# Caractérisation physico-chimique des sédiments de deux bassins de retenue des eaux pluviales : Wissous (urbain) et Ronchin (routier)

Cédric DURAND Véronique RUBAN Michel LEGRET

Laboratoire Central des Ponts et Chaussées

#### Résumé

L'objectif de ce travail est la caractérisation globale et approfondie des matières organique et minérale des sédiments des bassins de décantation et d'infiltration de Wissous et de Ronchin. La fraction minérale des sédiments des bassins de retenue et d'infiltration urbains et routiers a été étudiée par différentes méthodes d'analyses chimiques et physiques : les résultats montrent que les sédiments sont souvent pollués, avec des concentrations supérieures aux valeurs de référence pour les sols pollués. L'étude de la fraction organique montre que les différentes fractions lipidiques sont essentiellement constituées d'hydrocarbures, parmi lesquels notamment des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) à des concentrations élevées. Les HAP proviennent essentiellement de combustions pyrolytiques (bois, charbon, échappement des véhicules diesels, etc.) alors que les hydrocarbures linéaires et polycycliques sont issus des huiles pour moteur et des carburants pour diesels. La mobilité des métaux traces a été aussi étudiée à l'aide du schéma d'extraction séquentielle du bureau communautaire de référence (BCR), ce qui a permis de classer par ordre croissant de mobilité les métaux au sein de l'environnement de la manière suivante :  $Cr \le Ni < Pb \le Cu < Zn \le Cd$ .

DOMAINE : Environnement et génie urbain.

#### Abstract

PHYSICOCHEMICAL CHARACTERIZATION OF SEDIMENTS FROM TWO RETENTION/INFILTRATION PONDS:

WISSOUS (URBAN) AND RONCHIN (ROAD)

The objective of this research effort is to derive a global and in-depth characterization of the organic and mineral matter of sediments from the Wissous and Ronchin retention and infiltration ponds. The mineral fraction of sediments from urban and road retention and infiltration ponds has been studied using a range of chemical and physical analytical methods; results show that the sediments are often polluted, with concentrations exceeding the reference values for polluted soils. A study of the organic fraction indicates that the various lipid fractions are basically composed of hydrocarbons, which include in particular polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) at high concentration levels. The PAH stem for the most part from pyrolytic combustion (wood, coal, diesel engine exhaust, etc.), whereas the linear and polycyclic hydrocarbons are generated from diesel vehicle motor oil and fuel. The mobility of trace metals has also been assessed using the sequential extraction diagram issued by the Community Reference Bureau, which enables ranking, by increasing order of mobility, the metals found in the environment as follows:  $Cr \le Ni < Pb \le Cu < Zn \le Cd$ .

FIELD: Environment and urban engineering.

# INTRODUCTION

Le développement croissant des villes et des réseaux routiers et autoroutiers au cours des dernières décennies, et l'imperméabilisation qui en résulte, ont fait de la maîtrise du ruissellement l'une des priorités de l'urbanisation. En effet, les eaux pluviales peuvent véhiculer d'importantes quantités de polluants (métaux traces, hydrocarbures, pesticides, bactéries, éléments nutritifs), sous forme dissoute ou particulaire [1-3]. Pour cette raison, la pollution des eaux pluviales urbaines est considérée comme un problème écologique de première importance.

Pour gérer les effluents provenant du ruissellement sur les surfaces routières, des bassins de retenue des eaux pluviales sont fréquemment mis en place [4-8]. Ils représentent, en site urbain, une solution alternative à l'envoi de ces effluents dans l'assainissement traditionnel (réseaux unitaires et stations

d'épuration). Ces bassins ont à la fois un rôle sur les débits (écrêtement des pics de débits) et sur la qualité des effluents (sédimentation des matières en suspension). Les boues qui s'accumulent au fond de ces bassins doivent être curées pour maintenir ou restituer les fonctions de ces ouvrages. Cependant, il s'avère que ces boues sont fréquemment contaminées et peuvent potentiellement être nuisibles pour l'environnement et la santé humaine. De ce fait, leur évacuation et leur devenir constituent un problème important [9-11] ; alors que les connaissances nécessaires manquent aux gestionnaires.

De plus, l'évolution constante de la réglementation dans le domaine de l'eau et des déchets a poussé les collectivités locales à se pencher sur le problème des déchets et à revoir les modes d'élimination jusqu'ici largement utilisés (mise en décharge). Compte tenu des volumes de matériaux concernés et des coûts que représente leur gestion, l'enjeu est considérable. Il convient donc de disposer de filières adaptées à l'élimination des produits de l'assainissement routier et urbain, en privilégiant les solutions de valorisation. Avant de proposer des éléments pour le traitement et la gestion de ces sédiments, il est indispensable de connaître leurs caractéristiques chimiques et physiques, la nature des polluants rencontrés et leur toxicité.

L'objectif principal de ce travail, qui s'inscrit dans le cadre d'une étude pluriannuelle engagée par le Laboratoire Central des Ponts et Chaussées (LCPC), l'université de Poitiers (UMR-CNRS 6514 « Synthèse et réactivité des substances naturelles »), le Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM), le Laboratoire des sciences de l'environnement (LSE), Saint-Dizier Environnement et les Laboratoires régionaux des Ponts et Chaussées (LRPC) est tout d'abord l'amélioration de la connaissance des caractéristiques des polluants des boues de l'assainissement pluvial. Une caractérisation approfondie de la matière organique et de la matière minérale est en effet un préalable indispensable pour estimer la toxicité de ces sédiments et donner des éléments de réponse sur les différentes possibilités de traitement et de valorisation de ces produits. À cette fin, les métaux traces, les hydrocarbures, dont les HAP, et les lipides seront étudiés quantitativement et qualitativement dans plusieurs échantillons sélectionnés. De plus, l'étude de la mobilité des métaux traces (extractions séquentielles) sera réalisée. À ce jour, aucune étude aussi complète concernant la pollution des boues de l'assainissement pluvial n'a été recensée dans la littérature.

# MATÉRIELS ET MÉTHODES

# Sites expérimentaux

Cinq bassins urbains et routiers ont été étudiés dans le cadre du projet ; seuls les résultats relatifs aux bassins de Ronchin (routier) et de Wissous à Villemilan (urbain) sont présentés dans cet article.

## Bassin d'infiltration des eaux pluviales de Ronchin (site routier)

Ce bassin se situe au sud de Lille. Il draine un tronçon de l'autoroute A1 sur  $2 \times 5$  voies. Le trafic est à cet endroit d'environ 162 000 véhicules/jour dans les deux sens.

Les eaux de ruissellement et les eaux d'infiltration de la chaussée drainante sont collectées et véhiculées jusqu'au système d'assainissement. Ce dernier est constitué d'un débourbeur déshuileur, d'un bassin tampon, d'un système de décanteur lamellaire et d'un bassin d'infiltration séparé en deux. Seul le bassin d'infiltration est à ciel ouvert, le reste du système étant enterré. La collecte des eaux de ruissellement est effectuée sur l'ensemble de la chaussée à 2 × 5 voies.

La surface du bassin est de 1 000 m<sup>2</sup> et sa profondeur d'environ 3 m (Fig. 1). Les eaux de ruissellement arrivent du décanteur lamellaire vers le bassin par un collecteur de 600 mm de diamètre. L'eau est acheminée dans deux directions opposées par deux demi-drains de répartition et s'évacue par infiltration ou évaporation.

