

**Étude sur l'élaboration et l'essai d'une
méthode d'évaluation écotoxicologique
des sédiments.
Rapport d'étape No. 2.
Développement d'une méthodologie
analytique permettant d'étudier le sort de la
contamination**

Préparé par:

**Corinne Bonnet
Chargé de projet**

**Jacques Bureau
Directeur de projet**

**Analex Inc.
914 Cunard
Laval (Québec)**

Juin 1997

MISE EN GARDE

Ce rapport d'étape No.2 fait référence à des sources bibliographiques qui sont consignés par ailleurs sur logiciel de gestion de données bibliographiques (Reference Manager pour Windows). La liste de Littérature citée présentée à la fin de ce rapport peut être fournie sous le format base de données par Corinne Bonnet, coauteur.

TABLE DES MATIÈRES

Sommaire exécutif

1. Introduction	1-3
2. Étude du sort de la toxicité dans un sédiment	2-4
2.1 Position du problème	2-4
2.2 Revue de la littérature scientifique	2-4
2.2.1 Recherche bibliographique	2-4
2.2.2 Synthèse bibliographique.....	2-5
3. Démarche méthodologique suivie pour l'étude du sort	3-6
3.1 Portée et limites des réalisations	3-6
4. Prise en compte des objectifs de gestion	4-8
4.1 Description sommaire des manipulations	4-8
4.1.1 Mise en suspension/redéposition (dragage - vidange de barrage)	4-8
4.1.2 Dépôt d'un sédiment sur un autre sédiment.....	4-9
4.1.3 Gestion d'un sédiment en place	4-10
4.2 Conditions expérimentales retenues	4-10
4.3 Schéma général du plan expérimental	4-12
5. Matériel et méthode	5-1
5.1 Choix des variables étudiées	5-1
5.1.1 Étude des sédiments	5-1
5.1.2 Étude de l'eau interstitielle	5-1
5.1.3 Étude de l'eau surnageante	5-1
5.1.4 Étude particulière du suivi de la toxicité dans l'eau surnageante	5-2
5.1.5 Suivi quotidien	5-2
5.1.6 Suivi hebdomadaire.....	5-2
5.2 Méthodes analytiques	5-2
5.3 Collecte et acheminement des sédiments au laboratoire	5-3
5.4 Constitution des sédiments utilisés pour l'étude en mésocosmes	5-4
5.5 Description des mésocosmes et du montage expérimental	5-5
5.6 Chronologie des opérations	5-5
5.6.1 Préparation des mésocosmes.....	5-5
5.6.2 Suivi temporel	5-10
5.6.3 Fin de l'essai	5-11
5.7 Nature des analyses	5-11
5.7.1 Analyses préliminaires des sédiments.....	5-12
5.7.2 Caractérisation toxicologique de l'eau surnageante (suivi temporel).....	5-12
5.7.3 Analyses chimiques et toxicologiques en fin d'expérimentation	5-13
6. Résultats	6-1
6.1 Résultats au temps initial	6-1
6.1.1 Caractérisation physico-chimique des trois sédiments étudiés au temps initial	6-1
6.1.2 Caractérisation physico-chimique au temps initial de l'eau interstitielle de chaque sédiment utilisé pour la préparation des mésocosmes.....	6-3
6.1.3 Toxicité des sédiments vis-à-vis de <i>Hyalella azteca</i> aux temps initial.....	6-4
6.1.4 Toxicité des sédiments vis-à-vis de <i>Chironomus tentans</i> au temps initial	6-5

