

La cartographie des concentrations est représentée dans la Figure 80. Au regard des investigations réalisées, les fortes concentrations en As semblent être préférentiellement localisées dans la partie inférieure de la verse.



Figure 80. Cartographie des concentrations en arsenic au droit de la verse annexe de Ramèle

8.6.5 *Minéralogie et transfert de l'arsenic*

Aucun échantillon n'ayant fait l'objet de test de lixiviation, la minéralogie et la remobilisation potentielle de l'arsenic sont appréhendées par les observations lithologiques et les données chimiques.

Les traceurs géochimiques considérés sont les suivants :

- le fer pour les oxy(hydroxy)des et les sulfures et les sulfates de fer ;
- le soufre pour les sulfures et les sulfates ;
- le potassium pour les argiles ;
- le calcium pour les carbonates.

Ils sont illustrés dans les diagrammes de la Figure 81 qui indiquent les éléments suivants :

- il existe une corrélation positive entre le Fe et l'As ce qui suggère que l'arsenic est associé à des oxy(hydroxy)des et/ou les sulfures/sulfates de fer ;



- l'échantillon le plus concentré en As, est aussi le plus concentré en Fe et S, et en K (RAM15), ce qui suggère que l'arsenic est en partie contenu dans des sulfures et/ou des sulfates de fer, hypothèse en accord avec les observations lithologiques ayant indiqué la présence de schiste jaune (couleur soufrée, e.g. observé sur des matériaux riches en S au droit des versées de Nartau) ;
- l'arsenic est dans des phases, d'abord riche en Fe, plutôt que riche en S ;
- la distribution des échantillons sur les graphiques suivants Fe/As, K/As et S/As suggère que le potassium est contenu dans les argiles et la jarosite (K, Fe, S) ;
- il existe une corrélation négative entre le Ca et l'As, excluant la possibilité d'une association prédominante entre l'As et les carbonates.

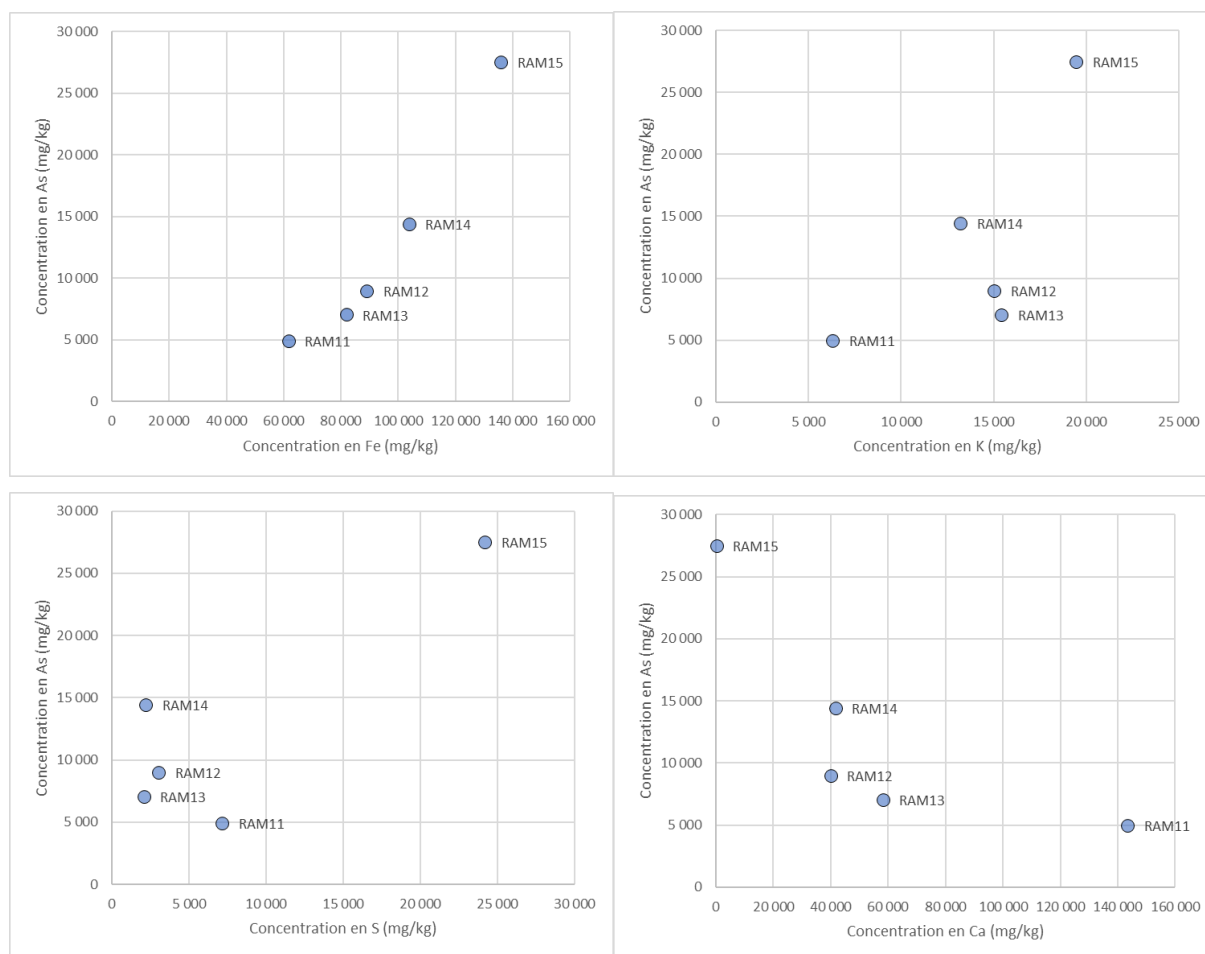


Figure 81. Diagramme binaire de concentrations entre l'arsenic et le fer, le soufre, le potassium et le calcium

Au regard des observations réalisées ci-dessus l'arsenic semble être associé à des sulfures de fer et/ou des sulfates de fer (i.e. jarosite) et à des oxy/hydroxydes de fer. Il est donc probable que la remobilisation de l'arsenic dans les matériaux de la versée annexe de Ramèle soit relativement faible.



8.6.6 Synthèse de la caractérisation des matériaux de la verse annexe de Ramèle

Les caractéristiques physiques, chimiques, et lithologiques des matériaux de la verse annexe de Ramèle sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 73. Caractéristiques physiques, chimiques, et lithologiques des matériaux de la verse annexe Ramèle

	Verse annexe de Ramèle
Granulométrie (proportions massiques)	72% de graves et blocs et 28% de fraction fine (<2 mm)
Lithologie/minéralogie	Fraction fine : <ul style="list-style-type: none"> • Limons grise à brune, localement rouille et jaune Fraction grossière : <ul style="list-style-type: none"> • Schistes minéralisés, de quartzite et de schistes jaunes
Chimie/granulochimie	Concentration (vs. zone d'étude) : <ul style="list-style-type: none"> • Ca, Cu, Zn, Se, Sb, Pb et Bi, et localement en S et As Médiane de 0,9% d'As, maximum à 2,7%
Origine	Matériaux légèrement minéralisés
Distribution des éléments	As probablement associé aux sulfures, et sulfates de fer, et aux oxy/hydroxydes
Transfert	Probablement faible

8.7 Paléosédiments

Les deux zones de paléosédiments investiguées sont situées dans une zone d'inondation rive gauche du Grésillou en aval de la verse de Ramèle peu après Mine 2/GRE17 et en aval de Nartau/amont de Ramèle au sein d'un banc de paléosédiments séparant deux bras du Grésillou. Les échantillons ont été prélevés sur plusieurs niveaux sédimentaires : du plus superficiel au plus profond (tous les 10 cm environ) pour les sédiments situés dans un banc, et de la terrasse la plus basse à la plus superficielle pour les paléosédiments en zone d'inondation.

8.7.1 Caractérisation lithologique macroscopique

Terrasses de paléosédiments en zone d'inondation du Grésillou (paléosédiments 1)

Les paléosédiments investigués en zone d'inondation sont composés en moyenne de 49% de graves et blocs (14 à 68%) et 51% de matrice fine (< 2mm). Les blocs sont composés de schistes plus ou moins émoussés de racines et de matières végétale. La matrice fine correspond à des limons bruns plus ou moins sableux.

Tableau 74. Caractéristiques physiques et lithologiques des échantillons de paléosédiments en zone d'inondation du Grésillou

ID échantillon	Masse <2 mm (g)	Masse >2 mm (g)	Proportion massique de graves et blocs (%)	Description fraction fine	Description blocs
PAL6	1440	1634	53	limon sableux brun	sédiments schisteux
PAL7	992	751	43	limon brun	sédiments schisteux, racines, matière végétale
PAL8	2300	375	14	limon brun	sédiments schisteux
PAL9	1140	2200	66	limon brun	sédiments schisteux
PAL10	764	1630	68	limon brun	sédiments schisteux



Figure 82. Photographie d'échantillons représentatifs des paléosédiments en zone d'inondation

Paléosédiments en banc dans le Grésillou (paléosédiments 2)

Les paléosédiments investigués en banc dans le Grésillou sont composés en moyenne de 31% de graves et blocs (12 à 60%) et 69% de matrice fine (< 2mm). Les blocs sont composés de schistes émoussés et la matrice fine correspond à des limons bruns plus ou moins sableux.

Tableau 75. Caractéristiques physiques et lithologiques des échantillons de paléosédiments en banc dans le Grésillou

ID échantillon	Masse <2 mm (g)	Masse >2 mm (g)	Proportion massique de gravés et blocs (%)	Description fraction fine	Description blocs
PAL11	1867	257	12	sable schisteux limoneux	sédiments schisteux
PAL12	1079	391	27	limon sableux	sédiments schisteux
PAL13	890	1354	60	limon sableux	sédiments schisteux
PAL14	1569	493	24	limon sableux	sédiments schisteux
PAL15	1637	700	30	sable limoneux	sédiments schisteux



Figure 83. Photographie d'échantillons représentatifs des paléosédiments en banc dans le Grésillou

8.7.2 Caractérisation chimique et granulochimique

8.7.2.1 Chimie globale

Les résultats sont présentés dans le Tableau 76, le Tableau 77 et la Figure 84.

Dans la Figure 84, les médianes des concentrations en métaux des échantillons sont normalisées à la moyenne des médianes de chaque zone d'intérêt. Cela permet d'illustrer des appauvrissements et des enrichissements relatifs par rapport à l'ensemble du site d'étude. De plus, les valeurs des bruits de fond de de l'ensemble géologique de la zone axiale y sont également représentées. Le Grésillou traverse en effet la zone axiale de sa source à la verse Ramèle. Les données provenant de deux méthodes analytiques différentes (matériaux investigués : pXRF ; bruit de fond : ICP), la comparaison n'est réalisée que sur les éléments dont les corrélations entre les deux méthodes ont été réalisées et sont bonnes.



Globalement, et comparativement aux matériaux investigués sur l'ensemble du site d'étude, les sédiments du Grésillou sont caractérisés par :

Pour les paléosédiments en zone d'inondation (PAL11 à 15) :

Par rapport à la moyenne du site :

- des teneurs élevées en Mn, Cu et Zn ;
- de faibles teneurs en Mg, S, Fe, As, Sb et Bi ;
- des teneurs moyennes pour les autres éléments ;
- des teneurs en arsenic allant de 151 mg/kg en PAL10 à 2 861 mg/kg en PAL6 avec une moyenne de 1 177 mg/kg ;

Par rapport au bruit de fond des sédiments de la zone axiale :

- teneurs plus importantes en Ca, Cu, Pb et Bi.
- teneurs plus importantes en As, qui est en moyenne 5 fois plus concentré.

Pour les paléosédiments en banc dans le Grésillou (PAL6 à 10) :

Par rapport à la moyenne du site :

- de faibles teneurs en S, Ca, Fe, Cu, As, Se, Pb et Bi ;
- des teneurs moyennes pour les autres éléments ;
- des teneurs en arsenic allant de 341 à 634 mg/kg avec une moyenne de 412 mg/kg ;

Par rapport au bruit de fond des sédiments de la zone axiale :

- teneurs plus importantes en Bi ;
- teneurs plus importantes en As, qui est en moyenne 1,7 fois plus concentré.

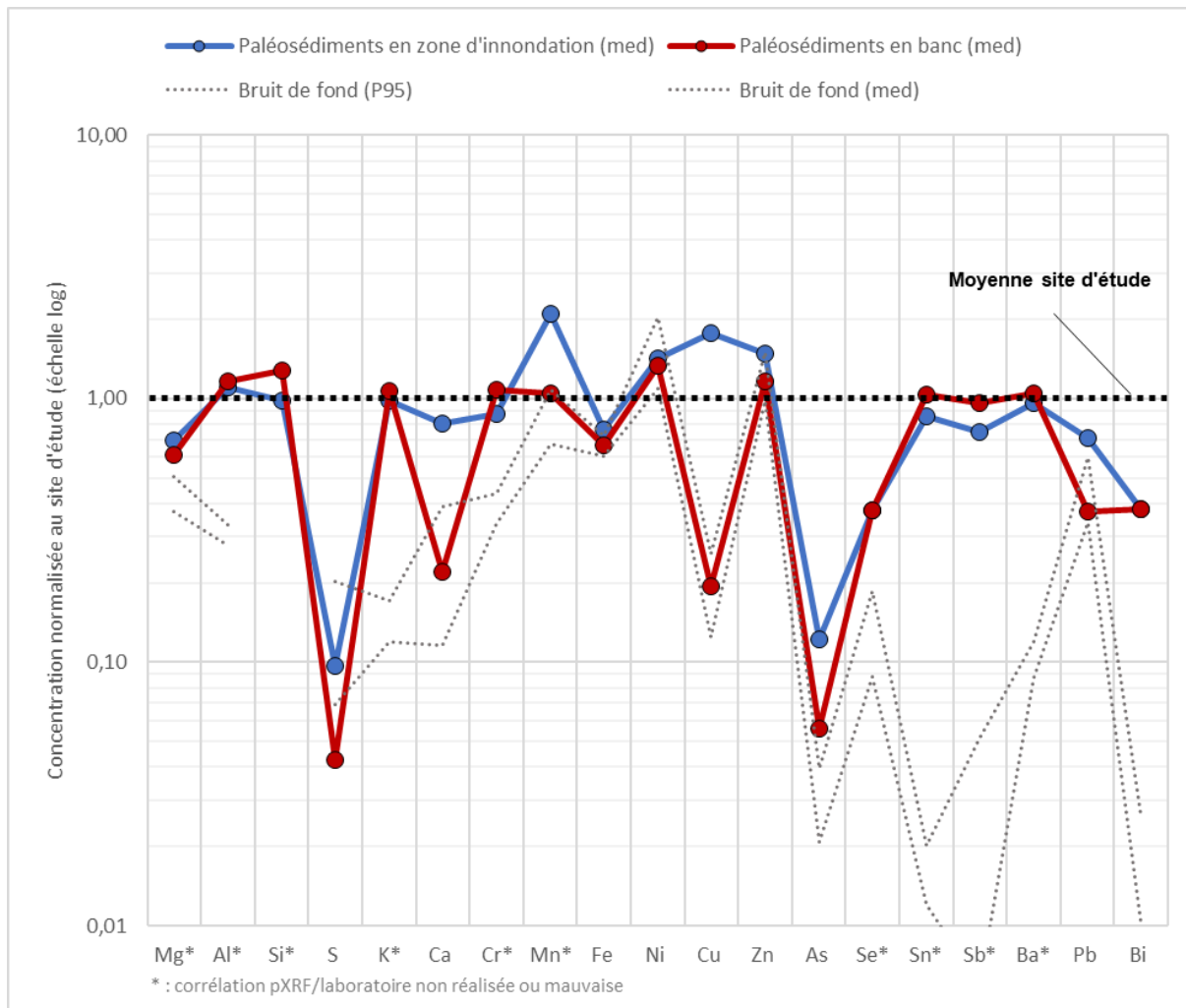


Figure 84. Spectre multi élémentaire des concentrations des paléosédiments normalisées à l'ensemble du site d'étude pour les paléosédiments (la moyenne du site équivaut à la moyenne des médianes de l'ensemble des zones d'intérêt).

Pour les éléments non mesurés au pXRF, les points suivants sont mis en évidence :

- au regard des concentrations en sulfates et des concentrations en S total, il est montré que le S contenu dans les sulfates solubles (SO_4^{2-} seulement, n'inclus pas jarosite) représente 1% du S total, contre 99% dans les sulfures ;
- hormis pour le chrome, la quantité d'élément dissous par minéralisation régale représente plus de 80% de la quantité extraite par minéralisation totale ;
- les analyses de l'or ne montrent pas de teneurs détectées.



Tableau 76. Chimie des paléosédiments (résultats pXRF corrigés en mg/kg)

ID échantillon	Zone d'intérêts	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Co*	Ni	Cu	Zn	As	Se	Mo*	Ag*	Cd*	Sn	Sb	Ba	Hg*	Pb	Bi
PAL6	Paléosédiments en zone d'inondation	16 762	81 550	137 283	282	17 294	2 991	82	1 293	52 911	110	91	644	422	1 864	2	6	64	18	39	36	780	10	31	31
PAL7	Paléosédiments en zone d'inondation	11 840	56 132	124 856	658	11 818	8 953	78	928	46 050	241	54	298	152	2 861	7	12	97	33	57	81	556	24	86	146
PAL8	Paléosédiments en zone d'inondation	16 357	92 201	213 632	108	18 967	4 967	106	988	49 802	106	51	81	130	752	2	6	66	20	30	38	815	8	33	16
PAL9	Paléosédiments en zone d'inondation	22 821	87 837	187 374	75	21 883	28 625	129	1 596	48 202	108	41	598	175	151	2	6	66	20	28	40	662	8	33	16
PAL10	Paléosédiments en zone d'inondation	17 132	70 190	155 403	477	16 440	15 514	76	1 815	41 336	96	41	477	155	256	2	6	62	18	26	36	691	8	41	14
Mediane	Paléosédiments en zone d'inondation	16 762	81 550	155 403	282	17 294	8 953	82	1 293	48 202	108	51	477	155	752	2	6	66	20	30	38	691	8	33	16
PAL11	Paléosédiments en banc	16 181	94 133	209 347	246	20 398	2 820	117	662	48 822	253	54	57	134	347	4	13	147	36	47	91	794	21	20	19
PAL12	Paléosédiments en banc	14 775	85 800	196 078	124	16 958	2 964	83	644	41 825	100	48	58	121	341	2	6	66	20	26	49	705	10	21	14
PAL13	Paléosédiments en banc	14 814	85 283	201 998	122	18 850	1 929	92	536	42 241	109	47	52	106	471	2	6	58	22	36	40	755	8	16	16
PAL14	Paléosédiments en banc	17 162	98 364	242 811	100	20 241	1 657	107	513	40 741	100	47	39	112	267	2	6	64	20	29	40	747	10	17	16
PAL15	Paléosédiments en banc	14 694	80 648	187 554	143	17 860	2 459	101	694	44 045	240	48	52	125	634	6	13	149	47	64	91	719	20	17	16
Mediane	Paléosédiments en banc	14 814	85 800	201 998	124	18 850	2 459	101	644	42 241	109	48	52	121	347	2	6	66	22	36	49	747	10	17	16
Maximum	Paléosédiments	22 821	98 364	242 811	658	21 883	28 625	129	1 815	52 911	253	91	644	422	2 861	7	13	149	47	64	91	815	24	86	146
Mediane	Paléosédiments	16 269	85 542	191 816	134	18 355	2 978	97	811	45 048	109	48	70	132	409	2	6	66	20	33	40	733	10	26	16
Moyenne	Paléosédiments	16 254	83 214	185 634	234	18 071	7 288	97	967	45 598	146	52	236	163	794	3	8	84	25	38	54	722	13	31	30
Minimum	Paléosédiments	11 840	56 132	124 856	75	11 818	1 657	76	513	40 741	96	41	39	106	151	2	6	58	18	26	36	556	8	16	14
Mediane	Bâtiments de Nartau	16 477	69 970	125 270	1 546	15 937	21 843	88	664	61 055	127	34	143	98	6 648	6	5	43	17	28	52	606	13	85	20
Mediane	Plateforme Marty	11 250	62 220	131 736	5 318	14 717	14 907	79	370	63 794	97	17	66	55	1 646	2	6	62	16	32	42	589	10	23	16
Mediane	Sédiments du Grésillou	18 182	101 168	251 067	92	22 362	2 736	115	688	46 929	55	50	64	125	478	1	3	33	11	26	20	800	5	19	8
Mediane	Verse annexe de Ramèle	40 426	67 357	125 805	3 056	15 043	41 836	69	1 046	89 158	136	56	1 502	221	8 951	10	4	19	18	51	103	651	12	112	156
Mediane	Verse de Nartau	57 456	47 048	98 806	9 162	17 362	138	107	273	95 690	124	10	55	26	26 573	16	4	78	12	43	65	843	14	18	73
Mediane	Verse Ramèle	15 980	69 117	156 150	900	18 731	3 988	96	381	48 954	101	32	179	83	1 919	2	4	34	16	40	49	738	10	45	31
Mediane	Zone de résidus de four	17 667	86 652	178 840	3 054	18 437	931	99	712	54 475	111	42	74	94	2 745	4	6	66	19	27	36	767	10	43	16
Moyenne des médiane de chaque zone d'intérêts	Site d'étude	24 213	73 634	157 436	2 908	17 618	11 170	94	618	63 138	107	36	269	104	6 171	5	5	50	16	35	51	716	10	46	42

*: 80% des concentrations mesurées sont des valeurs <LQ

Les concentrations inférieures à la LQ ont été mises à LQ/2 et les certaines données représentent une moyenne de trois mesures triplicat par échantillon



Tableau 77. Chimie des paléosédiments (résultats du laboratoire après minéralisation à l'eau régale)

Analyses	carbonates totaux	%S sulfates solubles ⁴		%S sulfures ⁴	Sulfates solubles	Mg	Al	S tot	Ca	Cr	Fe
Unité	g/Kg	%		%	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg
PAL6-8	11	n.c.		n.c.	20	8 900	34 000	<330	2 700	40	50 000
PAL7	<2,00	0,4%		99,6%	11	7 100	27 000	830	5 300	34	53 000
PAL11	<2,00	n.c.		n.c.	10	10 000	34 000	<330	960	48	48 000
PAL15	<2,00	n.c.		n.c.	15	10 000	26 000	<310	1 000	37	55 000
% extrait (régale vs. totale) ³	n.c.	n.c.		n.c.	n.c.	n.c.	81%	95%	n.c.	38%	88%
Analyses	Co	Ni	Cu	Zn	As	Ag	Cd	Pb	Bi	Au (LQ)	Au (LD) ¹
Unité	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg
PAL6-8	21	55	260	230	1 100	<0,99	<3,9	25	<39	<20,0	<4,5
PAL7	20	38	390	140	3 000	<1,00	<4,0	88	150	<20	<4,5
PAL11	19	36	61	110	250	<0,98	<3,9	<20,0	<39	<20,0	<4,5
PAL15	20	43	63	120	1 000	<0,92	<3,7	<18,0	<37	<18,0	<4,2
% extrait (régale vs. totale) ³	78%	90%	89%	83%	82%	96%	88%	89%	88%	n.c.	n.c.

n.c. : non calculable ou non concerné ; 1 : résultats entre la limite de détection et la limite de quantification ; 2 : issue de la minéralisation totale, plus efficace pour extraire l'or ; 3 : proportions moyennes de la quantité d'élément extrait entre la minéralisation à l'eau régale et la minéralisation totale ; 4 : les proportions de S contenu dans les sulfates et les sulfures sont calculées sur la base des concentrations en sulfates déterminées par le laboratoire, selon les hypothèses suivantes : les sulfates sont représentés par le composé SO₄²⁻ et tout le S non contenu dans les sulfates solubles est contenu dans les sulfures. Les sulfates de fer type jaoriste n'étant pas inclus dans les sulfates solubles, le % de sulfures peut être majoré.

La cartographie des concentrations en arsenic dans les paléosédiments en zone d'inondation est représentée dans la Figure 85. On observe une zonation verticale des concentrations en arsenic, qui sont d'autant plus élevées qu'elles sont situées dans des terrasses anciennes (en bas dans la stratification). Ceci peut s'expliquer soit par le fait que les terrasses anciennes sont plus chargées en arsenic probablement quand Nartau et la fonderie étaient en fonctionnement soit par un apport de sédiments arséniés plus fréquente dans les parties basses, lit mineur du Grésillou.

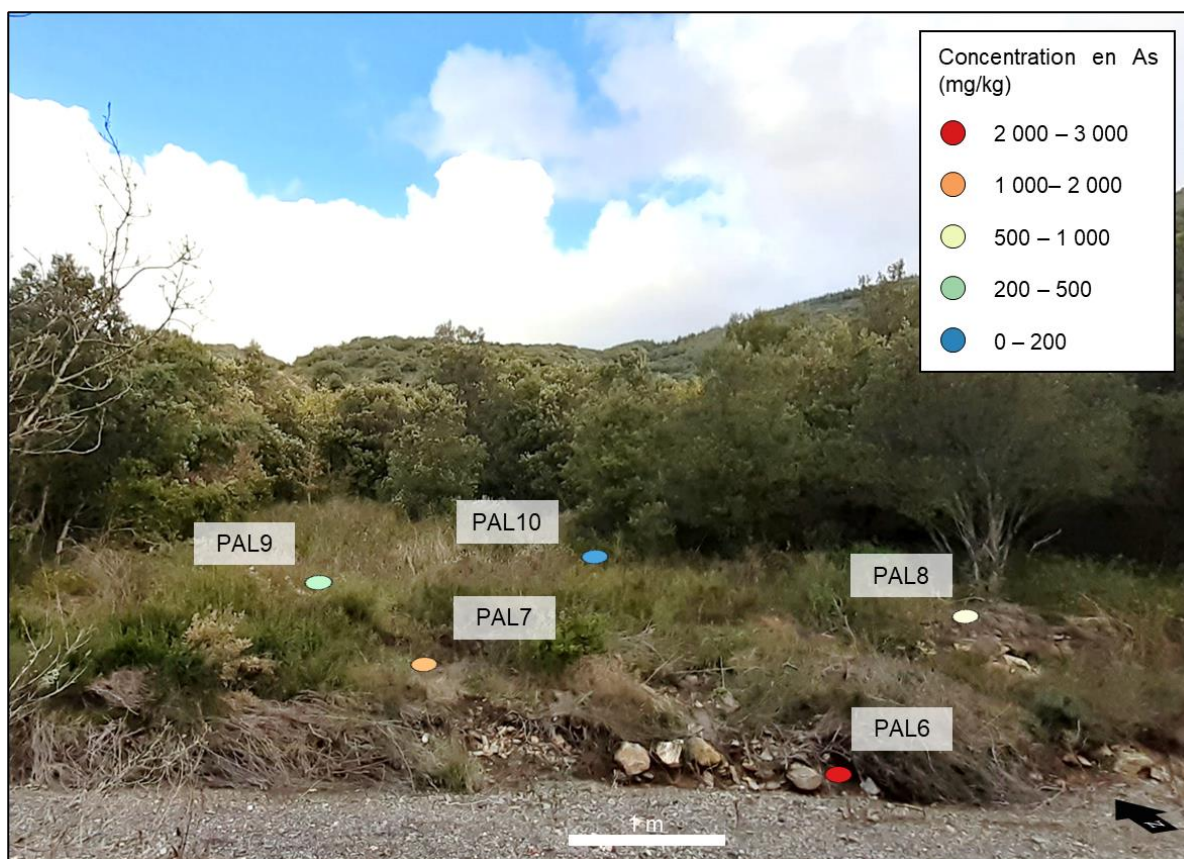


Figure 85. Cartographie des concentrations en arsenic dans les paléosédiments en zone d'inondation

La cartographie des concentrations en arsenic dans les paléosédiments en banc dans le Grésillou est représentée dans la Figure 86. A l'exception d'un échantillon, qui ne suit pas le gradient, on observe des concentrations qui augmentent avec la profondeur. Deux interprétations peuvent être formulées :

1. les concentrations diminuent au cours du temps ;
2. l'arsenic subit une migration verticale vers le bas et se concentre plus en profondeur au cours des infiltrations d'eau.

La 2^{ème} interprétation semble plus probable. Notons que les sondages n'ont pas été réalisés en un même point et que des variations de distribution latérale de l'arsenic peuvent opérer.

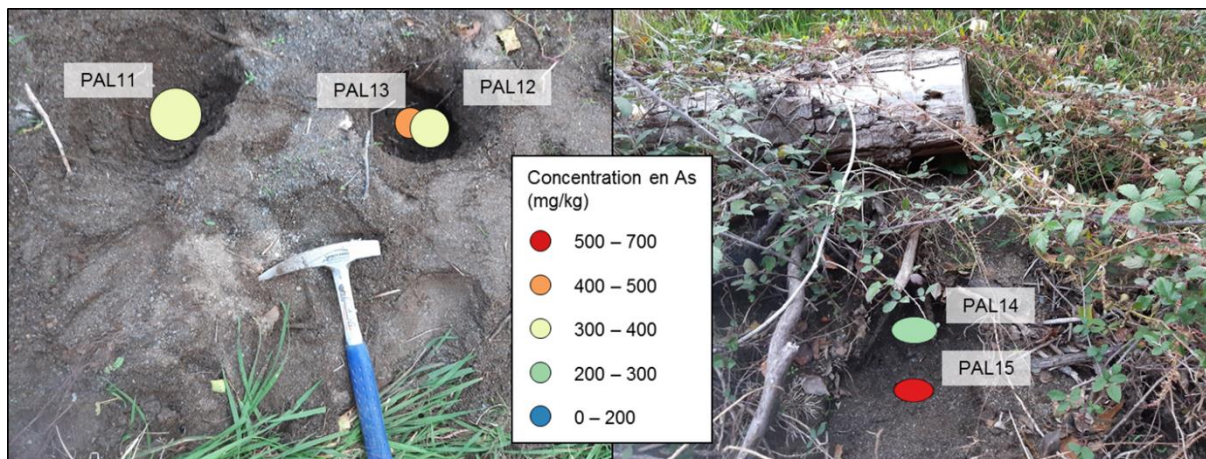


Figure 86. Cartographie des concentrations en arsenic dans les paléosédiments en banc dans le Grésillou

8.7.3 Minéralogie et distribution des éléments

La minéralogie et la distribution des éléments sont appréhendées par les analyses DRX et d'extractions séquentielles. L'échantillon analysé correspond à un échantillon composite aux fortes concentrations en arsenic de la zone d'inondation (PAL6-8).

8.7.3.1 Résultats d'analyses DRX

Les résultats des analyses DRX sont fournis dans le Tableau 78 et la Figure 87. Les analyses DRX étant moins précises que les analyses ICP, des bilans massiques ont été calculés pour l'arsenic, le soufre et le fer, sur la base des proportions modales puis comparés aux analyses ICP (Tableau 78).

L'échantillon de paléosédiments comportent 99,4% de silicates dont les principaux sont le quartz (58%), les mica blanc (muscovite ; 30%), et dans une moindre mesure les feldspath (6%) et les chlorites (clinochlore et alurgite ; 6%). Cette composition minéralogique indique que les paléosédiments dérivent de roches silico-clastiques. La phase minérale accessoire correspond à un oxyde de fer ferreux/ferrique (Fe^{2+} et Fe^{3+} ; titanomagnétite ; 0,6%).

Aucune phase arséniée n'est mise en évidence par les résultats d'analyse DRX. Or sur la base des concentrations déterminées à l'ICP, 1 600 mg/kg d'As sont présents dans l'échantillon. Ce défaut de bilan en As s'explique soit :

- 1) par la présence d'As dans les phases potentiellement porteuses d'As (oxydes de fer et les carbonates). Les concentrations en Fe et S et la présence en carbonates (11 000 mg/kg) suggèrent que les phases potentiellement arséniées pourraient correspondre à des oxy/hydroxydes de fer et des carbonates.
- 2) et/ou par l'absence de détection de phases arséniés ;
- 3) et /ou par un biais d'échantillonnage ou une hétérogénéité de l'échantillon.