Les prélèvements ont été effectués le 27 juin 2001 après une période de temps sec de 15 jours. Au moment du prélèvement, le bassin se trouvait rempli au quart de sa capacité par suite de précipitations survenues la nuit précédente (30 mm). Les échantillons ont été prélevés à l'aide d'une pelle en acier inoxydable ; environ 10 kg de sédiment ont été récoltés et mis dans des sacs en plastique pour le transport. Cinq prélèvements ont été effectués sur le bassin, quatre à des endroits différents du bassin ( $R_1$  à  $R_4$ ) et un dans les demi-drains de répartition ( $R_5$ ) (*cf.* Fig. 1). Dans les deux demi-drains, l'épaisseur de sédiment est de 20 cm tandis que sur toute la superficie du bassin il y a environ 2 cm de dépôt.





Fig. 1

Schéma et vue du bassin d'infiltration de Ronchin.



Fig. 2

Schéma et vue du bassin de retenue des eaux pluviales de Wissous.

## Bassin de décantation des eaux pluviales de Wissous (site urbain)

Ce bassin a été créé en 1999 pour pallier les inondations. Il est de type urbain et se situe dans la zone industrielle de Villemilan à l'est de l'autoroute A6, en région parisienne (Wissous).

Précédemment, et suite à de fortes pluies comme en 1997, l'eau provenant de la zone industrielle empruntait un collecteur de 1,80 m de diamètre permettant un fort débit. Elle se déversait ensuite dans le ru des Glaises qui est à ciel ouvert et peut donc, lui aussi, accepter un débit important.

Le dispositif mis en place pour remédier à ces débordements (Fig. 2) est principalement composé d'une vanne, d'un bassin enterré, d'un bassin à ciel ouvert et d'un ouvrage de dépollution (décanteur lamellaire). En cas de forte pluie, la vanne est fermée et l'eau est dirigée dans le bassin enterré, d'une capacité de 10 000 m<sup>3</sup>. Lorsque les précipitations sont très importantes, le trop-plein du bassin enterré se déverse dans le bassin à ciel ouvert. Ce phénomène ne devrait intervenir qu'à titre exceptionnel (environ une fois tous les 50 ans). Dans les autres cas, l'eau est stockée dans le bassin enterré puis décantée pour être dirigée de façon régulée vers le dépollueur-décanteur. Elle est ensuite rejetée dans le ru des Glaises à un débit adéquat et avec un niveau de qualité optimisé.

Une fois le bassin enterré rempli, les pompes sont actionnées pour le vider progressivement et rejeter l'eau décantée dans le milieu naturel. Les boues issues de la décantation sont pompées et acheminées vers trois silos ainsi que vers le décanteur particulaire enterré.

Les prélèvements ont été effectués le 26 avril 2001 après une période de temps sec de 10 jours. Les échantillons ont été prélevés à l'aide d'une benne (8 000 cm<sup>3</sup>) dans les divers silos et dans le décanteur. Quatre échantillonnages ont été réalisés, un dans chaque silo noté  $W_2$ ,  $W_3$  et  $W_4$  et un dans le décanteur particulaire ( $W_1$ ). Il n'a pas été possible de faire des prélèvements dans le bassin enterré car celui-ci venait d'être curé à la date d'avril 2001 (75 m<sup>3</sup> de boues ont été récupérées). Ces boues décantaient depuis l'ouverture du système de traitement des eaux pluviales de Wissous en 1999.

# Méthodes d'analyse

Tous les produits chimiques utilisés sont de qualité analytique reconnue (Merck, Suprapur ou Pro Analysis). L'eau ultra-pure (de résistivité 18,2 M $\Omega$ /cm) est obtenue grâce à un système de production combiné (résines, UV, ultrafiltration) Maxima Elga. La verrerie et les équipements en contact avec les échantillons sont nettoyés avec des solutions d'acide nitrique à 10 % puis rincés à l'eau ultra-pure.

Les analyses physiques et chimiques sont réalisées soit sur les échantillons bruts, soit sur les prélèvements tamisés.

# Déterminations globales

La granulométrie des sédiments est déterminée par tamisage, pour les particules de taille supérieure à 500  $\mu$ m, et par granulométrie à diffraction laser, pour les particules de taille inférieure à 500  $\mu$ m (Malvern Master Sizer MS 1005).

Les matières volatiles sont mesurées par perte de poids de l'échantillon après calcination pendant 2 heures à 550 °C, selon la norme NF EN 12879 [12].

La matière sèche ainsi que la teneur en eau des boues sont mesurées par séchage jusqu'à une masse constante dans une étuve à 105 °C, selon la norme NF EN 12880.

La détermination du pH est effectuée à l'aide d'un pH-mètre selon la norme NF EN 12176. Avant analyse des échantillons, un étalonnage est réalisé à l'aide de solutions de pH connu encadrant la valeur à déterminer.

Le dosage des carbonates est effectué à l'aide d'un appareil Scheibler selon la norme NF ISO 10696.

Le taux de matière organique est mesuré par perte au feu de l'échantillon après calcination à 550 °C dans un four. La teneur en carbone organique total est déterminée par dosage du carbone organique par oxydation sulfochromique selon la norme NF ISO 14235.

La composition centésimale des échantillons (C, H, S, N) est déterminée au moyen d'un analyseur CE Instruments NA 2100.

# Analyse minéralogique et minérale

L'identification minéralogique est effectuée par diffractométrie des rayons X avec un diffractomètre Siemens D5000.

Les analyses par microscopie électronique à balayage (MEB) sont effectuées avec un MEB JSM 6100 JEOL associé à un dispositif de microanalyse par spectrométrie de rayons X dispersive d'énergie (EDS).

Les teneurs totales en éléments traces (Pb, Cu, Cd, Zn, Ni, Cr) sont déterminées sur la fraction inférieure à 2 mm, après broyage et mise en solution. Celle-ci est effectuée, après calcination à 450 °C pendant 3 heures, par attaque acide des phases solides, selon la norme NF X 31-147 (Afnor, 1999), à l'aide d'un mélange d'acide fluorhydrique concentré et d'acide perchlorique. L'analyse des éléments traces est effectuée par spectromètre d'émission atomique (ICPAES), sauf pour Cd où les analyses sont effectuées par spectromètrie d'absorption atomique (SAA). Chaque série de mise en solution comporte systématiquement deux essais à blanc pour détecter une contamination éventuelle des réactifs ou de la verrerie, et un à trois échantillon(s) de référence (CRM 320) qui permettent de contrôler la qualité des analyses d'éléments traces et majeurs.



## Analyse organique

Le protocole utilisé pour l'extraction de la matière organique, schématisé sur la figure 3, suit la méthode recommandée par la Société internationale des substances humiques (IHSS). La matière organique est fractionnée en lipides (fraction la plus mobile), en acides fulviques (AF), en acides humiques qui précipitent à pH = 2 (AH) et en humine (H) insoluble dans tout solvant. Seule l'analyse de la fraction lipidique est présentée dans cet article. L'extrait lipidique contient une grande variété de composés de polarité très variable, ce qui nécessite une pré-séparation par chromatographie d'affinité sur colonne de silice imprégnée de potasse, selon la méthode de MacCarthy et Duthie [13]. Celle-ci permet de séparer les molécules neutres des composés acides et polaires. Les constituants ainsi extraits sont, d'une part des lipides neutres (facilement analysables) tels que les hydrocarbures, notamment les HAP, les acides et les alcools gras, les stérols... et, d'autre part, des lipides acides et polaires macromoléculaires plus complexes. Seule la fraction des lipides neutres, où la pollution est concentrée, est étudiée. Cette fraction lipidique de faible polarité est analysée par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS). L'identification des composés est effectuée sur la base de leurs spectres de masse et de leurs temps de rétention, par comparaison avec des standards et des spectres de référence.