6.1.5	Caractérisation physico-chimique de l'eau surnageante au temps initial	6-5
6.1.6	Toxicité de l'eau interstitielle vis-à-vis de <i>Daphnia magna</i> au temps initial	6-6
6.1.7	Toxicité de l'eau surnageante vis-à-vis de <i>Daphnia magna</i> au temps initial	6-7
6.2	Résultats au temps final	6-8
6.2.1	Caractérisation physico-chimique des neuf sédiments au temps final.....	6-8
6.2.2	Caractérisation physico-chimique des sept eaux surnageantes.....	6-10
6.2.3	Caractérisation physico-chimique des eaux interstitielle au temps final.....	6-13
6.2.4	Toxicité des sédiments vis-à-vis de <i>Hyalella azteca</i> au temps final.....	6-16
6.2.5	Toxicité des sédiments vis-à-vis de <i>Chironomus tentans</i> au temps final	6-16
6.2.6	Toxicité de l'eau interstitielle vis-à-vis de <i>Daphnia magna</i> au temps initial	6-16
6.2.7	Toxicité de l'eau surnageante vis-à-vis de <i>Daphnia magna</i> au temps final	6-17
6.3	Résultats des analyses effectuées au cours des manipulations	6-18
6.3.1	Évolution de la toxicité mesurée sur l'eau surnageante avec l'essai sur daphnies	6-18
6.3.2	Évolution des propriétés physico-chimiques de l'eau surnageante au cours des essais	6-18
7.	Discussion des résultats.....	7-2
7.1	Remarques préliminaires.....	7-2
7.2	Évolution des conditions expérimentales: mesures sur l'eau surnageante	7-2
7.2.1	Physico-chimie de l'eau surnageante	7-2
7.2.2	Toxicité de l'eau surnageante	7-3
7.3	Évolution de l'eau interstitielle	7-4
7.3.1	Physico-chimie de l'eau interstitielle.....	7-4
7.3.2	Toxicité de l'eau interstitielle	7-7
7.4	Évolution des sédiments.....	7-7
7.4.1	Physico-chimie des sédiments.....	7-7
8.	Conclusions et recommandations.....	8-1
9.	Références bibliographiques.....	9-1
10.	Littérature consultée	10-1

SOMMAIRE EXÉCUTIF

Dans le cadre d'un projet de coopération scientifique et technique entre la France et le Québec, Analex a reçu de la part de l'Agence de L'eau Rhin-Meuse le mandat de réaliser une étude portant sur trois volets: le premier volet visait à mettre en place et à réaliser des essais de toxicité sur sédiment entier; le second volet avait pour objectif de sélectionner et de mettre en oeuvre en laboratoire des tests de comportement de la contamination dans une matrice sédimentaire; le troisième volet visait quant à lui à proposer une démarche d'évaluation des sédiments contaminés.

Le premier volet a fait l'objet d'un rapport d'étape remis au représentant de l'Agence de l'eau Rhin Meuse en septembre 1996. Suite au retard pris dans l'exécution du projet, retard principalement relié à des difficultés d'ordre administratif lié à la délivrance d'un permis de travail par les autorités canadiennes, le mandat relatif aux objectifs des volets 2 et 3 ont été refondus après consultation et discussions avec le représentant de l'Agence de l'eau Rhin-Meuse. Cette refonte du projet a permis d'élaborer une méthodologie exploratoire du devenir de la contamination présente dans les sédiments. Cette méthodologie, mise en place au cours d'expérimentations en laboratoire entre les mois d'octobre et décembre 1996, est décrite dans le présent rapport.

Le modèle proposé dans ce document vise à prévoir le sort de la contamination sous l'angle de la toxicité. En conditions naturelles, les processus physico-chimiques et biologiques dépendent de nombreux facteurs susceptibles d'interagir les uns avec les autres sur une échelle temporelle très large. L'expression de la toxicité qui en résulte est difficilement modélisable sans le support d'expérimentations en laboratoire permettant de simuler les conditions environnementales. L'examen de la littérature scientifique a révélé l'absence d'études expérimentales intégrant l'ensemble de ces facteurs. A ce jour, il est donc très difficile de prévoir, avec certitude, quelle serait la durée expérimentale appropriée qui permettrait de prendre en compte, et donc de simuler avec un haut degré de réalisme environnemental, l'ensemble des processus.

