pertinent puisque celui-ci est le plus sélectif des trois tests. Cela aurait permis là-aussi de confirmer ou infirmer le résultat.

En conclusion de ce cas d'étude, ce résultat reste incertain aux vues des paramètres physico-chimiques analysés et des retours du laboratoire sur ce résultat. Diverses raisons peuvent entrer en ligne de compte pour expliquer ce résultat dans la chaîne de traitement : prélèvement, conditions de stockage des sédiments, mauvaise manipulation durant les expérimentations, etc. De plus, les tests étant réalisés sur des organismes vivants, ils ne peuvent pas donner 100% de résultat stable. Nous sommes donc probablement en présence d'un faux positif. Cependant, il ne faut pas exclure qu'il s'agisse d'un résultat viable, où seule une nouvelle analyse pourrait le confirmer. Cette démarche est d'ailleurs recommandée par IDRA dans le cadre du prochain projet de dragage.

### 3.2.2. Site du canal de Rompsay

Le canal de Rompsay est situé dans la ville de La Rochelle, dans la Charente-Maritime (17), en Nouvelle-Aquitaine.

Il s'agit d'un milieu semi-fermé où le renouvellement d'eau est occasionnel. Ce renouvellement d'eau se réalise principalement avec l'ouverture d'écluse en amont du canal (eau douce) mais de l'eau de mer peut remonter via les marées. Ce canal est utilisé pour l'activité de plaisance.

En prévention d'une future opération de curage, une première campagne d'analyse (Analyse A) fut réalisée,



en avril 2022, qui est ressortie écotoxique. À la suite du résultat, quelques mois après, le maître d'ouvrage a missionné IDRA Environnement pour réaliser une contre-analyse de sédiment sur le même site de prélèvement, aussi bien au niveau physico-chimique qu'écotoxicologique (Analyse B).

L'analyse B fut réalisée à partir de trois échantillons premiers, afin de constituer un échantillon moyen représentatif du canal pour la caractérisation physico-chimique. Un échantillon pour l'essai HP14 fut réalisé sur le même principe et les mêmes stations de prélèvement. Pour la constitution de l'échantillon de l'analyse A, aucune information sur les conditions et les points de prélèvement n'est disponible. Cependant ils ont été réalisés sur la même zone d'intervention que l'analyse B. Pour l'analyse A, il n'y a eu qu'une analyse sur les PCB et HAP ainsi qu'un test HP14.

Le rapport de l'analyse B, au niveau physico-chimique sur sédiment brut, ne présente aucun dépassement de seuil Loi Eau (N1/N2) pour les PCB et le TBT. Pour les ETM, un dépassement du seuil N1 pour le cuivre et mercure est relevé. Pour les HAP, 13 des 16 analysés dépassent le seuil N1 dont un qui dépasse le seuil N2 : le Benzo(b)fluoranthène. Aucun des ETM ne dépasse le seuil S1. Le secteur présente une granulométrie à majorité limoneuse avec plus de 78 %. Une légère fraction sableuse est relevée à un peu plus de 10 %, ainsi qu'une fraction argileuse. (**Annexe 2**)

Le rapport d'analyse A, au niveau physico-chimique, sur sédiment brut, présente un dépassement du seuil N1 pour 4 des 7 des PCB analysés ainsi qu'un dépassement du seuil N1 pour 11 des 16 HAP analysés. Aucun dépassement des éléments analysé pour le seuil S1. (**Annexe 2**)

La granulométrie n'a pas été réalisée, néanmoins, les échantillons A et B étant prélevés sur le même secteur, la granulométrie de l'analyse B est comparable et appliquée à l'analyse A.

Il est important de dire que les deux laboratoires d'analyses qui ont réalisés le protocole HP14, Le A et le B, n'ont pas utilisé les mêmes mesures seuils. Le laboratoire B a utilisé les essais aux seuils (**Fig. 7**), alors que le laboratoire A a utilisé des gammes de concentration (**Fig. 6**). Les résultats peuvent tout même être comparés du fait qu'on utilise des pourcentages d'échantillon/éluat.

### Pour analyse B (Laboratoire A)

Pour le test Microtox® on observe une CE50 avec 80% de l'éluat, soit au-dessus du seuil de 10%. Le test de toxicité chronique sur *B. calyciflorus*, on observe une CE50 à >90% de l'éluat, soit supérieur au seuil qui est à 1%. Et pour le test germination/croissance de l'avoine on observe une germination et croissance de CE50 à >33,6% pour un seuil à < 10%. Les résultats ressortent non écotoxiques. (**Tab.3**)

### Pour analyse A (Laboratoire B)

Pour le test Microtox® on observe une inhibition à >45% avec un éluat 10% soit en dessous du seuil de 50% d'inhibition de la luminescence. Le test sur *B. calyciflorus* présente une inhibition de 43% pour un éluat dilué à 1%, soit supérieur au seuil de 20%. Le sédiment ressort donc écotoxique. Cependant, un test de germination/croissance sur matrice brute a été effectué. Les résultats ont montré une germination inhibée à 12% et une croissance inhibée à 1% sur un sédiment dilué à 10% avec un seuil de 50%, ce qui classe le sédiment en tant que non écotoxique. Ces résultats sont troublants puisque le test sur matrice brute, qui est plus sélectif, ressort largement non écotoxique alors que le test sur *B. calyciflorus* est, au vue des résultats, classé écotoxique alors qu'il est moins sélectif que le test sur matrice brute. (**Tab.3**)

### Comparaison des analyses

Quand on compare les deux analyses, on constate que les tests sur *B. calyciflorus* sont contradictoires. Pour l'analyse du laboratoire A, il faut utiliser plus 90% de l'éluat pour obtenir la CE20 qui peut se traduire par une inhibition de la reproduction à 20%, mais avec seulement 1% de l'éluat, on observe une inhibition de la reproduction de 43%, pour l'analyse du laboratoire B. On peut donc observer une dissonance entre les deux résultats.