## Mobilité des métaux traces

La mobilité des métaux traces a été abordée par l'intermédiaire du schéma d'extraction séquentielle du Bureau Communautaire de Référence (BCR), qui a été adapté. Ce schéma, choisi parce que relativement facile à mettre en oeuvre, résulte du travail effectué dans le cadre d'un projet européen et un échantillon de référence est disponible pour valider la méthode d'extraction (BCR 527, sédiments de lac). Le tableau I présente le protocole opératoire utilisé. La terminologie choisie pour la dernière phase extraite est celle utilisée dans la majorité des schémas d'extraction séquentielle, à savoir « phase résiduelle ». Il faut noter que ce schéma est défini de manière opérationnelle sur la base des réactifs utilisés ; il convient donc d'être prudent concernant la dénomination des différentes fractions extraites. Ainsi, on devrait dire « fraction extraite à l'acide acétique » au lieu de fraction « acido-soluble et échangeable » ; cette dernière dénomination sera toutefois conservée par simplifi-



Protocole IHSS d'extraction et de fractionnement de la matière organique.

#### **TABLEAU I**

Réactifs	Phases supposées extraites	Terminologie
CH <sub>3</sub> COOH 0,11 mol.L <sup>-1</sup>	Métaux présents dans la phase acido-soluble (AcOH)	Acido-soluble et échangeable
NH <sub>2</sub> OH, HCl 0,1 mol.L <sup>-1</sup> , pH = 2	Métaux présents dans la phase réductible (NH <sub>2</sub> OH, HCl)	Oxydes de fer et de manganèse
$H_2O_2 8.8 \text{ mol.L}^{-1}$ CH <sub>3</sub> COONH <sub>4</sub> 1 mol.L <sup>-1</sup> , pH = 2	Métaux présents dans la phase oxydable (H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> )	Organique
HF/HClO <sub>4</sub> 30/9 ml (40/70 %) HNO <sub>3</sub> 3 ml à 65 %	Métaux présents dans la phase résiduelle (HF/HClO <sub>4</sub> )	Résiduelle

#### Schéma d'extraction séquentielle du Bureau Communautaire de Référence (BCR)

cation. Le fait de compléter le schéma du BCR par un dosage des métaux traces dans le résidu permet d'évaluer la qualité des analyses, en comparant les teneurs totales des échantillons à la somme des teneurs extraites. Le dosage des métaux dans les fractions extraites est effectué par ICP ou SAA après minéralisation des différentes phases organiques.

# **RÉSULTATS ET DISCUSSION**

# **Déterminations globales**

# Étude granulométrique

Les résultats des analyses granulométriques révèlent qu'en général les sédiments sont très fins, avec une texture à dominante limoneuse à limoneuse fine pour les échantillons de Wissous et Ronchin. L'analyse granulométrique moyenne indique que les sédiments des bassins de Ronchin et Wissous contiennent plus de 90 % de particules inférieures à 138  $\mu$ m et 267  $\mu$ m (tableau II). Le pourcentage de fraction inférieure à 100  $\mu$ m varie de 82,8 à 89,1 % en moyenne pour Wissous et Ronchin.

Référence	D (0,1)	D (0,5)	D (0,9)	< 100 µm
	(µm)	(µm)	(µm)	(%)
Wissous $W_1$	4,9	37,7	623,8	75
Wissous $W_2$	4,8	22,0	101,0	89,9
Wissous $W_3$	3,9	23,1	102,4	89,7
Wissous $W_4$	4,5	35,1	241,7	76,7
<b>Moyenne <math>W_1 W_4</math></b>	<b>5</b>	<b>29</b>	<b>267</b>	<b>82,8</b>
$\begin{array}{c} \text{Ronchin } \text{R}_1 \\ \text{Ronchin } \text{R}_2 \\ \text{Ronchin } \text{R}_3 \\ \text{Ronchin } \text{R}_4 \\ \text{Ronchin } \text{R}_5 \ (\frac{1}{2} \ \text{drain}) \\ \textbf{Moyenne } \textbf{R}_1 \ \textbf{a} \ \textbf{R}_5 \end{array}$	2,9	22,I	128,8	88,2
	2,6	18,6	209,6	86,6
	2,6	19,4	167,2	87,8
	3,2	24,4	121,4	87,8
	2,5	15,7	65,2	95,2
	<b>3</b>	<b>20</b>	<b>138</b>	<b>89,1</b>
Jacopin, 1999	6	34	226	76,5
Jacopin, 1999	5	40	281	74
Cheviré, 2003	5	29	601	80,8

#### TABLEAU II Distribution granulométrique des sédiments des bassins



Pour Wissous, on note une différence entre l'échantillon provenant du décanteur lamellaire et les échantillons provenant des silos. La taille des particules du décanteur ( $W_1$ ) est de 2,5 à 6 fois supérieure à celles des silos. En effet, 90 % des particules analysées ont un diamètre inférieur à 241,7 µm pour l'échantillon le plus grossier des silos et seulement 85 % sont inférieurs à 250 µm pour le décanteur. Ce résultat peut s'expliquer car une partie des sédiments issus du ruissellement des eaux pluviales arrive directement dans le décanteur sans être passée par les silos  $W_2$ ,  $W_3$  et  $W_4$ . Pour Ronchin, on peut noter une variation de la taille des particules surtout en ce qui concerne D90 (de 65,2 à 209,6 µm). Cette différence sur les grosses particules n'est pas visible sur les fractions plus fines. Cela peut s'expliquer car l'échantillon  $R_5$  a été prélevé dans le demi-drain qui draine les eaux de ruissellement sur la totalité du bassin. Cette fraction est plus fine grâce au lessivage de l'eau.

Si l'on compare ces résultats avec différentes études réalisées antérieurement sur d'autres bassins stockant les eaux de ruissellement pluviales, on constate des résultats similaires (D10, D50, D90) entre le bassin du Bourgail étudié par Jacopin [14] et les bassins de Ronchin et Wissous. Les résultats relatifs au bassin de Cheviré [15] sont proches de ceux des autres bassins, malgré un D90 élevé (601 µm).

### Caractéristiques chimiques

La nature physico-chimique des boues est susceptible d'influencer la fixation des polluants étudiés. Le tableau III présente les divers résultats obtenus en chaque point de prélèvement des bassins étudiés. La discussion repose sur les moyennes car les résultats des prélèvements individuels sont très proches.