Tableau 78. Minéralogie des paléosédiments et bilan de concentration en arsenic, fer et soufre



Minéral	Formule	Poids moléculaire du minéral (g)	% massique As	% massique Fe	% massique S	PAL6-8
Silicates						
Quartz	SiO ₂					58
Groupe micas (aluminosilicate)						
Muscovite	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂					29,9
Séricite	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂					0
Allurgite	K(Al,Mn ³⁺) ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂					0
Phengite	KAl _{1,5} (Mg) _{0,5} (Al _{0,5} Si _{3,5} O ₁₀)(OH) ₂					0
Groupe chlorites (aluminosilicate)						
Chlorite	(Fe,Mg,Al) ₆ (Si, Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₈	1014		11%		0
Clinochlore	Mg ₂ Al(AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₈					2,3
Chamosite	(Fe ²⁺ ,Mg,Al,Fe ³⁺) ₆ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH) ₈	780		22%		3,9
Groupe feldspaths (aluminosilicate)						
Feldspath						5,7
Albite	Na(AlSi ₃ O ₈)					0
Ca-Na-Feldspath	(Ca,Na)(Al ₂ Si ₂ O ₈)					0
Na-feldspath	Na(Al ₂ Si ₂ O ₈)					0
Sr-Al feldspath	Sr/Ca/Na(Al ₂ Si ₂ O ₈)					0
Groupe argiles (aluminosilicate)						
Montmorillonite	(Na, Ca) _{0,33} (Al,Mg) ₂ (Si ₄ O ₁₀)(OH) ₂ .nH ₂ O					0
Kaolinite	Al ₂ (Si ₂ O ₅)(OH) ₄					0
Illite	K _{0,65} Al _{2,0} [Al _{0,65} Si _{3,35} O ₁₀](OH) ₂					0
Groupe zéolite (aluminosilicate)						
Zéolite	Si, Al, K, Na, Ca hydraté					0
Sr,Cs zéolite						0
Groupe oxy/hydroxydes de Fer						
Magnetite	Fe ²⁺ Fe ³⁺ ₂ O ₄	176		64%		0
Titanomagnétite	Fe ²⁺ (Fe ³⁺ ,Ti) ₂ O ₄	176		64%		0,6
Goethite	α-Fe ³⁺ O(OH)	89		63%		0
Hématite	Fe ³⁺ ₂ O ₃	160		65%		0
Arséniate						
Scorodite	Fe ³⁺ AsO ₄ · 2H ₂ O	231	32%	24%		0
Arsénite						
Arsénolite	As ₂ O ₃	198	75%			0
Groupe sulfures						
Chalcopryrite	CuFeS ₂	184		31%	35%	0
Pyrite	FeS ₂	120		47%	53%	0
Arsénopyrite	FeAsS	163	46%	34%	20%	0
Orpiment	AsS	107	70%		30%	0
Groupe sulfates						
Sulfate de Cs	Cs ₂ SO ₄	362			9%	0
Jarosite	KFe ³⁺ ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆	501		13%	13%	0
Groupe carbonates						
Calcite	CaCO ₃					0
Dolomite	CaMg(CO ₃) ₂					0
Groupe phosphates						
Berlinite	AlPO ₄					0
Autres						
Na, Cs Fullérene c60						0
Bilan As						
% phases arséniées						0
As calculé (stochiométrie ; ppm)						0
As ICP totale (ppm)						1300
Bilan (ICP-DRX)						1300
Phases potentiellement arséniées (% ; par ordre de probabilité selon les phases détectés)						0,6
Phase probable 1						Ti-Mgt
Phase probable 2						
Phase probable 3						
Phase probable 4						
Bilan Fe						
Fe calculé (stochiométrie ; ppm)						12 218
Fe ICP totale (ppm)						55 000
Bilan (ICP-DRX)						42 782
Bilan S						
% massique S calculé (stochiométrie)						0
S ICP totale (ppm)						165
Bilan (ICP-DRX)						165
phase arséniée						
phase potentiellement arséniée						

Abbréviation : Arg : argile ; Mgt : magnétite ; Ti-Mgt : titanomagnétite ; Hmt : Hématite ; Goe : giéthite ; Jar : jarosite ; Ber : belinite.

en rouge : bilan négatif entre la concentration en As calculé selon les proportions minéralogiques et la concentration en As déterminé à l'ICP

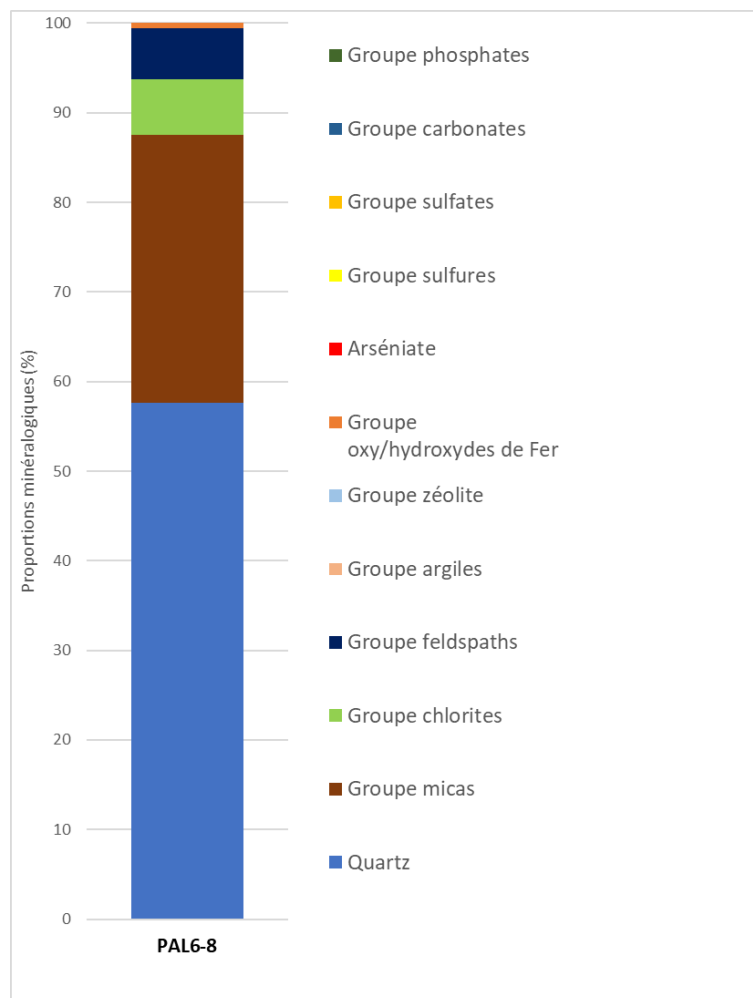


Figure 87. Proportions minéralogiques des paléosédiments

8.7.3.2 Résultats des extractions séquentielles

Les résultats des extractions séquentielles sont exprimés en mg/kg dans le Tableau 79. Ils sont également exprimés en pourcentage extrait dans le Tableau 80 en considérant la concentration extraite la plus haute parmi la somme des concentrations des fractions F0+F1+F2+F3 et la concentration de la minéralisation totale, afin de normaliser les résultats à 100%. En effet, le Tableau 79 montre que pour certains éléments comme Al, As, Ca, Fe et Mg, les extractions séquentielles sont plus efficaces que la minéralisation totale et montrent des bilans positifs. Les extractions de la fraction F0 seront discutés dans la section suivante.

Nous rappelons que les objectifs des extractions séquentielles sont de quantifier les éléments extraits pour les fractions suivantes :

- F0 : fractions lixiviable ;
- F1 : fraction adsorbée sur les surfaces minérales (e.g. argiles) ;
- F2 : fraction réductibles (oxy/hydroxydes) ;
- F3 : fraction oxydable (sulfures et matière organique) ;
- RES : fraction résiduelle (silicates).



Notons que les extractions ne sont pas parfaites et qu'une fraction peut être extraite à une étape précédente. A titre d'exemple, les sulfures de fer sont une espèce réduite qui sont en théorie extraits lors de l'extraction de la fraction oxydable F3. Or, en raison de la présence de fer qui est préférentiellement extrait par les oxalates, réactif utilisé pour l'extraction de la fraction réductible F2, les sulfures de fer sont partiellement dissous lors de cette étape et le S est alors libéré dès la phase F2. Les sulfures de fer, très peu solubles, peuvent également être contenus dans la fraction résiduelle.

Les résultats des extractions séquentielles de l'échantillon PAL6-8 mettent en évidence les éléments suivants :

- l'aluminium est principalement issu de la fraction réductible F2 (97%) indiquant qu'il se trouve dans des oxy/hydroxydes d'aluminium ;
- le bismuth est retrouvé à 51% dans la fraction réductible F2, et à 40% dans la fraction résiduelle ce qui suggère qu'il est distribué dans des sulfures de fer partiellement dissous lors des extractions et/ou des oxy/hydroxydes de fer facilement dissous lors de l'étape 2 ;
- le calcium est extrait en majorité dans les première fraction F0 et F1 (83%) signifiant qu'il est en grande partie dans des sels ;
- le magnésium n'est pas retrouvé dans la fraction résiduelle RES signifiant qu'il n'est pas contenu dans les silicates ;
- le plomb est retrouvé à 53% dans la fraction réductible F2, et à 46% dans la fraction résiduelle ce qui suggère qu'il est distribué dans des sulfures de fer partiellement dissous lors des extractions et/ou des oxy/hydroxydes de fer facilement dissous lors de l'étape 2 ;
- le zinc est retrouvé à 33% dans la fraction réductible F2, 60% dans la fraction résiduelle RES et 4% dans la fraction oxydable F3 ce qui suggère qu'il est distribué dans des sulfures de fer partiellement dissous lors des extractions et/ou des oxy/hydroxydes de fer facilement dissous lors de l'étape 2 ;
- le fer est extrait dans la fraction réductible F2 (80%) et dans la fraction résiduelle RES (19%) ce qui indique qu'il est principalement contenu dans des oxy/hydroxydes ;
- le soufre, en très faible concentration, est extrait dans toutes les fractions : F0 (5%), F1 (13%), F2 (68%), F3 (14%) ce qui indique qu'il est principalement inclus dans des sulfates plus ou moins solubles dans l'eau, des sulfates de fer et des sulfures ;
- l'arsenic est extrait dans les fractions F0 (2%), F1 (8%) et F2 (90%) ce qui indique qu'il est principalement contenu dans des oxy/hydroxydes fer et d'aluminium mais aussi dans des argiles et des sulfates.

Tableau 79. Résultats d'extractions séquentielles en mg/kg pour les matériaux de la verse de Ramèle

ID échantillon	Fraction	Al	As	Bi	Ca	Fe	Mg	Pb	S	Zn
		%	%	%	%	%	%	%	%	%
PAL6-8	F0	0,454%	2,005%	0,590%	8,360%	0,102%	3,059%	0,492%	4,827%	0,425%
	F1	2%	8%	3%	75%	0%	11%	0%	13%	3%
	F2	97%	90%	51%	4%	80%	65%	53%	68%	33%
	F3	1%	0%	6%	12%	0%	21%	0%	14%	4%
	RES	0%	0%	40%	0%	19%	0%	46%	0%	60%

En raison de l'importance de de la fraction extractible à l'eau (F0) et de ses faibles concentration, les chiffres significatifs après la virgule ont volontairement été ralongés. Les résultats sont normalisés à 100%, en utilisant la plus grande des concentrations parmi celle issue de la minéralisation totale ou de la somme des fractions



Tableau 80. Résultats d'extractions séquentielles en % extrait pour les matériaux de la verse de Ramèle

ID échantillon	Fraction	Al	As	Bi	Ca	Fe	Mg	Pb	S	Zn
		mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
PAL6-8	F0	17,9	24	0,2	54,0	20,0	27,0	0,13	9,0	0,8
	F1	74	94	1	486	28	95	0	23	6
	F2	3 823	1 077	14	29	15 813	575	14	127	62
	F3	26	3	2	78	69	185	0,0	26	7
	RES	0	0,0	11	0,0	3 759	0	12	1	111
	Total fractions	3 941	1 197	16	646	15 930	883	14	186	75
	Minéralisation totale	2 346	1 167	27	557	19 689	137	26	186	186
	Résidus* (%)	-68%	-3%	40%	-16%	19%	-545%	46%	0%	60%

* : Résidus% = (Minéralisation totale - Total fractions)/ Minéralisation totale

En conclusion, l'étude de la distribution en arsenic dans les phases minérales montre qu'il est :

- principalement contenu dans des oxy(hydroxyd)es de fer et d'aluminium ;
- associé à des sulfates.

8.7.4 **Transfert des éléments**

Les transferts liés au ruissellement de l'eau de pluie en surface et la lixiviation sont appréhendés par les tests de lixiviation. Les résultats de lixiviation sont présentés dans le Tableau 79 et le Tableau 80.

Les résultats de lixiviation au cours des extractions séquentielles montrent les éléments suivants :

- les éléments les plus mobilisables dans l'eau sont le calcium (8) soufre (5%), le magnésium (3%) et l'arsenic (2%) ;
- les éléments moins mobilisables restent relativement mobilisables, il s'agit du zinc (0,43%), du plomb (0,49%), de l'aluminium (0,45%), de bismuth (0,59%) et du fer (0,10%) ;
- l'arsenic est mobilisable à hauteur de 2% de l'arsenic présent dans l'échantillon brut ce qui représente 24 mg/kg d'arsenic mobilisable sur les 1 107 mg/kg contenus dans l'échantillons.

En conclusion, l'étude du transfert en arsenic dans les eaux de lixiviation des paléosédiments montre que malgré ses faibles concentrations, l'arsenic est fortement mobilisable en raison de sa distribution dans des oxy/hydroxydes de fer et d'aluminium ± sulfates.



8.7.5 Synthèse de la caractérisation des paléosédiments

Les caractéristiques physiques, chimiques, et lithologiques des paléosédiments sont présentées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 81. Caractéristiques physiques, chimiques, et lithologiques des paléosédiments

	Paléosédiments 1 (PAL11-15)	Paléosédiments 2 (PAL6-10)
Granulométrie (proportions massiques)	49% de graves et blocs et 51% de fraction fine (<2 mm)	31% de graves et blocs et 69% de fraction fine (<2 mm)
Lithologie/minéralogie	Fraction fine : <ul style="list-style-type: none"> Sable schisteux et limon Fraction grossière : <ul style="list-style-type: none"> Schistes émoussé 	Fraction fine : <ul style="list-style-type: none"> Sable schisteux et limon Fraction grossière : <ul style="list-style-type: none"> Schistes émoussé
Chimie/granulochimie	Concentration (vs. zone d'étude) : <ul style="list-style-type: none"> Pauvre en Mg, S, Fe, As, Sb et Bi Riche en Mn, Cu et Zn ; 151 à 2861 mg/kg d'As	Concentration (vs. zone d'étude) : <ul style="list-style-type: none"> Pauvre en Ca, S, Fe, Cu, As, Se, Pb et Bi 341 à 634 mg/kg d'As
Distribution des éléments	As contenu dans des oxy(hydroxyd)es de fer et d'aluminium et des sulfates solubles	n.d.
Transfert	As fortement mobilisable dans l'eau : <ul style="list-style-type: none"> Lixiviation 1/100 : 2% de l'As de la matrice solide extrait dans l'eau (24 mg/kg ou 240 µg/l) 	n.d.

8.8 Sédiments du Grésillou, de ses affluents et de l'Orbiel

8.8.1 Géomorphologie du Grésillou et de ses affluents

Le Grésillou est un ruisseau de montagne sinueux, encaissé et jeune à érosion régressive. Il est caractérisé par un fort pouvoir érosif de son encaissant. Les pentes de son bassin sont relativement douces sur sa partie amont et deviennent abruptes en amont immédiat des versants de Nartau et Ramèle. La pente maximale au niveau des versants peut atteindre 57° à proximité de la verse de Nartau, plus en aval en partie basse du Grésillou et au niveau des châteaux de Lastours (Cf. Figure 88).

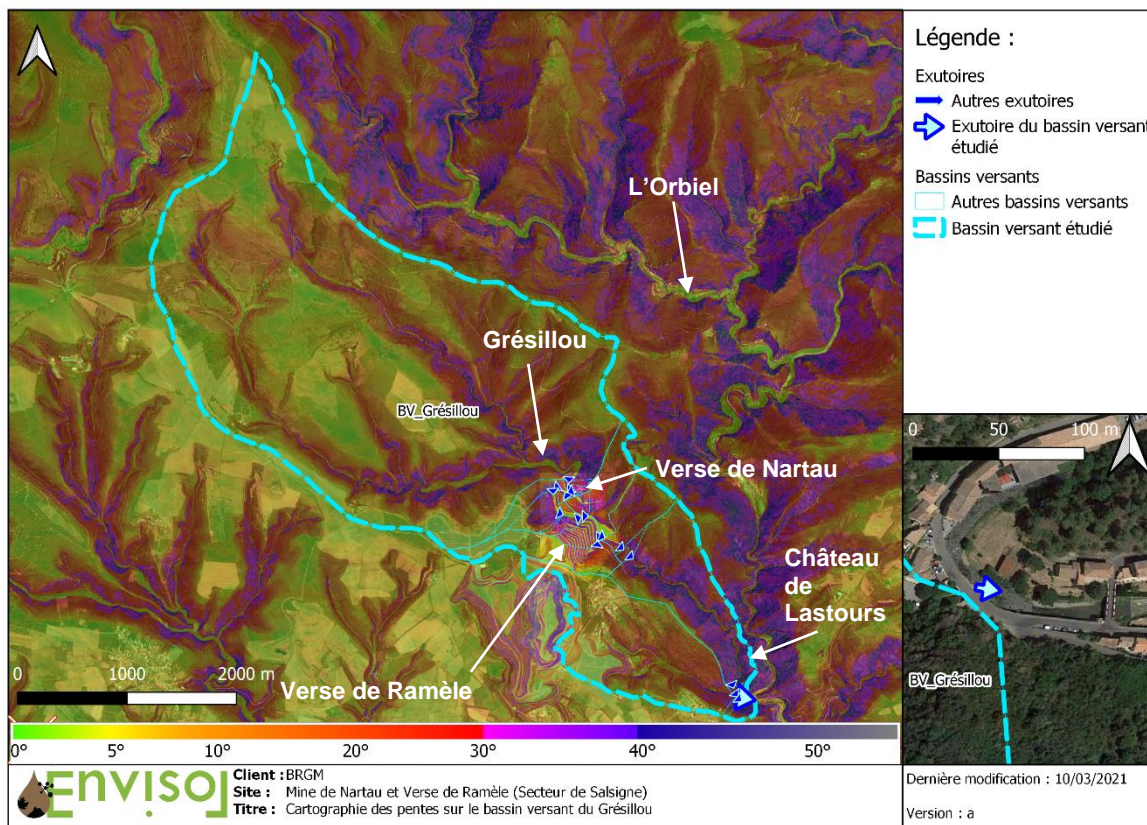


Figure 88 : Cartographie des pentes du bassin versant du ruisseau du Grésillou

Le profil topographique du Grésillou de Nartau à sa confluence avec l'Orbiel est présenté dans la Figure 89. La topographie le long du Grésillou semble être contrôlée par la géologie de surface avec les pentes suivantes :

- une inclination de 2,2% avec un substratum schisteux ;
- une inclination de 3,6% avec un substratum calcaire ± dolomitique ;
- une inclination de 7,3% avec un substratum dolomitique, facilement dissout par les eaux.

Ces pentes suggèrent que le transport sédimentaire est de plus en plus accru en s'éloignant des zones sources. Les variations d'orientation du Grésillou permettent de petites accumulations de sédiments sous forme de lentilles ponctuelle, mais globalement il y a peu de zones d'accumulation de sédiments, la plus grosse se trouvant en GRE29 au droit du méandre le plus prononcé du Grésillou. La pente de 7,3% au droit des dolomies correspond localement à une chute, quasiment dépourvu de sédiments.

La cartographie des sédiments du Grésillou réalisé lors de la campagne de reconnaissance est présentée en Annexe 4.

Annexe 4. Cartographie du Grésillou et de ses sédiments

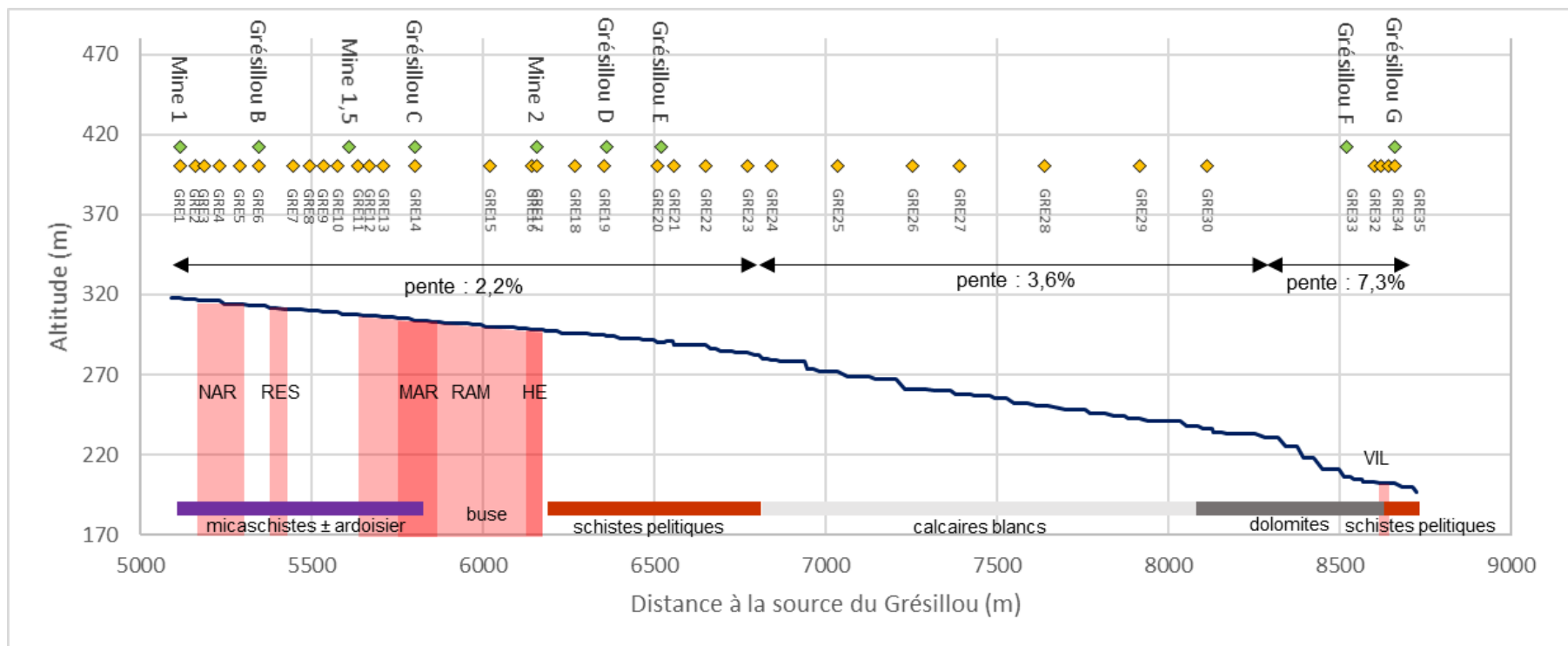


Figure 89. Profil topographique longitudinal du Grésillou de sa source à sa confluence avec l'Orbiel

L'Hort Estiou constitue un affluent du Grésillou impacté par les anciennes activités minières. Les sols à végétation éparse représentent environ 75 % de la surface du bassin versant (Cf. Figure 90).

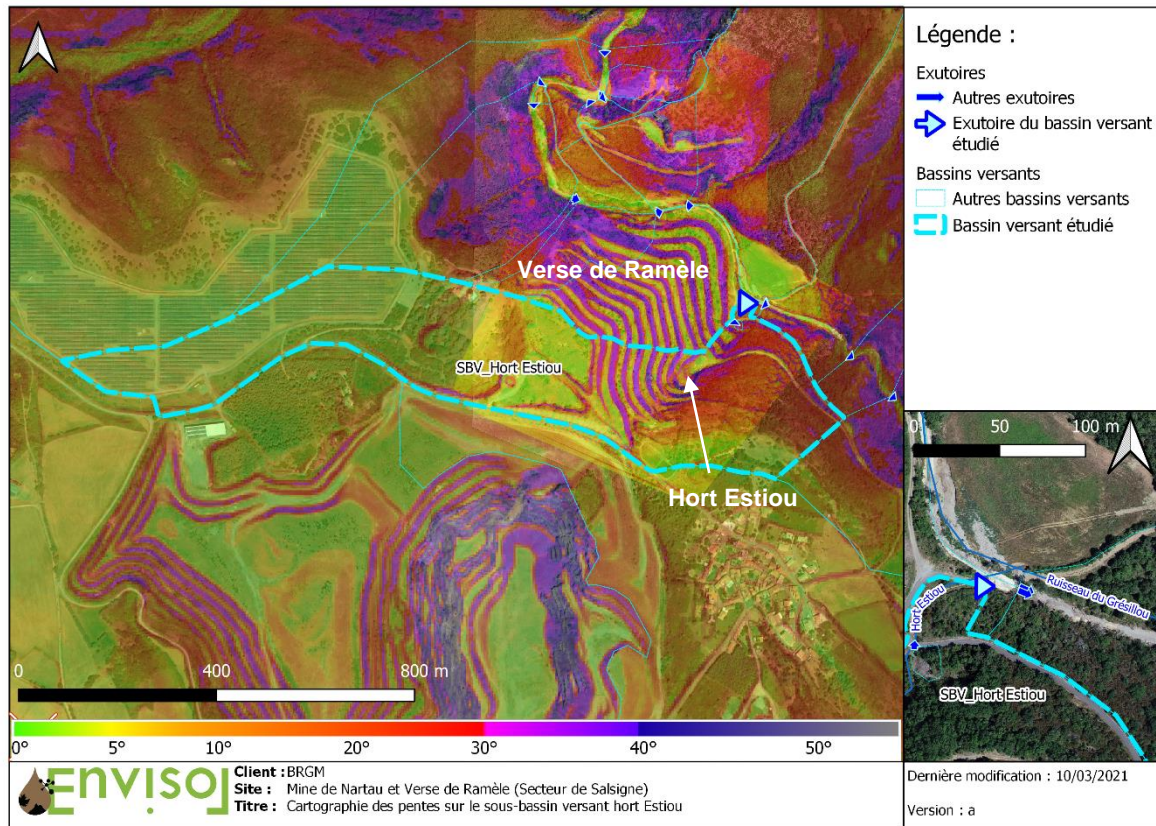


Figure 90 : Cartographie des pentes du bassin versant du ruisseau de l'Hort Estiou

Le ruisseau de la Villanière est le dernier affluent rejoignant le ruisseau du Grésillou avant la confluence avec l'Orbiel. Les pentes du bassin versant associé au ruisseau de La Villanière sont relativement faibles en amont au niveau du village de Lastours et de la ferme photovoltaïque et s'accroissent plus en aval pour atteindre en moyenne 20° (Cf. Figure 91).

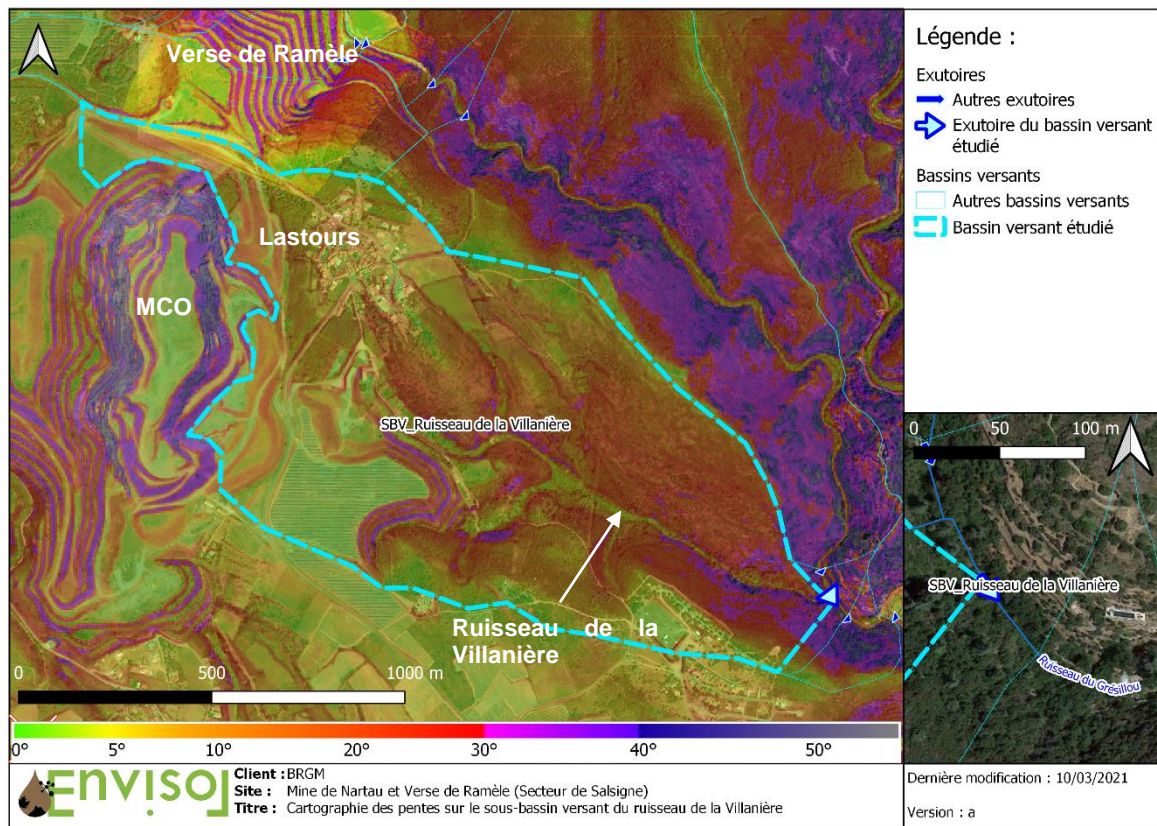


Figure 91 : Cartographie des pentes du bassin versant du ruisseau de la Villanière (MCO : Mine à Ciel Ouvert)

Les caractéristiques des écoulements de surface de ces bassins versants sont présentées ci-après.

8.8.2 *Dynamique des écoulements de surface*

Les bassins versants du ruisseau du Grésillou, de l'Hort Estiou et du ruisseau de la Villanière ainsi que leurs écoulements de surface associés sont présentés respectivement en Figure 92, Figure 93 et Figure 94.