Pour les deux autres tests (Microtox® et *A. sativa*), les résultats sont plus en accord, ce qui renforce l'interrogation du résultat sur le test *B. calyciflorus*.

### Interprétation

Ne connaissant pas la caractérisation physico-chimique du prélèvement de l'analyse A, pour les



ETM, il est possible que la présence d'un polluant induise un effet toxique sur *B. calyciflorus*. Cependant cela est peu probable. Les sédiments issus de l'analyse B étant dans même secteur que l'analyse A, non remanié dans le lapse de temps des deux échantillonnages, ne présentaient pas de pollution probante aux ETM. Néanmoins, ne connaissant pas le

protocole de prélèvement réalisé pour les analyses A, il est possible que les conditions de prélèvement aient été divergentes.

Autre possibilité, une mauvaise manipulation du laboratoire qui donne des résultats erronés. Une discussion avec le laboratoire B à ce sujet n'a abouti à aucune explication probante.

*Tableau 3 : Comparaison d'analyse de résultat HP14 entre le laboratoire A et B. \* Moins 1g/l de sels soit un sédiment très peu salé. En rouge, les valeurs indiquant une écotoxicité.*

Comparaison d'analyse HP14 entre le laboratoire A et B			
Localisation		Rompsay	
Laboratoire		Lab. A	Lab. B
Référence échantillon		Analyse B	Analyse A
Écotoxicité avec protocole HP14			
<b>Paramètre physico-chimique</b>			
Teneur en eau de l'échantillon brut	%	59%	116,90%
Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation à 8150 g	%	58%	NA
Conductivité de l'eau interstitielles obtenus	µS/cm	18500	NA
pH éluat	Unité pH	7,9	7
Oxygène dissous de l'éluat	mg/L	7,4	8
Conductivité de l'éluat	µS/cm	2160	<1 g/L*
<b>Test Microtox (<i>Vibrio fischeris</i>) sur éluat</b>			
CE50 - 5min seuil 10%	%	>80%	
CE50 - 15min seuil 10%	%	>80%	
CE50 - 30min seuil 10%	%	>80%	
Inhibition de la luminescence (seuil à 50%) avec éluat 10%	%		>45%
<b>Test Brachionus calyciflorus sur éluat</b>			
CE20 seuil <1% - 48h	%	>90,0%	
Inhibition reproduction de Brachionus calyciflorus en 48h (seuil 20%) avec éluat dilué à 1%	%		43%
<b>Test germination/croissance sur matrice brute</b>			
CE 50 - 7j seuil <10% - Germination	% de MS	>33,6%	
CE 50 - 14j seuil <10% - Croissance	% de MS	>33,6%	
Inhibition de la germination (seuil 50%) sur sédiment dilué à 10%	%		12
Inhibition de la croissance (seuil 50%) sur sédiment dilué à 10%	%		1
<b>Conclusion</b>		<b>Non écotoxique</b>	<b>Écotoxique</b>

Les résultats ont été validés et ne présentaient pas



de valeurs incohérentes par rapport aux témoins, ainsi que de remarque particulière sur le déroulé des expériences. Cependant, le laboratoire n'est pas en capacité d'expliquer la différence observée entre les tests sur les *B. calyciflorus*. De plus, ici la conductivité ne rentre pas en ligne de compte en raison de faibles valeurs mesurées (2160 µS/ms pour analyse B et <1g/L pour l'analyse A).

La dernière possibilité est qu'il s'agisse d'organismes vivants (*B. calyciflorus*) de populations différentes et ne venant pas des mêmes fournisseurs. Les organismes n'étant pas fiables à 100%, ils peuvent parfois induire des faux positifs ainsi que des variabilités inter analyse. Cette variabilité est notamment observée pour *A. sativa* et peut s'expliquer par des fournisseurs différents ; cela pourrait également être le cas pour *B. calyciflorus*.

### 3.2.3. Site du port de plaisance de Vannes

Le port de plaisance se situe en centre-ville de Vannes, dans le Morbihan (56), en Bretagne. Il s'agit d'un milieu fermé avec l'arrivée d'eaux pluviales et d'origine urbaine dans le bassin, sans traitement préalable.

Dans le cadre d'un projet de dragage et de la gestion des sédiments, le bureau d'étude IDRA Environnement a été missionné pour réaliser une étude sédimentaire préalable.

Deux campagnes de prélèvements ont été réalisées en 2018. Une première campagne en février 2018 (échantillon 1) et une seconde, à la suite du résultat de la première campagne, en mai 2018 (échantillon 2).

L'échantillon 1 est constitué de 2 sous-échantillons : un échantillon haut (E1H) et un échantillon bas (E1B) (prélèvements réalisés grâce à un carottier et les carottes de prélèvement ont été divisés en 2 parties : une partie haute (E1H) et une partie basse (E1B)).

- L'échantillon E1H, pour les ETM, présentait un dépassement du seuil N1 pour Arsenic, Zinc et un dépassement du seuil N2 pour le Cuivre. Ces trois éléments dépassent le seuil S1. Pour les PCB et le TBT aucun dépassement n'est à noter pour N1, N2 et S1. Pour les HAP, 10 des 16 analysés, dépassent le seuil N1. (**Annexe 3**)
- L'échantillon E1B, pour les ETM, présentait un dépassement du seuil N1 pour le plomb, le zinc et le cadmium ainsi qu'un dépassement

du seuil N2 pour le cuivre et le mercure. Un dépassement du seuil S1 pour le Plomb et le zinc est observé. Pour les PCB aucun dépassement n'est à noter vis-à-vis des seuils N1, N2 et S1. Pour les HAP, les 16 HAP analysés dépassent le seuil N1 dont 13 d'entre eux dépassent le seuil N2 et la somme des HAP dépasse le seuil S1. Un dépassement du seuil N1 et S1 pour le TBT est aussi présent. (**Annexe 3**)

La caractérisation physique des sédiments de l'échantillon 1 a permis de déterminer une granulométrie principalement limoneuse à 74.4% avec une fraction de sable fin à 11.2%, 9.8% de sable grossier et 4.7% d'argile. (**Annexe 3**)

Un échantillon moyen pour l'HP14 a été réalisé en même temps sur les mêmes sites pour les deux échantillons.