Le pH des échantillons varie en fonction de la minéralogie des bassins. On constate que les valeurs de pH sont plutôt basiques pour Ronchin et Wissous (pH = 8,2 et 7,5). Ce pH élevé pour ces bassins peut être attribué à la minéralogie des sédiments, qui ont des teneurs en carbonates élevées (28,7 % de CaCO<sub>3</sub> pour Ronchin et 11,4 % pour Wissous). Le pH élevé de ces bassins joue un rôle sur la rétention des métaux, en ne facilitant pas leur remobilisation. Les teneurs en matière sèche (MS) varient d'un bassin à l'autre avec un pourcentage allant de 25 % pour Wissous à 60 % pour Ronchin. Les différentes teneurs en MS résultent principalement de la nature des bassins (sec ou en eau). Les teneurs en matière organique dans les bassins de Wissous et Ronchin sont de 22 à 16 % en moyenne et de 19 à 10 % pour le carbone organique total (COT). Ces teneurs en matières organiques ne sont pas négligeables et sont en particulier supérieures à la norme admissible fixée pour l'utilisation de ces matériaux en structure routière ; il serait donc intéressant de caractériser cette matière organique de manière à pouvoir par la suite proposer d'éventuelles méthodes de valorisation et de traitement de ces sédiments.

L'analyse centésimale des boues indique une matière organique avec des structures à dominante aliphatique, de rapport H/C de l'ordre de 1,7 en moyenne pour Wissous et Ronchin. Les pourcentages totaux en carbone obtenus grâce à l'analyse élémentaire confirment les teneurs en carbone organique total obtenues par dosage sulfochromique à 1-3 % près. L'analyse par spectroscopie infrarouge de Wissous et Ronchin confirme les résultats de l'analyse élémentaire avec une MO présentant des composés de structure à dominante aliphatique.

Référence	рН	MS (%)	MO (%)	CO (%)	CaCO <sub>3</sub> (%)
Wissous $W_1$ Wissous $W_2$ Wissous $W_3$ Wissous $W_4$ <b>Moyenne <math>W_1</math> <math>W_4</math></b>	7,6 7,4 7,4 7,4 <b>7,5</b>	29 18 23 31 <b>25</b>	25 22 22 20 <b>22</b>	20 20 20 15 <b>19</b>	/ / / 11,4
$\begin{array}{c} \text{Ronchin } \text{R}_1 \\ \text{Ronchin } \text{R}_2 \\ \text{Ronchin } \text{R}_3 \\ \text{Ronchin } \text{R}_4 \\ \text{Ronchin } \text{R}_5 \left( \frac{1}{2} \text{ drain} \right) \\ \textbf{Moyenne } \textbf{R}_1 \text{ a } \textbf{R}_5 \end{array}$	8,2 8,1 8,3 8,1 8,4 <b>8,2</b>	70 50 56 59 53 <b>60</b>	15 20 14 18 12 <b>16</b>	10 10 9 11 10 <b>10</b>	/ / / 28,7

#### TABLEAU III Caractéristiques physico-chimiques des sédiments

# Analyse minéralogique et minérale

# Étude minéralogique

Pour Ronchin, l'analyse par DRX semi-quantitative a montré que le quartz et la calcite sont les structures majoritaires identifiées ; il en est de même pour Wissous, mais la calcite est présente en deux fois moins grande quantité que dans les sédiments du bassin de Ronchin (15/33 %). Les plagioclases, microclines, illites/micas, amphiboles et chlorites sont identifiés à l'état de traces dans les deux sédiments.

Les analyses au microscope électronique à balayage (MEB) ainsi que sous loupe binoculaire ont confirmé cette première approche minéralogique.

## Étude des concentrations en métaux

Les concentrations en métaux traces des sédiments des différents bassins sont indiquées dans le tableau IV et comparées aux valeurs cibles et d'intervention de la norme hollandaise pour les sols pollués [16, 17], ainsi qu'aux valeurs fixées par l'arrêté du 8 janvier 1998 relatif aux épandages de boues sur les sols agricoles. Ces seuils sont fréquemment utilisés comme valeurs de référence pour interpréter la présence de certains composés chimiques. Les valeurs de base correspondent à des valeurs de référence qui constituent un objectif à ne pas dépasser pour tous les sols, dans la mesure du possible. Les résultats montrent que les bassins de Wissous et de Ronchin [18] sont contaminés en métaux traces avec des concentrations en Ni, Cr, Cu et Zn pour Wissous et en Cu, Pb et Zn pour Ronchin presque deux fois supérieures à la norme hollandaise. On note également que les concentrations en métaux sont homogènes en chaque point de prélèvement sauf pour Ni et Cr de W<sub>2</sub> et W<sub>3</sub> (Wissous). En effet, les concentrations en Ni (638 mg.kg<sup>-1</sup> pour W<sub>2</sub> et 648 mg.kg<sup>-1</sup> pour W<sub>3</sub>) sont 2,5 fois plus fortes que celles des échantillons notés W<sub>1</sub> et W<sub>4</sub>. On peut faire la même remarque pour les concentrations en Cr des échantillons W<sub>2</sub> et W<sub>3</sub> de Wissous.

Référence	Cd	Ni	Cr	Cu	Pb	Zn
	(mg.kg <sup>-1</sup> )	(mg.kg <sup>-1</sup> )	(mg.kg <sup>-1</sup> )	(mg.kg <sup>-1</sup> )	(mg.kg <sup>-1</sup> )	(mg.kg <sup>−1</sup> )
$\begin{array}{c} \text{Wissous W}_1\\ \text{Wissous W}_2\\ \text{Wissous W}_3\\ \text{Wissous W}_4\\ \textbf{Moyenne W}_1 \textbf{W}_4 \end{array}$	4	333	260	327	307	1 725
	5	638	429	343	342	1 702
	5	648	428	340	346	1 647
	4	377	275	288	296	1 226
	<b>4,5</b>	<b>499</b>	<b>348</b>	<b>324</b>	<b>323</b>	<b>1 575</b>
$\begin{array}{c} \text{Ronchin } \text{R}_1 \\ \text{Ronchin } \text{R}_2 \\ \text{Ronchin } \text{R}_3 \\ \text{Ronchin } \text{R}_4 \\ \text{Ronchin } \text{R}_5 \ ( \frac{1}{2} \ \text{drain}) \\ \textbf{Moyenne } \textbf{R}_1 \ \textbf{a} \ \textbf{R}_5 \end{array}$	9 8 8 6 <b>7,8</b>	60 63 59 60 54 <b>59</b>	88 92 89 92 77 <b>88</b>	261 270 256 263 222 <b>254</b>	644 670 647 653 550 <b>633</b>	1 493 1 472 1 513 1 473 1 136 <b>1 417</b>
Arrêté du 8/01/98 (sols)	2	50	150	100	100	300
Norme hollandaise (sols)*	0,8-12	35-210	100-380	36-190	85-530	140-720
Nightingale, 1987	/	22-40	/	24-39	130-1 400	/
Yousef et <i>al.</i> , 1990	2-28	7-29	19-68	4-73	30-1 025	22-538
Legret et <i>al.</i> , 1995	1-4	20-30	39-80	84-208	300-819	683-1 980
Lee et <i>al.</i> , 1997	4	/	/	/	55	130

# TABLEAU IV Concentrations en éléments traces dans les sédiments (mg.kg<sup>-1</sup> de matière sèche). Comparaison avec les normes en vigueur et les résultats recensés dans la littérature

\* la première valeur indique la valeur cible et la seconde indique la valeur d'intervention.