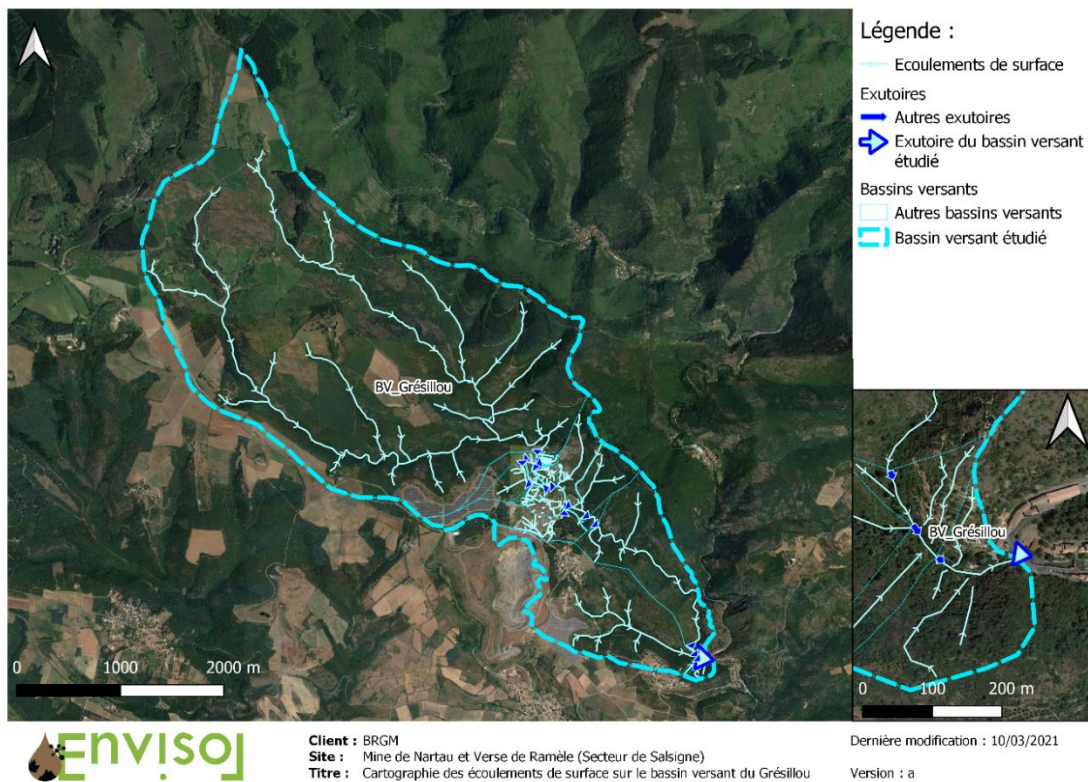


Figure 92 : Cartographie des écoulements de surface sur le bassin versant du ruisseau du Grésillou

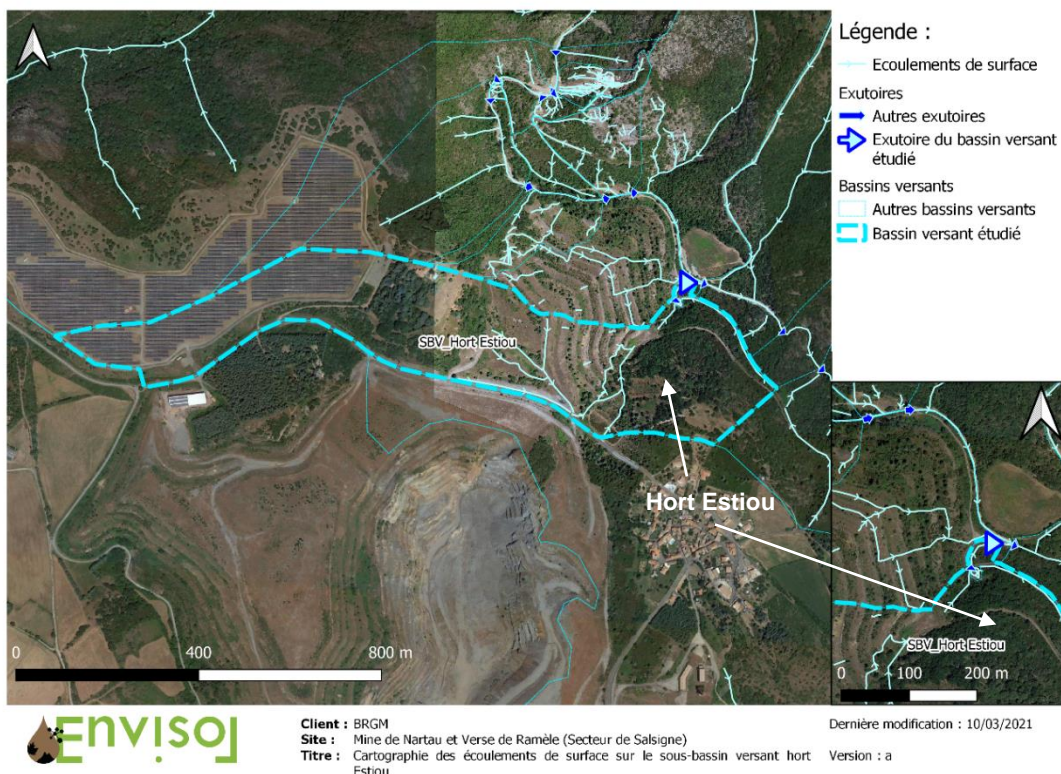


Figure 93 : Cartographie des écoulements de surface sur le bassin versant de l'Hort Estiou

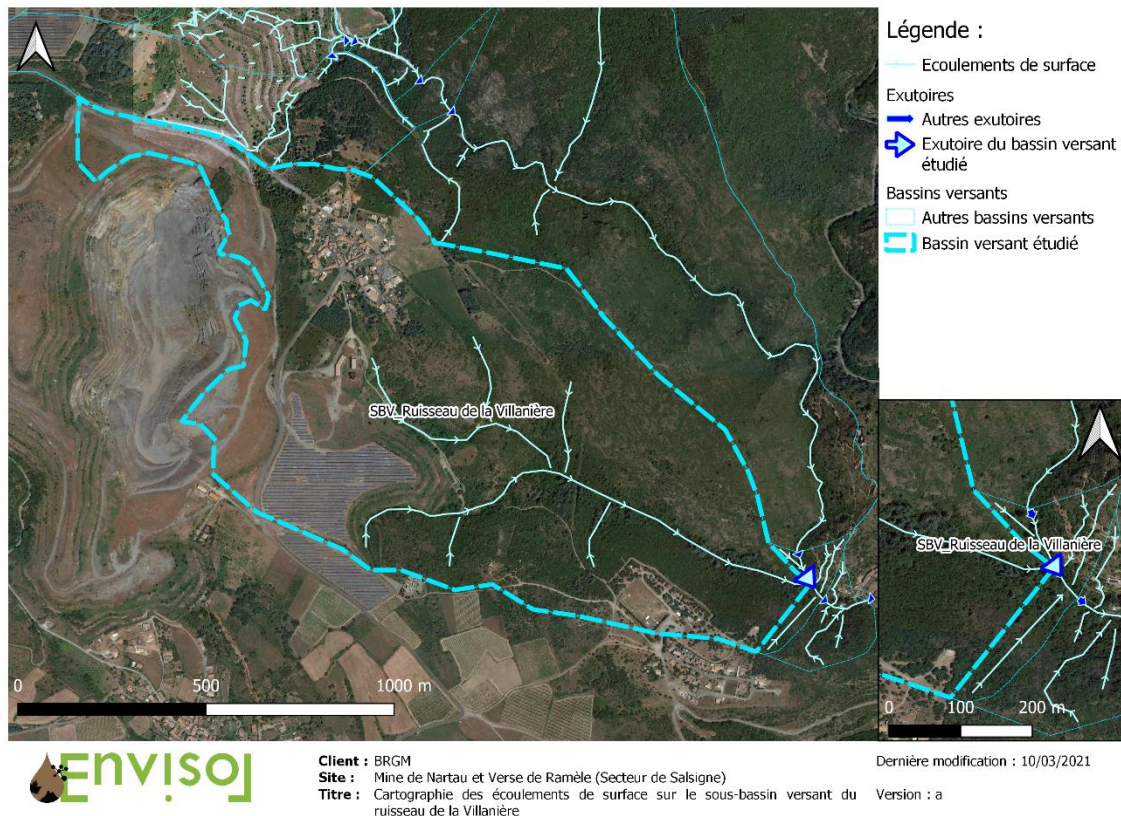


Figure 94 : Cartographie des écoulements de surface sur le bassin versant du ruisseau de la Villanière

8.8.3 Caractérisation lithologique macroscopique

L'observation macroscopique a été réalisée à partir des données obtenues lors des campagnes mensuelles, de reconnaissance et d'investigation.

Sédiments du Grésillou

Les sédiments du Grésillou sont globalement composés de sable, de limons et de graves et blocs. Les graves et blocs sont en proportions variables, allant d'environ 20 à 75% de la masse des échantillons prélevés. Selon les observations macroscopiques, la nature des sédiments le long du Grésillou ne change que très peu. On y retrouve des micaschistes, des schistes gréseux, de schistes ardoisiers, des matériaux ferrugineux et des fragments de veines de quartz ou de calcite. Les variations observées concernant les blocs de grandes tailles (quelques centimètres à plusieurs décimètres) et sont fonctions du substratum sur lequel le Grésillou s'écoule.

Des blocs de scories sont présents dès GRE1 et jusqu'à la confluence entre l'Orbiel et le Grésillou. Des blocs de minerais à sulfures et scorodite sont également observés le long du Grésillou (Figure 96)

Tableau 82. Caractéristiques physiques et lithologiques des sédiments du Grésillou,

ID échantillon	Masse <2 mm (g)	Masse >2 mm (g)	Proportion massique de gravés et blocs (%)	Description
GRE1	2200	6000	73	Sédiments relativement ébouissés : micashiste, schiste gréseux, ardoise, sédiments ferrugineux Présence ou non de sulfures. Fragments de veines de quartz et calcite.
GRE7	5000	1300	21	
GRE22	3800	2600	41	
GRE29	3800	2800	42	
GRE35	3900	3900	50	
Villanière	2400	3800	61	



Figure 95. Photographies d'échantillons de sédiments du Grésillou : à gauche GRE1, au centre GRE22 et à droite GRE35, situés respectivement en amont de Nartau, en aval des zones d'intérêt et avant la confluence avec l'Orbiel



Figure 96. Photographies de blocs de scories et de minerai retrouvé dans le Grésillou

Sédiments du l'Hort Estiou, de la Villanière et de l'Orbiel

Les sédiments du l'Hort Estiou sont composé de 48% graves et blocs et 52% de fraction fine. La fraction fine est composée de sables à des argiles. La fraction grossière ne dépasse pas les 1 cm de diamètre et est composée de fragments de quartz et de pelite, de racines et de matière végétale. Les graviers ne sont anguleux indiquant un très faible transport par l'eau, en accord avec l'absence d'écoulement d'eau observée en 2020.

Les sédiments de la Villanière sont composés de 61% graves et blocs et 39% de fraction fine. La fraction fine est composée de sables et la fraction grossière de schistes légèrement émoussés.

Les sédiments de l'Orbiel sont composés en majeure partie de sables et limons et de quelques graviers de micaschiste et de quartz.

Tableau 83. Caractéristiques physiques et lithologiques des sédiments de l'Hort Estiou et de la Villanière

ID échantillon	Masse <2 mm (g)	Masse >2 mm (g)	Proportion massique de graves et blocs (%)	Description
Hort Estiou	1769	1663	48	Sable argile et gravier : fragments de quartz et de pelite
Villanière	2400	3800	61	Sable, garves et blocs de schistes



Figure 97. Photographie d'échantillons de sédiments de l'Hort Estiou, de la Villanière et de l'Orbiel



8.8.4 **Caractérisation chimique et granulochimique**

8.8.4.1 **Sédiments du Grésillou, de la Villanière et de l'Hort Estiou**

Les données de concentrations mesurées au pXRF lors des campagnes de reconnaissance et d'investigations sont représentées dans le Tableau 84, la Figure 98 et 99.

Dans la Figure 98, les moyennes temporelle et spatiale (plusieurs prélèvements dans le temps, et en plusieurs points pour le Grésillou) des concentrations sont normalisées à la concentration de GRE1, situé en amont. Cela permet d'illustrer des appauvrissements et des enrichissements relatifs par rapport aux sédiments situés en amont des zones potentiellement sources de pollution.

Les résultats mettent en évidence les éléments suivants :

- les sédiments du Grésillou, de la Villanière et de l'Orbiel, ont des teneurs en As supérieur au point en amont GRE1. C'est le cas également : en S, Ca, Mn, Sb et Bi ;
- les signatures géochimiques des sédiments du Grésillou et de la Villanière sont relativement proches. Pour l'As, les concentrations des sédiments de la Villanière sont dans la gamme haute des concentrations des sédiments du Grésillou ;
- les sédiments de l'Hort Estiou ont des concentrations largement supérieures aux sédiments du Grésillou et de la Villanière pour le S, Mn, Ni, Cu, Zn, As, Se, et Bi. Les concentrations en As sont en moyenne de 51 601 mg/kg contre 2 007 mg/kg pour le maximum des sédiments du Grésillou.

Les résultats laboratoire des sédiments du Grésillou, de la Villanière et de l'Hort Estiou prélevés lors de la campagne d'investigation étant moins nombreux que les résultats au pXRF et systématiquement représentés par un équivalent au pXRF corrigé en fonction des analyses laboratoire, n'appellent pas d'autres commentaires. Toutefois, pour les éléments non mesurés au pXRF, les éléments suivants sont mis en évidence :

- au regard des concentrations en sulfates et des concentrations en S total, il est montré que le S contenu dans les sulfates solubles (SO_4^{2-} seulement, n'inclut pas jarosite) représente 1% du S total dans les sédiments du Grésillou (GRE29) et 10% dans les sédiments de l'Hort Estiou, tandis que 99 et 90% respectivement du soufre total est contenu dans les sulfures ;
- les carbonates sont présents en plus grande proportion dans l'Hort Estiou (2%), la Villanière (9%) et les sédiments du Grésillou situé sur un socle carbonaté/dolomitique ou après la confluence avec la Villanière (GRE29 : 1% ; GRE35 : 6%)
- hormis pour le chrome, la quantité d'élément dissous par minéralisation régle représente plus de 80% de la quantité extraite par minéralisation totale ;
- les analyses de l'or ne montrent pas de teneurs détectées.

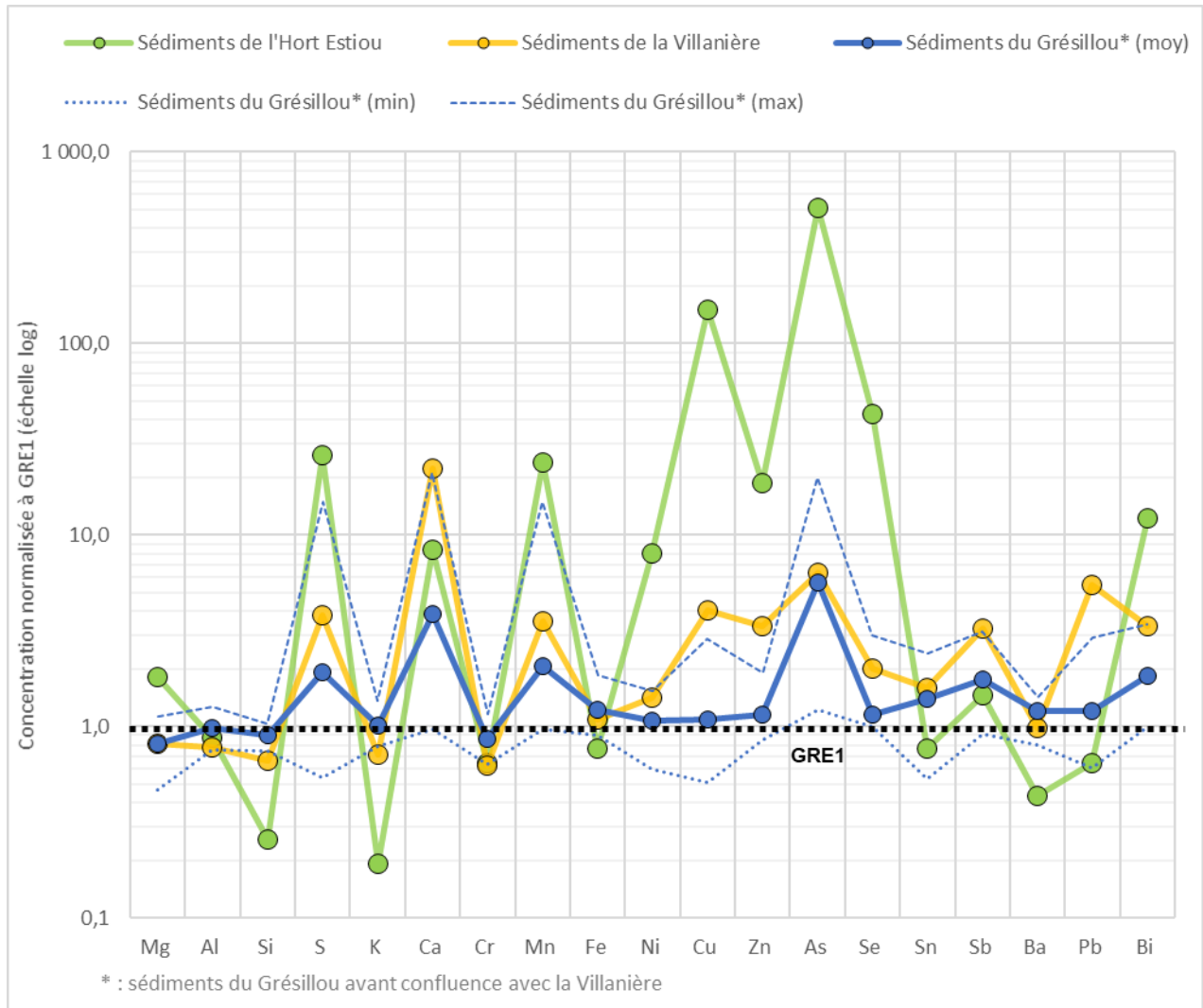


Figure 98. Spectre multi élémentaire des moyennes de concentrations normalisées à GRE1, pour les sédiments du Grésillou de l'Hort Estiou et de la Villanière (données pXRF)



Tableau 84. Chimie des sédiments du Grésillou, de l'Hort Estiou et de la Villanière (résultats pXRF corrigés en mg/kg).

Table with 24 columns (ID, Campagne, Zone d'intérêts, and elements Mg, Al, Si, S, K, Ca, Cr, Mn, Fe, Co*, Ni, Cu, Zn, As, Se*, Mo*, Ag*, Cd*, Sn, Sb, Ba, Hg*, Pb, Bi) and numerous rows of data representing sediment samples.

*: 80% des concentrations mesurées sont des valeurs <LQ. Les concentrations inférieures à la LQ ont été mises à LQ/2 et les certaines données représentent une moyenne de trois mesures triplicat par échantillon.



Tableau 85. Chimie des sédiments du Grésillou, de l'Hort Estiou et de la Villanière (résultats du laboratoire après minéralisation à l'eau régale)

Analyses	carbonates totaux	%S sulfates solubles ⁴	%S sulfures ⁴	sulfates	Mg	Al	S tot	Ca	Cr	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Ag	Cd	Pb	Bi	Au	Au (LD) ¹
Unité	g/Kg	%	%	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg	mg/Kg
GRE1	2	n.c.	n.c.	8	8 700	22 000	<330	960	32	39 000	<16,0	32	<39	76	270	<0,99	<3,9	<20,0	<39	<20,0	<4,5
GRE7	3	n.c.	n.c.	8	8 200	18 000	<330	850	25	36 000	<16,0	30	<40	77	180	<1,00	<4,0	<20	<40	<20	<4,5
Hort Estiou	17	10%	90%	430	2 600	58 000	1 500	6 500	12	24 000	250	200	5 600	1 200	30 000	1	14	21	<39	<20,0	<4,5
GRE22	3	n.c.	n.c.	7	7 500	21 000	<330	1 300	28	38 000	<16,0	31	48	87	790	<0,99	<4,0	41	<40	<20	<4,5
GRE29	10	1%	99%	13	7 800	15 000	410	5 800	20	44 000	<16,0	35	140	95	1 100	<0,98	<3,9	30	<39	<20,0	<4,5
Villanière	83	n.c.	n.c.	74	13 000	30 000	<330	17 000	29	40 000	18	41	170	220	480	<0,98	<3,9	88	<39	<20,0	<4,5
Gre35	58	n.c.	n.c.	59	8 700	15 000	<330	12 000	20	48 000	<16,0	32	160	100	770	<0,99	<4,0	<20,0	<40	<20,0	<4,5
% extrait (régale vs. totale)³						81%	95%		38%	88%	78%	90%	89%	83%	82%	96%	88%	89%	88%		

n.c. : non calculable ou non concerné ; 1 : résultats entre la limite de détection et la limite de quantification ; 2 : issue de la minéralisation totale, plus efficace pour extraire l'or ; 3 : proportions moyennes de la quantité d'élément extrait entre la minéralisation à l'eau régale et la minéralisation totale ; 4 : les proportions de S contenu dans les sulfates et les sulfures sont calculées sur la base des concentrations en sulfates déterminées par le laboratoire, selon les hypothèses suivantes : les sulfates sont représentés par le composé SO4²⁻ et tout le S non contenu dans les sulfates solubles est contenu dans les sulfures. Les sulfates de fer type jaoriste n'étant pas inclus dans les sulfates solubles, le % de sulfures peut être majoré.



De plus, une comparaison à la médiane de chaque zone d'intérêt et aux valeurs des bruits de fond de deux ensembles géologiques a été réalisée dans la Figure 99, ci-dessous. Le Grésillou traverse en effet la zone axiale de sa source à la plateforme Marty, puis le domaine des nappes de la plateforme Marty à sa confluence avec l'Orbiel. Les données provenant de deux méthodes analytiques différentes (matériaux investigués : pXRF ; bruit de fond : ICP), la comparaison n'est réalisée que sur les éléments dont les corrélations entre les deux méthodes ont été réalisées et sont bonnes.

Globalement, et comparativement les sédiments du Grésillou sont caractérisés par :

- des teneurs en arsenic allant de 124 mg/kg en GRE1 à 2007 mg/kg en GRE27 avec une moyenne de 569 mg/kg ;
- par rapport à la moyenne du site, des teneurs moyennes à élevées en Mg, Al, Si, K, Cr, Mn, Ni, Sn Zn et Ba ;
- par rapport à la moyenne du site, de faibles teneurs en S, Ca, Fe, Cu, As, Se, Sb, Pb et Bi ;
- une signature géochimique proche des bruits de fond des sédiments des deux ensembles géologiques à l'exception de l'As et le Bi ;
- la teneur en As est 2 à 5 fois plus concentrée dans les sédiments du Grésillou que les valeurs de bruit de fond.

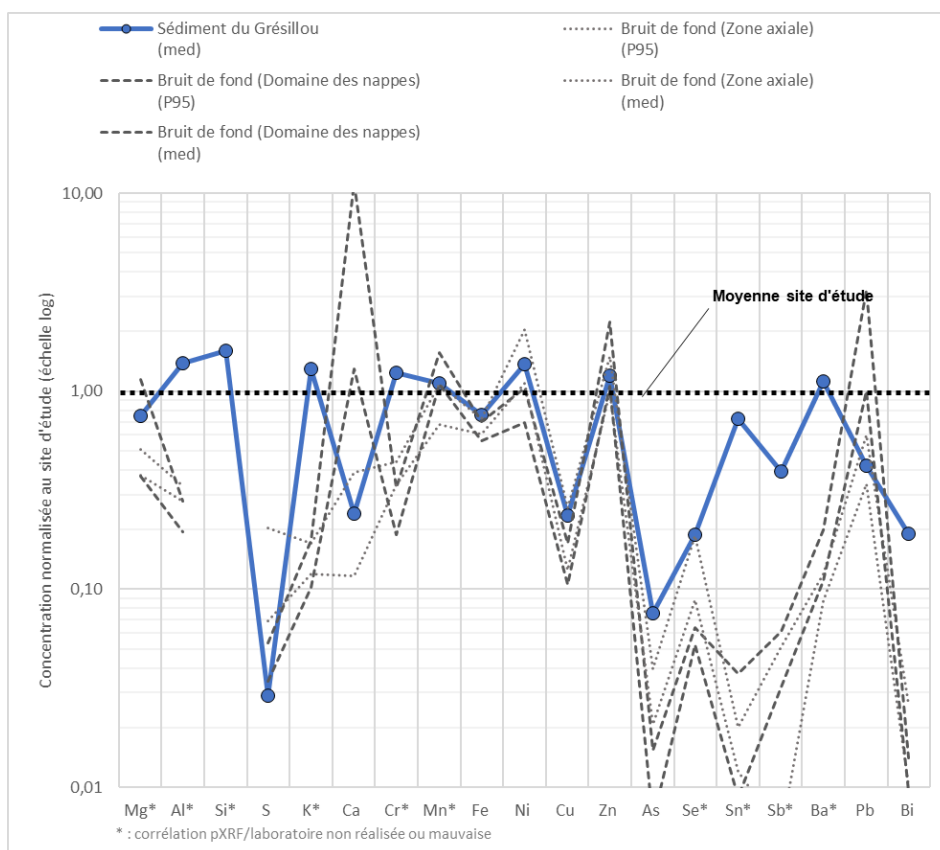


Figure 99. Spectre multi élémentaire des concentrations normalisées à l'ensemble du site d'étude pour les sédiments du Grésillou (la moyenne du site équivaut à la moyenne des médianes de l'ensemble des zones d'intérêt)



Evolution spatiales des teneurs le long du Grésillou

L'évolution spatiale de la teneur en As dans les sédiments le long du Grésillou a été appréhendé au travers d'une cartographie des teneurs en As (Figure 101) et la visualisation des moyennes de concentrations des sédiments le long du Grésillou normalisées à la moyenne annuelle des concentrations en GRE1 (Figure 100). Dans cette figure, les échantillons sont représentés par zone amont ou aval des zones d'intérêt :

- de GRE3 à GRE11 afin d'appréhender l'influence des verses de Nartau, principalement ;
- de GRE12 à GRE32 afin d'appréhender les influences des verses de Nartau, de la verse Ramèle, de la plateforme Marty, et de l'Hort Estiou, principalement ;
- de GRE33 à GRE35 d'appréhender les influences des verses de Nartau, de la verse Ramèle et de la plateforme Marty, de l'Hort Estiou et de la Villanière, principalement ;

Ces figures mettent en évidence les éléments suivants :

- les sédiments ont des teneurs croissantes en As au fur et à mesure du parcours le long du Grésillou. Les plus fortes concentrations en As sont observées de GRE33 à GRE35 cad après Ramèle ;
- pour l'As et le Ca, les sédiments situés entre la verse Ramèle et la confluence avec la Villanière ont des valeurs légèrement plus basses que ceux situés après la confluence avec la Villanière. On note toutefois que les moyennes calculées concernent des effectifs non comparables (effet de dilution pour les grands effectifs). Cela suggère que les teneurs en As et Ca dans les sédiments situés après la confluence avec la Villanière ne sont pas attribuable qu'à la Villanière ;
- les plus fortes concentrations en As sont observées après GRE25, en aval de Ramèle et mine 2.

L'évolution spatial a été étudié également avec les données issues des campagnes mensuelles de janvier à juillet 2020. Les données sont représentées dans la Figure 102.

Dans cette figure, les moyennes annuelles des concentrations des sédiments le long du Grésillou sont normalisées à la moyenne annuelle des concentrations en Mine 1 (avant des zones d'intérêt. Cela permet d'illustrer des appauvrissements et des enrichissements relatifs par rapport aux sédiments situés en amont des zones sources potentielles en ce qui concerne les sédiments du Grésillou. Les échantillons sont représentés par zones stratégiques :

- en nuances de bleues : Grésillou B et Mine 1,5 situés en aval des verses de Nartau et en amont de la verse de Ramèle et la plateforme Marty ;
- en nuances de rouges : Grésillou C, Mine 2 et Grésillou D, situé au droit ou en aval proche de de la verse de Ramèle et la plateforme Marty ;
- en jaune : en aval éloigné des zones sources ;
- en nuances de vert : en aval éloignés des zones sources à proximité des confluences avec la Villanière et l'Orbiel.

La Figure met en évidence les éléments suivants :

- les sédiments juste en aval de Nartau sont largement moins concentrés en As et Bi que les sédiments du Grésillou plus en aval ;



- les concentrations en As et en Bi augmentent dès l'aval proche de de la verse de Ramèle et la plateforme Marty et les concentrations en As reste du même ordre jusqu'à la confluence entre le Grésillou et la Villanière, le maximum de la concentration en As dans les sédiments étant observé après la confluence avec la Villanière ;
- on observe une composition distincte des sédiments en Grésillou F et G enrichis en Mg, Ca, Mn, Cu, Cd, Sb, W illustrant probablement l'influence du socle dolomitique (e.g. Mg et Ca ; dolomite : $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) qui apparaît environ 800 m avant Grésillou F.

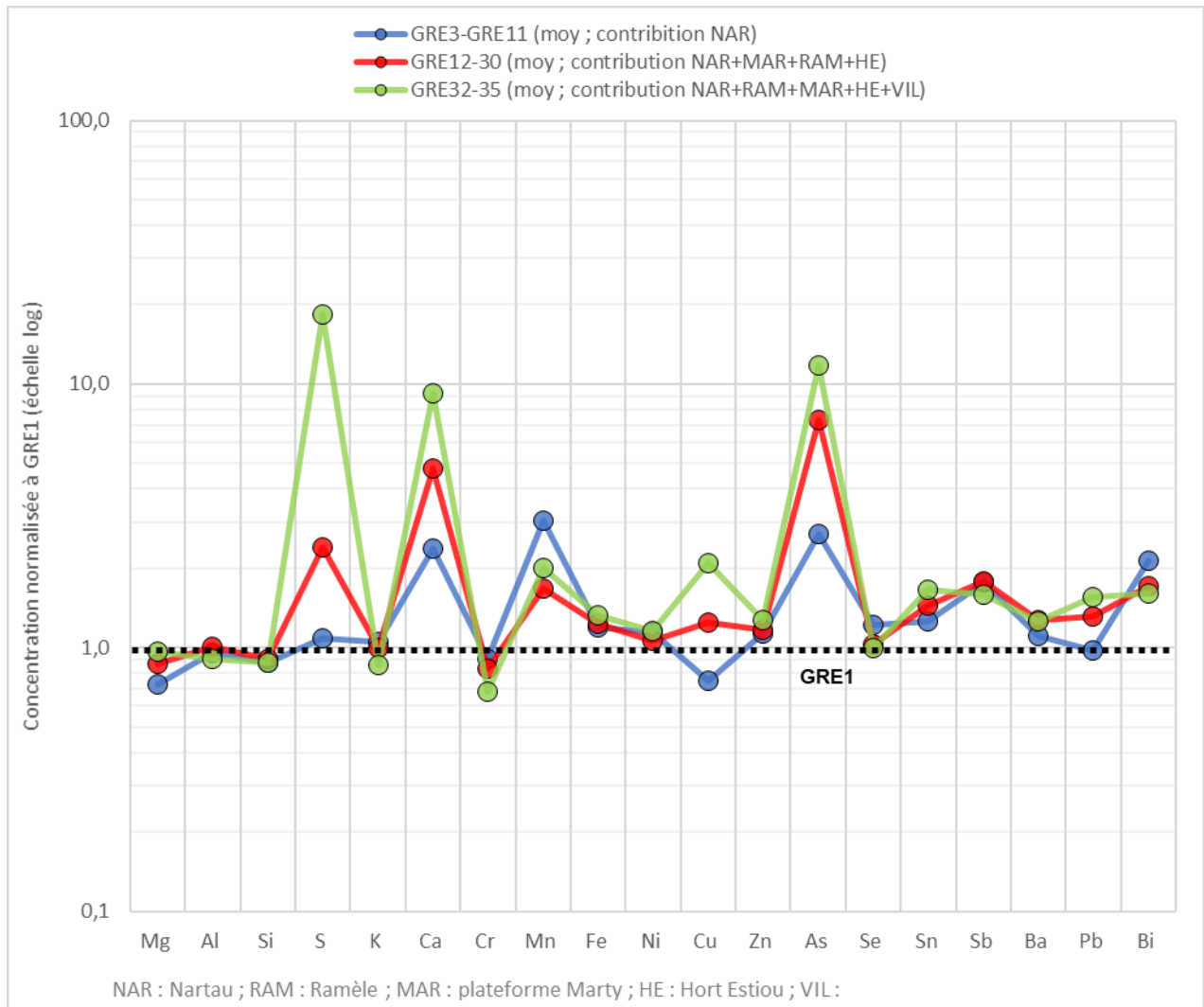


Figure 100. Spectre multi élémentaire de moyennes spatiales de concentrations normalisées à GRE1 pour les sédiments du Grésillou (données pXRF)



0 100 200 m

Figure 101. Cartographie des concentrations en arsenic dans les sédiments le long du Grésillou

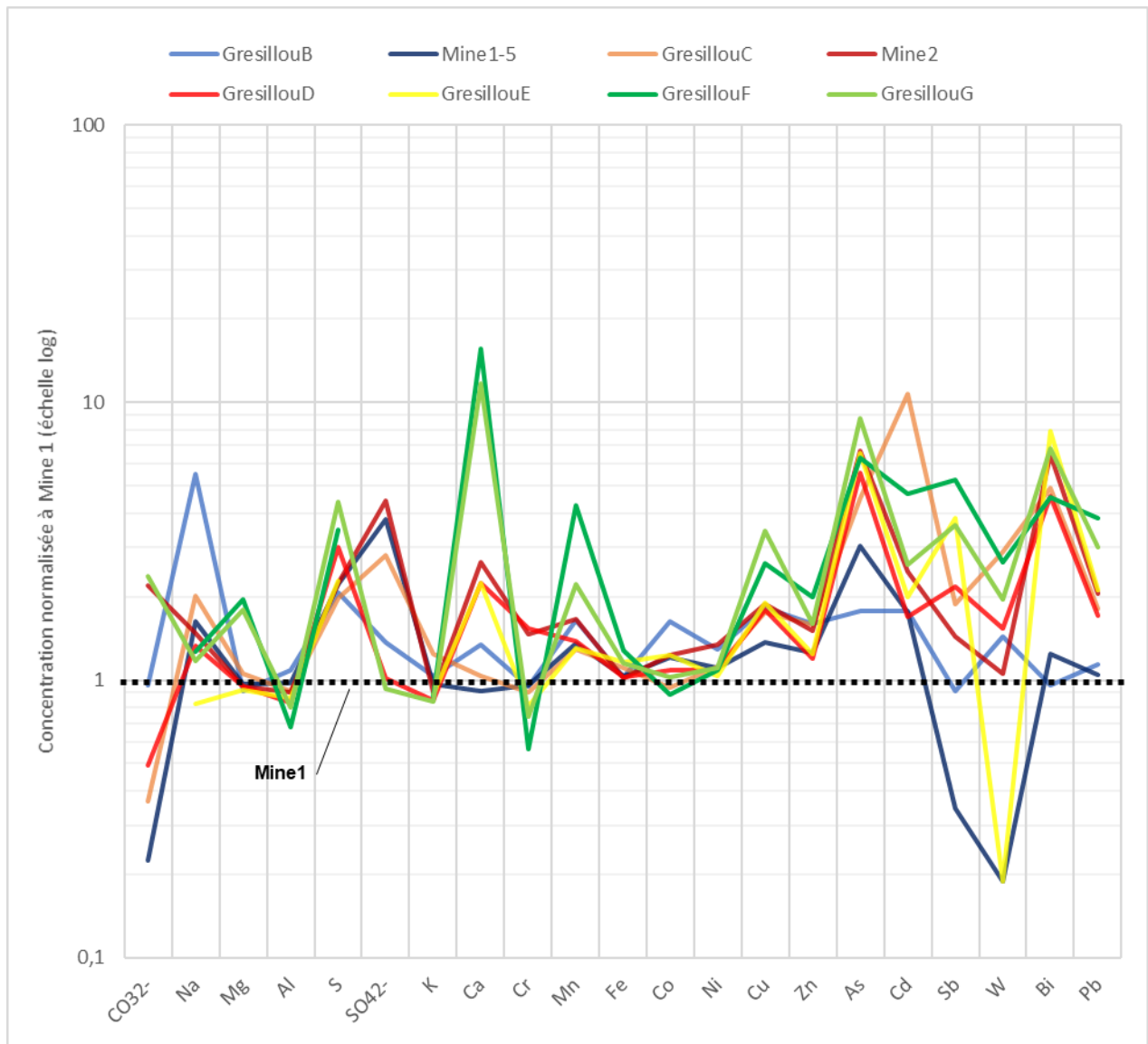


Figure 102. Spectre multi élémentaire des moyennes temporelles (campagnes de janvier à juillet 2020) de concentrations normalisées à GRE1 pour les sédiments du Grésillou (données laboratoire)

En conclusion, l'étude de la distribution spatiale de la chimie des sédiments montre que (Figure 103) :

- une légère influence des sédiments de la Villanière sur les sédiments situés en aval de la confluence ;
- des teneurs croissantes en arsenic le long du Grésillou mais dont les valeurs hautes sont atteintes dès l'aval proche de la verse de Ramèle/ et de la plateforme Marty ;
- une influence de la verse de Nartau légère en terme de concentration en arsenic dans les sédiments ou qui se prononce dès l'aval proche de la verse de Ramèle/ et de la plateforme Marty.