L'échantillon 2 n'a pas fait l'objet d'analyse physico-chimique dû fait qu'il a été réalisé sur les mêmes points de prélèvements que l'échantillon 1 et qu'il s'agit d'une contre analyse à la suite du résultat écotoxicité de cet échantillon. La chimie et la granulométrie de l'échantillon 1 seront donc appliquées à l'échantillon 2.

### Échantillon 1 HP14

Pour le test Microtox® on observe une CE50 avec 80% de l'éluat, à 30 min, soit au-dessus du seuil de 10%. Pour le test de toxicité chronique sur *B. calyciflorus*, on observe une CE50 à 19,10% de l'éluat, soit supérieur au seuil qui est à 1%. Et pour le test germination/croissance de l'avoine on observe une germination à CE50 de 8,6% et une croissance à CE50 de 8,1%, soit inférieur au seuil des 10%. Les résultats ressortent positifs et le sédiment est considéré comme écotoxicité. (**Tab. 4**)

### Échantillon 2 HP14

Pour le test Microtox® on observe une CE50 avec 80% de l'éluat, à 30 min, soit au-dessus du seuil de 10%. Pour le test de toxicité chronique sur *B. calyciflorus*, on observe une CE50 à 90% de l'éluat, soit supérieur au seuil qui est à 1%. Et pour le test germination/croissance de l'avoine on observe une



germination à CE50 de 14,3% et une croissance à CE50 de 14,8%, soit supérieur au seuil des 10%. Les résultats ressortent négatifs et le sédiment est considéré comme non écotoxique. (**Tab. 4**)

#### *Comparaison échantillon 1 et 2 HP14*

Le test Microtox® ne présente aucune différence entre les deux analyses. Pour le test germination et

croissance on observe une différence pour la germination qui est à 8,6% pour l'échantillon 1 HP14 alors et 14,3% pour l'échantillon 2 HP14. Même constat pour la croissance avec 8,1% pour l'échantillon 1 HP14 et 14,8% pour l'échantillon 2 HP14.

La plus grande différence observable est pour le test sur *B. calyciflorus* où l'on observe 19,10% pour l'échantillon 1 HP14 et 90% pour l'échantillon 2 HP14.

*Tableau 4 : Comparaison d'analyse HP14 entre l'échantillon 1 et 2. Les valeurs entre parenthèse représentent les écarts types. En rouge, les valeurs indiquant une écotoxicité.*

Comparaison d'analyse du protocole HP14 Laboratoire A			
Localisation		Port Vannes plaisance	
Référence échantillon		Échantillon 1 HP14	Échantillon 2 HP14
Prélèvement		févr-18	mai-18
Écotoxicité avec protocole HP14			
Paramètre physico-chimique			
Teneur en eau de l'échantillon brut	%	61%	71%
Teneur en eau de l'échantillon après tamisage et centrifugation	%	46%	51%
Conductivité eaux interstitielles	µS/cm	42 400	43 600
pH élutat	Unité pH	7,7	7,9
Oxygène dissous de l'éléuat	mg/L	7,8	9,1
Conductivité de l'éléuat	µS/cm	5 200	6 310
Test Microtox® ( <i>Vibrio fischeris</i> ) sur élutat			
CE50 - 5min seuil 10%	%	80%	80%
CE50 - 15min seuil 10%	%	80%	80%
CE50 - 30min seuil 10%	%	80%	80%
Test <i>Brachionus calyciflorus</i> sur élutat			
CE20 seuil 1% - 48h	%	19,10%	90%
Test germination/croissance sur matrice brute			
CE 50 - Germination- seuil 10% et intervalle de confiance à 95%	% de MS	8,60%	14,30%
		(5,5 - 13,2)	(10,9 - 18,5)
CE 50 - Croissance - seuil 10% et intervalle de confiance à 95%	% de MS	8,10%	14,80%
		(6,0 - 11,0)	(11,1 - 19,6)
<b>Conclusion</b>		Écotoxique	Non écotoxique



## Interprétation

Si l'on compare les résultats, ce sont bien les résultats du test sur *B. calyciflorus* qui se démarquent le plus. On observe une grande différence entre les deux résultats : 19,10% et 90%. Une discussion avec le laboratoire A, qui a réalisé l'ensemble des essais, n'a pas permis d'établir clairement les raisons de cette différence entre les résultats. La population ne présentait pas de sensibilité particulière et répondait correctement au témoin positif. Aucune observation particulière lors de la réalisation du protocole n'a été relevée. Au vu des informations disponibles, nous ne pouvons qu'émettre des hypothèses sur la nature des résultats obtenus. Dans un premier temps, il est probable qu'un problème ne fut pas notifié lors de la réalisation de l'expérience et une hypothétique différence de température pourrait avoir ralenti la croissance et la reproduction des individus (éch. 1HP14). Le second cas, le plus probable, est lié aux organismes vivants. Il se peut, que cette population, ce jour ci, se soit mal reproduite et a abouti à un résultat contrasté.

Pour le test de germination et croissance, la différence de résultats qui aboutit à la conclusion du caractère écotoxique, est également liée à l'utilisation d'organismes vivants. De plus, ces résultats et ces différences, nous permettent de comprendre que cette matrice sédimentaire est complexe. Cette complexité se voit notamment grâce à l'écart type qui chevauche (échantillon 1 HP14) ou touche de très peu le seuil (échantillon 2 HP14) des 10% : 5,5 - 13,2 % pour l'échantillon 1 et 10,9-18,5 pour l'échantillon 2 au niveau de la germination ainsi que 6,0-11,0 % pour échantillon 1 et 11,1 - 19,6 % pour l'échantillon 2 au niveau de la croissance. (**Tab. 4**)

## 4. Discussion

Dans cette étude critique du protocole HP14 et des cas d'études liés, nous avons pu voir qu'ils existent plusieurs biais possibles. Le protocole lui-même, par sa structure et nature, avec notamment le traitement de deux matrices différentes : une salée, l'autre non, part la mise en œuvre du protocole, du prélèvement des sédiments à l'analyse finale et enfin des analyses réalisées par des laboratoires privés, qui peuvent aboutir à des résultats difficiles à interpréter ou contradictoires, voire avec de potentiels faux positifs.