De plus, si l'on compare les moyennes des concentrations en métaux traces à celles d'études réalisées antérieurement (cf. tableau IV), on constate une nette diminution des concentrations en plomb dans les échantillons étudiés par rapport à celles obtenues par Nightingale [5] et Yousef et al. [7], qui mentionnaient des teneurs allant jusqu'à 1 400 mg.kg<sup>-1</sup>. Cette différence résulte de l'utilisation quasi généralisée de l'essence sans plomb depuis plusieurs années. Les concentrations en zinc sont deux fois supérieures à la valeur d'intervention de la norme hollandaise pour Ronchin et Wissous (1 417 et 1 575 mg.kg<sup>-1</sup>). Ces dernières valeurs sont comparables aux données obtenues par Legret et *al.* [19] (1 980 mg.kg<sup>-1</sup>) pour les sédiments du bassin de Cheviré. Le zinc dans les bassins provient essentiellement des infrastructures routières (panneaux de signalisation, barrières de sécurité) et des toitures (gouttières, tôles ondulées). Il peut aussi provenir de l'usure des garnitures de freins, des pneumatiques et des huiles pour moteurs [20], mais en quantité moindre par rapport à la contribution des infrastructures routières. Les concentrations en cuivre élevées dans les bassins de Ronchin et Wissous résulteraient des garnitures de freins ainsi que des toitures et des industries (Wissous). Les concentrations en cuivre sont supérieures à celles mesurées par Legret et al. [19] (84-208 mg.kg<sup>-1</sup>). Le chrome et le nickel proviendraient essentiellement de la fabrication d'aciers inoxydables et de la préparation d'alliages non ferreux [17] ainsi que de l'industrie des peintures et des garnitures de freins (Cr). Les concentrations en cadmium sont proches des données de la littérature, excepté celles d'une étude [7] dont les valeurs (28 mg.kg<sup>-1</sup>) dépassent la valeur d'intervention hollandaise et la valeur seuil des boues de STEP. Le cadmium provenant des sédiments des routes provient de l'usure des pneumatiques et des garnitures de freins.

Le chrome et le nickel sont des métaux qui ne sont pas spécifiquement liés à l'automobile ni aux infrastructures routières comme le sont Pb, Zn, Cd et Cu. Dans le cas des sédiments de Wissous, ces métaux proviennent vraisemblablement de rejets industriels (une usine de traitement de surface est située à proximité). De plus, il est à noter que de nombreux éléments métalliques retrouvés au voisinage des routes sont dus à des retombées atmosphériques d'activités industrielles proches ou lointaines qui s'ajoutent aux métaux liés à l'activité routière.

Il apparaît donc que ces sédiments sont susceptibles de constituer une menace potentielle pour l'environnement. De ce fait, ils ne peuvent pas être mis en dépôt sans précaution et leur élimination s'avère souvent problématique sachant qu'en France environ cinq millions de tonnes de boues sont extraites chaque année [21]. Des analyses plus poussées sur la mobilité (spéciations des polluants) et la toxicité des sédiments sont néanmoins nécessaires pour compléter cette première approche de caractérisation minérale.

# Caractérisation de la matière organique (MO)

Seules sont présentées les analyses de caractérisation fine des lipides (fraction dans laquelle la pollution est concentrée). Les analyses ont été réalisées sur un échantillon moyen issu des divers points de prélèvements car les analyses organiques sont très longues.

L'extraction des différentes formes de la matière organique montre que les sédiments de Wissous sont essentiellement constitués d'humine (46,6 %) et de lipides (35,4 %), tandis que l'humine des sédiments de Ronchin représente plus de 75 % de la matière organique totale (MOT). La fraction lipidique est de 11,4 % pour Ronchin.

La fraction lipidique a été fractionnée et les différentes familles de lipides extraites ont été identifiées et analysées.

## Hydrocarbures saturés et polycycliques

Les hydrocarbures linéaires et ramifiés du bassin de Wissous sont détectés dans une gamme de composés allant de  $C_{13}$  à  $C_{36}$  [22]. Sur le chromatogramme de Wissous (Fig. 4), on distingue deux distributions de composés, l'une étant identifiée de  $C_{13}$  à  $C_{24}$ , avec des maximums pour le pristane et le phytane ainsi que pour  $C_{17}$  et  $C_{18}$ . Cette répartition d'hydrocarbures est identique à celle observée par Chaineau et *al*. [23] lors de la caractérisation d'un gasoil. En effet, les hydrocarbures identifiés proviennent d'une pollution causée par les carburants pour moteurs diesels (gasoil, fioul, etc.). Il est également à noter pour Wissous un début de biodégradation des hydrocarbures dérivés des produits pétroliers, marqué par une baisse d'intensité des pics  $C_{17}$  et  $C_{18}$  par rapport au pristane et au phytane (biodégradations plus rapide des n-alcanes que des hydrocarbures ramifiés). L'autre distribution



## 📕 Fig. 4

128

Chromatogrammes des hydrocarbures saturés des sédiments de Wissous et Ronchin.  $C_3NPH$ : triméthylnaphtalènes,  $C_4NPH$ : tétraméthylnaphtalènes,  $C_1DBT$ : méthyldibenzothiophènes,  $C_1PHN$ : méthylphenanthrènes,  $C_2DBT$ : diméthyldibenzothiophènes,  $C_2PHN$ : diméthylphénanthrènes,  $C_3DBT$ : triméthyldibenzothiophènes,  $C_3PHN$ : triméthylphénanthrènes,  $C_4PHN$ : tétraméthylphénanthrènes,  $C_1CHR$ : méthylchrysènes,  $C_2CHR$ : diméthylchrysènes,  $C_3CHR$ : triméthylchrysènes, 1: phénanthrène, 2: fluoranthène, 3: pyrène

d'hydrocarbures linéaires et ramifiés est détectée de  $C_{25}$  à  $C_{36}$  sans aucune parité marquée. Cette répartition est typique d'une pollution causée par les huiles pour moteurs.

En ce qui concerne le bassin de Ronchin, les hydrocarbures linéaires sont identifiés dans une gamme allant de C<sub>15</sub> à C<sub>36</sub>. Cette répartition d'hydrocarbures linéaires et ramifiés ne présente aucune parité marquée et serait caractéristique d'une pollution causée également par les huiles pour moteurs. Les hydrocarbures polycycliques non aromatiques ont été identifiés sous forme de hopanes (biomaqueurs de pollution) qui proviennent de la biodégradation de la chaîne latérale du bactériohopanetétrol. La configuration naturelle des hopanes est 17 $\beta$ ,21 $\beta$ (H),22R. Dans les sédiments, leur maturation conduit à la formation des isomères thermodynamiquement plus stables de configuration 17 $\alpha$ (H),21 $\beta$ (H) et 17 $\beta$ (H),21 $\alpha$ (H) [24-26]. Dans le cas de Wissous, ils sont très majoritairement de configuration 17 $\alpha$ (H), 21 $\beta$ (H) 22S et 22R et ont de 31 à 35 atomes de carbone. Les 18 $\alpha$ (H),22,29,30 - tris - norhopane (Ts) et le 17 $\alpha$ (H),22,29,30 - tris - norhopane (Tm) sont également détectés. La même répartition est observable dans les échantillons de Ronchin. Ces hopanes proviendraient de la pollution par une huile. Louati et *al.* [27] avaient observé la même répartition dans des sédiments côtiers contaminés en hydrocarbures en mer méditerranée et Zakaria et *al.* [28] sur des sédiments contaminés par des huiles.

#### Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)

Les HAP ont été identifiés dans les extraits lipidiques de Wissous et Ronchin. Deux catégories de HAP ont été détectées : les HAP alkylés et les HAP de la liste US EPA. Les HAP alkylés sont présents sur les deux chromatogrammes de la figure 5. Ces composés proviennent essentiellement des pro-





duits pétroliers comme le gasoil ou le fioul [23, 29]. Cette pollution causée par ces produits est la même que celle observée sur les hydrocarbures linéaires et ramifiés pour le bassin de Wissous. La pollution par les HAP alkylés est beaucoup plus marquée pour Wissous que pour Ronchin. Ceux-ci se retrouvent dans les émissions à l'échappement [30, 31] ainsi que dans les sédiments [32]. Les 16 HAP de la liste US EPA ont également été identifiés dans les échantillons. Les concentrations en HAP sont indiquées dans le tableau V. Les concentrations en benzo [b] fluoranthène et en chrysène sont les plus importantes pour le bassin de Wissous avec des valeurs de 19 740  $\mu$ g.kg<sup>-1</sup> et 16 240  $\mu$ g.kg<sup>-1</sup>. Les teneurs en fluoranthène, benzo [k] fluoranthène, benzo [a] pyrène et pyrène ne sont pas négligeables. Ces concentrations sont élevées et de 400 à 900 fois supérieures à celles de la norme standard hollandaise pour les sols pollués qui s'applique à un sol contenant 25 % d'argile et 10 % de matières organiques. Pour Ronchin, le benzo [b] fluoranthène, le benzo [a] pyrène et le benzo [g,h,i] pérylène sont dominants avec des valeurs n'excédant pas 9 450  $\mu$ g.kg<sup>-1</sup>. Les teneurs en

Échantillons	Wissous	Ronchin	Norme hollandaise
<ol> <li>Naphtalène</li> <li>Phénanthrène</li> <li>Fluoranthène</li> <li>Pyrène</li> <li>Benzo [a] anthracène</li> <li>Chrysène</li> <li>Benzo [b] fluoranthène</li> <li>Benzo [k] fluranthène</li> <li>Benzo [a] pyrène</li> <li>Benzo [b] pyrène</li> <li>Pérylène</li> <li>Indo (1,2,3-cd) pyrène</li> <li>Benzo [g,h,i] pérylène</li> <li>Anthranthrène</li> <li>Coronène</li> </ol>	/ 5 006 1 374 11 510 8 060 16 240 19 740 11 480 12 930 8 400 2 780 8 900 9 790 5 720 7 570	/ 1 120 2 290 2 154 2 155 4 200 9 450 2 350 6 500 2 990 767 5 920 7 930 / 5 425	/ 45 15 / 20 20 / 25 20 / 25 20 / 25 20 / /
16 - 1,2,3,4 dibenzanthracène	1	2 336	1

 TABLEAU V

 Quantités d'HAP (µg.kg<sup>-1</sup> de boue sèche) dans les sédiments des bassins

pérylène sont les plus faibles pour Ronchin (767  $\mu$ g.kg<sup>-1</sup>) et Wissous (2 780  $\mu$ g.kg<sup>-1</sup>). Ces HAP sont issus de combustions pyrolytiques (bois, charbon, échappement des véhicules diesels, etc.).

La caractérisation de la matière organique a donc permis de mettre en évidence que les sédiments sont fortement contaminés en hydrocarbures, notamment en HAP, avec des concentrations parfois très élevées.

# Mobilité des métaux traces

L'étude de la mobilité des métaux traces a été réalisée à l'aide du schéma d'extraction séquentielle du BCR sur la fraction granulométrique inférieure à 2 mm pour les échantillons de Wissous et Ronchin [33]. Les extractions sont effectuées sur quatre points de prélèvements pour Wissous et cinq pour Ronchin. Les résultats complets exprimés en pourcentage de métaux extraits dans chaque phase (« acido-soluble », « oxydes », « organique » et « résiduelle ») sont présentés sur la figure 6. Il faut noter que les différents bilans des extractions séquentielles sur les métaux sont généralement supérieurs à 95 %, ce qui est satisfaisant étant donné la longueur des schémas d'extraction.

Le comportement géochimique du *cadmium (Cd)* se caractérise par une forte mobilisation dans la phase « acido-soluble ». En effet, l'extraction avec l'acide acétique solubilise plus de 40 % (Ronchin) et 50 % (Wissous) du Cd. Ce métal apparaît potentiellement plus mobile lors de variations physicochimiques que les autres métaux (Ni, Cr, Cu, etc). La phase des « oxydes » représente entre 20 % et 25 % et la phase dite « organique » entre 15 % et 25 % (équirépartition des phases). La phase « résiduelle » est presque inexistante (maximum 5 %). On note également une variation des phases pour Ronchin par rapport au bassin de Wissous avec des phases « acido-soluble », « oxydes » et « organique » presque équivalentes (30 % en moyenne). Dans les conditions physico-chimiques simulées par le schéma d'extraction séquentielle du BCR, il apparaît qu'une proportion importante (95 %) de la pollution métallique en Cd est théoriquement relargable, car non associée à la phase « résiduelle ». Ces résultats sont similaires à ceux d'une étude des sédiments issus des chaussées poreuses, effectuée par Colandini [34].

■ *Le nickel (Ni)* est essentiellement présent dans la phase résiduelle, mais son pourcentage varie d'un bassin à l'autre. En effet, 90 % de Ni est présent dans la phase résiduelle pour Wissous et seulement 60 et 70 % pour Ronchin. La distribution du Ni pour l'échantillon de Wissous dans la phase « résiduelle » est rassurante, étant donnée sa concentration très élevée dans ce bassin (de l'ordre de 499 mg.kg<sup>-1</sup> en moyenne). Seulement 3 % de Ni sont associés à la phase « acido-soluble » dans ce bassin (valeur maximale 15 mg.kg<sup>-1</sup>). Le nickel anthropique contenu dans les sédiments se fixe préférentiellement sur la phase « résiduelle » ce qui confirment les résultats de la littérature [35, 36].



Fig. 6

Diagrammes des résultats des extractions séquentielles selon le schéma du BCR (exprimés en % de métal extrait).

131

■ *Le chrome (Cr)* est concentré majoritairement dans la phase « résiduelle » (70 à 85 %). Le reste est dans la phase « organique » (25 à 30 %) ; les quantités présentes dans les phases « oxydes » et « acido-soluble » sont négligeables. Compte tenu des teneurs élevées en Cr dans le bassin de Wissous (valeur maximale 429 mg.kg<sup>-1</sup>), le fait qu'il soit également sous forme résiduelle est rassurant. Perez-Cid et *al.* [35] ont observé le même phénomène sur des boues de station d'épuration. L'apport anthropique du Cr provenant essentiellement de la corrosion des moteurs et des véhicules se concentre donc sous la forme « résiduelle », insoluble.

■ *Le cuivre (Cu)* montre une affinité marquée pour la phase « organique » (entre 60 % pour Ronchin à 80 % pour Wissous). Pour Ronchin et Wissous, le reste du cuivre est concentré dans la fraction « résiduelle ». Seulement 5 % sont localisés dans les phases « oxydes » et « acido-soluble ». Cette affinité du cuivre pour la matière organique (276/331 mg.kg<sup>-1</sup> par exemple) a été mentionnée par de nombreux auteurs pour des sédiments d'origines diverses [36-39]. Elle résulte de la formation de complexes organiques stables, notamment avec les matières humiques [40].

**Le plomb (Pb)** est réparti dans la phase « organique » (60 et 70 % pour les échantillons de Ronchin et Wissous), le reste étant concentré dans la phase résiduelle. Seulement 18 % du Pb sont dans la fraction « acido-soluble » et « oxydes » pour Wissous. Aucune étude ne montre de similitude avec ces résultats [20, 37, 39]. En effet, dans la littérature, Pb est jusqu'à 85 % dans la phase « acido-soluble » et « oxydes ».