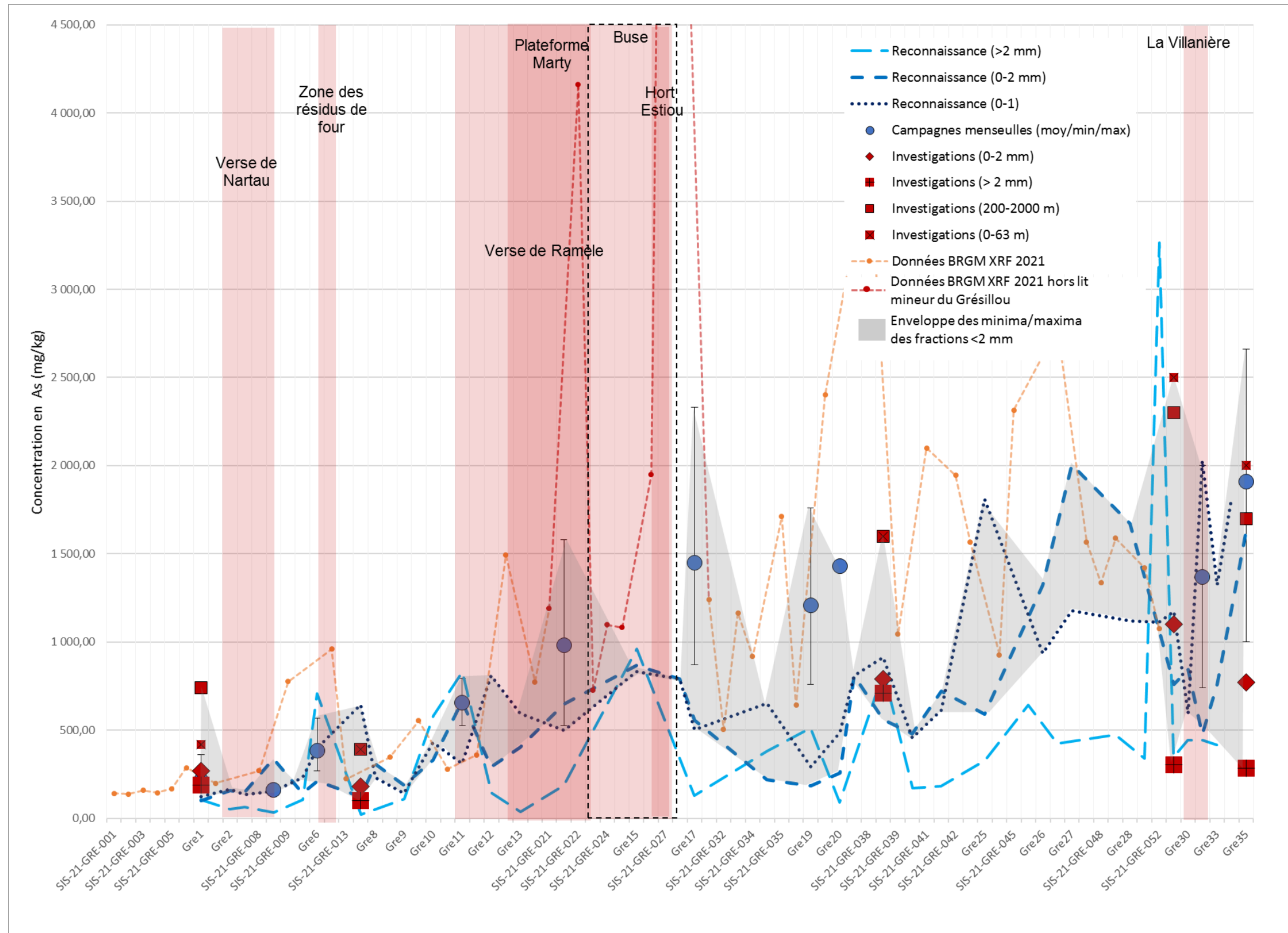


Figure 103. Concentrations en arsenic des sédiments le long du Grésillou mesurées lors des campagnes mensuelles de reconnaissance et d'investigation (les teneurs pour la fraction >2 mm sont indicatives)

Comparaison aux études antérieures ICF, 2007 et BRGM, 2021

En 2006, ICF a réalisé des mesures de la qualité des sédiments le long du Grésillou. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure suivante. Ils indiquent que les sédiments les plus riches en arsenic se situaient en aval de Nartau et des verses de Ramèle. Les concentrations en arsenic tendaient à diminuer en partie aval du cours d'eau mais restaient relativement élevées (supérieures à 250 mg/kg). Il est à noter que ces concentrations ne peuvent pas être rigoureusement comparées aux campagnes postérieures en raison des protocoles de mesures et de correction de données effectués.

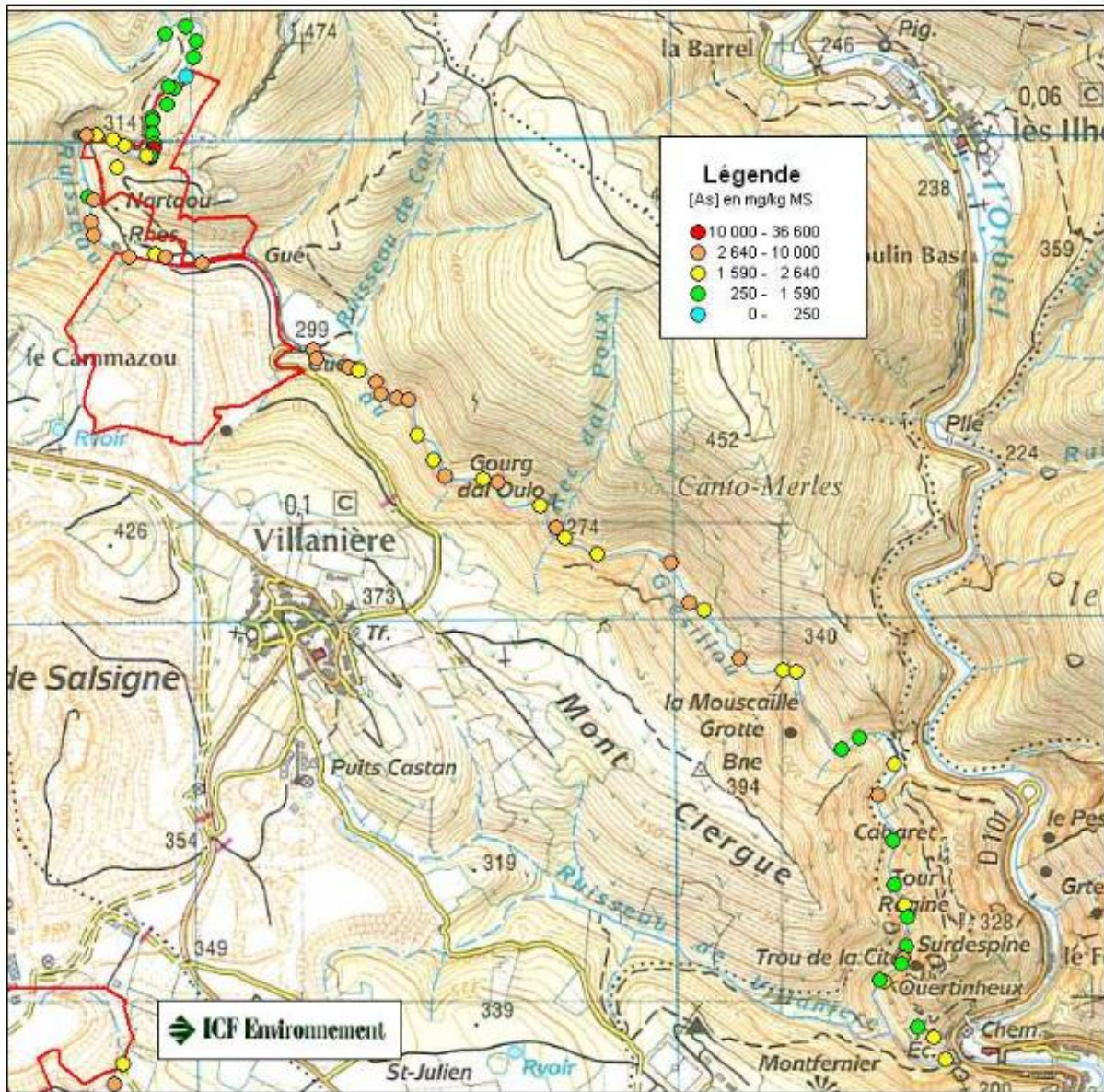


Figure 104. Cartographie des concentrations en As sur les sédiments du Grésillou (ICF, 2007)

Enfin, il ressort de ces résultats d'analyses des sédiments du Grésillou une évolution spatio-temporelle des concentrations en arsenic entre les mesures réalisées par ICF en 2006 et celles réalisées en 2020 par ENVISOL. Les concentrations en As mesurées par ICF en 2006 dans les sédiments augmentent en aval des verses de Nartau et Ramèle pour diminuer en partie



basse du Grésillou aux abords du ruisseau de la Villanière. Les données d'ENVISOL, postérieures à la crue de 2018, indiquent une augmentation de la concentration en As dans les sédiments sur cette même partie aval du cours d'eau (juste en aval de la confluence entre le Grésillou et la Villanière). Le gradient de concentrations en As dans les sédiments semble avoir évolué entre 2006 (résultats ICF) et 2020 (résultat ENVISOL), ce qui pourrait être dû à un transfert des sédiments impactés en As vers l'aval des zones d'intérêt notamment lors de la crue de 2018. Cette hypothèse est néanmoins à nuancer car les données ICF et ENVISOL ont été acquises et corrigées différemment ce qui ne permet pas une comparaison stricte des concentrations.

En 2021, le BRGM a réalisé une campagne de prélèvements complémentaire et de mesures XRF sur des sédiments < 2 mm (dans le cadre de l'élaboration d'un système d'Information sur les Sols (SIS) sur l'emprise de crue de l'Orbiel).

Les échantillons prélevés ont été constitués de matériaux composites sous-berge de part et d'autre du cours d'eau du Grésillou ou d'échantillons d'un matériel hybride sol/sédiments. Les résultats obtenus, présentés ci-dessous, indiquent des gammes de teneurs en arsenic comprises :

- entre 130 et 400 mg/kg en amont de Nartau ;
- entre 200 et 1 000 mg/kg en aval de Nartau ;
- entre 1 000 et 9 500 mg/kg au niveau de la verse de Ramèle et jusqu'au point d'échantillonnage le plus en aval sur le Grésillou.

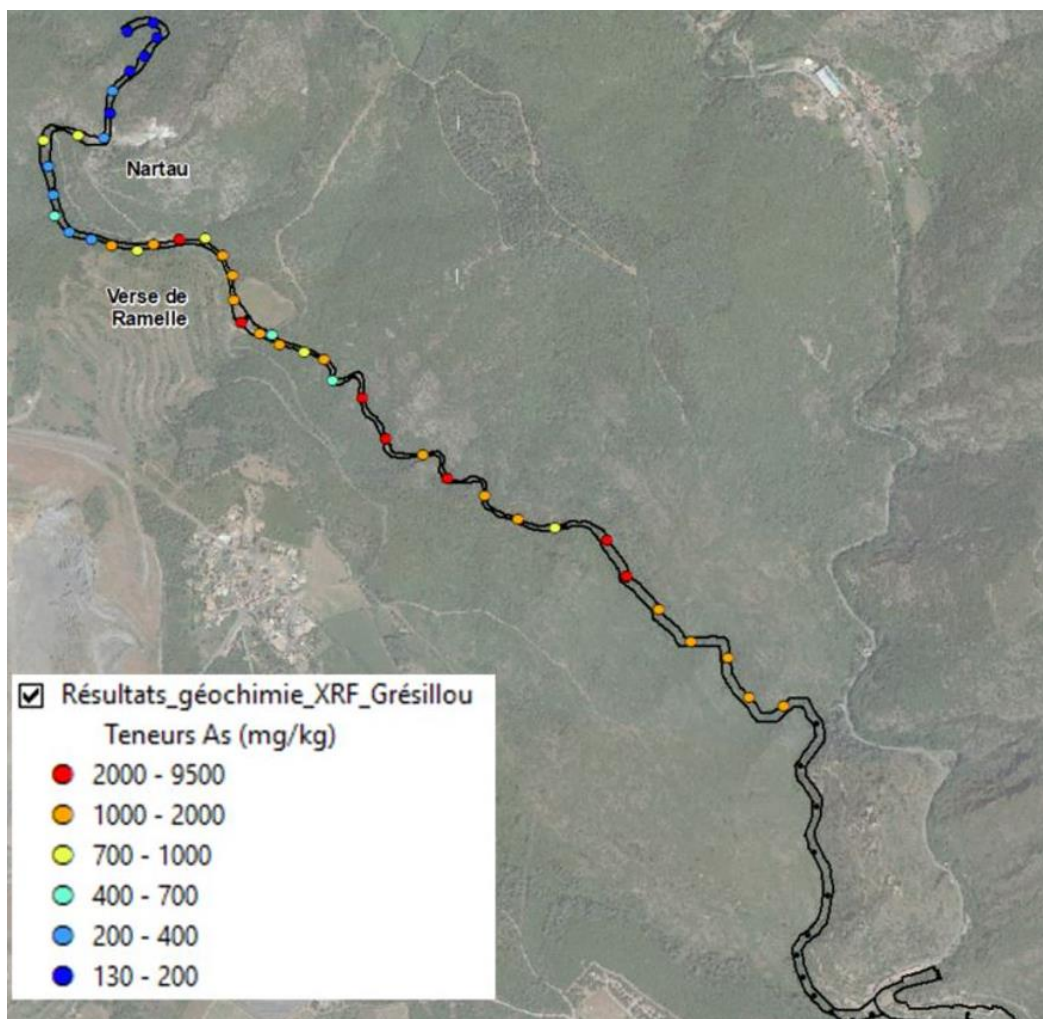


Figure 105. Concentrations en arsenic des sédiments le long du Grésillou mesurées lors de la campagne de prélèvements réalisée par le BRGM en 2021.

Les résultats des analyses en arsenic de cette nouvelle campagne dans les sédiments du Grésillou ont mis en évidence les mêmes éléments que l'étude ICF de 2006 et ENVISOL de 2020 à savoir un saut quantitatif de la concentration en arsenic au droit et en aval proche des sources verse de Ramèle/plateforme Marty/Hort Estiou.

Evolutions spatio-temporelles des concentrations en arsenic dans les sédiments (Suivis ENVISOL)

Les concentrations en arsenic mesurées lors des campagnes mensuelles sont illustrées dans la Figure 106. Cette figure met en évidence les éléments suivants :

- globalement, on observe une augmentation croissante en arsenic vers l'aval ;
- les variations temporelles de concentration en arsenic sont plus faibles de Mine 1 à Mine 1,5 (écart-type relatif de 19 à 36%) que de Grésillou C à Grésillou G (écart-type relatif de 36 à 65%) ce qui suggère que les apports en matériaux arséniés sont plus instables en aval de Mine 1,5.

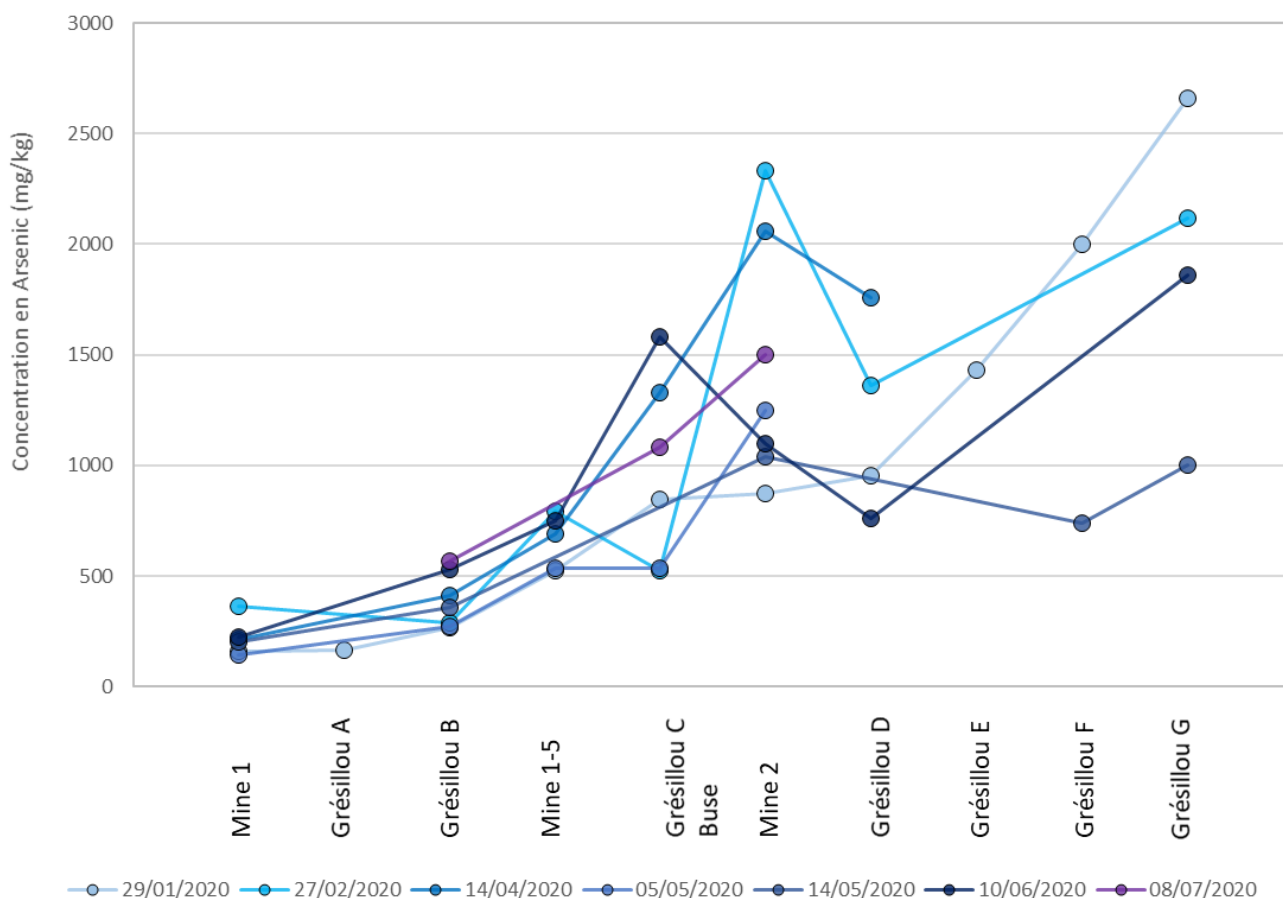


Figure 106. Concentrations en arsenic des sédiments mesurées au cours des campagnes mensuelles de janvier à juillet

8.8.4.2 Sédiments de l'Orbiel

Les données laboratoires acquies pendant les campagnes mensuelles de janvier à juillet 2020 sont représentées dans le Tableau 86 et la Figure 107.

Dans la Figure 107 les moyennes annuelles des concentrations des sédiments du Grésillou et de l'Orbiel sont normalisées à la moyenne annuelle des concentrations en Mine 1. Cela permet d'illustrer des appauvrissements et des enrichissements relatifs par rapport aux sédiments situés en amont des zones sources potentielles en ce qui concerne les sédiments du Grésillou et d'avoir un élément de comparaison « naturel » pour les sédiments de l'Orbiel. De plus, les valeurs des bruits de fond de deux ensembles géologiques y sont également représentées.

Les résultats mettent en évidence les éléments suivants :

- les spectres multi-élémentaires des sédiments du Grésillou et de l'Orbiel sont relativement parallèles pour l'ensemble des éléments ou composés, à l'exception des carbonates et du Cu, du Mn, de l'As et du Pb ce qui indique que leurs signatures géochimiques sont proches mais se différencient par ces éléments. La plus grande différence observée concerne l'arsenic qui est en moyenne 10 fois supérieur dans les sédiments du Grésillou que dans les sédiments de l'Orbiel ;



- les sédiments du Grésillou sont globalement plus concentrés en l'ensemble des éléments que les sédiments de l'Orbiel, et les sédiments de l'Orbiel sont globalement moins concentrés en l'ensemble des éléments que Mine 1 ;
- les concentrations des sédiments de l'Orbiel sont comprises dans la gamme des valeurs des bruits de fond des deux ensembles géologiques considérés ;
- les concentrations des sédiments du Grésillou sont comprises dans la gamme des valeurs des bruits de fond des deux ensembles géologiques considérés à l'exception du Cu, du Cd, de l'As, du W et du Bi dont l'origine est considérée anthropique.

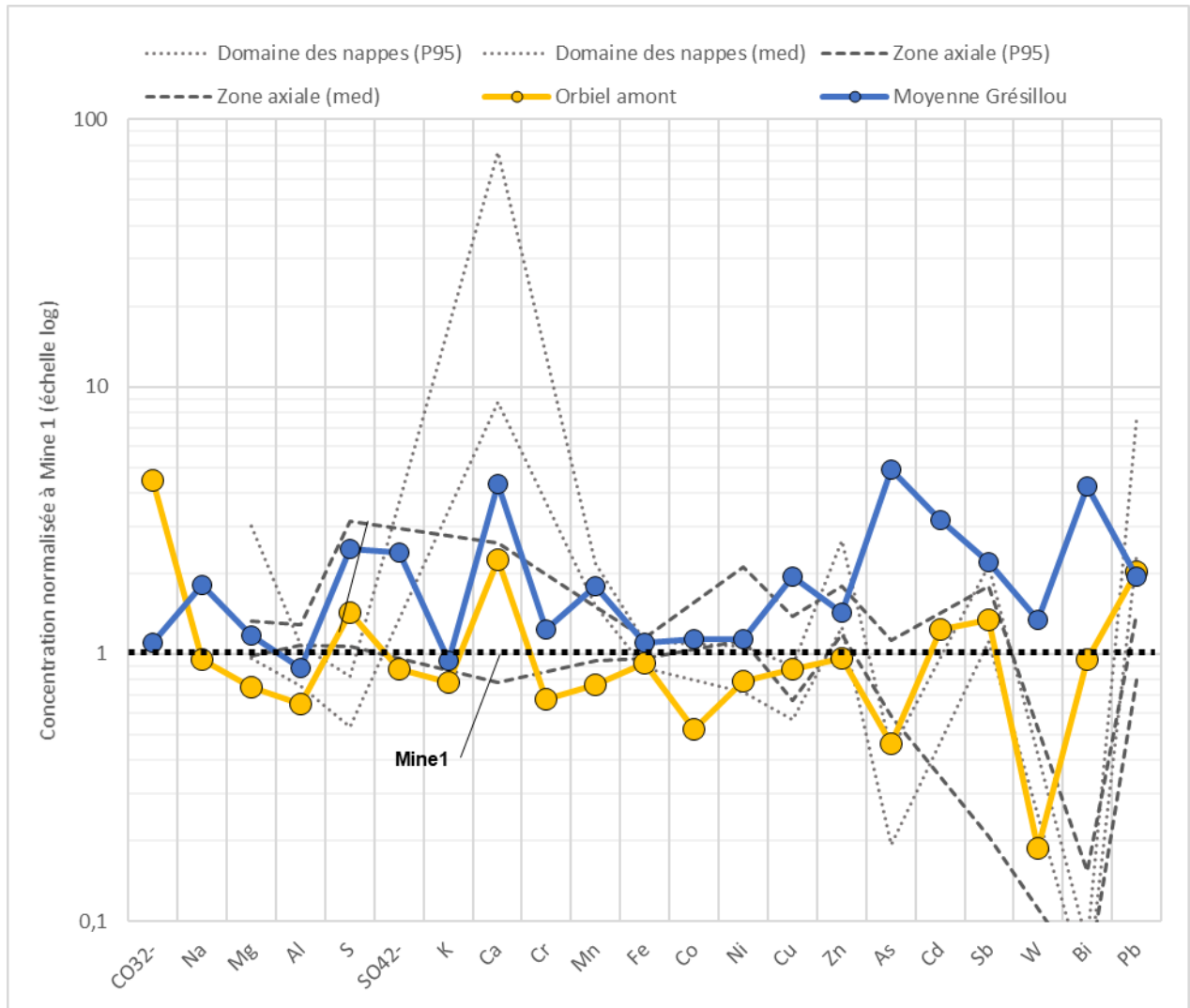


Figure 107. Spectre multi élémentaire des moyennes (spatiale et temporelle, de janvier à juillet 2020) de concentrations normalisées à Mine 1 pour les sédiments du Grésillou de l'Orbiel (données laboratoire)



Tableau 86. Concentrations moyennes des sédiments du Grésillou et de l'Orbiel acquises lors des campagnes mensuelles de janvier à juillet 2020.

ID Echantillon	CO ₃ ²⁻	Na	Mg	Al	S	SO ₄ ²⁻	K	Ca	Cr	Mn	Fe
Unité	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Mine 1	45	79	9245	18950	188	70	1320	1665	30	443	39867
GresillouA	n.a.	88	9220	17300	112	n.a.	1180	1630	98	450	44400
GresillouB	43	439	8450	20586	388	96	1370	2240	29	729	40657
Mine1-5	10	129	8965	18520	416	265	1275	1525	29	602	41300
GresillouC	16	159	9750	17283	369	197	1635	1730	27	570	44017
Mine2	98	118	8800	17157	419	311	1195	4420	44	737	40514
GresillouD	22	105	8790	15725	563	71	1115	3705	47	609	40925
GresillouE	n.a.	65	8480	16300	426	n.a.	1170	3710	25	576	46400
GresillouF	n.a.	100	18100	12800	656	n.a.	1150	26100	17	1895	51150
GresillouG	106	93	16600	15050	821	65	1110	19550	22	981	45925
Orbiel amont	201	76	6920	12317	268	61	1036	3750	20	339	37050
ID Echantillon	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Cd	Sb	W	Bi	Pb
Unité	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
Mine 1	39867	16	35	50	87	217	0,5	1,4	53	7	20
GresillouA	44400	16	36	46	82	163	0,4	0,5	10	5	16
GresillouB	40657	26	45	92	139	385	1,0	1,3	77	7	23
Mine1-5	41300	19	39	68	109	658	1,0	0,5	10	9	21
GresillouC	44017	15	39	88	138	982	5,9	2,7	155	35	36
Mine2	40514	20	47	95	131	1450	1,4	2,1	56	47	40
GresillouD	40925	17	38	90	104	1209	0,9	3,1	82	33	34
GresillouE	46400	20	36	95	108	1430	1,1	5,6	10	56	42
GresillouF	51150	14	38	132	174	1370	2,6	7,6	142	33	76
GresillouG	45925	16	39	173	139	1910	1,4	5,2	104	49	59
Orbiel amont	37050	8	27	44	84	100	0,7	2,0	10	7	40



En conclusion, l'étude de la chimie des sédiments du Grésillou, de la Villanière, de l'Hort Estiou et de l'Orbiel montre que :

- les sédiments du Grésillou ont des teneurs anormalement hautes en As, Cu, Cd, W et Bi relativement au bruit de fond ;
- les sédiments de la Villanière sont caractérisés par de forte concentration en Ca, S, Cu, Zn, et Pb par rapport aux sédiments du Grésillou ;
- les sédiments de l'Hort Estiou sont caractérisés par de très fortes concentrations en S, Mn, Ni, Cu, Zn, As, Se, et Bi par rapport aux sédiments du Grésillou et de la Villanière ;
- les sédiments de l'Orbiel en amont de la confluence avec le Grésillou ont des teneurs en éléments inférieures à celles des sédiments du Grésillou à l'exception des carbonates.

8.8.4.3 Chimie incluant de la fraction granulométrique > 2 mm

Au cours de la campagne de reconnaissance les fractions 0-1 mm, 0-2 mm et >2 mm ont été mesurés au pXRF pour 35 échantillons de sédiments (Grésillou et Hort Estiou). Les masses relatives n'ont pas été mesurés.

Des rapports de concentrations en arsenic entre les différentes fractions sont calculées et représentées dans le tableau 107. La concentration en As dans la fraction > 2 mm représente en moyenne 85 % de celle de la fraction 0-2 mm.

Les concentrations en As sont globalement d'autant plus concentrées que la fraction est fine :

- la concentration en As est en moyenne 1,4 fois plus élevée dans la fraction 0-1 mm que dans la fraction 0-2 mm ;
- la concentration en As dans la fraction > 2 mm représente en moyenne 85% de celle de la fraction 0-2 mm.