La nature récente du protocole HP14 sous sa forme actuelle et nationale, rend bien faible les discussions autour de évolutions de celui-ci. **Lecompte & al. (2020)** [20] ont mis au jour que le ratio liquide/solide utilisé lors de la lixiviation (L/S = 10) pouvait masquer d'éventuels effets écotoxiques sur des organismes dû à une trop forte dilution. Un maximum d'effet écotoxique était observé avec un ratio L/S= 0,1 et diminuait avec l'augmentation du ratio jusqu'à L/S = 2.

Le fait d'une diminution du ratio L/S, pour augmenter la sensibilité de détection d'effet écotoxique est intéressant, et permettrait d'améliorer l'analyse de sédiment présentant une pollution qui peut avoir un impact sur l'environnement, mais qui ne ressort pas écotoxique avec le ratio L/S actuel. Ce changement pourrait être appliqué sans problème sur des sédiments continentaux mais pas sur des sédiments marins ou des sédiments présentant une concentration de sel supérieure à l'eau douce. En effet, diminuer ce ratio revient à diminuer la dilution et donc augmenter la concentration en sel dans les éluats, laquelle par la suite pourrait induire un effet écotoxique non recherché sur les organismes testés, par augmentation de sa concentration. [11][12]

Un autre élément qui n'a pas été soulevé par cette étude critique et par le protocole, est le mélange de polluants : l'effet cocktail. Lors de la caractérisation physico-chimique des sédiments, 32 éléments sont analysés en routine et réglementairement (Arrêté du 30 juin 2020 [21]), tous de nature différentes (ETM, HAP, PCB, TBT). Ces divers éléments peuvent interagir ou non entre eux, peuvent avoir des effets synergiques, additifs, antagonismes ou d'inhibition. La présence ou l'absence d'un composé, la concentration et le temps d'exposition peut changer l'ensemble des interactions [22]. **Raiesi & al. (2018)** [23] ont analysés l'effet du sel en présence du cadmium sur des populations microbiennes du sol. Ils ont observé un effet synergique entre le sel et le cadmium qui augmentait la toxicité du métal, cadmium qu'on peut retrouver dans des sédiments marins pollués. **Xu & al. (2015)** [24] ont montré qu'un mélange multiple d'ETM (Cu, Zn, Cd, Cr et Mn) avait un effet négatif sur la reproduction de *Brachionus calyciflorus*. On retrouve aussi des effets synergiques entre les métaux et HAP, qui vont venir amplifier les effets délétères des HAP (intégrité membranaire et perméabilité aux métaux, etc.) [25]



Cette étude sur le protocole HP14, présente tout de même de nombreuses limites qui génèrent des points de fragilité, liée à la portée nationale voulue pour ce protocole, et qui ne possède aucune méthode d'évaluation ayant un statut réglementaire. Les normes liées, présentant un coût financier, n'ont pu être obtenues, limitant ainsi ce travail et entraînant des lacunes vis-à-vis d'autres explications possibles et d'informations.

L'interprétation des raisons possibles qui ont amené aux résultats reste à ce stade hypothétique et ne permet pas de fiabiliser les explications sur les résultats obtenus des laboratoires. Seules de

nouvelles analyses permettraient une interprétation et une comparaison avec les résultats précédents.

Dans la perspective future de ce travail, l'obtention des normes utilisées dans le protocole HP14 serait bénéfique et permettrait une meilleure compréhension et interprétation des limites.

Une prise de contact sur du long terme avec les laboratoires favorisera une meilleure transmission d'information dans leur mise en place du protocole HP14. Une visite sur site serait elle aussi intéressante relativement aux étapes de manipulation.

## Remerciements

Je voudrais tout d'abord remercier Alain DREAU ainsi que toutes l'équipe d'IDRA Environnement de m'avoir accueilli dans leur entreprise.

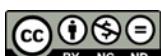
Je tiens aussi à remercier les laboratoires d'analyses d'avoir pris de leur temps pour discuter de leurs résultats et protocole expérimental.

Je souhaite aussi remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce rapport de stage.



## Références bibliographiques

- [01] GEODE. Suivis environnementaux des opérations de dragage et d'immersion. (**2012**)
- [02] CEREMA. Rapport d'étude. Enquête dragega 2018. Enquête nationale sur les dragages des ports maritimes. (**2018**)
- [03] Arrêté du 9 août 2006 relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux relevant respectivement des rubriques 2.2.3.0, 4.1.3.0 et 3.2.1.0 de la nomenclature annexée à l'article R. 214-1 du code de l'environnement (**2006**)
- [04] Circulaire N° 2000-62 du 14 juin 2000 relative aux conditions d'utilisation du référentiel de qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire défini par l'arrêté interministériel (**2000**)
- [05] Décision n° 2014/955/UE du 18/12/14 modifiant la décision 2000/532/CE établissant la liste des déchets, conformément à la directive 2008/98/CE du Parlement européen et du Conseil (**2014**)
- [06] PANDARD. Classification réglementaire des déchets - Guide d'application pour la caractérisation en dangerosité. Rapport INERIS-DRC-15-149793-06416A. (**2016**)
- [07] Arrêté du 12 décembre 2014 relatif aux conditions d'admission des déchets inertes dans les installations relevant des rubriques 2515, 2516, 2517 et dans les installations de stockage de déchets inertes relevant de la rubrique 2760 de la nomenclature des installations classées (**2014**)
- [08] C. Mouvet. BRGM. Protocole pour l'évaluation de l'écotoxicité de sédiments destinés à une gestion à terre. BRGM/RP-06835-FR. (**2012**)
- [09] C. Mouvet. BRGM. Test du protocole d'écotoxicologie (critère H14) pour l'évaluation du caractère dangereux de sédiments destinés à une gestion à terre. BRGM/RP-61420-FR. (**2013**)
- [10] Circulaire n° 2000-62 du 14 juin 2000 relative aux conditions d'utilisation du référentiel de qualité des sédiments marins ou estuariens présents en milieu naturel ou portuaire défini par l'arrêté interministériel (**2000**)
- [11] Safdar, H., Amin, A., Shafiq, Y., Ali, A., Yasin, R., Shoukat, A., ... & Sarwar, M. I. A review: Impact of salinity on plant growth. *Nat. Sci.*, 17(1), 34-40. (**2019**)
- [12] Sarma, S. S. S., Nandini, S., Morales-Ventura, J., Delgado-Martínez, I., & González-Valverde, L. Effects of NaCl salinity on the population dynamics of freshwater zooplankton (rotifers and cladocerans). *Aquatic Ecology*, 40, 349-360. (**2006**)
- [13] Green, J. Zooplankton associations in East African lakes spanning a wide salinity range. *Hydrobiologia*, 267, 249-256. (**1993**)
- [14] Mitchell, S. A. The effect of pH on Brachionus calyciflorus Pallas (Rotifera). *Hydrobiologia*, 245, 87-93. (**1992**)
- [15] Bulich, A.A. Use of luminescent bacteria for determining toxicity in aquatic environments, in Aquatic Toxicology Second Conference, L.L. Marking and R.A. Kimerle (eds.), ASTM STP 667, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, pp. 98-110 (**1979**)