Les manipulations ainsi que les résultats décrits dans ce document font partie d'une étape expérimentale préliminaire qui doit faire l'objet de raffinement et d'une validation subséquente au laboratoire, voire éventuellement d'expérimentations sur le terrain.

L'un des objectifs poursuivi lors des expérimentations est de suivre l'effet de perturbations environnementales sur l'expression de la toxicité, en tentant de reproduire en laboratoire avec le plus de

réalisme possible, les conditions de remaniement qui les régissent. Les modifications environnementales étudiées sont de trois types:

- la (re)mise en suspension suivie d'une redéposition du matériel sédimentaire accompagnant les activités de dragage ou de vidange de réservoirs (volet A);
- le recouvrement (« capping ») d'un sédiment contaminé par un sédiment propre ou moins contaminé (volet B);
- la gestion en place d'un sédiment réputé contaminé (sans aucun remaniement de nature anthropique) (volet C).

C'est à partir de ces prémisses de départ que les expérimentations ont été réalisées.

1. Introduction

Dans le cadre d'un projet de collaboration scientifique et technique mené à travers un contrat d'étude confié au Laboratoire Analex par l'Agence de l'eau Rhin Meuse, une étude du devenir de la toxicité induite par la présence d'une contamination dans les sédiments a été réalisée. L'objectif du volet 1 de l'étude visait à mettre en place les cultures et les essais de toxicité avec deux espèces benthiques (*Chironomus tentans* et *Hyaella azteca*). Ce volet a fait l'objet d'un rapport d'étape déposé auprès du représentant de l'agence de l'eau Rhin-Meuse en septembre 1996.

Le second objectif du projet était initialement de sélectionner, à partir d'une recherche bibliographique, puis de développer et d'adapter, au laboratoire, des procédures permettant d'étudier le comportement et le sort de la toxicité induite par la présence d'une contamination dans les sédiments.

Un troisième objectif avait été initialement inclus dans le mandat confié au Laboratoire Analex. Il visait à élaborer une démarche d'évaluation écotoxicologique sensible, flexible et utile permettant de répondre aux problématiques environnementales liées à la contamination des sédiments, dans une perspective de gestion.

Suite à des contraintes de temps, et avec l'accord du représentant scientifique de l'agence de l'eau, le troisième objectif a été considérablement réduit au profit de l'objectif No.2. Le présent rapport décrit la démarche conceptuelle réalisée pour mettre en place une méthodologie d'évaluation en laboratoire du sort de la contamination présente dans les sédiments d'eau douce. Il décrit ensuite le montage expérimental implanté au laboratoire, puis les résultats obtenus grâce à ces manipulations. Il précise les problèmes techniques soulevés lors de la mise en oeuvre des manipulations, et propose une liste de recommandations pour la poursuite de la démarche.

2. Étude du sort de la toxicité dans un sédiment

2.1 Position du problème

Le sort de la toxicité au sein d'un sédiment peut être abordée en suivant deux approches distinctes.

- La première consiste à étudier le sort de la toxicité à partir d'expérimentations suivies *in situ*. Le suivi temporel à travers une étude de cas spécifique requiert alors une série de manipulations sur le terrain, et nécessite des moyens logistiques lourds dont les coûts sont parfois disproportionnés par rapport à la problématique étudiée. Pour cette raison, cette approche avait été écartée dès l'origine du projet au profit d'une approche en laboratoire.
- La seconde approche consiste à répertorier l'ensemble des techniques et procédures disponibles dans la littérature, à sélectionner les protocoles les plus prometteurs, puis à implanter et appliquer au laboratoire les méthodologies retenues à travers une reconstitution *in vitro* des conditions naturelles. Cette approche permet de contrôler un nombre important de facteurs susceptibles d'influencer les mécanismes régissant les modifications accompagnant le sort de la contamination au sein d'une matrice sédimentaire complexe. Une telle approche permet en outre de suivre l'évolution globale de la toxicité, et ouvre la voie vers une étude plus approfondie des mécanismes en cause dans l'évolution de la toxicité. En ce sens, cette seconde approche est plus descriptive que mécanistique.