Tableau 87. Rapports de concentration en arsenic (pXRF) pour les fractions 0-1 mm, 0-2 mm et > 2 mm des sédiments du Grésillou

ID échantillon	[As] ₀₋₁ /[As] ₀₋₂	[As] _{> 2 mm} /[As] ₀₋₂	ID échantillon	[As] ₀₋₁ /[As] ₀₋₂	[As] _{> 2 mm} /[As] ₀₋₂
GRE1	1,23	1,04	GRE19	1,60	2,79
GRE2	1,04	0,34	GRE20	1,89	0,35
GRE3	0,91	0,43	GRE21	1,00	n.c.
GRE4	0,46	0,09	GRE22	1,62	1,48
GRE5	1,62	0,75	GRE23	0,95	0,36
GRE6	1,90	3,36	GRE24	0,85	0,25
GRE7	5,21	0,17	GRE25	3,06	0,56
GRE8	0,75	n.c.	Hort Estiou	0,88	1,38
GRE9	0,76	0,58	GRE26	0,71	0,49
GRE10	1,30	1,76	GRE27	0,59	0,21
GRE11	0,47	1,25	GRE28	0,67	0,28
GRE12	2,77	0,49	GRE29	1,46	0,45
GRE13	1,48	0,09	GRE30	1,40	3,88
GRE14	0,77	0,29	GRE32	1,25	0,73
GRE15	0,96	1,11	GRE33	2,67	0,58
GRE16	1,00	n.c.	GRE34	1,12	0,38
GRE17	0,90	0,23	GRE35	1,11	0,26
GRE18	2,95	1,73	Moyenne	1,41	0,85
n.d. : non déterminé			Ecart-type	0,95	0,94

8.8.4.4 Chimie des fractions granulométriques < 2 mm

La fraction fine de 7 échantillons de sédiments (Grésillou, Hort Estiou et Villanière) recueillis lors de la campagne d'investigation a fait l'objet d'analyses granulochimiques en laboratoire en considérant les fractions granulométriques suivantes :

- 0-63 µm ;
- 63-200 µm ;
- 200-2000 µm.

Les résultats sont présentés dans le Tableau 88 et la Figure 108. Ils montrent que :

- les concentrations en les éléments mesurés sont plus concentrées dans les fractions fines que dans la fraction 200-2000 µm. L'arsenic dans les sédiments du Grésillou est en moyenne 4,7 fois plus concentré dans les fractions 0-63 µm et 63-200 µm que dans la fraction 200-2000 µm.
- la fraction la plus grossière (200-2000 µm) a une masse relative qui représente en moyenne 71% de la masse totale, alors que les fractions plus fines ont des masses relatives qui représentent chacune 14% de la masse totale.



Les concentrations et les masses relatives de chaque fraction évoluant différemment, des contributions en arsenic de chaque fraction sur la concentration de la fraction globale a été calculé par pondération (Figure 108). Les résultats montrent que pour les échantillons situés en amont ou en aval relativement proche des sources potentielles (GRE1, GRE7 et GRE22), la fraction la plus grossière 200-2000 μm contribue de façon significative au stock d'arsenic dans les échantillons (41-80%). En revanche, pour les deux échantillons GRE29 et GRE35 situés en aval éloignés des sources potentielles, la fraction grossière 200-2000 μm ne contribue respectivement qu'à 17 et 25% du stock en arsenic. Cela s'explique par « l'effet chasse d'eau » où les particules arséniées les plus fines sont préférentiellement évacuées loin de leurs sources vers l'aval où elles viennent renforcer la proportion d'As compris dans les particules fines. Pour les sédiments de l'Hort Estiou et de la Villanière, dont les régimes de transport ne sont pas comparables (pas d'écoulement d'eau observé) à celui du Grésillou, les fractions fines < 200 μm contribuent à la majorité du stock en arsenic. On note également que la 93% de l'arsenic est compris dans les fractions les plus fines pour les sédiments de la Villanière indiquant que sa source d'alimentation en As est éloignée de l'échantillon (situé à la confluence entre la Villanière et le Grésillou). Cela suggère que des écoulements sont à l'origine de cette distribution en As dans les fractions.



Tableau 88. Granulochimie des sédiments du Grésillou, de l'Hort Estiou et de la Villanière

ID échantillon	Fraction	Masse relative	[As]	[As]fraction fine/[As]fraction grossière	Q[As] relatif	Q[As]	carbonates totaux	sulfates	Au	Al	Ag	As	Bi	Cd	Ca	Co	Cr tot	Fe	Mg	Ni	Pb	Cu	Zn	S tot
GRE1	0-2000	100%	270	n.c.	100%	270	2	8	<20,0	22 000	<0,99	270	<39	<3,9	960	<16,0	32	39 000	8 700	32	<20,0	<39	76	<330
GRE1	200-2000	78%	188	1,0	54%	147	2	1	<20	19 419	<1,00	188	<40	<4,00	830	<16,0	28	34 760	7 296	27	<20,0	<39	59	<330
GRE1	63-200	10%	740	3,9	27%	72	<2,00	14	<20	25 000	<1,00	740	58	<4,0	940	19	39	49 000	12 000	42	32	46	120	<340
GRE1	0-63	12%	420	2,2	19%	52	3	44	<20,0	36 000	<1,00	420	<40	<4,0	1 800	25	54	58 000	15 000	55	28	64	150	<340
GRE22	0-2000	100%	790	n.c.	100%	790	3	7	<20	21 000	<0,99	790	<40	<4,0	1 300	<16,0	28	38 000	7 500	31	41	48	87	<330
GRE22	200-2000	91%	708	1,0	81%	643	3	6	<20	19 850	<0,99	708	<39	<3,9	1 039	<16,0	26	35 707	6 833	28	40	42	79	<330
GRE22	63-200	4%	1 600	2,3	9%	67	<2,00	10	<19,0	28 000	<0,95	1 600	<38	<3,8	3 500	21	41	59 000	13 000	49	41	98	160	390
GRE22	0-63	5%	1 600	2,3	10%	80	4	22	<20,0	36 000	<0,98	1 600	<39	<3,9	4 200	29	58	62 000	15 000	64	66	120	180	<330
GRE29	0-2000	100%	1 100	n.c.	100%	1 100	10	13	<20,0	15 000	<0,98	1 100	<39	<3,9	5 800	<16,0	20	44 000	7 800	35	30	140	95	410
GRE29	63-200	62%	305	1,0	17%	189	6	5	<20,0	4 992	<0,99	305	<39	<3,9	4 503	<16,0	6	33 331	4 315	22	-1	79	46	220
GRE29	63-200	20%	2 300	7,5	41%	449	19	16	<20,0	25 000	<0,98	2 300	<39	<3,9	8 500	20	35	58 000	13 000	48	74	230	150	890
GRE29	0-63	19%	2 500	8,2	42%	463	13	35	<20	38 000	<1,00	2 500	74	<4,0	7 300	30	52	65 000	14 000	66	88	250	200	540
GRE35	0-2000	100%	770	n.c.	100%	770	58	59	<20,0	15 000	<0,99	770	<40	<4,0	12 000	<16,0	20	48 000	8 700	32	<20,0	160	100	<330
GRE35	200-2000	69%	284	1,0	25%	196	57	35	<20,0	10 889	<0,97	284	<39	<4,0	9 551	<16,0	15	42 525	5 179	24	<20,0	126	70	<330
GRE35	63-200	15%	1 700	6,0	32%	250	62	72	<19,0	20 000	<0,97	1 700	<39	<3,9	18 000	16	27	55 000	15 000	40	44	220	140	500
GRE35	0-63	16%	2 000	7,0	42%	324	60	150	<19,0	28 000	<0,95	2 000	<38	<3,8	17 000	23	37	65 000	18 000	58	63	250	190	520
GRE7	0-2000	100%	180	n.c.	100%	180	3	8	<20	18 000	<1,00	180	<40	<4,0	850	<16,0	25	36 000	8 200	30	<20	<40	77	<330
GRE7	200-2000	73%	101	1,0	41%	74	3	5	<20,0	13 243	<1,00	101	<40	<4,0	561	<16,0	17	28 293	6 380	23	<20,0	<40	53	<330
GRE7	63-200	13%	390	3,9	28%	51	2	9	<20	27 000	<1,00	390	<40	<4,0	1 200	19	40	56 000	12 000	44	21	56	130	<330
GRE7	0-63	14%	390	3,9	31%	56	3	23	<19,0	34 000	<0,93	390	<37	<3,7	2 000	26	53	57 000	14 000	55	23	63	150	<310
Hort Estiou	0-2000	100%	30 000	n.c.	100%	30 000	17	430	<20,0	58 000	1	30 000	<39	14	6 500	250	12	24 000	2 600	200	21	5 600	1 200	1 500
Hort Estiou	200-2000	61%	17 950	1,0	36%	10 878	20	330	<20,0	30 693	-1	17 950	<40	3	4 162	-4	-2	3 426	348	6	-13	2 089	420	723
Hort Estiou	63-200	23%	51 000	2,8	39%	11 832	13	580	<18,0	100 000	3	51 000	69	31	11 000	600	30	54 000	5 900	470	67	11 000	2 400	2 900
Hort Estiou	0-63	16%	45 000	2,5	24%	7 290	12	590	<20	100 000	5	45 000	74	31	8 800	700	38	58 000	6 300	540	84	11 000	2 400	2 400
Villanière	0-2000	100%	480	n.c.	100%	480	83	74	<20,0	30 000	<0,98	480	<39	<3,9	17 000	18	29	40 000	13 000	41	88	170	220	<330
Villanière	200-2000	67%	50	1,0	7%	33	70	46	<20,0	19 982	<1,00	50	<40	<4,0	5 660	9	18	28 167	8 315	22	18	51	76	<330
Villanière	63-200	16%	1 200	24,1	40%	193	100	89	<19,0	36 000	<0,95	1 200	<38	4	39 000	32	39	63 000	22 000	73	240	360	450	510
Villanière	0-63	17%	1 500	30,2	53%	254	120	170	<20,0	64 000	<1,00	1 500	41	5	41 000	40	62	65 000	23 000	84	220	460	570	680

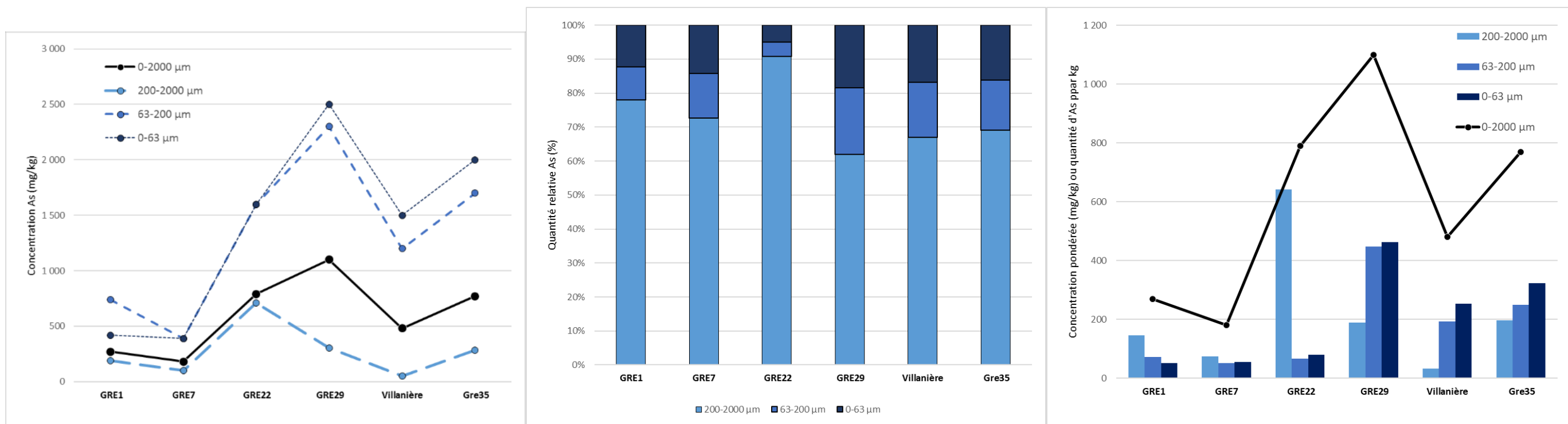


Figure 108. Distribution et contribution des concentrations en arsenic au sein des fractions granulométriques ; à gauche : concentration pour chaque fraction ; au milieu : proportions massiques relatives des fractions ; à droite : contribution en arsenic pour chaque fraction (1/2).

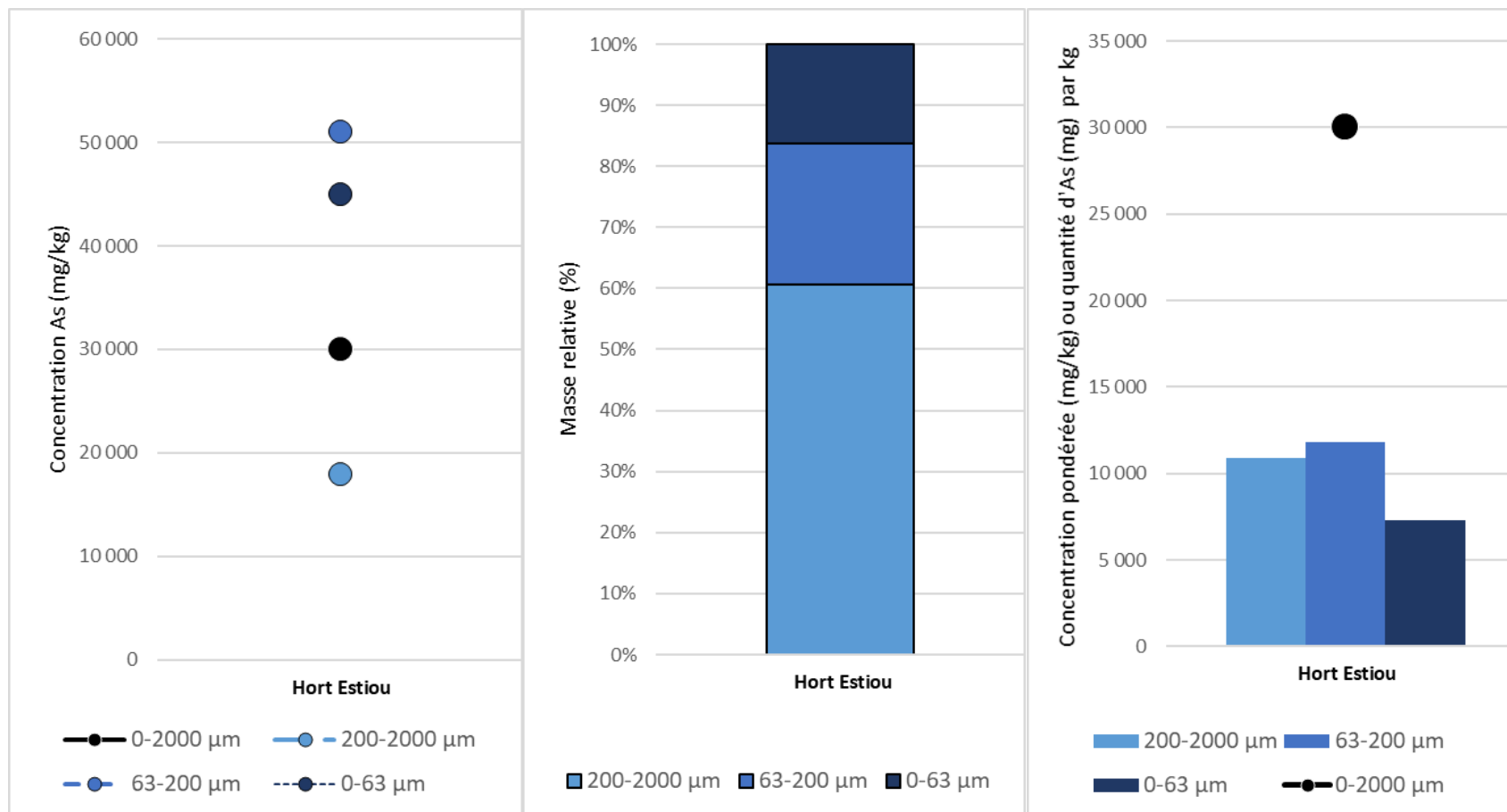


Figure 109. Distribution et contribution des concentrations en arsenic au sein des fractions granulométriques ; à gauche : concentration pour chaque fraction ; au milieu : proportions massiques relatives des fractions ; à droite : contribution en arsenic pour chaque fraction (2/2).



8.8.5 **Minéralogie et distribution des éléments**

La minéralogie et la distribution des éléments sont appréhendés par les analyses DRX et d'extractions séquentielles. Les échantillons analysés correspondent aux échantillons de fraction fine <2 mm.

8.8.5.1 **Résultats d'analyses DRX**

Les résultats des analyses DRX sont fournis dans le Tableau 89 et la Figure 110. Les analyses DRX étant moins précises que les analyses ICP, des bilans massiques ont été calculés pour l'arsenic, le soufre et le fer, sur la base des proportions modales puis comparés aux analyses ICP (Tableau 89).

Sédiments du Grésillou

Les sédiments du Grésillou comportent entre 99 et 100% de silicates dont les principaux sont le quartz (53-61%), les mica blanc (muscovite ; 29-40%) et dans une moindre mesure les chlorites (3-6%), les feldspaths (3-13%) et d'argile (0,4% de kaolinite pour GRE7). Ces compositions minéralogiques indiquent que ces matériaux dérivent de roches silico-clastiques (e.g. quartzite, pelites, micaschistes). On note que la présence de carbonates n'est pas détectée, alors qu'ils ont été quantifiés en analyse ICP (jusqu'à 6% pour GRE35).

Les autres phases minérales correspondent :

- à des oxydes de fer sur certains échantillons (GRE7, GRE22 et GRE29, mais pas GRE1) : ferreux/ferrique (Fe^{2+} et Fe^{3+} ; (titano-)magnétite ; 0,2-0,7%) ou ferrique (Fe^{3+} ; goethite ; 0,2%) ;
- localement à des sulfures : la chalcopirite (0,1% en GRE35) ;
- localement à des phosphates : la berlinite (0,5% en GRE7) ;
- anecdotiquement à du fullerène de sodium et de césium en GRE35 (1,4%), un composé principalement carboné d'origine naturelle (e. g. incendie de forêts) ou anthropique (e. g. pharmaceutique, cosmétique, combustion de carburant)

Aucune phase arsénisée n'est mise en évidence par les résultats d'analyse DRX. Or sur la base des concentrations déterminées à l'ICP de 120 à 1200 mg/kg d'arsenic sont présents dans les échantillons de sédiments. Ce défaut de bilan en As peut s'expliquer par la présence d'As dans les phases potentiellement porteuse d'As (oxydes de fer, sulfures). Les oxydes de Fer apparaissent comme de bons candidats, au regard de leur absence dans GRE1, pauvre en As et leur présence dans les autres échantillons, plus riches en As.

Sédiments de la Villanière

L'échantillon de sédiment de la Villanière comporte 99% de silicates dont les principaux sont le quartz (48%), les mica blanc (muscovite ; 40%), dans une moindre mesure les feldspaths (10%), et à la différence des sédiments du Grésillou pas de chlorites. On note que la présence de carbonates n'est pas détectée, alors qu'ils ont été quantifiés en analyse ICP (9%). Ces compositions minéralogiques indiquent que ces matériaux dérivent de roches silico-clastiques (e.g. quartzite, pelites, micaschistes).

Les autres phases minérales correspondent :

- à des oxydes de fer : ferreux/ferrique (Fe^{2+} et Fe^{3+} ; (magnétite ; 0,8%) ou ferrique (Fe^{3+} ; 0,6% de goethite et 0,8% d'hématite) ;
- à des sulfures : la chalcopirite (0,5%).



La présence de sulfures en GRE35 et dans les sédiments de la Villanière, ainsi l'absence de sulfures dans tous les autres échantillons du Grésillou, suggèrent que l'origine de la chalcopryrite provient des sédiments de la Villanière. Ceci est en accord avec les signatures géochimiques des sédiments du Grésillou après la confluence avec la Villanière et des sédiments de la Villanière qui présentent des anomalies en S (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

Aucune phase arséniée n'est mise en évidence par les résultats d'analyse DRX. Or sur la base des concentrations déterminées à l'ICP 1200 mg/kg d'arsenic sont présents dans l'échantillon de sédiment. Comme pour les sédiments du Grésillou, les oxydes de Fer apparaissent comme de bons candidats, comme phases porteuses d'As. On note en effet la présence d'oxydes de fer, qui apparaissent en proportions significatives i.e. 2,2%).

Sédiments de l'Hort Estiou

L'échantillon de sédiment de l'Hort Estiou comporte 91% de silicates, à savoir le quartz (36%), les mica blanc (muscovite ; 44%) et les argiles (11%). Il se différencie donc des sédiments du Grésillou et de la Villanière par l'absence de chlorite et de feldspath, mais aussi par des proportions significatives en d'autres que sont :

- des oxydes de fer ferreux/ferrique (Fe^{2+} et Fe^{3+} ; (magnétite ; 5,3%) ;
- les seules occurrences sur l'ensemble du site :
 - des sulfures : l'orpiment (0,5%) ;
 - des sulfates de césium (1,8%).

La proportion de la seule phase arséniée de l'échantillon, l'orpiment, n'explique que 1,5% d'As selon les proportions modales calculées, sur les 3,9% d'As mesurés à l'ICP. Ce défaut de bilan s'explique 1) par l'absence de détection d'autres phases arséniées, 2) par une sous-estimation de la proportion d'orpiment, 3) hétérogénéité de l'échantillon. Or au regard, des bilans en S, les phases soufrées auraient été surestimées par les analyses de DRX. L'hypothèse la plus probable que l'As provienne de phases potentiellement arséniées tels que les oxydes de fer et les sulfates. En effet, on note la présence de magnétite (corroboré par le bilan en Fe) et de sulfate en proportions significatives, 5,3 et 2,2% respectivement.



Tableau 89. Minéralogie des sédiments du Grésillou, de l'Hort Estiou et de la Villanière

Minéral	Formule	Poids moléculaire du minéral (g)	% massique As	% massique Fe	% massique S	GRE1	GRE7	Hort Estiou	GRE22	GRE29	Villanière	GRE35
Silicates												
Quartz	SiO ₂					100	99	91	100	99	97	99
Groupe micas (aluminosilicate)												
Muscovite	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂					29,3	31,9	43,5	26,7	31,9	39,7	28,8
Séricite	KAl ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂					0	0	0	0	0	0	0
Allurgite	K(Al,Mn ²⁺) ₂ (AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₂					0	0	0	0	0	0	0
Phengite	KAl _{1,5} (Mg) _{0,5} (Al _{0,5} Si _{3,5} O ₁₀)(OH) ₂					0	0	0	0	0	0	0
Groupe chlorites (aluminosilicate)												
Chlorite	(Fe,Mg,Al) ₆ (Si, Al)4O ₁₀ (OH) ₈	1013,6		11%		3,2	3,2	0,0	10,7	5,8	0,0	4,1
Clinochlore	Mg ₅ Al(AlSi ₃ O ₁₀)(OH) ₈					3,2	0	0	1,5	0	5,8	0
Chamosite	(Fe ²⁺ ,Mg,Al,Fe ³⁺) ₆ (Si,Al) ₄ O ₁₀ (OH,O) ₈	780		22%		0	0	0	9,2	0	0	4,1
Groupe feldspaths (aluminosilicate)												
Feldspath						12,6	2,8	0,0	9,7	7,0	9,9	8,7
Albite	Na(AlSi ₃ O ₈)					12,6	0	0	9,7	0	7,6	8,7
Ca-Na-Feldspath	(Ca,Na)(Al ₂ Si ₂ O ₈)					0	0	0	0	0	2,3	0
Na-feldspath	Na(Al ₂ Si ₂ O ₈)					0	0	0	0	7	0	0
Sr-Al feldspath	Sr/Ca/Na(Al ₂ Si ₂ O ₈)					0	0	0	0	0	0	0
Groupe argiles (aluminosilicate)												
Montmorillonite	(Na, Ca) _{0,33} (Al,Mg) ₂ (Si ₄ O ₁₀)(OH) ₂ .nH ₂ O					0,0	0,4	11,4	0,0	0,0	0,0	0,0
Kaolinite	Al ₂ (Si ₂ O ₅)(OH) ₄					0	0,4	11,4	0	0	0	0
Illite	K _{0,65} Al ₂ (Al _{0,65} Si _{3,35} O ₁₀)(OH) ₂					0	0	0	0	0	0	0
Groupe zéolite (aluminosilicate)												
Zéolite	Si, Al, K, Na, Ca hydraté					0	0	0	0	0	0	0
Sr,Cs zéolite						0	0	0	0	0	0	0
Groupe oxy/hydroxydes de Fer												
Magnetite	Fe ²⁺ Fe ³⁺ ₂ O ₄	176		64%		0	0,2	5,3	0,4	0,9	2,2	0
Titanomagnétite	Fe ²⁺ (Fe ³⁺ ,Ti) ₂ O ₄	176		64%		0	0	0	0,4	0	0	0
Goethite	α-Fe ³⁺ O(OH)	89		63%		0	0	0	0	0,2	0,6	0
Hématite	Fe ³⁺ ₂ O ₃	160		65%		0	0	0	0	0	0,8	0
Arséniate												
Scorodite	Fe ³⁺ AsO ₄ · 2H ₂ O	231	32%	24%		0	0	0	0	0	0	0
Arsénite												
Arsénolite	As ₂ O ₃	198	75%			0	0	0	0	0	0	0
Groupe sulfures												
Chalcopyrite	CuFeS ₂	184		31%	35%	0	0	0	0	0	0,5	0,1
Pyrite	FeS ₂	120		47%	53%	0	0	0	0	0	0	0
Arsénopyrite	FeAsS	163	46%	34%	20%	0	0	0	0	0	0	0
Orpiment	AsS	107	70%		30%	0	0	2,2	0	0	0	0
Groupe sulfates												
Sulfate de Cs	Cs ₂ SO ₄	362			9%	0	0	1,8	0	0	0	0
Jarosite	KFe ³⁺ ₃ (SO ₄) ₂ (OH) ₆	501		13%	13%	0	0	0	0	0	0	0
Groupe carbonates												
Calcite	CaCO ₃					0	0	0	0	0	0	0
Dolomite	CaMg(CO ₃) ₂					0	0	0	0	0	0	0
Groupe phosphates												
Berlinite	AlPO ₄					0	0,5	0	0	0	0	0
Autres												
Na, Cs Fullérene c60						0	0	0	0	0	0	1,3
Bilan As						0	0,5	2,2	0	0	0	0
As calculé (composition modale ; ppm)						0	0	15421	0	0	0	0
As ICP totale (ppm)						120	370	39000	590	1200	1200	990
Bilan (ICP-DRX)						120	370	23579	590	1200	1200	990
Phases potentiellement arséniées (%)						0	1,1	16,7	0,4	0,9	2,2	0
Phase probable 1							Berl	Arg	Ti-Mgt	Mgt	Hmt	
Phase probable 2							Arg	Mgt		Goe	Goe	
Phase probable 3							Mgt				Mgt	
Phase probable 4												
Bilan Fe						0	4 809	33 727	24 018	5 713	15 592	9 136
Fe calculé (stochiométrie ; ppm)						0	4 809	33 727	24 018	5 713	15 592	9 136
Fe ICP totale (ppm)						40 000	46 000	30 000	44 000	52 000	52 000	51 000
Bilan (ICP-DRX)						40 000	41 191	-3 727	19 982	46 287	36 408	41 864
Bilan S						0	0	8171	0	0	1744	349
% massique S calculé (stochiométrie)						0	0	8171	0	0	1744	349
% massique As ICP totale						160	160	1 600	160	170	360	370
Bilan (ICP-DRX)						160	160	-6 571	160	170	-1 384	21
phase arséniée												
phase potentiellement arséniée												

Abbréviation : Arg : argile ; Mgt : magnétite ; Ti-Mgt : titanomagnétite ; Hmt : Hématite ; Goe : giéthite ; Jar : jarosite ; Ber : belinite.

en rouge : bilan négatif entre la concentration en As calculé selon les proportions minéralogiques et la concentration en As déterminé à l'ICP

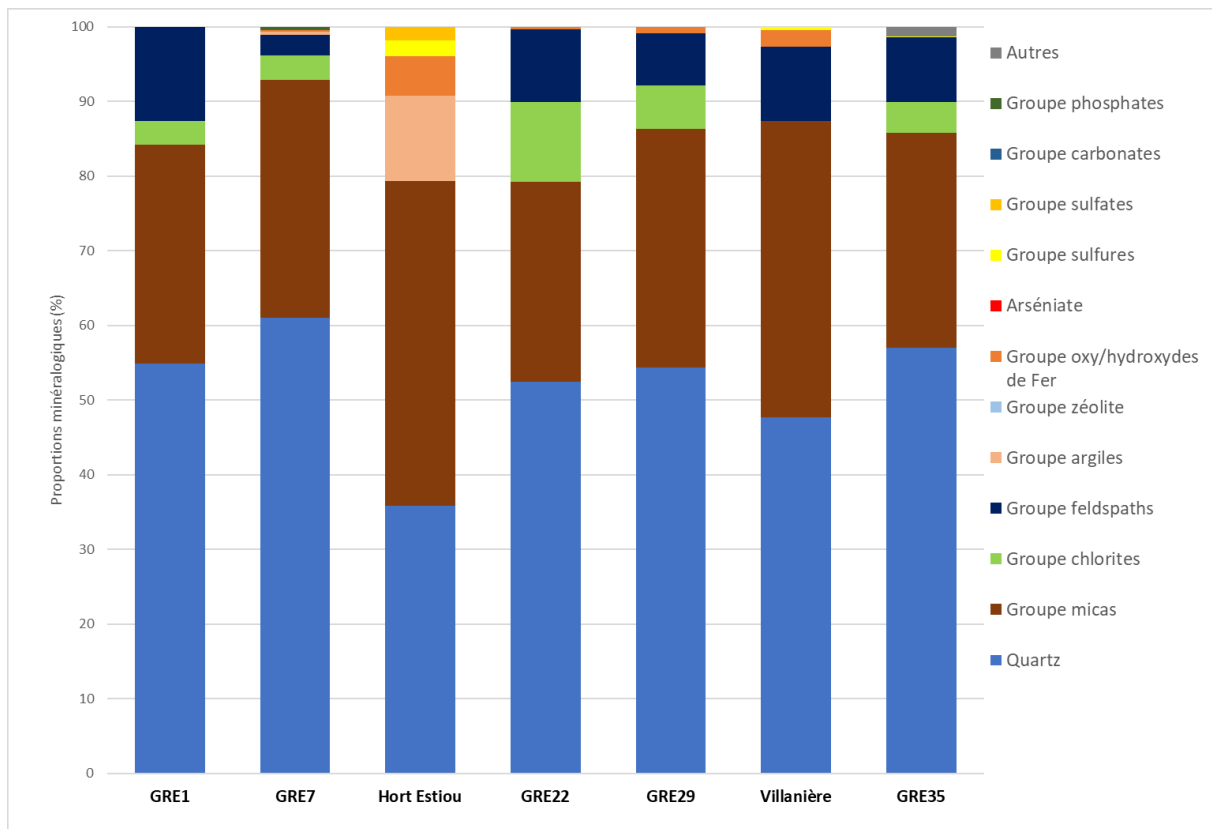


Figure 110. Proportions minéralogiques des sédiments du Grésillou, de l'Hort Estiou et de la Villanière

8.8.5.2 Résultats des extractions séquentielles

Les résultats des extractions séquentielles sont exprimés en mg/kg dans le Tableau 90. Ils sont également exprimés en pourcentage extrait dans le Tableau 91 en considérant la concentration extraite la plus haute parmi la somme des concentrations des fractions F0+F1+F2+F3 et la concentration de la minéralisation totale, afin de normaliser les résultats à 100%. En effet, le Tableau 28 montre que pour certains éléments comme le calcium, systématiquement, mais également parfois le magnésium ou l'arsenic, les extractions séquentielles sont plus efficaces que la minéralisation totale et montrent des bilans positifs. Les extractions de la fraction F0 seront discutées dans la section suivante.

Nous rappelons que les objectifs des extractions séquentielles sont de quantifier les éléments extraits pour les fractions suivantes :

- F0 : fractions lixiviable ;
- F1 : fraction adsorbée sur les surfaces minérales (e.g. argiles) ;
- F2 : fraction réductibles (oxy/hydroxydes) ;
- F3 : fraction oxydable (sulfures et matière organique) ;
- RES : fraction résiduelle (silicates).