- [16] Johnson, B. T. Microtox® acute toxicity test. Small-Scale Freshwater Toxicity Investigations: Toxicity Test Methods, 69-105. **(2005)**
- [17] Qureshi, A. A., Bulich, A. A., & Isenberg, D. L. Microtox\* Toxicity Test Systems—Where They Stand Today. In Microscale Testing in Aquatic Toxicology (pp. 185-199). CRC Press. **(2018)**
- [18] Roy, A. K., Malaviya, D. R., Anand, A., Choubey, R. N., Baig, M. J., Dwivedi, K., & Kaushal, P. Salinity tolerance of *Avena sativa* fodder genotypes. Tropical Grasslands-Forrajes Tropicales, 9(1), 109-119. **(2021)**
- [19] Warr, L. N., Perdrial, J. N., Lett, M. C., Heinrich-Salmeron, A., & Khodja, M. Clay mineral-enhanced bioremediation of marine oil pollution. Applied Clay Science, 46(4), 337-345. **(2009)**
- [20] Lecomte, T., Mamindy-Pajany, Y., Lors, C., Lemay, M., Abriak, N. E., Bazin, C., & Vernus, E. A methodological approach for ecotoxicological characterization of non-hazardous sediments for their beneficial reuse. Journal of Soils and Sediments, 20, 2608-2618. **(2020)**
- [21] Arrêté du 30 juin 2020 modifiant l'arrêté du 9 août 2006 relatif aux niveaux à prendre en compte lors d'une analyse de rejets dans les eaux de surface ou de sédiments marins, estuariens ou extraits de cours d'eau ou canaux relevant respectivement des rubriques 2.2.3.0, 3.2.1.0 et 4.1.3.0 de la nomenclature annexée à l'article R. 214-1 du code de l'environnement **(2020)**
- [22] Ribera, D., & Taberly, J. Mélanges de polluants, toxicité, écotoxicité et évaluation des risques. Rapport Final. **(2011)**
- [23] Raiesi, F., Razmkhah, M., & Kiani, S. Salinity stress accelerates the effect of cadmium toxicity on soil N dynamics and cycling: Does joint effect of these stresses matter?. Ecotoxicology and environmental safety, 153, 160-167. **(2018)**
- [24] Xu, X. P., Xi, Y. L., Huang, L., & Xiang, X. L. Effects of multi-metal (Cu, Zn, Cd, Cr, and Mn) mixtures on the reproduction of freshwater rotifer *Brachionus calyciflorus*. *Bulletin of environmental contamination and toxicology*, 95, 714-720. **(2015)**
- [25] Gauthier, P. T., Norwood, W. P., Prepas, E. E., & Pyle, G. G. Metal-PAH mixtures in the aquatic environment: a review of co-toxic mechanisms leading to more-than-additive outcomes. Aquatic toxicology, 154, 253-269. **(2014)**



# Annexe 1 : Cale de Tréglonou

Tableau 1 : Résultats des analyses physico-chimique des sédiments de la Cale de Tréglonou-Aber Ildut

RESULTATS DES ANALYSES DES SEDIMENTS PORT DE L'ABER ILDUT					
Localisation	Cale de Tréglonou-Aber Ildut (Brut)	Référentiel 'Loi sur l'Eau'			
Laboratoire	INOVALYS	Arrêté du 9 août 2006 modifié le 30 juin 2020			
Date prélèvement	avr-19				
Paramètres analysés		N1	N2	S1	
<b>Éléments traces métalliques (ETM)</b>					
Arsenic (As)	mg/kg MS	25	50	30	
Cadmium (Cd)	mg/kg MS	1,2	2,4	2	
Chrome (Cr)	mg/kg MS	90	180	150	
Cuivre (Cu)	mg/kg MS	45	90	100	
Mercure (Hg)	mg/kg MS	0,4	0,8	1	
Nickel (Ni)	mg/kg MS	37	74	50	
Plomb (Pb)	mg/kg MS	100	200	100	
Zinc (Zn)	mg/kg MS	276	552	300	
<b>Polychlorobiphényles (PCB)</b>					
PCB 28	mg/kg MS	<0,01	0,005	0,01	
PCB 52	mg/kg MS	<0,01	0,005	0,01	
PCB 101	mg/kg MS	<0,01	0,01	0,02	
PCB 118	mg/kg MS	<0,01	0,01	0,02	
PCB 138	mg/kg MS	<0,01	0,02	0,04	
PCB 153	mg/kg MS	<0,01	0,02	0,04	
PCB 180	mg/kg MS	<0,01	0,01	0,02	
PCB totaux	mg/kg MS	-	-	0,68	
<b>Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)</b>					
Naphtalène	mg/kg MS	<0,05	0,16	1,13	
Acénaphthylène	mg/kg MS	<0,03	0,04	0,34	
Acénaphthène	mg/kg MS	<0,03	0,015	0,26	
Fluorène	mg/kg MS	<0,03	0,02	0,28	
Phénanthrène	mg/kg MS	0,03	0,24	0,87	
Anthracène	mg/kg MS	<0,01	0,085	0,59	
Fluoranthrène	mg/kg MS	0,07	0,6	2,85	
Pyrène	mg/kg MS	0,05	0,5	1,5	
Benzo(a)anthracène	mg/kg MS	0,04	0,26	0,93	
Chrysène	mg/kg MS	0,04	0,38	1,59	
Benzo(b)fluoranthrène	mg/kg MS	0,04	0,4	0,9	
Benzo(k)fluoranthrène	mg/kg MS	0,02	0,2	0,4	
Benzo(a)pyrène	mg/kg MS	0,04	0,43	1,015	
Dibenzo(ah)anthracène	mg/kg MS	<0,01	0,06	0,16	
Benzo(ghi)perylène	mg/kg MS	0,03	1,7	5,65	
Indeno(1,2,3-c,d)pyrène	mg/kg MS	0,03	1,7	5,65	
Somme des HAP	mg/kg MS	-	-	22,8	
<b>Composés organostanniques</b>					
Tributylétain (TBT)	µg/kg MS	100	400	100	