• *Le zinc* (*Zn*) a la même distribution que Cd (« acido-soluble » ) sauf en ce qui concerne les sédiments de Ronchin, où Zn est réparti entre les phases « organique » et « résiduelle », avec seulement 10 % dans la phase « acido-soluble ». Ce résultat pour le bassin de Ronchin est différent de ceux observés dans la littérature ; Pagotto [20] avait cependant observé le même phénomène sur les poussières de routes de la RN 12, mais n'avait pas su l'expliquer. Les fortes teneurs en carbonates des sédiments jouent vraisemblablement un rôle. Des analyses au MEB ont été réalisées de manière à approfondir ces résultats, mais elles n'ont pas été concluantes. Il faudra sans doute utiliser d'autres techniques, comme la microsonde associée au MEB par exemple, pour déterminer sous quelle forme Zn peut s'exprimer au sein des différentes fractions.

D'après ces résultats, le comportement géochimique des métaux traces particulaires a été classé par ordre croissant de mobilité (relargage des métaux dans l'environnement) de la manière suivante :  $Cr \le Ni < Pb \le Cu < Zn \le Cd$ .

Des études complémentaires sur la mobilité des métaux dans les différentes fractions des substances humiques (acides fulviques, acides humiques et humine) ont été menées et les résultats confortent l'approche effectuée sur le comportement géochimique des métaux selon le schéma du BCR [15].

# **CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**

Ce travail de recherche a permis d'approfondir la connaissance des sédiments issus de l'assainissement pluvial.

Les études physico-chimiques de la fraction minérale ont montré que les sédiments sont très fins, avec plus de 80 % des particules inférieures à 100 µm pour les bassins de Wissous et Ronchin ; ces sédiments sont essentiellement constitués de quartz et de calcite. Le taux de matière organique (MO) est très important avec des teneurs variant de 16 % à 22 %. Si l'on veut réutiliser ces sédiments en technique routière, il faut impérativement diminuer la teneur en MO car la limite admissible en BTP est de 3 %. De plus, les sédiments des bassins étudiés sont fortement contaminés en métaux traces. Les valeurs maximales dans les sédiments sont de 9 mg.kg<sup>-1</sup> pour Cd, de 648 mg.kg<sup>-1</sup> pour Ni, de 429 mg.kg<sup>-1</sup> pour Cr, de 343 mg.kg<sup>-1</sup> pour Cu, de 670 mg.kg<sup>-1</sup> pour Pb et de 2 070 mg.kg<sup>-1</sup> pour Zn ; elles sont supérieures aux valeurs standard de référence des sols pollués. Il apparaît donc, d'après ces premiers résultats, que les sédiments de Wissous et Ronchin sont susceptibles de constituer une menace potentielle pour l'environnement. De ce fait, ils ne peuvent pas être mis en décharge sans précaution.

L'étude de la matière organique a également été menée sur les sédiments de Wissous et Ronchin. Les lipides simples neutres ont été analysés par GC/MS. Il apparaît que les lipides sont essentiellement constitués d'hydrocarbures, notamment d'HAP à des concentrations élevées. Les composés hopanoïques identifiés (17 $\alpha$ (H), 21 $\beta$ (H) 22S et 22R de 31 à 35 atomes de carbone) proviennent des huiles tandis que les hydrocarbures saturés sont issus des carburants pour diesels pour Wissous (C<sub>13</sub> au



 $C_{24}$ ) et des huiles pour Ronchin ( $C_{15}$  au  $C_{36}$ ). De nombreux produits pyrolytiques issus de la combustion des carburants sont identifiés ( $C_2$  naphtalènes au  $C_3$  chrysènes).

Les extractions séquentielles suivant le schéma du BCR ont permis de mettre en évidence que Cd et Zn sont facilement remobilisables lors de l'acidification du milieu ; cependant, dans les sédiments du bassin de Ronchin, Zn est essentiellement identifié dans les fractions « organique » et « résiduelle ». Le nickel et le chrome sont contenus majoritairement dans la phase « résiduelle ». Ces métaux ne constituent pas de menace potentielle pour l'environnement malgré des concentrations parfois élevées (pollution anthropique). En ce qui concerne Cu, il est concentré dans la fraction « organique », ce que confirment les résultats de la littérature. D'après ces résultats, les métaux traces peuvent être classés par ordre croissant de mobilité de la manière suivante :  $Cr \le Ni < Pb \le Cu < Zn \le Cd$ .

Il convient de souligner que ces résultats concernent un nombre limité de bassins et ne peuvent pas être généralisés. De plus, les résultats des extractions séquentielles ont montré qu'en dépit de fortes concentrations, certains métaux (Cr, Ni) sont très peu mobiles et présentent peu de risques pour l'environnement. Enfin, ces résultats pourront servir de base pour l'élaboration d'un cahier des charges à l'usage des collectivités locales, de manière à leur apporter des solutions efficaces de gestion des produits issus de l'assainissement.

> **Remerciements**. Ce travail a été réalisé dans le cadre de l'opération de recherche du LCPC « Transferts de polluants dans les eaux de ruissellement et les sols ». Les auteurs remercient le Réseau génie civil urbain (RGCU) pour son soutien financier.

#### **RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] CHEBBO G., Solides de rejets pluviaux urbains, caractérisation et tratabilité, Thèse de doctorat, ENPC, **1992**, 483 pages.
- [2] GOSSE A., Rapport bibliographique sur la pollution des rejets urbains de temps de pluie et les bassins de stockage/ décantation, Cergrene, **1997**, 45 pages.
- [3] GROMAIRE-MERTZ M.-C., La pollution des eaux pluviales urbaines en réseau d'assainissement unitaire. Caractéristiques et origines, Thèse de doctorat de l'École nationale des Ponts et Chaussées, **1998**, 507 pages.
- [4] NIGHTINGALE H., Lead, zinc and copper in soils of urbans storm-runoff retention basins, *J AWWA*, **67**, **1974**, pp. 443-446.
- [5] NIGHTINGALE H., Accumulation of As, Ni, Cu, and Pb in retention and recharge basins soils from urban runoff, *Water Resources Bulletin*, **23**, **1987**, pp. 663-672.
- [6] WIGINGTON P., RANDALL C., GRIZZARD T., Accumulation of selected trace metals in soils of urban runoff detention basins, *Water Resources Bulletin*, **19**, **1983**, pp. 709-718.
- [7] YOUSEF Y., HVITVED-JACOBSEN T., HARPER H., LIN L., Heavy metal accumulation and transport through detention ponds receiving highway runoff, *The Science of the Total Environment*, **93**, **1990**, pp. 433-440.
- [8] YOUSEF Y., HVITVED-JACOBSEN T., SLOAT J., LINDEMAN W., Sediment accumulation in detention or retention ponds, *The Science of The Total Environment*, 146/147, 1994, pp. 451-456.
- [9] PETTERSSON T., Pollutant removal efficiency in two storm-water ponds in Sweden, *In Proc. 8<sup>th</sup> Int. Conf. Urban Strom Drainage*, Sydney, Australia, Vol. **2**, **1999**, pp. 866-873.
- [10] BÄCKSTRÖM M., Particle trapping in grassed swales, In Les nouvelles technologies de l'assainissement pluvial, NOVATECH 2001, Lyon-Villeurbanne, France, Vol. 1, 2001, pp. 391-398.
- [11] FÄRM C., Accumulation of sediment and heavy metals in a storm-water detention pond, In Les nouvelles technologies en assainissement pluvial, NOVATECH 2001, Lyon-Villeurbanne, France, Vol. 1, 2001, pp. 589-596.
- [12] AFNOR 1999, Qualité des sols, vol. 1 et 2.
- [13] MACCARTHY R., DUTHIE A., A rapid method for the separation of free fatty acids from other lipids, *Jour-nal of Lipid Research*, **3**, **1962**, pp. 117-119.
- [14] JACOPIN C., Contribution à la gestion des rejets urbains de temps de pluie par les bassins de retenue, Thèse de doctorat, Université Montpellier II, 1999, 293 pages.
- [15] DURAND C., Caractérisation physico-chimique des produits de l'assainissement pluvial. Origine et devenir des métaux traces et des polluants organiques, Thèse de doctorat de l'Université de Poitiers, **2003**, 252 pages.