Les résultats des extractions séquentielles des 7 échantillons de sédiments mettent en évidence les éléments suivants :

- l'aluminium est principalement réparti dans la fraction résiduelle RES (moy=47%) en accord avec sa distribution dans les silicates, et de la fraction F2 (moy=52%) indiquant qu'il se trouve dans des oxy/hydroxydes d'aluminium ;
- le bismuth est en moyenne retrouvé à 26% dans la fraction réductible F2, 58% dans la fraction résiduelle RES et 15% dans la fraction oxydable F3 ce qui suggère qu'il est distribué dans des sulfures de fer partiellement dissous lors des extractions et/ou des oxy/hydroxydes de fer facilement dissous lors de l'étape 2 ;
- pour GR1, GRE7 et GRE22 le calcium est extrait en majorité dans la fraction F1 (52-57% ; moy=33%), F2(14-17%), et F3(26-29%) témoin de sa présence dans les carbonates de type calcite. En revanche pour GRE29, GRE35 et la Villanière le calcium reste à plus de 80% dans la fraction résiduelle RES indiquant sa présence dans la dolomie, moins soluble que la calcite, en accord avec la géologie de surface ;
- le magnésium est extrait de l'ensemble des fractions à des proportions variables : F0 (0,7-5,4%), F1(6-11%), F2(30-77%), F3(4-19%), Et RES (0-54%) ;
- le plomb est retrouvé à 3-99% dans la fraction réductible F2 et à 0-96% dans la fraction résiduelle RES ce qui suggère qu'il est distribué dans des sulfures de fer partiellement ou totalement dissous lors des extractions et/ou des oxy/hydroxydes de fer facilement dissous lors de l'étape 2 ;
- le zinc est retrouvé à 19-44% dans la fraction réductible F2, 51-77% dans la fraction résiduelle RES et 2-10% dans la fraction oxydable F3 ce qui suggère qu'il est distribué dans des sulfures de fer partiellement dissous lors des extractions et/ou des oxy/hydroxydes de fer facilement dissous lors de l'étape 2 ;
- le fer est extrait dans la fraction réductible F2 (30-76%) et dans la fraction résiduelle RES (24-70%) Cela indique qu'il est contenu dans des oxy/hydroxydes et des sulfures.
- le soufre, lorsqu'il est en concentration significative, est extrait sur l'ensemble des fractions ce qui indique qu'il est aussi bien inclus dans des sulfates que dans des sulfures ;
- l'arsenic est extrait dans presque uniquement dans la fraction réductible F2 (87-95%), pour GRE1, GRE7, GRE22 et GRE29, ce qui corrobore les interprétations des données de DRX selon lesquels l'arsenic est contenu dans des oxy(hydroxy)de de fer et d'aluminium. En revanche, pour les sédiments GRE35, de la Villanière et de l'Hort Estiou, l'arsenic est également contenu dans, la fraction résiduelle RES en proportion significative (31-54%), ce qui, en accord avec la présence de sulfures identifiés en DRX, indique qu'il est principalement associé aux oxy/hydroxydes de fer et d'aluminium et aux sulfures de fer (accessoirement, aux sulfates pour les sédiments de l'Hort Estiou).



Tableau 90. Résultats d'extractions séquentielles en g/kg pour les sédiments du Grésillou, de l'Hort Estiou et de la Villanière

ID échantillon	Fraction	Al	As	Bi	Ca	Fe	Mg	Pb	S	Zn
		mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
GRE1	F0	9,6	1	<0,01	5,0	9,7	6,0	<0,04	3,0	<0,5
	F1	33	8	<0,04	198	27	50	0	3	2
	F2	2 519	202	0	60	9 789	498	1	23	15
	F3	19	3	2	86	18	127	0,0	7	2
	RES	2 324	0,0	2	0,0	5 732	147	31	0	61
	Total fractions	2 580	213	2	349	9 843	681	1	36	18
	Minéralisation totale	4 903	136	4	183	15 575	828	32	0	79
	Résidus* (%)	47%	-56%	59%	-91%	37%	18%	97%	-1448939%	77%
GRE7	F0	9,0	1,1	<0,01	11,3	9,8	10,0	0,1	3,6	<0,5
	F1	45	8	<0,04	233	34	48	0	17	1
	F2	2 950	190	1	56	13 976	609	9	27	18
	F3	13	3	2	103	11	136	0,0	23	1
	res	1 596	16	5	0,0	6 085	0	8	0	66
	Total fractions	3 017	201	2	404	14 030	803	9	70	20
	Minéralisation totale	4 613	218	7	127	20 115	722	17	36	87
	Résidus* (%)	35%	8%	71%	-219%	30%	-11%	45%	-96%	77%
GRE22	F0	9,9	8,7	0,0	18,2	11,1	13,0	0,05	3,9	<0,5
	F1	24	34	<0,04	197	21	51	0	12	1
	F2	2 494	473	2	51	12 083	593	11	39	20
	F3	11	3	2	110	8	117	0,0	12	1
	RES	1 199	0,0	2	0,0	3 734	0	3	0	57
	Total fractions	2 539	519	4	376	12 122	774	11	68	22
	Minéralisation totale	3 738	514	5	62	15 866	259	15	57	79
	Résidus* (%)	32%	-1%	32%	-503%	24%	-199%	23%	-18%	72%
GRE29	F0	20,2	16	<0,5	77,0	17,7	36,0	0,22	7,4	1,2
	F1	37	73	0	382	22	80	1	21	<1
	F2	2 723	1 268	5	23	20 335	692	11	127	28
	F3	12	3	<0,04	142	36	212	0,1	101	3
	RES	4 044	0,0	13	2 694,5	31 860	124	16	146	58
	Total fractions	2 793	1 359	5	624	20 410	1 020	12	257	32
	Minéralisation totale	6 837	1 079	18	3 319	52 270	1 145	29	402	90
	Résidus* (%)	59%	-26%	72%	81%	61%	11%	57%	36%	65%
GRE35	F0	25,0	12,1	0,0	203,0	12,4	52,0	0,1	29,0	<0,5
	F1	20	49	<0,04	279	19	95	0	40	<1
	F2	2 154	697	6	28	13 963	644	9	39	24
	F3	12	3	2	286	18	170	0,1	65	2
	res	3 680	790	4	3 196,2	6 429	0	15	399	66
	Total fractions	2 211	761	8	796	14 012	960	9	173	26
	Minéralisation totale	5 891	1 551	11	3 992	20 441	555	24	572	92
	Résidus* (%)	62%	51%	32%	80%	31%	-73%	61%	70%	72%
La Villanière	F0	23,8	16,7	0,0	352,0	16,0	122,0	0,33	38,4	1,1
	F1	18	61	<0,04	673	12	313	0	52	5
	F2	2 649	581	5	31	15 764	1 402	29	55	111
	F3	11	3	2	543	43	365	1,2	57	11
	RES	10 930	293,3	12	12 228,7	7 105	603	109	105	122
	Total fractions	2 702	661	7	1 599	15 835	2 202	31	203	129
	Minéralisation totale	13 631	955	18	13 828	22 940	2 806	140	308	251
	Résidus* (%)	80%	31%	64%	88%	31%	21%	78%	34%	49%
Hort Estiou	F0	120,0	142,5	0,0	286,0	19,9	132,0	<0,041	279,0	2,2
	F1	211	3 417	<0,04	273	10	233	<0,04	480	7
	F2	34 664	19 359	7	152	6 945	815	22	336	459
	F3	392	239	0	469	83	96	0,1	100	112
	RES	29 613	12 144,3	25	5 920,5	16 243	1 474	0	319	594
	Total fractions	35 387	23 157	7	1 179	7 057	1 276	22	1 196	581
	Minéralisation totale	65 000	35 302	32	7 100	23 300	2 750	5	1 514	1 175
	Résidus* (%)	46%	34%	79%	83%	70%	54%	-377%	21%	51%

* : Résidus% = (Minéralisation totale - Total fractions) / Minéralisation totale



Tableau 91. Résultats d'extractions séquentielles en % extrait pour les sédiments du Grésillou, de l'Hort Estiou et de la Villanière

ID échantillon	Fraction	Al	As	Bi	Ca	Fe	Mg	Pb	S	Zn
		%	%	%	%	%	%	%	%	%
GRE1	F0	0,196%	0,367%	0,122%	1,434%	0,062%	0,725%	0,063%	8,281%	0,316%
	F1	1%	4%	0%	57%	0%	6%	0%	9%	2%
	F2	51%	95%	5%	17%	63%	60%	3%	63%	19%
	F3	0%	1%	37%	25%	0%	15%	0%	19%	2%
GRE7	RES	47%	0%	58%	0%	37%	18%	96%	0%	77%
	F0	0,195%	0,491%	0,067%	2,799%	0,049%	1,245%	0,333%	5,131%	0,289%
	F1	1%	4%	0%	58%	0%	6%	1%	24%	1%
	F2	64%	87%	9%	14%	69%	76%	54%	39%	21%
GRE22	F3	0%	1%	20%	26%	0%	17%	0%	33%	2%
	RES	35%	8%	70%	0%	30%	0%	45%	0%	76%
	F0	0,265%	1,678%	0,652%	4,838%	0,070%	1,679%	0,342%	5,767%	0,315%
	F1	1%	7%	0%	52%	0%	7%	1%	18%	1%
GRE29	F2	67%	91%	38%	14%	76%	77%	75%	58%	25%
	F3	0%	0%	29%	29%	0%	15%	0%	18%	2%
	RES	32%	0%	32%	0%	24%	0%	23%	0%	72%
	F0	0,295%	1,141%	1,385%	2,320%	0,034%	3,145%	0,769%	1,840%	1,329%
GRE35	F1	1%	5%	0%	12%	0%	7%	3%	5%	1%
	F2	40%	93%	28%	1%	39%	60%	38%	32%	31%
	F3	0%	0%	0%	4%	0%	19%	0%	25%	3%
	RES	59%	0%	71%	81%	61%	11%	57%	36%	64%
Villanière	F0	0,424%	0,780%	0,434%	5,085%	0,061%	5,415%	0,248%	5,069%	0,271%
	F1	0%	3%	0%	7%	0%	10%	1%	7%	1%
	F2	37%	45%	54%	1%	68%	67%	37%	7%	25%
	F3	0%	0%	14%	7%	0%	18%	0%	11%	3%
Hort Estiou	RES	62%	51%	32%	80%	31%	0%	61%	70%	71%
	F0	0,175%	1,749%	0,261%	2,546%	0,070%	4,349%	0,235%	12,472%	0,439%
	F1	0%	6%	0%	5%	0%	11%	0%	17%	2%
	F2	19%	61%	27%	0%	69%	50%	21%	18%	44%
Hort Estiou	F3	0%	0%	8%	4%	0%	13%	1%	19%	5%
	RES	80%	31%	64%	88%	31%	21%	78%	34%	49%
	F0	0,185%	0,404%	0,050%	4,028%	0,085%	4,800%	0,097%	18,424%	0,187%
	F1	0%	10%	0%	4%	0%	8%	0%	32%	1%
Hort Estiou	F2	53%	55%	21%	2%	30%	30%	99%	22%	39%
	F3	1%	1%	0%	7%	0%	4%	0%	7%	10%
	RES	46%	34%	79%	83%	70%	54%	0%	21%	51%

En raison de l'importance de de la fraction extractible à l'eau (F0) et de ses faibles concentration, les chiffres significatifs après la virgule ont volontairement été ralongés. Les résultats sont normalisés à 100%, en utilisant la plus grande des concentrations parmi celle issue de la minéralisation totale ou de la somme des fractions

En conclusion, l'étude de la distribution en arsenic dans les phases minérales montre qu'il est contenu :

- pour les sédiments du Grésillou (sauf GRE35) dans des oxy/hydroxydes de fer (e.g. magnétite, hématite, goethite) et d'aluminium ;
- pour les sédiments de la Villanière et localement du Grésillou (GRE35), dans des oxy/hydroxydes de fer (e.g. magnétite, hématite, goethite) et d'aluminium, et probablement dans des sulfures de fer et/ou des carbonates;
- pour les sédiments de l'Hort Estiou, dans l'orpiment, et probablement dans des sulfures ou sulfates de fer et/ou des oxy/hydroxydes de fer et d'aluminium.

8.8.6 Transfert des éléments

Les transferts liés au ruissellement de l'eau de pluie en surface et la lixiviation sont appréhendés par les tests de lixiviation. Les résultats de lixiviation sont présentés dans le Tableau 90 et le Tableau 91 Tableau 65.

Les résultats de lixiviation au cours des extractions séquentielles montrent les éléments suivants :



- les éléments les plus mobilisables dans l'eau sont le soufre (moy=8%), le calcium (moy=3%) et le magnésium (moy=3%) ;
- les éléments les moins mobilisables sont le zinc (0,45%), le plomb (0,30%), l'aluminium (0,25%), le bismuth (0,42%) et le fer (0,06%) ;
- l'arsenic est relativement mobilisable (0,9% en moyenne), ce qui représente de 1 à 12,1 mg/kg de l'arsenic mobilisable sur les 213 à 1551 mg/kg contenus dans les échantillons, respectivement, pour les sédiments du Grésillou et de la Villanière. Sur les 35 302 mg/kg d'arsenic contenu dans l'échantillon de l'Hort Estiou, 143 mg/kg sont mobilisables.

En conclusion, l'étude du transfert en arsenic dans les eaux de lixiviation des sédiments montre que l'arsenic :

- **malgré ses faibles concentrations, est fortement mobilisable pour les sédiments de la Villanière et du Grésillou en raison de sa distribution dans des oxy/hydroxydes de fer et d'aluminium et probablement dans des sulfures et/ou des carbonates ;**
- **est fortement mobilisable pour les sédiments de l'Hort Estiou en raison des fortes concentrations et sa distribution dans des sulfates et l'orpiment.**



8.8.7 Synthèse de la caractérisation des sédiments

Les caractéristiques physiques, chimiques, et lithologiques des sédiments sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 92. Caractéristiques physiques, chimiques, et lithologiques des sédiments

	Sédiments du Grésillou	Sédiments de l'Hort Estiou	Sédiments de la Villanière	Sédiments de l'Orbiel (amont de la confluence avec l'Orbiel)
Granulométrie (proportions massiques)	48% de graves et blocs et 52% de fraction fine (<2 mm) Fraction fine : - 62-91% 200-2000 µm - 4-15% 63-200 µm - 5-16% 0-63 µm	48% de graves et blocs et 52% de fraction fine (<2 mm) Présence de racines et matière végétale. Fraction fine : - 61% 200-2000 µm - 23% 63-200 µm - 16% 0-63 µm	61% de graves, blocs et racine et 39% de fraction fine (<2 mm) Fraction fine : - 67% 200-2000 µm - 16% 63-200 µm - 17% 0-63 µm	Sables, limons/argiles et quelques graviers
Lithologie/minéralogie	Fraction fine : • Sable majoritairement et limon/argile • Phases potentiellement arséniées : oxy/hydroxydes de fer (e.g. magnétite, hématite, goethite) et d'aluminium, sulfures de fer et carbonates Fraction grossière : • Micaschistes, des schistes gréseux, de schistes ardoisiers, des matériaux ferrugineux et des fragments de veines de quartz ou de calcite	Fraction fine : • Sable majoritairement et limon/argile • Phases arséniées : sulfures ou sulfates de fer et/ou des oxy/hydroxydes de fer et d'aluminium. Fraction grossière : • Quartzites • Schistes blancs • Schistes oxydés • Minerai altéré à scorodite	Fraction fine : • Sable majoritairement et limon/argile Phases potentiellement arséniées : oxy/hydroxydes de fer (e.g. magnétite, hématite, goethite) et d'aluminium, des sulfures de fer et des carbonates Fraction grossière : • Schistes	Fraction fine : • Sable, limons et argile Fraction grossière : • Micaschiste et quartz
Chimie/granulochimie	Concentration (vs. GRE1) : • Fortes en S, Ca, Mn, As, Sb et Bi $[As]_{0-1} = 1,4 * [As]_{0-2}$ $[As]_{>2\text{mm}} = 0,85 * [As]_{0-2}$ Fraction fine concentrée en As : [As] comprise entre 270 et 1 100 mg/kg 22% issue fraction 200-2000 µm Pour GRE1 à GR22 41-81% issue fraction 200-2000 µm ($[As]_{\text{moy}} \approx 400$ mg/kg) 9-41% issue fraction 63-200 µm ($[As]_{\text{moy}} \approx 910$ mg/kg) 10-31% issue fraction 0-63 µm ($[As]_{\text{moy}} \approx 800$ mg/kg) Pour GRE29 à GR35 17-25% issue fraction 200-2000 µm 32-41% issue fraction 63-200 µm 42% issue fraction 0-63 µm	Concentration (vs. GRE1) : • Très fortes en S, Ca, Mn, Ni, Cu, Zn, As, Se et Bi • Pauvres en Si, K et Ba Fraction fine concentrée en As : [As] \approx 30 000 mg/kg 36% issue fraction 200-2000 µm ($[As] \approx 18$ 000 mg/kg) 39% issue fraction 63-200 µm ($[As] \approx 51$ 000 mg/kg) 25% issue fraction 0-63 µm ($[As] \approx 45$ 000 mg/kg)	Concentration (vs. GRE 1) : • Fortes en S, Ca, Mn, Cu, As, Se, Sb, Pb et Bi Fraction fine concentrée en As : [As] \approx 480 mg/kg 7% issue fraction 200-2000 µm ($[As] \approx 50$ mg/kg) 40% issue fraction 63-200 µm ($[As] \approx 1$ 200 mg/kg) 53% issue fraction 0-63 µm ($[As] \approx 1$ 500 mg/kg)	Concentration (vs. Mine 1) : • Pauvre en Al, Cr, Co, As et W • Riches en carbonates (Ca) et Pb 100 mg/kg en As
Distribution des éléments	As dans oxy/hydroxydes de fer (e.g. magnétite, hématite, goethite) et d'aluminium, sulfures de fer et carbonates	As dans sulfures ou sulfates de fer et/ou des oxy/hydroxydes de fer et d'aluminium.	As dans oxy/hydroxydes de fer (e.g. magnétite, hématite, goethite) et d'aluminium, des sulfures de fer et des carbonates	n.d.
Transfert	As mobilisable dans l'eau : Lixiviation 1/100 : 0,4-1,7% de l'As de la matrice solide extrait dans l'eau (1-16 mg/kg ou 10-160 µg/l)	As mobilisable dans l'eau : Lixiviation 1/100 : 1,8% de l'As de la matrice solide extrait dans l'eau (142 mg/kg ou 1 420 µg/l)	As mobilisable dans l'eau : Lixiviation 1/100 : 0,4% de l'As de la matrice solide extrait dans l'eau (16,7 mg/kg ou 167 µg/l)	n.d.



8.9 Analyses des eaux superficielles du Grésillou, de l'Orbiel et des eaux souterraines

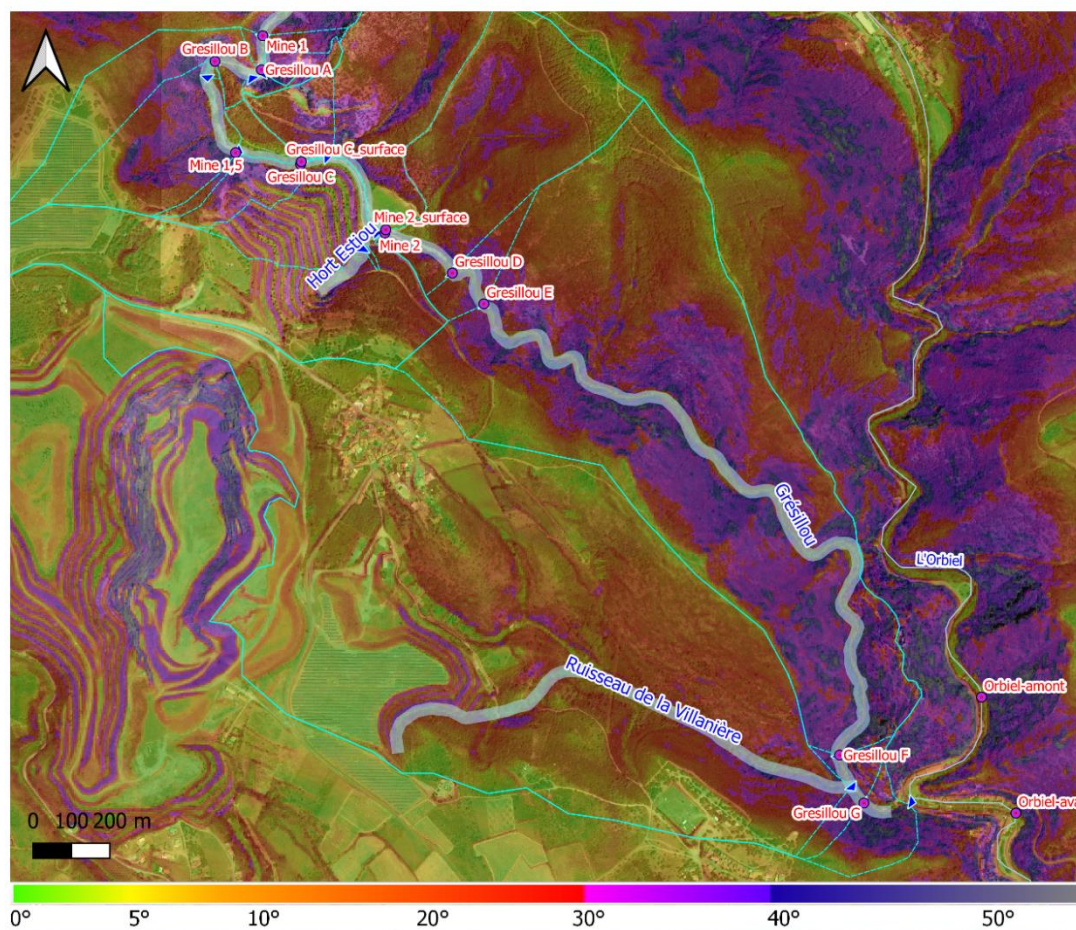
La géomorphologie ainsi que la dynamique des écoulements de surface du bassin versant du Grésillou ont été appréhendées dans les paragraphes ci-dessus (Cf. 8.8.1 et 8.8.2).

Les résultats présentés ci-dessous concernent :

- la cartographie des pentes et des écoulements de surface des bassins versants associés aux stations d'analyses des eaux superficielles (Mine 1, Mine 1,5, Mine 2 et Grésillou A à G) ainsi que ceux au niveau des affluents du Grésillou (Hort Estiou et Villanière). Les volumes d'eau ruisselée et infiltrée au cours d'une année ainsi que les débits de pointe caractéristiques sont précisés.
- les mesures de pendage (analyse structurale) réalisées le long du Grésillou ;
- le suivi de précipitation réalisé par Minélis au cours de l'année 2020 et Envisol dès la fin novembre 2020, comparé aux données de météo France au niveau des stations de Montréal et Carcassonne-Salvaza ;
- la cartographie des observations hydrogéologiques réalisées le long du Grésillou (observations des pertes et résurgences) ;
- l'ensemble des mesures réalisées sur le milieu eau, lors des campagnes mensuelles au cours de l'année 2020, de la crue de mai 2020 et lors des campagnes de prélèvement automatiques réalisées à la mi-décembre 2020 et à la fin du mois de janvier 2021 : jaugeages, mesures des paramètres physico-chimiques et prélèvements d'eau pour analyse en éléments traces métalliques et ioniques.

8.9.1 *Géomorphologie des bassins versants des stations du Grésillou*

Les stations d'analyses, suivies par ENVISOL, des eaux sont situées entre 318 et 203 m d'altitude en seconde moitié du bassin versant du Grésillou là où les écoulements sont torrentiels. Les stations d'analyses des eaux superficielles sont réparties de manière à observer la dynamique des écoulements ainsi que l'influence successive des différentes sources primaires de pollution sur la qualité des eaux de ruissellement.



Légende :

- Station de suivi des eaux superficielles
- Bassin versant
- ➔ Exutoire
- Grésillou et affluents
- L'Orbiel



Client : BRGM
Site : Mine de Nartau et Verse de Ramèle (Secteur de Salsigne)
Titre : Cartographie des pentes au niveau des stations de suivi des eaux superficielles

Dernière modification : 31/03/21

Version : b

Figure 111 : Cartographie des pentes du bassin versant du Grésillou et localisation des stations de suivi des eaux superficielles



8.9.2 *Analyse structurale*

Les mesures de pendage réalisées aux abords de la verse de Nartau et à proximité des stations d'analyses des eaux superficielles le long du Grésillou sont présentées ci-après.

Les structures présentes sont en lien avec une tectonique souple hercynienne polyphasée et une tectonique cassante plus tardive (cf. Figure 112) :

- au niveau de la verse de Nartau (A) et en aval de la verse de Ramèle (B), les structures retrouvées sont orientées E-W, NE-SW à pendages sud et sud-ouest compris entre 40° et 60° au niveau de la verse de Nartau (A) et à pendage plus faible compris entre 15° et 25° au niveau de la verse de Ramèle (B). Ces structures sont liées à la tectonique souple hercynienne et retrouvées principalement au niveau des plans de schistosité ;
- les structures suscitées, structurées par une tectonique cassante, sont recoupées par des failles NNW-SSE (N130 à N150) à pendages plus marqué de 80° au niveau de la verse de Nartau et dans le lit du Grésillou à proximité immédiate de cette dernière (A) ;
- une structure orientée N-S de pendage 43° (A) et 70° (B) vers l'est traverse le lit du Grésillou en pied de la verse de Nartau et en aval de la verse de Ramèle. Ces décrochements sont associés aux structures retrouvées au niveau des failles de Ramèle mentionnées dans l'étude d'ennoyage de l'exploitation minière (ANTEA, 2003).
- la faille N420 est retrouvée au niveau de la station Grésillou D d'orientation N55 à pendage subvertical de 80° ;
- les mesures de pendage réalisées en partie aval du Grésillou dans les calcaires ne présentent pas d'orientation préférentielle dominante (C). Des structures satellites d'orientation N130 à pendage fort (70°) peuvent être en lien avec la faille du Grésillou parallèle au cours d'eau actuel. Les fractures retrouvées au sein des calcaires constituent des zones de drainage préférentielles des eaux superficielles vers des eaux souterraines.

Ces résultats complètent les données structurales présentées dans l'étude d'ennoyage de l'exploitation minière (ANTEA, 2003). Il est très probable que l'ensemble des structures tardives liées à la tectonique cassante retrouvées tout le long du Grésillou, en particulier la faille N420, participent à l'infiltration des eaux superficielles du Grésillou vers des horizons souterrains (zone noyée mentionnée dans l'étude d'ennoyage). Les essais de traçage réalisés par ANTEA en 2002 confirment l'existence de ce lien hydraulique entre le Grésillou et les horizons souterrains guidés en profondeur par le toit des schistes à pendage sud.

Ces informations ont permis de réaliser la coupe simplifiée du Grésillou.

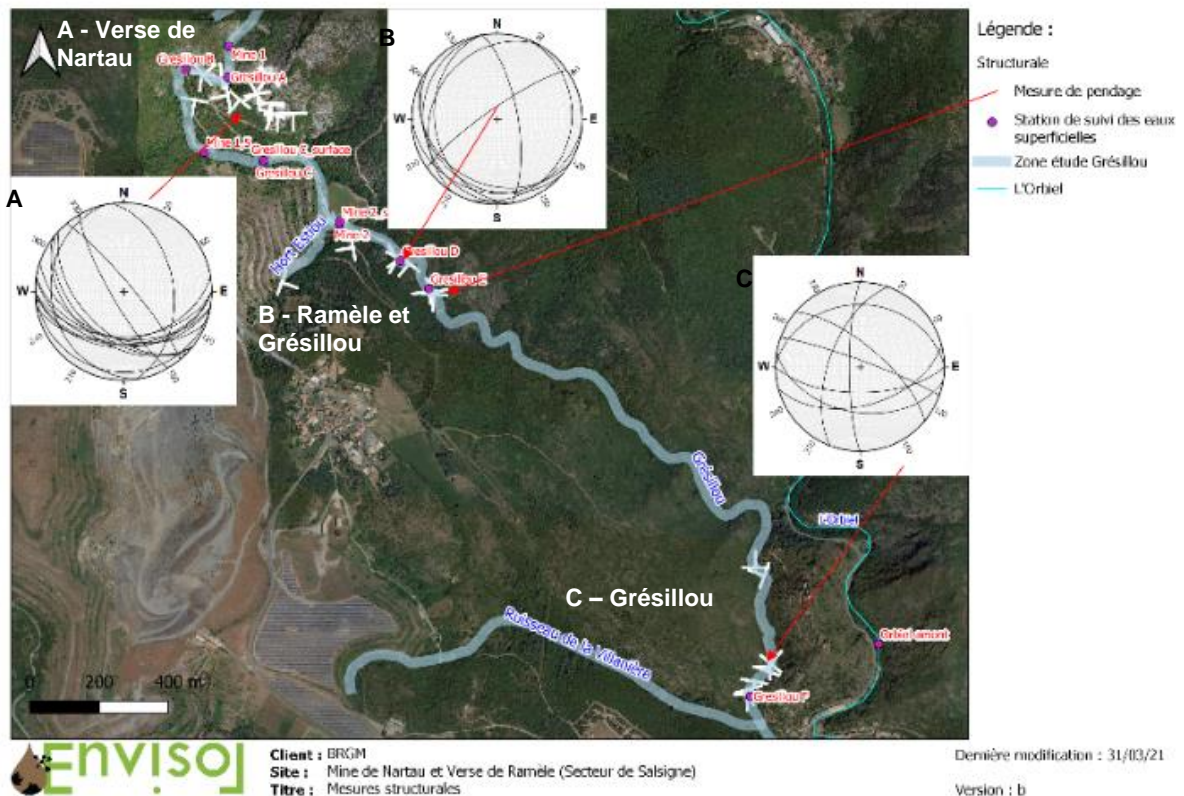


Figure 112 : Localisation des mesures structurales sur le site d'étude

8.9.3 Dynamique des écoulements de surface

Les limites des bassins versants au niveau des exutoires des stations d'analyse des eaux superficielles et les écoulements de surface associés sont présentés en Figure 113. La partie amont de ces bassins versants est illustrée sur la Figure 92.



Légende :

- Station de suivi des eaux superficielles
- Bassin versant
- Ecoulements de surface
- ➔ Exutoire
- ▬ Grésillou et affluents
- ▬ L'Orbiel



Client : BRGM
Site : Mine de Nartau et Verse de Ramèle (Secteur de Salsigne)
Titre : Cartographie des écoulements de surface au niveau des stations de suivi des eaux superficielles

Dernière modification : 31/03/21

Version : b

Figure 113 : Cartographie des écoulements de surface du bassin versant du Grésillou (partie aval) et localisation des stations de suivi des eaux superficielles



8.9.4 Suivi des précipitations

Les pluviométries de l'année 2020 et jusqu'au 02 février 2021 sont reportées dans le tableau suivant (cf. Tableau 93).

En 2020, le cumul de pluie mesuré est de 629,0 mm pour la station de l'Artus (données Minéllis), 715,1 mm pour la station de Montréal (Météo France) et 751,1 mm pour la station de Carcassonne-Salvaza (Météo France). Le mois qui présente le plus fort cumul (117,4 mm) est le mois de mai 2020 dont l'évènement pluvieux significatif a eu lieu les 11 et 12 mai 2020 avec respectivement un cumul de pluie mesuré de 81,2 mm et 36,3 mm. Le mois le plus sec est le mois de juillet avec des cumuls de pluie inférieurs à 10 mm.

En 2020, le plus faible cumul annuel est enregistré au niveau de la station de l'Artus. La station du Grésillou présente des cumuls plus élevés que les autres stations pour les mois de décembre 2020, janvier et février 2021. La pluviométrie sur le site d'étude est donc supérieure à celles mesurées sur les autres stations présentées.