Figure 1 : Carte du point de prélèvement

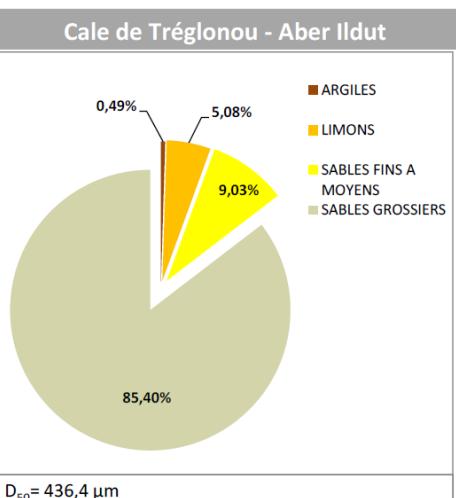


Figure 2 : Granulométrie des sédiments de la Cale de Tréglonou-Aber Ildut

## Annexe 2 : Canal de Rompsay

Tableau 1 : Résultats des analyses physico-chimique des sédiments du canal de Rompsay

RESULTATS DES ANALYSES DES SEDIMENTS SUR LE CANAL DE ROMPSAY						
Localisation	Canal de Rompsay		Référentiel 'Loi sur l'Eau'			
Laboratoire	INOVALYS	EUROFINS	Arrêté du 9 août 2006 modifié le 30 juin 2020			
Analyse	Analyse A	Analyse B				
Date prélèvement	avr-22	nov-22				
Paramètres analysés			N1	N2	S1	
<b>Éléments traces métalliques (ETM)</b>						
Arsenic (As)	mg/kg MS		15,8	25	50	30
Cadmium (Cd)	mg/kg MS		0,35	1,2	2,4	2
Chrome (Cr)	mg/kg MS		41	90	180	150
Cuivre (Cu)	mg/kg MS		82,7	45	90	100
Mercure (Hg)	mg/kg MS		0,5	0,4	0,8	1
Nickel (Ni)	mg/kg MS		23	37	74	50
Plomb (Pb)	mg/kg MS		77,1	100	200	100
Zinc (Zn)	mg/kg MS		187	276	552	300
<b>Polychlorobiphényles (PCB)</b>						
PCB 28	mg/kg MS	0,0021	<0,001	0,005	0,01	
PCB 52	mg/kg MS	0,0099	<0,001	0,005	0,01	
PCB 101	mg/kg MS	0,014	<0,001	0,01	0,02	
PCB 118	mg/kg MS	0,0088	<0,001	0,01	0,02	
PCB 138	mg/kg MS	0,023	<0,001	0,02	0,04	
PCB 153	mg/kg MS	0,019	0,0014	0,02	0,04	
PCB 180	mg/kg MS	0,013	<0,001	0,01	0,02	
PCB totaux	mg/kg MS	0,09	0,004	-	-	0,68
<b>Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)</b>						
Naphtalène	mg/kg MS	0,085	0,061	0,16	1,13	
Acénaphtylène	mg/kg MS	0,091	0,059	0,04	0,34	
Acénaphthène	mg/kg MS	0,026	0,051	0,015	0,26	
Fluorène	mg/kg MS	0,049	0,083	0,02	0,28	
Phénanthrène	mg/kg MS	0,3	0,37	0,24	0,87	
Anthracène	mg/kg MS	0,11	0,16	0,085	0,59	
Fluoranthrène	mg/kg MS	0,75	1,1	0,6	2,85	
Pyrène	mg/kg MS	0,88	1	0,5	1,5	
Benzo(a)anthracène	mg/kg MS	0,48	0,54	0,26	0,93	
Chrysène	mg/kg MS	0,097	0,54	0,38	1,59	
Benzo(b)fluoranthrène	mg/kg MS	0,59	1,1	0,4	0,9	
Benzo(k)fluoranthrène	mg/kg MS	0,15	0,23	0,2	0,4	
Benzo(a)pyrène	mg/kg MS	0,74	0,65	0,43	1,015	
Dibenzo(ah)anthracène	mg/kg MS	0,072	0,13	0,06	0,16	
Benzo(ghi)perylène	mg/kg MS	0,55	0,41	1,7	5,65	
Indeno(1,2,3-c,d)pyrène	mg/kg MS	0,43	0,35	1,7	5,65	
Somme des HAP	mg/kg MS	5,4	6,8	-	-	22,8
<b>Composés organostanniques</b>						
Tributylétain (TBT)	µg/kg MS		<2.0	100	400	100