- [16] SPIERENBURG A., DEMANZE C., Pollution de sols : comparaison-application de la liste néerlandaise, Environnement et Technique, 146, 1995, pp. 79-81.
- BAIZE D., Un point sur... teneurs totales en éléments traces métalliques dans les sols (France), INRA édition, 1997, p. 409.
- [18] DURAND C., RUBAN V., AMBLÈS A., CLOZEL B., Characterisation of contaminated sludge from a road infiltration pond in Ronchin, France, **2002**, Accepté à *The Science of the Total Environment*.
- [19] LEGRET M., LE MARC C., DEMARE D., COLANDINI V., Pollution par les métaux lourds dans un bassin de décantation recevant des eaux de ruissellement d'origine routière, *Environmental Technology*, 16, 1995, pp. 1049-1060.
- [20] PAGOTTO C., Étude sur l'émission et le transfert dans les eaux et les sols des traces métalliques et des hydrocarbures en domaine routier, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, **1999**, 252 pages.
- [21] RUBAN V., CLOZE B., CONIL P., DURAND C., Origine, caractérisation et gestion des boues de l'assainissement pluvial routier. Point sur les connaissances actuelles et perspectives, *Bulletin des Laboratoires des Ponts et Chaussées*, 246-247, 2003, pp. 117-126.
- [22] DURAND C., RUBAN V., AMBLÈS A., OUDOT, J., Characterisation of the organic matter of sludge : Determination of Lipids, Hydrocarbons and PAHs from road retention/infiltration ponds in France, *Environmental Pollution*, **132**, **2004**, pp. 375-384.
- [23] CHAÎNEAU C-H., MOREL J.-L., OUDOT, J., Microbial degradation in soil microsms of fuel oil hydrocarbons from drilling cuttings, *Environmental Science and Technology*, 29, 1995, pp. 1615-1621.
- [24] VAN DORSSELAER A., ALBRECHT P., CONNAN J., Changes in the composition of polycyclic alkanes by thermal maturation, In Campos R. et Goni J., e., editor, ENADISMA, **53-59**, **1977**, Madrid.
- [25] OURISSON G., ALBRECHT P., ROHMER M., The hopanoïds. Pleochemistry and biochemistry of a group of natural product, *Pure and Applied Chemistry*, **51**, **1979**, pp. 709-729.
- [26] OUDOT J., MERLIN F.-X., PINVIDIC P., Weathering rates of oil components in a bioremediation experiment in estuarine sediments, *Marine Environmental Research*, 45, 1998, pp. 113-125.
- [27] LOUATI A., ELLEUCH B., KALLEL M., SALIOT A., DAGAUT J., OUDOT J., Hydrocarbon contamination of coastal sediments from the Sfax area (Tunisia), mediterranean sea, *Marine Pollution Bulletin*, 42, 2001, pp. 445-452.
- [28] ZAKARIA PAUZI M., HORINOUCHI A., TSUTSUMI S., TAKADA H., TANABE S., ISMAIL A., Oil pollution in the straits of Malacca, Malaysia : Application of molecular makers for source identification, *Environmental Science and Technology*, 34, 2000, pp. 1189-1196.
- [29] WANG Z., FINGAS M., Developments in the analysis of petroleum hydrocarbons in oils, petroleum products and oil spill related environmental samples by gas chromatography, *Journal of Chromatography A*, 774, 1997, pp. 51-78.

134

- [30] WESTERHOLM R., ALMÉN J., LI H., RANNUG J., EGEBÄCK K-E., GRÄGG K., Chemical and biological characterization of particulate, semivolatile, and gas-phase-associated compounds in diluted heavy duty diesel exhauts : A comparison of three different semivolatile-phase samplers, *Environmental Science and Technology*, 25, 1991, pp. 332-338.
- [31] WESTERHOLM R., CHRISTENSEN, A., TÖRNQVIST M., EHRENBERG L., RANNUG U., SJÖGREN M., RAFTER J., SOONTJENS C., ALMÉN J., GRÄGG K., Comparison of exhaust emissions from swedish environmental classified diesel fuel (MK1) and european program on emissions, fuels and engine technologies (EPEFE) reference fuel : a chemical and biological characterization, with viewpoints on cancer risk, *Environmental Science and Technology*, 35, 2001, pp. 1748-1754.
- [32] SPORSTOL S., GJOS N., LICHTENTHALER R-G., GUSTAVSEC K-O., URDA K., FROYDIS O., Source identification of aromatic hydrocarbons in sediments using GC/MS, *Environmental Science and Technology*, 17, 1983, pp. 282-286.
- [33] DURAND C., RUBAN V., AMBLÈS A., Mobility of trace metals in retention pond sediments, *Environmen*tal Technology, 25, 2004, pp. 881-888.
- [34] COLANDINI V., Effets des structures réservoirs à revêtement poreux sur les eaux pluviales : Qualité des eaux et devenir des métaux lourds, Thèse de doctorat, Université de Pau et des pays de l'Adour, 1997, 162 pages.
- [35] PÈREZ-CID B., LAVILLA I., BENDICHO C., Analytical assessment of two sequential extraction schemes for metal partitioning in sewage sludges, *Analyst*, **121**, **1996**, pp. 1479-1484.
- [36] AKCAY H., OGUZ A., KARAPIRE C., Study of metal pollution and speciation in Buyak Menderes and Gediz river sediments, *Water research*, **37**, **2003**, pp. 813-822.
- [37] HARRISON R., LAXEN D., WILSON S., Chemical associations of lead, cadmium, copper and zinc in street dusts and roadside soils, *Environmental Science and Technology*, **15**, **1981**, pp. 1378-1383.
- [38] LARA-CAZENAVE M., CASTETBON A., POTIN-GAUTIER M., ASTRUC M., Pollution of urban runoff waters by heavy metals. Part II : speciation, *Environmental Technology*, 15, 1994, pp. 1149-1159.
- [39] NORRSTRÖM A., JACKS G., Concentration and fractionation of heavy metals in roadside soils receiving de-icing salts, *The Science of the Total Environment*, **218**, **1998**, pp. 161-174.
- [40] PHILLIPS I., CHAPPLE L., Assessment of heavy metals-contaminated site using sequential extraction, TCLP, and risk assessment techniques, *Journal of Soils Contamination*, **4**, **1995**, pp. 311-325.