Tableau 93 : Pluviométrie mensuelle en mm pour l'année 2020 et début d'année 2021

		Pluviométrie (mm)			
		Station du Grésillou (Envisol)	Station de l'Artus (Minéllis)	Station de Montréal (Météo France)	Station de Carcassonne-Salvaza (Météo France)
2020	Janvier	-	73,2	4,9	81,3
	Février	-	22,8	26,5	22,9
	Mars	-	88,6	77	67,4
	Avril	-	94,2	85,3	97,2
	Mai	-	148,6	99,8	128,1
	Juin	-	27,8	47,6	45
	Juillet	-	6,2	4,4	6,3
	Aout	-	15,4	37,6	19,9
	Septembre	-	28,8	110,4	107,8
	Octobre	-	33,8	78,1	41,9
	Novembre	16,0*	24,2	24,1	34,5
	Décembre	143,0	65,4	119,4	98,8
2021	Janvier	92,6	-	74,4	59,8
	Février (1er et 2)	62,9	-	11	11,7

* Donnée cumulée entre le 27/11/2020 et le 30/11/2020

La Figure 114 indique la pluviométrie journalière pour les stations de l'Artus (Minéllis) et du Grésillou (Envisol). 8 journées présentent des cumuls de pluie supérieurs à 20 mm dont le plus fort cumul atteint 81,2 mm le 11 mai 2020.

Les caractéristiques des évènements pour lesquels des campagnes de prélèvement des eaux superficielles sont réalisées sont précisés en Figure 114.

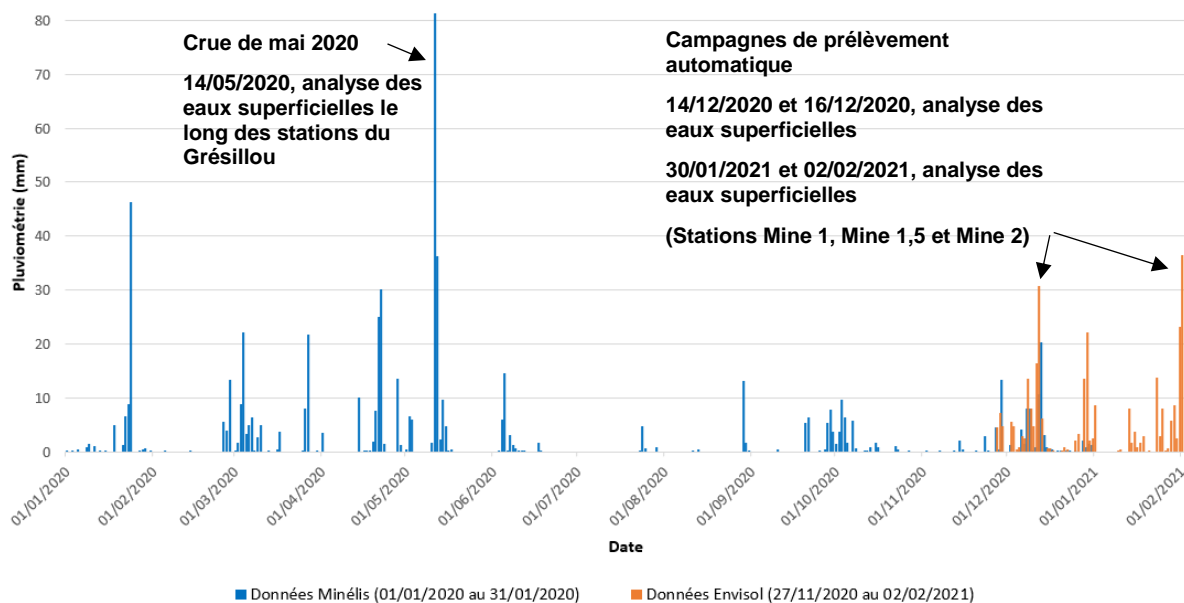


Figure 114 : Pluviométrie quotidienne mesurée au niveau de la station de l'Artus (Minéls en bleu) et au niveau de la station du Grésillou (Envisol en orange) en 2020 et début 2021

8.9.5 Jaugeages différentiels

➤ Campagnes de jaugeages mensuelles pour l'année 2020

Les mesures de jaugeages permettant le calcul de débit du Grésillou au cours des campagnes mensuelles ont pu être réalisées lorsque la hauteur d'eau sur une station d'analyse des eaux superficielles le permettait.

Au cours de l'année 2020, les calculs de débits à l'aide du logiciel DEPJAU ont pu être réalisés au mois de janvier et février, avril, mai et juin au niveau des stations d'analyses des eaux superficielles présentant un écoulement suffisant. Les mesures ont été réalisées sur les stations situées aux abords des zones d'intérêt constituant les sources primaires de pollution : Mine 1 en amont de la verse de Nartau jusqu'en Grésillou G en amont de la confluence avec l'Orbiel. Le Grésillou est la voie de transfert principale de polluants.

Les jaugeages ont pu être réalisés sur les stations Mine 1, Mine 2, Grésillou B et Grésillou D au mois de décembre 2020.

Une mesure de jaugeage a pu être réalisée au niveau des stations Orbiel amont et aval en novembre 2020.

Les débits calculés à la suite des campagnes mensuelles de jaugeages indiquent :

- des valeurs de débits relativement faibles inférieures à 0,5 m³/s sur les stations du Grésillou ;
- des pertes hydrauliques en particulier lors des mois secs ;
- l'augmentation du débit vers l'aval n'est pas observée.



Tableau 94 : Débits calculés en m3/s à la suite des campagnes de jaugeages mensuelles le long du Grésillou en 2020 (Logiciel de calcul DEPJAU).

Station de mesure / Date de suivi	29/01/2020	27/02/2020	01/03/2020	14/04/2020	05/05/2020	10/06/2020	08/07/2020	11/08/2020	28/09/2020	26/10/2020	25/11/2020	29/12/2020
Mine 1	0,2	0,04	Crise sanitaire Covid-19	0,08	0,64	0,3	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	0,39
Grésillou A	0,31	Station retirée du suivi		Station retirée du suivi								
Grésillou B	0,47	0,06		0,17	0,15	0,1	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	0,41
Mine 1.5	0,3	0,06		0,05	0,09	0,06	Pas assez d'eau	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Pas assez d'eau
Grésillou C - surface	0,47	0,08		0,01	0,09	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Pas assez d'eau
Grésillou C - buse	0,26	0,07		0,07	0,22	0,04	Trop dangereux	Asséché	Asséché	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Trop d'obstacle
Mine 2 – surface	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau		Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Pas assez d'eau
Mine 2	0,23	0,08		0,04	0,14	0,07	Pas assez d'eau	Asséché	Pas assez d'eau	Pas assez d'eau	Asséché	0,29
Grésillou D	Non pertinent	Non pertinent		Non pertinent	Non pertinent	Non pertinent	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	0,47
Grésillou E	Non pertinent	Station retirée du suivi		Station retirée du suivi								
Grésillou F	Non pertinent	Asséché		Asséché								
Grésillou G	Non pertinent	Pas assez d'eau		Pas assez d'eau								
Orbiel amont	Trop dangereux			Trop dangereux							0,5	Trop dangereux
Orbiel aval	Trop dangereux			Trop dangereux							1,02	Trop dangereux

La mention « non pertinent » signifie que la prise de mesure ne peut se faire que dans des bassins consécutifs avec un débit perçu très faible.



➤ **Campagnes de jaugeages réalisées lors d'évènements pluvieux significatifs**

Lors des évènements pluvieux significatifs, les mesures de jaugeage ont pu être réalisées :

- à la suite de l'évènement du 11-12 mai 2020, la mesure a été réalisée le 14/05/2020 uniquement au niveau des stations Mine 1, Grésillou B, Mine 2 Surface, Grésillou F et Grésillou G ;
- en fin d'évènement les 14 et 16 décembre 2020, la mesure de jaugeage a été réalisée au niveau des stations de prélèvements automatiques des eaux superficielles Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2 ;
- en début et fin d'évènement le 30 janvier et le 02 février 2021. La mesure a été réalisée au niveau des stations de prélèvements automatiques des eaux superficielles Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2.

Les débits calculés lors des mesures de jaugeage de mai 2020 et décembre 2020 indiquent :

- une perte hydraulique entre les stations Mine 1 et Grésillou B de 0,05 m³/s en mai 2020. Cet écart est retrouvé au mois de décembre entre les stations Mine 1 et Mine 1,5 (-0,04 m³/s) ;
- une augmentation du débit entre 0,05 m³/s et 0,09 m³/s entre les stations Mine 1 et Mine 2 en décembre 2020 ;
- la diminution progressive du débit est observée en fin d'évènement pluvieux entre le 14/12/2020 et le 16/12/2020 ;
- une augmentation du débit est observée lors de l'évènement pluvieux de fin janvier 2021 entre les stations Mine 1,5 et Mine 2. Le débit est augmenté de 0,55 m³/s (cf. Tableau 95). Cette augmentation de débit suppose un apport d'eau de ruissellement et/ou subsurface entre Mine 1,5 et Mine 2 lors de forts évènements pluvieux. ;
- temporellement, entre le début et la fin de l'évènement pluvieux, le débit est multiplié par 4 sur la station Mine 1 et par 5 au niveau de la station Mine 2 entre le 30/01/2021 et le 02/02/2021.



Tableau 95 : Débits calculés à la suite des campagnes de jaugeages réalisées lors des évènements pluvieux significatifs

Date de l'évènement pluvieux	Les 11/05/2020 et 12/05/2020	Du 14/12/2020 au 16/12/2020		Du 30/01/2021 au 02/02/2021	
Date de jaugeage	14/05/2020	14/12/2020	16/12/2020	30/01/2021	02/02/2021
Mine 1	1,15 m ³ /s	0,17 m ³ /s	0,06 m ³ /s	0,64 m ³ /s	2,59 m ³ /s
Grésillou A	Retiré du suivi				
Grésillou B	1,10 m ³ /s	-	-	-	-
Mine 1,5	Non mesuré (dangereux)	0,13 m ³ /s	0,05 m ³ /s	0,63 m ³ /s	2,63 m ³ /s
Grésillou C Buse	Non mesuré (dangereux)	-	-	-	-
Grésillou C Surface	Non mesuré (dangereux)	-	-	-	-
Mine 2	Non mesuré (dangereux)	0,18 m ³ /s	0,14 m ³ /s	0,64 m ³ /s	3,18 m ³ /s
Mine 2 Surface	1,06 m ³ /s	-	-	-	-
Grésillou D	Non mesuré (dangereux)	-	-	-	-
Grésillou E	Retiré du suivi	-	-	-	-
Grésillou F	0,86 m ³ /s	-	-	-	-
Grésillou G	0,97 m ³ /s	-	-	-	-
Orbiel Amont	Non mesuré (dangereux)	-	-	-	-
Orbiel Aval	Non mesuré (dangereux)	-	-	-	-

Pour un même cours d'eau, dans la majorité des cas, le débit augmente de la source vers l'exutoire.

Malgré l'observation des résurgences de faible intensité, il n'existe pas d'augmentation significative du débit vers l'aval au cours des campagnes de jaugeages réalisées mensuellement. Une augmentation du débit est observée lors des évènements pluvieux significatifs entre les stations Mine 1,5 et Mine 2. Une contribution des eaux souterraines est supposée entre ces deux stations lors des évènements significatifs.

En dehors des évènements pluvieux, les calculs de débits indiquent des pertes partielles inférieures à 0,1 m³/s en aval de Grésillou B principalement. Ces pertes hydrauliques localisées en amont de Mine 2 sont des pertes partielles non proportionnelles au débit (cf. Tableau 94).



Des pertes totales du Grésillou sont observées sur le terrain :

- 100 m en aval de la station Mine 2, le 08 juillet 2021, mois au cours duquel les mesures de débits n'ont pu être réalisées du fait de la trop faible hauteur d'eau ;
- 130 m en amont de la station Grésillou F, le 18 février 2021 (soit 20 jours après la seconde campagne de prélèvements automatiques). Cette perte est égale au débit du cours d'eau à savoir 0,3 m³/s estimé.

➤ **Mesures des Matières en Suspension (MES)**

Les quantités de matière en suspension mesurées au cours des campagnes sont données à titre indicatif en raison de nombreuses valeurs proches de la limite de quantification et de conditions ne permettant pas de mesures régulières pour ce paramètre. Les échantillons d'eau analysés indiquent des valeurs en MES hautes lorsque la mesure de débit n'a pu être réalisée par manque de hauteur d'eau pour les stations Mine 1 et Grésillou B.

Sur la station Grésillou G, la concentration en MES la plus élevée est atteinte en octobre 2020 avec 12 mg/l pour une hauteur d'eau trop faible pour réaliser un jaugeage.

Au niveau des stations de l'Orbiel, la concentration en MES semble augmenter lorsque le débit mesuré augmente vers l'aval.



Tableau 96 : Résultats des mesures de matières en suspension en mg/l dans les eaux de surface – LQ = 2 mg/l

Station de mesure / Date de suivi	29/01/2020	27/02/2020	01/03/2020	14/04/2020	05/05/2020	14/05/2020	10/06/2020	08/07/2020	11/08/2020	28/09/2020	28/10/2020	25/11/2020	29/12/2020		
Mine 1	<2.0	Non mesuré	Crise sanitaire Covid-19	<2.0	<2.0	2,4	<2.0	<2.0	2,3	5,7	9,6	18	<2.0		
Grésillou A	<2.0			Station retirée du suivi											
Grésillou B	<2.0			<2.0	<2.0	3,4	<2.0	5,5	9,3	<2.0	<2.0	<2.0	<2.0	11	
Mine 1.5	<2.0			<2.0	<2.0	Non mesuré	2,6	<2.0	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	6
Grésillou C - surface	<2.0			3,2	<2.0	Non mesuré	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	3,2	<2.0	<2.0	
Grésillou C - buse	<2.0			2,3	<2.0	Non mesuré	2,9	16	Asséché	Asséché	Asséché	Non mesuré	Non mesuré	<2.0	
Mine 2 – surface	<2.1			3	<2.0	<2.0	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	6,8	
Mine 2	<2.0			<2.0	<2.0	Non mesuré	<2.0	<2.0	Asséché	5,4	Non mesuré	Asséché	<2.0		
Grésillou D	<2.0			3	<2.0	Non mesuré	<2.0	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	Asséché	<2.3	
Grésillou E	<2.0			Station retirée du suivi											
Grésillou F	<2.0			Asséché	Non mesuré	4,8	Asséché								
Grésillou G	2,7			4,2	3,7	5,7	2,9	<2.0	4,3	2,8	12	<2.0	<2.0		
Orbiel amont	<2.0			3	<2.0	Non prélevé	<2.0	<2.0	<2.0	43	<2.0	2,9	3,3		
Orbiel aval	2,1			<2.0	<2.0	Non prélevé	<2.0	<2.0	<2.0	35	<2.0	4,4	3,2		
Cheminée Panneau Sud	Non mesuré			<2.0	<2.0	Non mesuré	Non mesuré	<2.0	<2.0	<2.0	<2.0	<2.0	<2.0	<2.0	



8.9.6 Qualité des eaux

La composition chimique des eaux prélevées est en lien direct avec les paramètres physico-chimiques mesurés in situ. Les données présentées ci-après prennent en considération les données recueillies lors des campagnes mensuelles et les données mesurées lors des événements pluvieux significatifs, à savoir :

- à la suite de l'évènement du 11-12 mai 2020, la mesure est réalisée le 14/05/2020 ;
- en début et fin d'évènement du 14 et 16 décembre 2020 ;
- en début et fin d'évènement le 30 janvier et le 02 février 2021. La mesure en début d'évènement a été réalisée le 29/01/2021 et le 02/02/2021 en fin d'évènement.

8.9.6.1 Paramètres physico-chimiques

➤ Température

Sur l'ensemble de l'année 2020 et en début d'année 2021, les températures inférieures à 10°C sont mesurées pour les mois de décembre, janvier et février. Ces températures présentent des valeurs moyennes de 19,5 °C en période estivale (Cf. Figure 115).

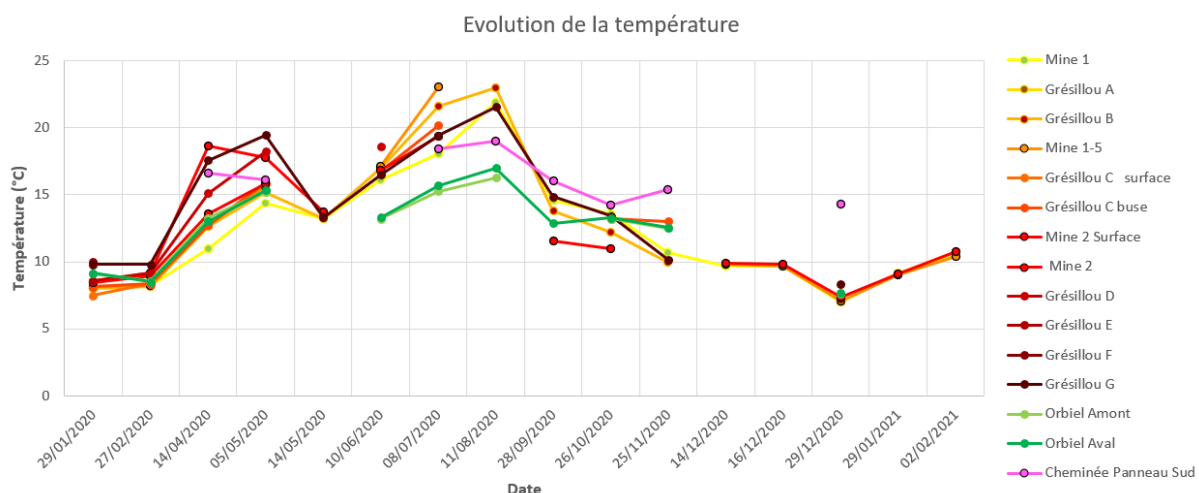


Figure 115 : Evolution des températures des stations investiguées en 2020 et début 2021 (campagnes mensuelles et de prélèvement automatique)

➤ pH

La Figure 116 présente l'évolution du pH mesuré in situ au droit des stations investiguées. Les eaux de surface comme l'eau souterraine présentent en majorité, des valeurs de pH supérieures à 7 traduisant des eaux neutres à plus ou moins basiques. Les eaux les plus basiques sont celles mesurées au niveau de la station Mine 1 au mois de janvier 2020, dans l'Orbiel et au droit de la station Grésillou G au mois d'octobre 2020. Ces valeurs de pH sont à mettre en relation avec le potentiel neutralisant des carbonates présents sur le site d'étude.



Une diminution brusque du pH est observée pour la station Grésillou B au mois d'août (5,87) pour réaugmenter en septembre et octobre (6,86). Les stations Grésillou C buse et Mine 1,5 présentent également une diminution des valeurs de pH entre juin et juillet. Ces valeurs plus faibles de pH sont mesurées également aux mois d'octobre (6,18) et novembre (6,38) pour la station Grésillou C Buse. Une chute du pH est observée à la suite de l'évènement pluvieux du mois de décembre au niveau des stations Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2. Le pH atteint 6,04 en Mine 1, 6,4 en Mine 1,5 et 5,3 en Mine 2. Les eaux météoriques induisent une diminution des valeurs de pH dans les eaux du Grésillou en période pluvieuse. Le pH des eaux de pluie se situant autour de 5.

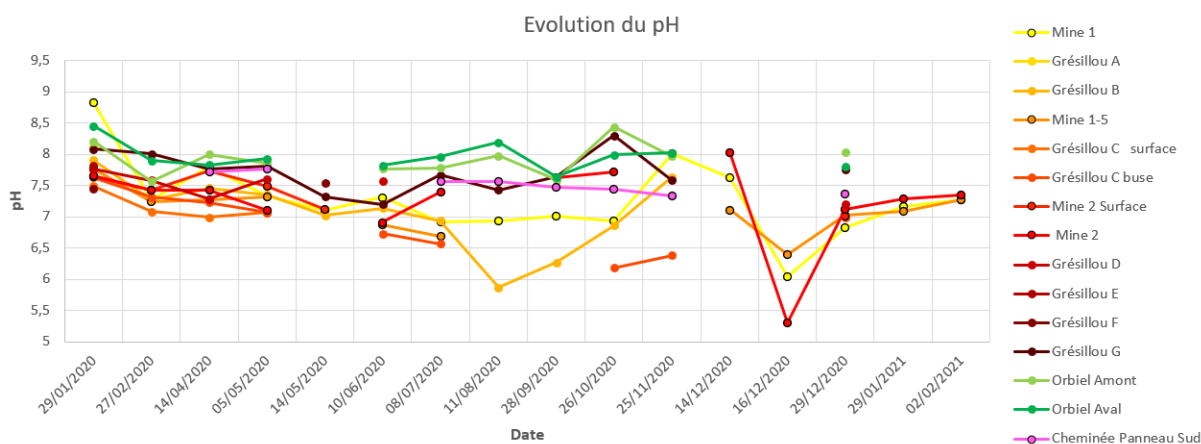


Figure 116 : Evolution du pH des stations investiguées en 2020 et début 2021 (campagnes mensuelles et de prélèvement automatique)

➤ Conductivité

La Figure 117 présente l'évolution de la conductivité **(A)** et valeurs de conductivités moyennes **(B)** dans les eaux superficielles.

(A) Une échelle logarithmique est utilisée pour la visualisation des valeurs de conductivité.

(B) Ces résultats concernent l'évolution des concentrations moyennes ayant pu être mesurées au cours de l'année 2020 en conductivité. L'écart-type indiqué présente la répartition des valeurs mesurées (valeur maximale et minimale). Le nombre de valeurs disponible est spécifique à chaque station investiguée en fonction de l'état (présence d'eau ou station asséchée).

Les valeurs de conductivité pour l'ensemble des stations du Grésillou à l'exception des stations Grésillou F et Grésillou G sont comprises entre 44 et 382 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Ces valeurs de conductivité sont relativement faibles et en lien avec la faible minéralisation des eaux de surface.

Les conductivités mesurées de l'eau souterraine au niveau du Puit du réservoir minier (Cheminée Panneau Sud) sont en moyenne de 940 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Elles sont inférieures aux conductivités mesurées au niveau des stations Grésillou G et Grésillou F. La valeur moyenne de conductivité pour ces deux dernières stations est de 1590 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à l'exception du mois de mai 2020 où une chute brutale de la conductivité est observée à la suite de l'évènement pluvieux significatif des 11 et 12 mai 2020.

Les valeurs de conductivités présentées indiquent une minéralisation plus importante des eaux en aval du Grésillou et au niveau des eaux souterraines. Les valeurs fortes de conductivité révèlent la présence de sulfates en lien avec le phénomène d'oxydation des sulfures. Le pH neutre à basique associé aux mesures de conductivités signifie que les eaux sont suffisamment tamponnées par les carbonates pour qu'il y ait neutralisation.

En étroite relation avec la diminution des valeurs de pH mesurées, une augmentation des valeurs de conductivités est observée au niveau de la station Grésillou B en août 2020 signifiant un apport d'eau minéralisée riche en sulfates en partie amont du Grésillou.

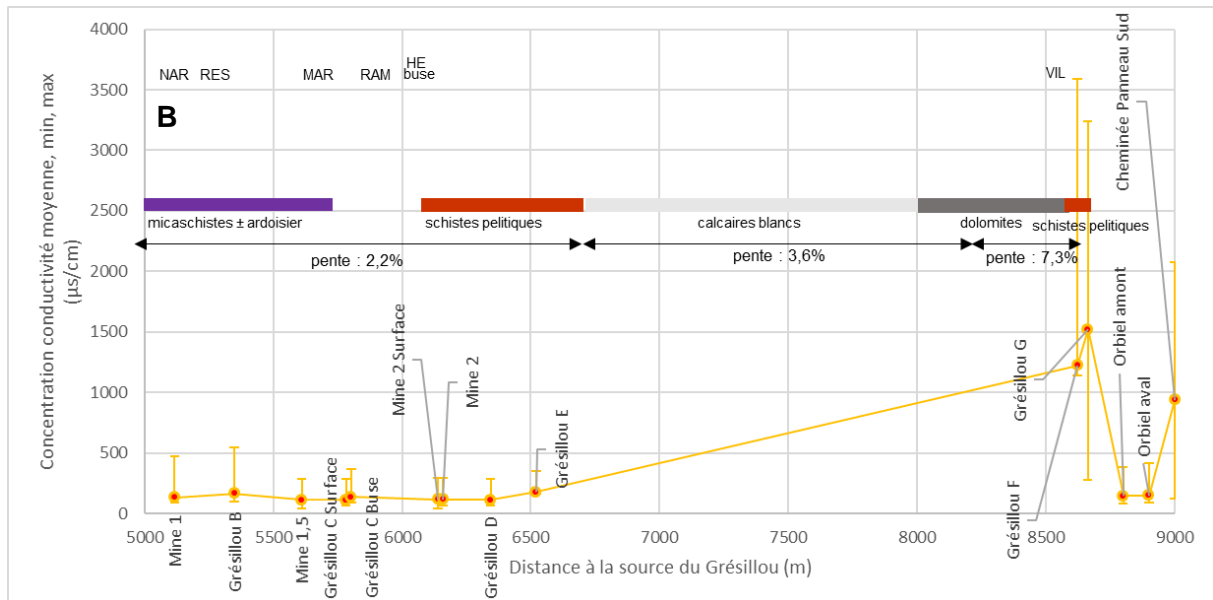
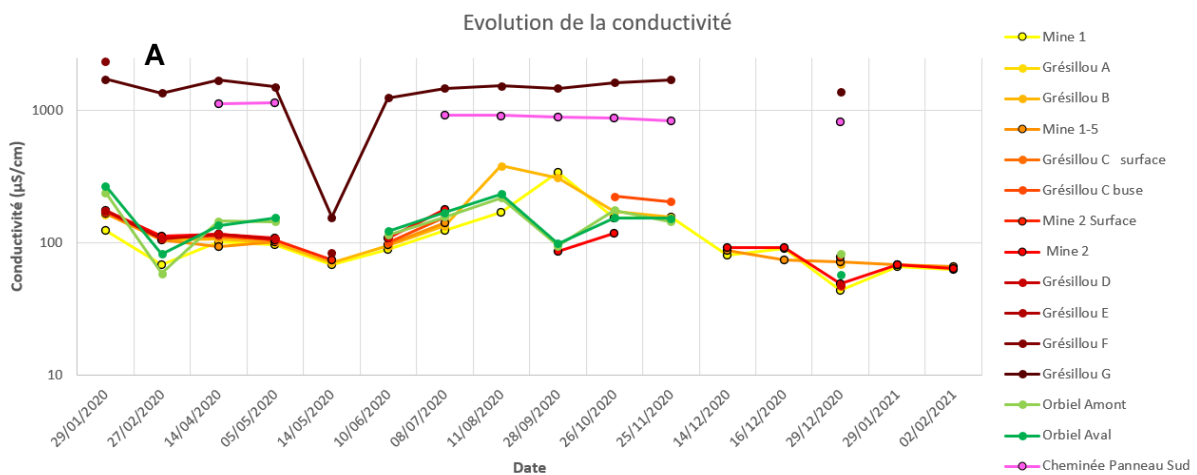


Figure 117 : Evolution de la conductivité (A) et valeurs de conductivités moyennes (B) des stations investiguées en 2020 et début 2021 (campagnes mensuelles et de prélèvement automatique)



➤ Potentiel redox

Le potentiel redox indique le degré auquel une substance peut oxyder ou réduire une autre substance. Les valeurs de potentiel redox sont comprises entre 29,9 mV et 320,4 mV à l'exception de la station Grésillou G aux mois d'août et de novembre 2020 dont les valeurs sont inférieures à -100 mV (Cf. Figure 118).

Une mesure de potentiel redox positive indique qu'une substance est un agent oxydant dans l'échantillon. A l'inverse, un potentiel redox négatif signifie que la solution est réductrice. Les données montrent (hormis Grésillou G), un potentiel redox positif et globalement constant dans le temps.

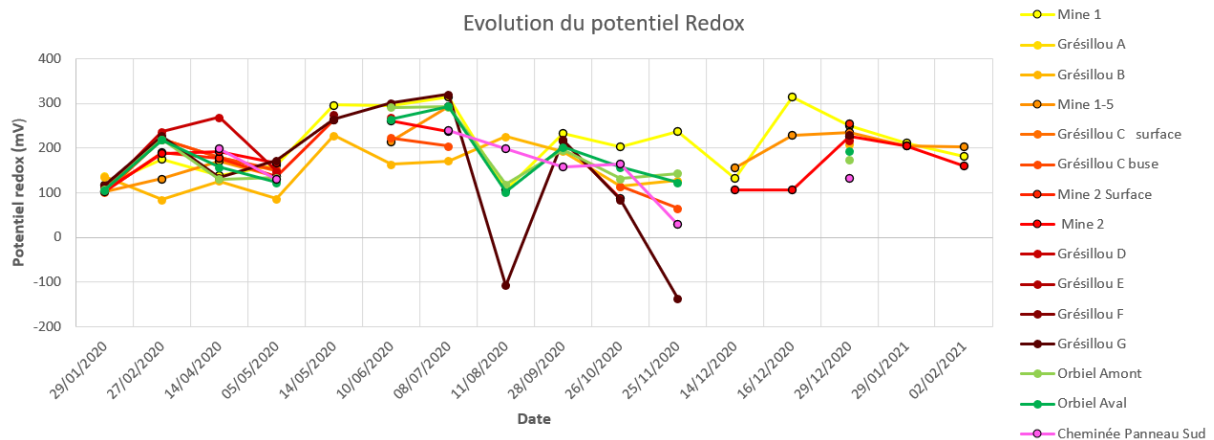


Figure 118 : Evolution du potentiel Redox des stations investiguées en 2020 et début 2021 (campagnes mensuelles et de prélèvement automatique)

➤ Oxygène dissous

Les mois de janvier et février 2020 sont marqués par des concentrations en oxygène dissous respectives de 12,5 mg/l (151 %) et 18,25 mg/l (221 %) sur l'ensemble des stations du Grésillou. Ces valeurs élevées sont retrouvées au mois de mai 2020 au niveau de la station de mesure de Grésillou C (actuelle entrée de la zone busée et bétonnée). Ces valeurs indiquent des eaux bien oxygénées retrouvées en secteur lotiques de rivières. Le secteur lotique étant la zone d'eau courante non stagnante.

Les valeurs d'oxygène dissous se stabilisent autour de 5,29 mg/l (51%) à partir de juillet 2020. Les données sont présentées dans la Figure 119 en page suivante.