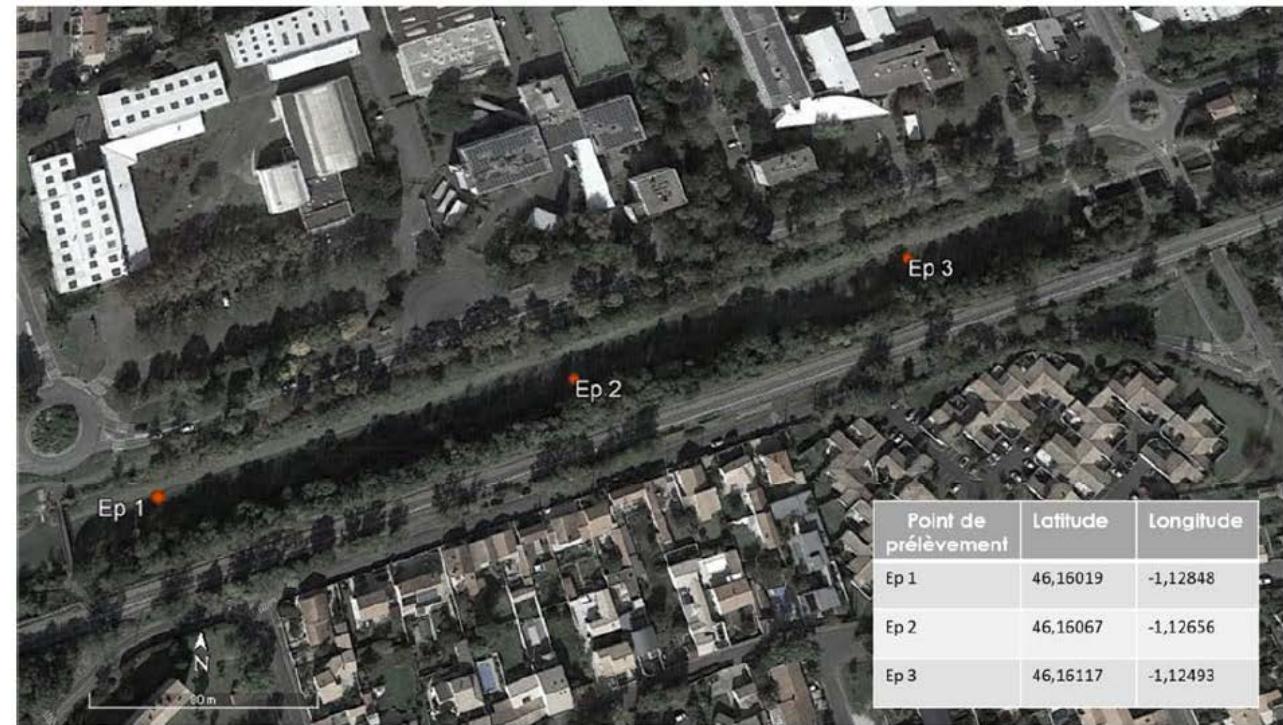


Figure 1 : Carte des points de prélèvements

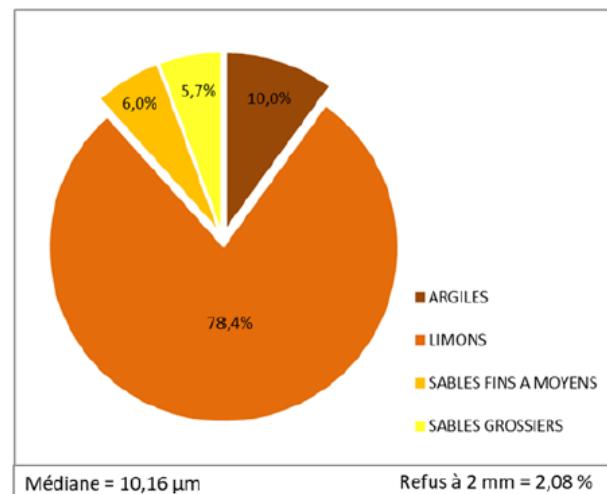
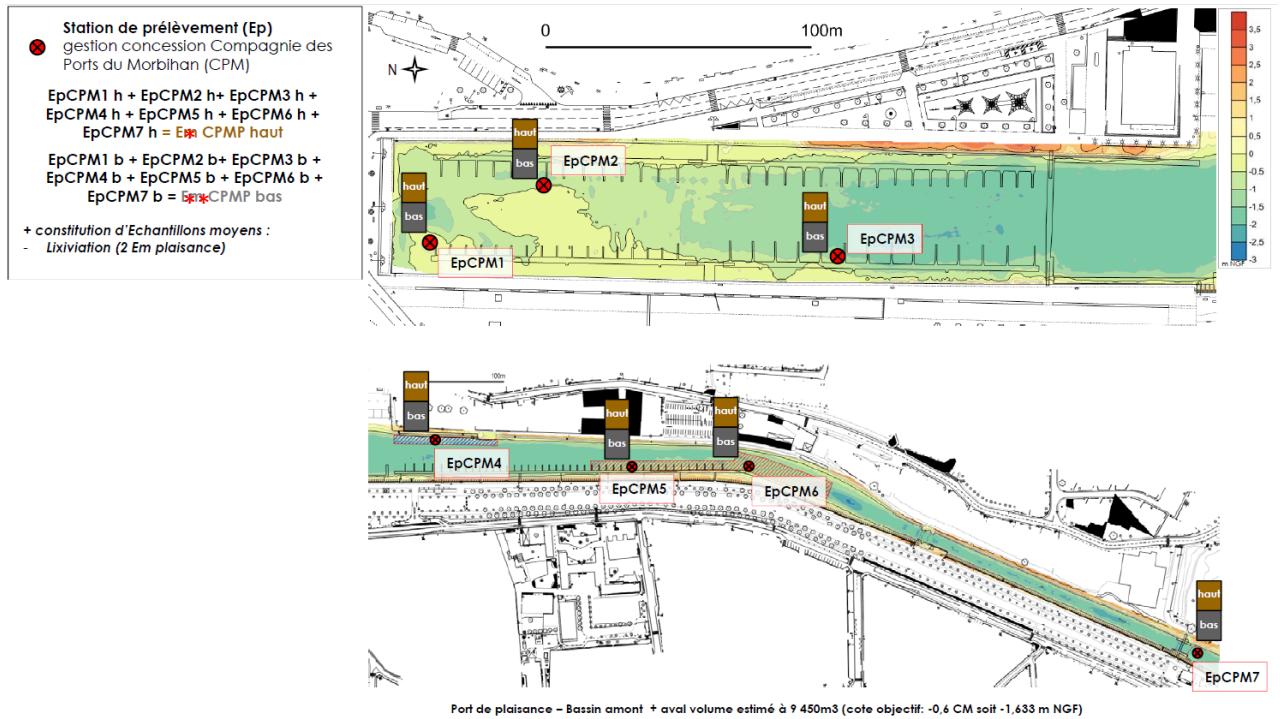