Le suivi par processus correspond à une approche « fractionnée » où les phénomènes de transfert entre différents compartiments et différents composés (eau, sédiment, matière organique, argiles...) aussi bien que de transformation sont étudiés. Dans une approche de type expérimental en laboratoire, les facteurs tels que l'adsorption, la désorption, la volatilisation, la biodégradation, l'oxydoréduction peuvent être isolés et dans certains cas contrôlés. Par ailleurs, un suivi global de la toxicité permet de tenir compte de l'ensemble de la contamination présente dans les sédiments étudiés et d'intégrer à travers une mesure unique l'ensemble des interactions susceptibles d'agir sur le sort de la toxicité.

2.2 Revue de la littérature scientifique

2.2.1 Recherche bibliographique

Au cours des derniers mois, plusieurs tentatives de recherches bibliographiques ont été effectuées sur différents serveurs informatisés.

2.2.2 Synthèse bibliographique

A l'origine, il était prévu d'effectuer une sélection des meilleurs outils selon des critères préétablis de classement intégrés dans une grille d'évaluation permettant une analyse objective et une cotation d'articles. Cette méthode devait permettre:

- de proposer un ensemble de protocoles permettant le suivi de la toxicité en fonction de processus intervenant dans les sédiments dans l'espace et le temps
- de mettre en évidence les liens existant entre le processus (transfert ou transformation) et l'évolution de la toxicité.

La recherche bibliographique a permis de constater que les articles pouvant répondre aux attentes étaient rares. Tous ceux qui traitaient plus ou moins directement du sujet comportaient des limites qui, pour être dépassées, nécessitaient des adaptations souvent importantes. Ainsi, dans la plupart des articles examinés, les objectifs poursuivis par les auteurs étaient sensiblement différents de ceux de notre projet; certaines études visaient à étudier un ou des processus particuliers intervenant sur un produit spécifique et non sur un mélange de contaminants. De plus, le suivi des contaminants était pratiquement toujours effectué en terme de concentrations chimiques, mais très rarement, pour ne pas dire jamais, en terme de toxicité compatible avec une perspective écotoxicologique. Dans les rares cas où la toxicité était étudiée, son sort n'était jamais abordé. Finalement, sur le plan méthodologique, les contraintes de volume et de quantité de sédiments requis pour mener les essais de toxicité étaient telles que les études n'utilisant que les mesures chimiques ne correspondaient pas aux orientations du projet

Dans la mesure où nous cherchions à mettre en place une approche intégratrice, la littérature actuellement disponible ne semblait donc pas la meilleure source d'information pour nous renseigner sur les besoins et les méthodes à utiliser pour la partie expérimentale du projet.

8. Conclusions et recommandations

Les expérimentations effectuées dans le cadre de ce projet constituent une approche innovatrice dont les résultats permettent de dégager certaines conclusions et recommandations. Grâce à ces expérimentations, nous avons pu démontrer qu'il est techniquement possible de dépasser le simple suivi chimique de la contamination d'un sédiment en laboratoire et d'aborder le suivi de la toxicité à partir des outils biologiques standardisés actuellement disponibles.

Certaines variables de nature chimique mesurées dans le cadre de ces expérimentations se sont avérées stables au cours de la période d'exposition (25 jours). D'autres ont démontré que le remaniement du matériel sédimentaire intervenant lors du démarrage des essais se traduisait par une modification importante des équilibres chimiques, mais que l'instabilité physico-chimique ainsi engendrée se stabilisait après quelques jours.