Figure 2 : Granulométrie des sédiments du canal de Rompsay

# Annexe 3 : Port de plaisance de Vannes

Tableau 1 : Résultats des analyses physico-chimique des sédiments port de plaisance de Vannes

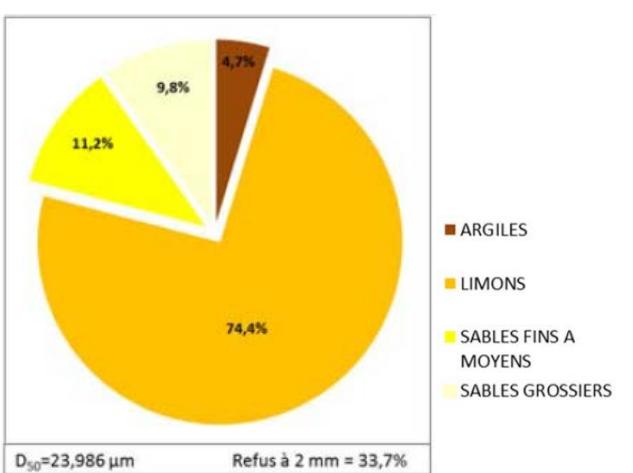
RESULTATS DES ANALYSES DES SEDIMENTS SUR LE PORT DE PLAISANCE VANNES						
Localisation	Port de plaisance		Référenciel 'Loi sur l'Eau'			
Point d'analyse	E1H	E1B	Arrêté du 9 août 2006 modifié le 30 juin 2020			
Date prélèvement	févr-18	févr-18				
Paramètres analysés	N1	N2	S1			
<b>Éléments traces métalliques (ETM)</b>						
Arsenic (As)	mg/kg MS	34,7	15,3	25	50	30
Cadmium (Cd)	mg/kg MS	0,75	1,28	1,2	2,4	2
Chrome (Cr)	mg/kg MS	34,6	37,6	90	180	150
Cuivre (Cu)	mg/kg MS	104	98,1	45	90	100
Mercure (Hg)	mg/kg MS	0,31	0,98	0,4	0,8	1
Nickel (Ni)	mg/kg MS	20,2	24,3	37	74	50
Plomb (Pb)	mg/kg MS	75,8	196	100	200	100
Zinc (Zn)	mg/kg MS	408	474	276	552	300
<b>Polychlorobiphényles (PCB)</b>						
PCB 28	mg/kg MS	<0,001	<0,001	0,005	0,01	
PCB 52	mg/kg MS	<0,001	<0,0021	0,005	0,01	
PCB 101	mg/kg MS	<0,001	0,0011	0,01	0,02	
PCB 118	mg/kg MS	0,0017	0,0052	0,01	0,02	
PCB 138	mg/kg MS	0,002	0,016	0,02	0,04	
PCB 153	mg/kg MS	0,0029	0,018	0,02	0,04	
PCB 180	mg/kg MS	0,0027	0,004	0,01	0,02	
PCB totaux	mg/kg MS	0,0093	0,046	-	-	0,68
<b>Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)</b>						
Naphtalène	mg/kg MS	0,17	0,3	0,16	1,13	
Acénaphthylène	mg/kg MS	0,065	0,57	0,04	0,34	
Acénaphthène	mg/kg MS	0,19	0,35	0,015	0,26	
Fluorène	mg/kg MS	0,21	0,41	0,02	0,28	
Phénanthrène	mg/kg MS	0,28	1,9	0,24	0,87	
Anthracène	mg/kg MS	0,082	0,64	0,085	0,59	
Fluoranthène	mg/kg MS	0,32	5,4	0,6	2,85	
Pyrène	mg/kg MS	0,24	3,6	0,5	1,5	
Benzo(a)anthracène	mg/kg MS	0,3	3,7	0,26	0,93	
Chrysène	mg/kg MS	0,29	3,2	0,38	1,59	
Benzo(b)fluoranthène	mg/kg MS	0,58	4,7	0,4	0,9	
Benzo(k)fluoranthène	mg/kg MS	0,24	1,9	0,2	0,4	
Benzo(a)pyrène	mg/kg MS	0,54	5,5	0,43	1,015	
Dibenzo(a,h)anthracène	mg/kg MS	0,14	0,84	0,06	0,16	
Benzo(ghi)perylène	mg/kg MS	0,39	3,4	1,7	5,65	
Indeno(1,2,3-c,d)pyrène	mg/kg MS	0,52	3,2	1,7	5,65	
Somme des HAP	mg/kg MS	4,6	40	-	-	22,8
<b>Composés organostanniques</b>						
Tributylétain (TBT)	µg/kg MS	49	200	100	400	100



Port de plaisance – Bassin amont + aval volume estimé à 9 450m3 (cote objectif: -0,6 CM solif -1,633 m NGF)

Port de plaisance

**Figure 1 :** Carte des points de prélèvements du port de plaisance de Vannes. \* Em CPMP haut correspond à E1H. \*\* Em CPMP bas correspond à E1B



**Figure 2 :** Granulométrie des sédiments du port de plaisance de Vannes