Les transferts massiques de certains éléments chimiques, notamment le carbone, indiquent que malgré les conditions statiques d'exposition, les compartiments interagissaient. Cependant, aucune mesure de l'activité microbienne n'a été réalisée dans le cadre de ces expérimentations préliminaires. A l'avenir, cet aspect particulier devrait être inclus dans le suivi des conditions d'expositions afin de mieux contrôler les conditions expérimentales, et expliquer les transferts moléculaires en cause. L'activité microbienne joue en effet un rôle prépondérant dans la minéralisation ou le remaniement de nombreuses substances chimiques et de plusieurs contaminants. Il apparaît donc essentiel d'en inclure la mesure dans des expérimentations ultérieures, particulièrement dans le cas d'un suivi impliquant des contaminants organiques.

D'une manière générale, les réponses biologiques mesurées en conditions standardisées en laboratoire à l'aide des espèces retenues se sont avérées assez faibles. Cette constatation pose la question de la sensibilité des outils actuellement disponibles pour mesurer de faibles variations d'effet toxique potentiels.

La meilleure sensibilité dans le milieu aqueux a été obtenue, dans le cadre de ces essais, par une espèce non retenue initialement (l'hydre d'eau douce *Hydra attenuata*). Cette affirmation doit cependant être considérée avec circonspection dans la mesure où d'autres outils peut-être plus sensibles n'ont pas été testés. Dans le cadre d'une étude sur le comportement d'une contamination de nature métallique, l'essai avec l'algue d'eau douce *Selenastrum capricornutum* devrait être envisagé. Dans le cadre d'une contamination de nature organique, l'essai Microtox® pourrait quant à lui être considéré, malgré sa faible représentativité écologique.

La toxicité des sédiments mesurées à l'aide des espèces benthiques *Chironomus tentans* et *Hyallela azteca* a également été relativement faible. Seul les matériaux sédimentaires testés issus d'un sédiment fortement contaminé ont révélé une toxicité mesurable avec *Hyallela azteca*. Il semble donc que le choix des outils retenus dans la cadre de cette étude ne soit pas le plus approprié pour anticiper la réponse toxique de séiment faiblement contaminés.

Par ailleurs une toxicité relativement importante a été mesurée sur le matériel sédimentaire issu du sédiment non contaminé. Elle peut être attribuable, du moins en partie aux concentrations importantes d'azote ammoniacal présente dans la matrice. Cette constatation met en évidence les possibilités d'interférences introduites par la présence de substances considérées comme ne faisant pas partie des contaminants, et suggèrent donc amène à recommander que leur suivi soit effectué de manière systématique dans le cadre d'expérimentations futures, au risque d'obtenir des réponses faussement positive.

L'ensemble des observations onsignées dans le cadre de ces expérimentations ont mis en évidence l'existence de problèmes techniques qui devront être considérés dans le cadre d'expérimentations futures. Le choix de fonctionner en circuit ouvert avec une alimentation continue en eau permettant de simuler le renouvellement de la colonne d'eau habituellement réalisé en conditions naturelles a nécessité un montage qui ne semble pas adéquat. Les variations importantes de débit qui ont été observées durant les 25 jours d'exposition obligent à reconsidérer le montage de manière à stabiliser les conditions d'exposition d'une mésocosme à l'autre. Ce problème technique n'est pas insurmontable et devrait pouvoir être réalisé à moindre coût par un système de valves automatisées.

En conclusion, les manipulations décrites dans ce rapport, qui rappelons le doivent être considérées comme une première tentative de simulation du comportement de la contamination en conditions contrôlées, indiquent que l'approche retenue est viable, et que les résultats qui en ressortent permettent de mettre en évidence plusieurs phénomènes physico-chimiques et biologiques. Il n'en demeure pas moins que d'autres essais doivent être entrepris en laboratoire afin de mieux cerner les mécanismes et les interactions qui se produisent. Ils devront être ultérieurement confrontés à une validation sur le terrain avant de pouvoir être éventuellement utilisés dans le cadre d'une gestion optimale de sédiments contaminés