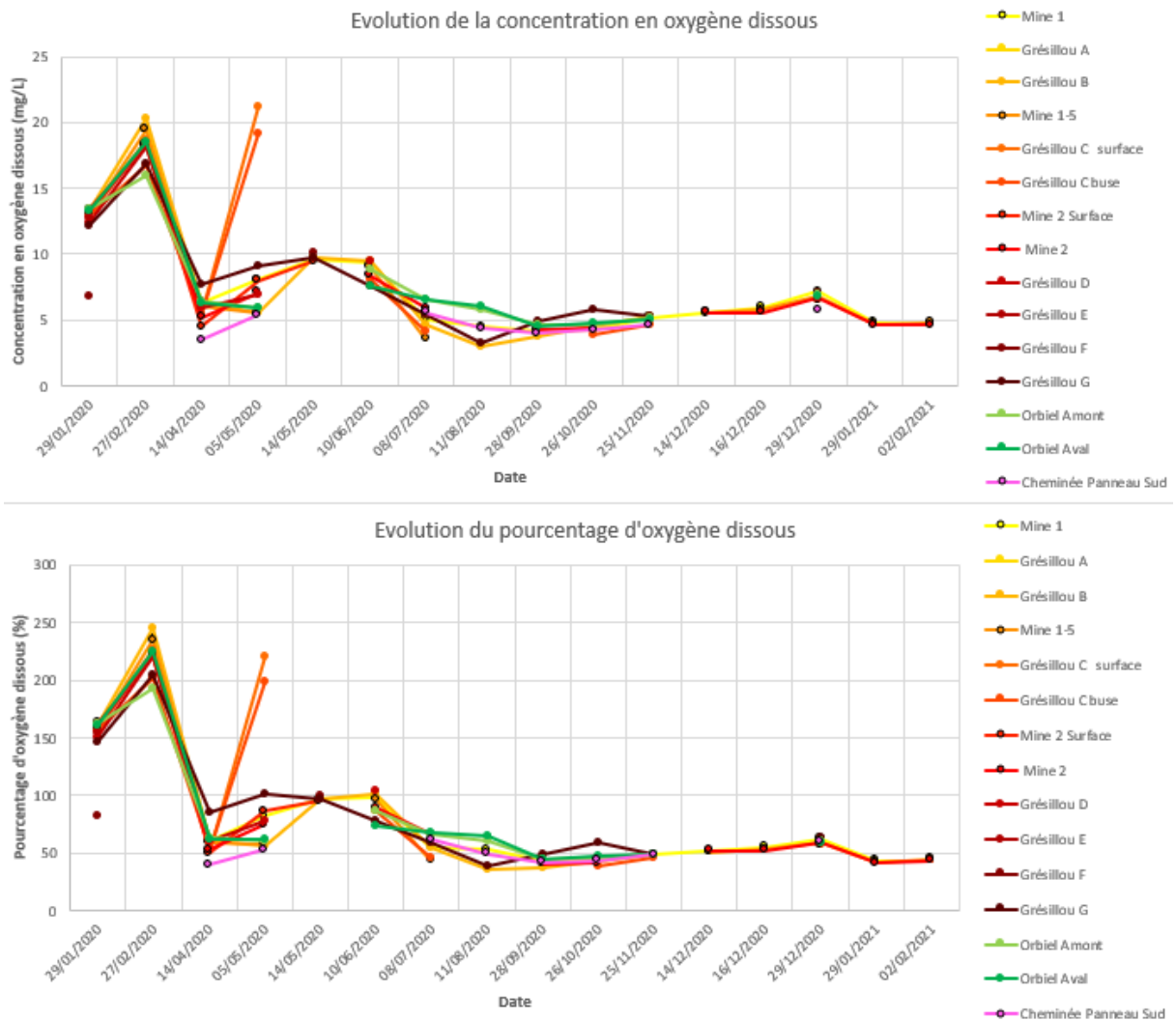


Figure 119 : Evolution de la concentration et du pourcentage d'oxygène dissous des stations investiguées en 2020 et début 2021 (campagnes mensuelles et de prélèvement automatique)

➤ Diagramme Eh-pH

Le diagramme Eh-pH indique des eaux globalement oxydées dont le potentiel est en grande majorité compris entre 0,3 et 0,6 V. La station Grésillou G présente des potentiels plus réducteurs 0,1 V pour le mois de novembre et 0,13 V pour le mois d'août 2020.

Sous certaines conditions physico-chimiques indiquant les conditions d'équilibre et en considérant que les mesures réalisées sont proches de ces conditions d'équilibre, ($As = 1 \text{ mM}$, $NaCl = 0,1 \text{ M}$; $T = 20,0^\circ\text{C}$), l'As présent dans les eaux du Grésillou est oxydé (AsV) sous la forme $HAsO_4^{2-}$ principalement et $HAsO_4^-$ en considérant le pH et le potentiel rédox mesurées pour l'année 2020. Un milieu plus réducteur au niveau de la station Grésillou G est observé.

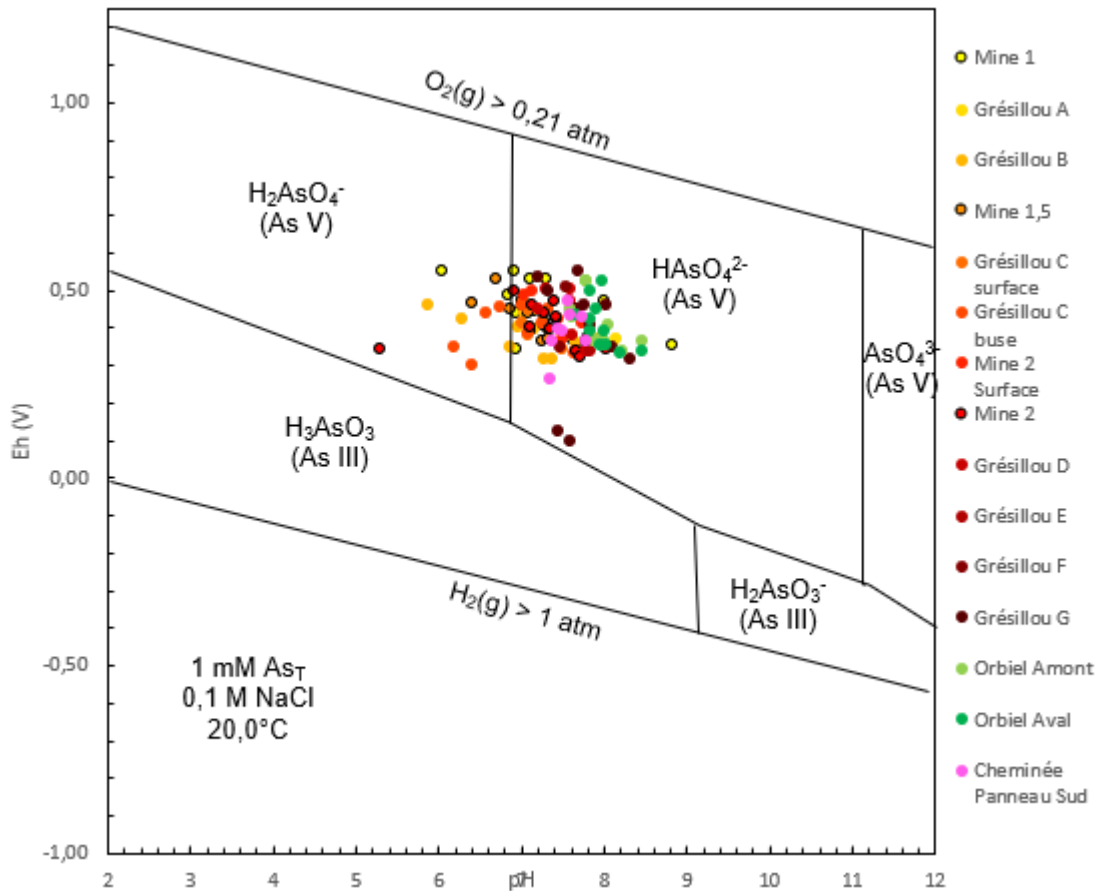


Figure 120 : Diagramme Eh-pH des eaux du Grésillou en 2020 (d'après Petrusevski et al, 2007)

8.9.6.2 Chimie des eaux

Les incertitudes de valeurs liées aux mesures réalisées en laboratoire peuvent atteindre 50%. Plus la concentration en élément mesurée est faible plus l'incertitude de mesure est grande. A l'inverse, plus la concentration en arsenic est élevée plus l'incertitude de mesure est réduite. Les résultats suivants sont donc à considérer avec précaution.

➤ Crue de mai 2020 (événement exceptionnel)

Le Tableau 97 présente les variations de débits, de concentration en arsenic et en sulfates des eaux superficielles sur les différentes stations du Grésillou à la suite de l'évènement pluvieux significatif de mai 2020.

Comme précédemment présenté, les débits de pointe ont tendance à diminuer au lieu d'augmenter vers l'aval.

Les concentrations en arsenic total dans l'eau augmentent fortement entre les stations Mine 1 et Mine 2 surface. Les concentrations en arsenic mesurées au niveau des stations Grésillou F et G sont supérieures à celles mesurées en Mine 2. La concentration en sulfates augmente vers l'aval avec une valeur maximale retrouvées au niveau de Grésillou G.



Tableau 97 : Résultats d'analyses des eaux de surface lors de la crue de mai 2020

	Débit (m ³ /s)	Concentration en arsenic (mg/l) – LQ = 0,005 mg/l	Concentration en sulfates (mg/l) - LQ = 5 mg/l
Mine 1	1,15	0,005	9,38
Grésillou B	1,10	0,007	10,38
Mine 2 Surface	1,06	0,063	11,9
Grésillou F	0,86	0,083	12,9
Grésillou G	0,97	0,081	48,4

Comme précédemment évoqué, les calculs de débits confirment l'existence de pertes hydrauliques le long du Grésillou. Les concentrations en arsenic sont croissantes vers l'aval tout comme les concentrations en sulfates.

Cette mesure ponctuelle réalisée après un évènement pluvieux significatif peut être complétée par l'observation des fluctuations de concentrations au cours d'un évènement et comparée aux données mensuelles recueillies en 2020.

➤ **Campagnes de prélèvements automatiques (évènement pluvieux de forte intensité)**

L'analyse des échantillons d'eau recueillis lors des deux campagnes de prélèvements automatiques permettent d'observer l'évolution des concentrations en arsenic total, dissous et particulaire au cours d'un évènement pluvieux.

Les résultats de la campagne de décembre 2020 sont présentés ci-dessous.

Les débits calculés pour les trois stations en fin d'évènement pluvieux sont compris entre 0,05 m³/s et 0,14 m³/s (cf. Tableau 95).

Les concentrations en arsenic total et dissous sur la station de Mine 1 sont inférieures ou égales à 0,005 mg/l (limite de quantification) à l'exception du dernier prélèvement réalisé le 16/12/20 à 08h00 où la concentration en arsenic est de 0,007 mg/l, cette concentration demeurant dans le même ordre de grandeur.

Sur la station Mine 1,5, les concentrations en arsenic sont environ trois fois supérieures à celles de la station Mine 1. Ces dernières sont en moyenne de 0,019 mg/l en arsenic total et 0,017 mg/l en arsenic dissous. Une augmentation de la concentration en arsenic est observée entre les stations Mine 1 (en amont de la verse de Nartau) et Mine 1,5 située en aval de la verse de Nartau et des résidus de four.

Sur la station Mine 2, les concentrations en arsenic total augmentent progressivement en fin d'évènement de 0,137 mg/l le 14/12/20 à 16h00 à 0,177 mg/l le 16/12/20 à 08h00. Les concentrations en arsenic dissous augmentent de 0,127 mg/l le 14/12/20 à 16h00 à 0,170 mg/l le 16/12/20 à 08h00. Les concentrations en arsenic en Mine 2 sont 10 fois supérieures à celles de Mine 1,5.



La proportion d'arsenic dissous est en moyenne de 96% en cohérence avec les proportions d'arsenic dissous retrouvées dans les eaux superficielles au cours des différentes campagnes de terrain réalisées.

Ces résultats mettent en évidence l'augmentation de la quantité d'arsenic dans les eaux de ruissellement depuis la station de référence Mine 1 en amont des sources de pollution potentielles vers la station Mine 2 en aval des verses de Nartau et Ramèle et zones d'intérêt investiguées. Ces résultats indiquent également une forte augmentation de la concentration en arsenic entre Mine 1,5 et Mine 2 et donc une contribution importante des sources primaires suivantes : plateforme Marty et verse Ramèle au flux d'arsenic dans le Grésillou.

A la suite de l'évènement pluvieux, les concentrations en arsenic en Mine 2 augmentent progressivement. Cette augmentation des concentrations peut être corrélée à une diminution progressive du débit et donc à une diminution de l'effet de dilution en fin d'évènements pluvieux en fin d'évènements pluvieux ou à un retard lié à un effet tampon de la verse de Ramèle (temps d'arrivée des eaux d'infiltration dans la verse vers le Grésillou). Cette augmentation n'est pas observée en Mine 1,5 (concentration moyenne de 0,171 mg/l).

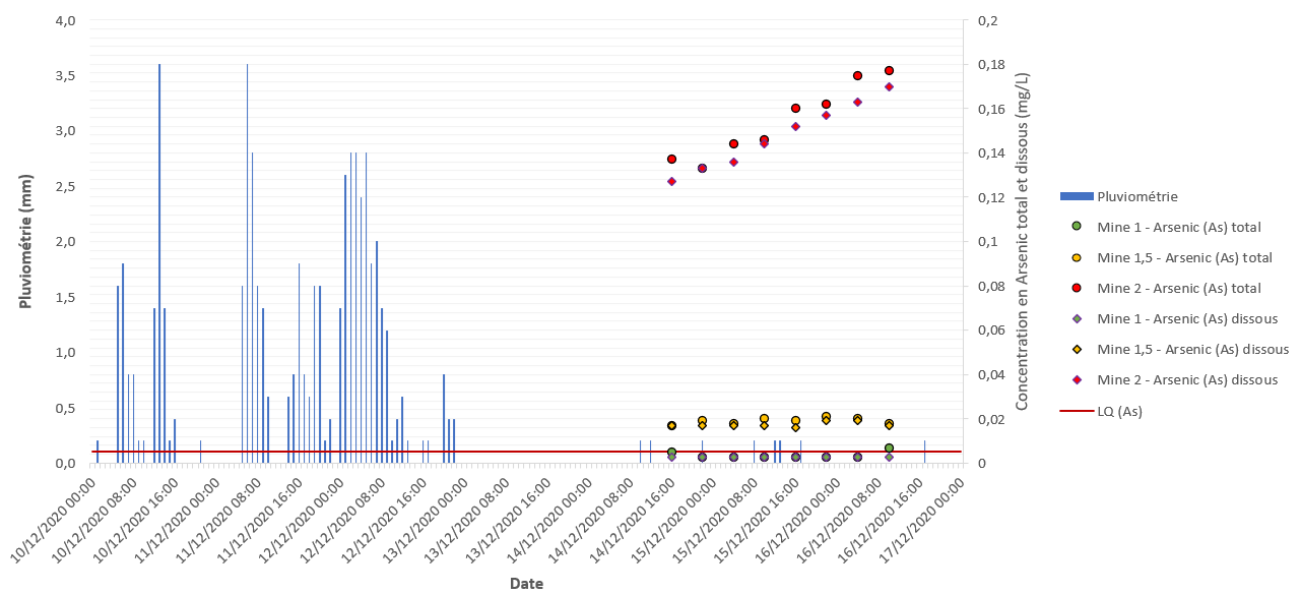


Figure 121 : Evolution des concentrations en arsenic total et dissous à la suite de l'évènement pluvieux du 10 et 11 décembre 2020 (stations Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2)

En analysant d'autres concentrations en éléments chimiques, les teneurs en sulfates augmentent spatialement de 4,9 mg/l entre les stations Mine 1 (12,20 mg/l) et Mine 2 (17,10 mg/l) le 14/12/2020 et de 5,4 mg/l entre les stations Mine 1 (11,20 mg/l) et Mine 2 (16,60 mg/l) le 16/12/2020. Ces concentrations ont tendance à diminuer légèrement au cours de l'évènement pluvieux du fait de l'effet de dilution par les eaux de pluie. Cette augmentation spatiale de concentration est également présente pour d'autres éléments tels que le calcium, magnésium avec une concentration plus élevée dans les eaux de ruissellement en début d'évènement pluvieux. Une diminution des concentrations en manganèse et sodium est observée depuis l'amont Mine 1 vers Mine 2. Au cours de l'évènement la concentration en sodium diminue légèrement.



Les résultats de la campagne de janvier et février 2021 sont présentés ci-dessous.

Au cours de l'évènement pluvieux, les concentrations en arsenic total sur la station de Mine 1 sont inférieures à 0,011 mg/l. Elles varient faiblement si on prend en considération les incertitudes d'analyses. Cependant, la valeur maximale de concentration mesurée dans les eaux est atteinte au plus fort de l'évènement le 1^{er} février 2021 pour la station Mine 1.

Sur la station Mine 1,5, les concentrations en arsenic sont environ deux fois supérieures à celles de la station Mine 1. Ces dernières sont en moyenne de 0,012 mg/l en arsenic total et 0,011 mg/l en arsenic dissous. La valeur de concentration la plus élevée est atteinte en début d'évènement avec une concentration de 0,017 mg/l. La concentration en arsenic de la station Mine 1,5 semble tendre vers une diminution au cours de l'évènement pluvieux.

Comme précédemment, une augmentation de la concentration en arsenic est observée entre les stations Mine 1 (en amont de la verse de Nartau) et la station Mine 1,5 située en aval de la verse de Nartau et des résidus de four.

Sur la station Mine 2, la valeur de concentration la plus élevée est atteinte en début d'évènement avec une concentration de 0,061 mg/l. Cette concentration en arsenic semble diminuer durant l'évènement pluvieux pour réaugmenter progressivement à la fin de l'évènement. Les concentrations en arsenic en Mine 2 sont quatre fois supérieures à celles de Mine 1,5 et dix fois supérieures à celles de Mine 1.

La proportion d'arsenic particulaire varie entre 3% et 36% au cours de l'évènement pluvieux d'après les mesures réalisées. Cet arsenic particulaire semble être présent en plus grande quantité dans les eaux de ruissellement lors des évènements pluvieux significatifs. L'eau de ruissellement peut en effet développer un caractère érosif plus important pour des intensités pluviométriques plus élevées.

Comme pour la campagne précédente, ces résultats mettent en évidence l'augmentation de la quantité d'arsenic dans les eaux de ruissellement depuis la station de référence Mine 1 en amont des sources de pollution potentielles vers la station Mine 2 en aval des verses de Nartau et Ramèle et zones d'intérêt investiguées. Ces résultats indiquent également une augmentation significative de la concentration en arsenic entre Mine 1,5 et Mine 2 et donc une contribution importante des sources primaires suivantes : plateforme Marty et verse Ramèle au flux d'arsenic dans le Grésillou.

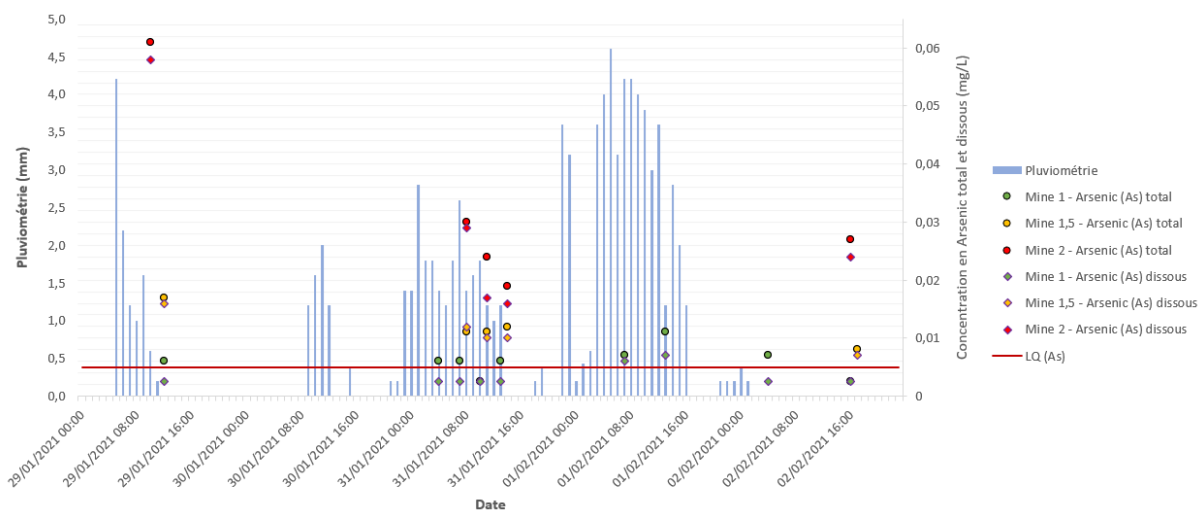


Figure 122 : Evolution des concentrations en arsenic total et dissous lors de l'évènement pluvieux du 29 janvier et 02 février 2021 (stations Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2)



L'impact des verses semble donc se diluer au cours de l'évènement pluvieux pour réaugmenter progressivement en fin d'évènement sur Mine 2 uniquement en lien avec une diminution progressive du débit (dilution plus faible) et un potentiel effet tampon de Ramèlle bien observé lors de la campagne de décembre.

En analysant d'autres concentrations en éléments chimiques, les teneurs en sulfates augmentent de 1,47 mg/l entre les stations Mine 1 (8,21 mg/l) et Mine 2 (9,68 mg/l) le 29/01/2021 et de 1,82 mg/l entre les stations Mine 1 (8,10 mg/l) et Mine 2 (9,92 mg/l) le 02/02/2021. Ces concentrations ont tendance à diminuer légèrement au cours de l'évènement pluvieux du fait de l'effet de dilution par les eaux de pluie. Cette augmentation spatiale de concentration est également présente pour d'autres éléments tels que le calcium, magnésium avec une concentration plus élevée dans les eaux de ruissellement en début d'évènement pluvieux. Une diminution des concentrations en manganèse à l'exception de la station Mine 1,5 en début d'évènement est observée tout comme une diminution des concentrations en potassium et sodium depuis l'amont Mine 1 vers Mine 2. Au cours de l'évènement la concentration en sodium diminue légèrement.

A titre de comparaison, l'évènement pluvieux du mois de décembre 2020 présente un cumul de pluie de 58,8 mm et des concentrations maximales en arsenic total atteignant 0,177 mg/l le 16/12/20 à 08h00 en toute fin d'évènement. Celui du mois de janvier 2021 présente un cumul de pluie de 97,7 mm et des concentrations maximales en arsenic total atteignant 0,061 mg/l le 29/01/21 à 08h00 en début d'évènement.

L'évènement pluvieux du mois de décembre survient à la suite d'une longue période de faibles précipitations (cf. § 8.9.4). Il présente des concentrations en arsenic plus élevées que lors d'évènements pluvieux significatifs survenant durant une période où les précipitations sont plus régulières. Les concentrations en arsenic sont donc anti-corrélées au cumul de pluviométrie.

En conclusion, lors d'un évènement pluvieux, la plus forte remobilisation de polluant (As) au niveau du Grésillou se déroule en début d'évènement. Cette pollution semble se diluer au cours de l'évènement pluvieux pour réaugmenter progressivement en fin d'évènement en lien avec une diminution progressive du débit (dilution plus faible). Le Grésillou agit donc comme un milieu de transfert de la pollution en réceptionnant les flux d'arsenic des zones primaires. Il constitue également une voie de transfert préférentielle des pollutions en arsenic vers l'aval et vers des horizons souterrains via les pertes hydrauliques.

Ces résultats pourront être confirmés par des campagnes de prélèvements automatiques supplémentaires.

➤ Campagnes mensuelles de l'année 2020 (pluies chroniques)

Concentration en arsenic total et dissous

Les Figure 123 et Figure 124 présentent l'évolution des concentrations en arsenic total et dissous et au niveau des stations d'analyses des eaux superficielles du Grésillou, de l'Orbiel en amont et aval de la confluence avec le Grésillou et au niveau de la Cheminée Panneau Sud (eau souterraine) au cours des campagnes de suivi mensuel.

Ces résultats concernent l'évolution des concentrations moyennes ayant pu être mesurées au cours de l'année 2020 en arsenic total. L'écart-type indiqué présente la répartition des valeurs mesurées (valeur maximale et minimale). Le nombre de valeurs disponibles est spécifique à chaque station investiguée en fonction de l'état (présence d'eau ou station asséchée). On observe :



- une augmentation des teneurs en As entre Mine 1,5 et Grésillou C, ce qui représente le début de l'apport de la verse de Ramèle ;
- une augmentation des concentrations en As en Mine 2 indiquant des apports au niveau de la partie busée. Des apports de subsurface en provenance de la verse de Ramèle et/ou de la plateforme Marty alimenteraient le Grésillou ;
- En Grésillou G, la concentration moyenne en arsenic total est supérieure à celle mesurée dans l'Orbiel.

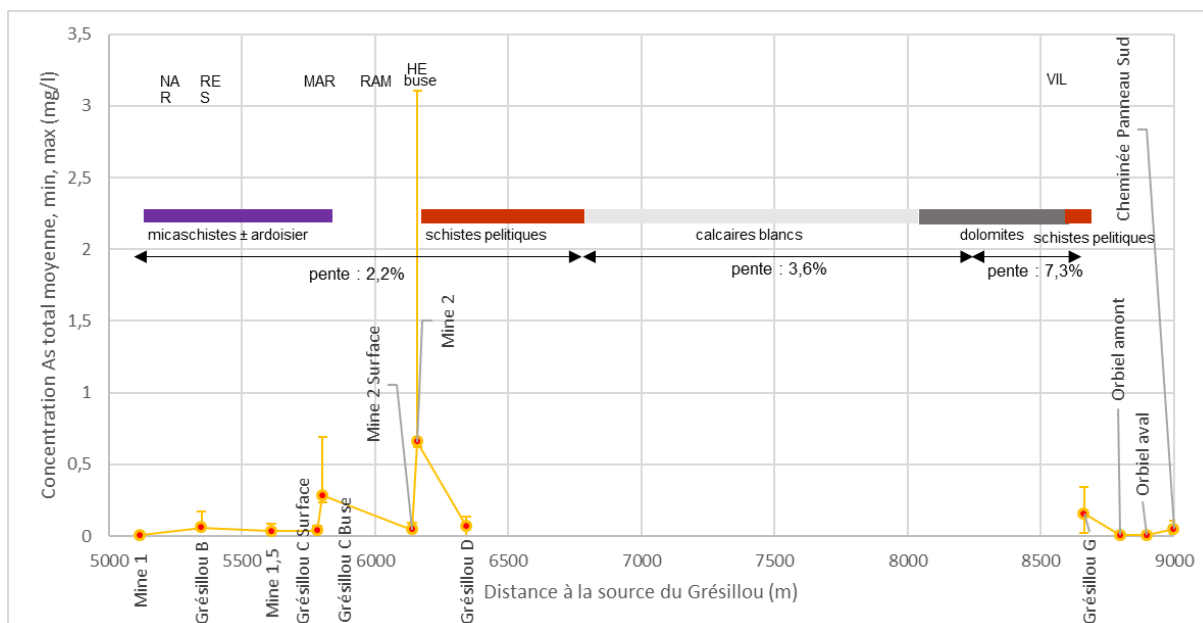


Figure 123. Concentrations moyennes en arsenic total dans les eaux superficielles du Grésillou

La Figure 124 présente (A) l'évolution des concentrations en arsenic dissous ainsi que (B) l'évolution des concentrations moyennes en arsenic au niveau des stations d'analyses des eaux superficielles du Grésillou, de l'Orbiel en amont et aval de la confluence avec le Grésillou et au niveau de la Cheminée Panneau Sud (eau souterraine) au cours des campagnes de suivi mensuel.

(A) Une échelle logarithmique est utilisée pour la visualisation des concentrations en arsenic dissous.

(B) Ces résultats concernent l'évolution des concentrations moyennes ayant pu être mesurées au cours de l'année 2020 en arsenic dissous. L'écart-type indiqué présente la répartition des valeurs mesurées (valeur maximale et minimale). Le nombre de valeurs disponibles est spécifique à chaque station investiguée en fonction de l'état (présence d'eau ou station asséchée).

Comme pour la campagne de mai 2020 et les campagnes de prélèvements automatiques, les concentrations en arsenic augmentent entre Mine 1 et Mine 2. Sur chaque station investiguée lorsque les conditions de prélèvement le permettaient, les résultats indiquent :

- une concentration moyenne en arsenic inférieure à la limite de quantification pour la station Mine 1. La valeur de concentration la plus haute est atteinte au mois d'août avec une concentration de 0,009 mg/l en période de basses eaux ;



- une concentration moyenne en arsenic de 0,030 mg/l pour la station Mine 1,5. La valeur de concentration la plus haute est mesurée au mois de juillet en période de basses eaux (0,057 mg/l) ;
- une concentration moyenne en arsenic de 0,032 mg/l pour la station Grésillou B. La valeur de concentration la plus haute est atteinte au mois de juillet en période de basses eaux (0,109 mg/l) ;
- une concentration moyenne en arsenic de 0,134 mg/l pour la station Grésillou G, la valeur de concentration la plus haute étant atteinte au mois de septembre en période de basses eaux (0,174 mg/l). Pour cette station, les valeurs de concentrations en arsenic varient peu au cours de l'année 2020. L'hypothèse d'une origine différente des eaux en partie aval du Grésillou se confirme ;
- une concentration moyenne en arsenic de 0,146 mg/l pour la station Mine 2 Surface. Les valeurs mesurées en Mine 2 Surface sont limitées aux données des mois de janvier, février, avril, mai et décembre. La valeur de concentration la plus haute mesurée est atteinte au mois de février durant les mois où l'eau sécoule au-dessus du radier (0,378 mg/l) ;
- une concentration moyenne en arsenic de 0,241 mg/l pour la station Grésillou C Buse. Les valeurs mesurées en Grésillou C surface sont limitées aux données des mois de janvier, février, avril et mai et décembre. Ces deux stations semblent suivre les mêmes variations de concentration que celles de Grésillou C Buse, avec des concentrations élevées au mois de juin, juillet, octobre et novembre ;
- une concentration moyenne en arsenic de 0,296 mg/l pour la station Grésillou D. L'évolution des concentrations en arsenic sur cette station suivent les valeurs de concentration de la station Mine 2 tout en étant inférieure ;
- une baisse des concentrations moyennes en As dissous sur Grésillou D et Grésillou E soit en aval des zones sources est observée en lien probable avec un effet de dilution ;
- une concentration moyenne en arsenic de 0,473 mg/l pour la station Mine 2, la valeur de concentration la plus haute étant atteinte au mois de juillet en période de basses eaux (2,210 mg/l). Des apports de subsurface en provenance de la verse de Ramèle et/ou de la plateforme Marty alimenteraient le Grésillou entre l'entrée de la partie busée (Grésillou C buse) et la sortie en Mine 2 ;
- en Grésillou F les concentrations sont similaires à celle de Grésillou E indiquant l'absence de phénomène de précipitation/dilution majeurs.
- en Grésillou G une très faible augmentation de concentrations en As dissous possiblement liée à un apport d'une résurgence de la mine ou du ruisseau de la Villanière est observée.
- les concentrations moyennes des stations Orbiel amont et aval sont faibles avec des valeurs en dessous de la limite de quantification (0,005 mg/l) la majeure partie de l'année ;
- une concentration moyenne en arsenic dissous de 0,037 mg/l mesurée au niveau de la Cheminée Panneau Sud. Pour cette station, les valeurs de concentrations en arsenic varient peu au cours de l'année 2020 à l'exception du mois d'avril où la concentration en arsenic mesurée est inférieure à la limite de quantification.

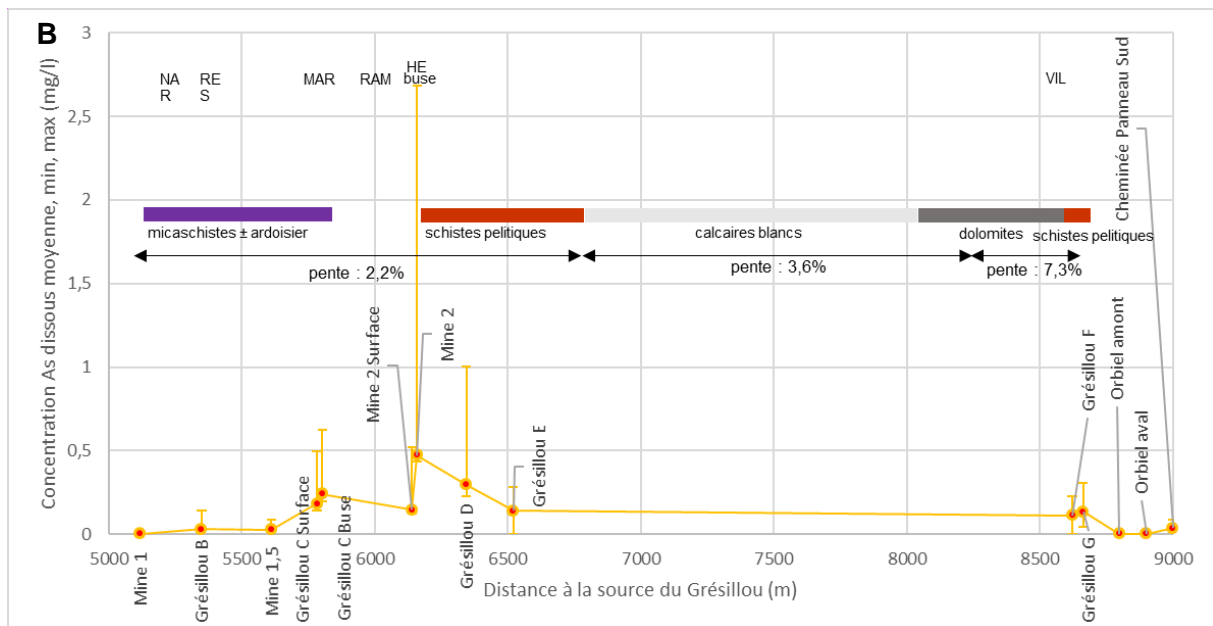
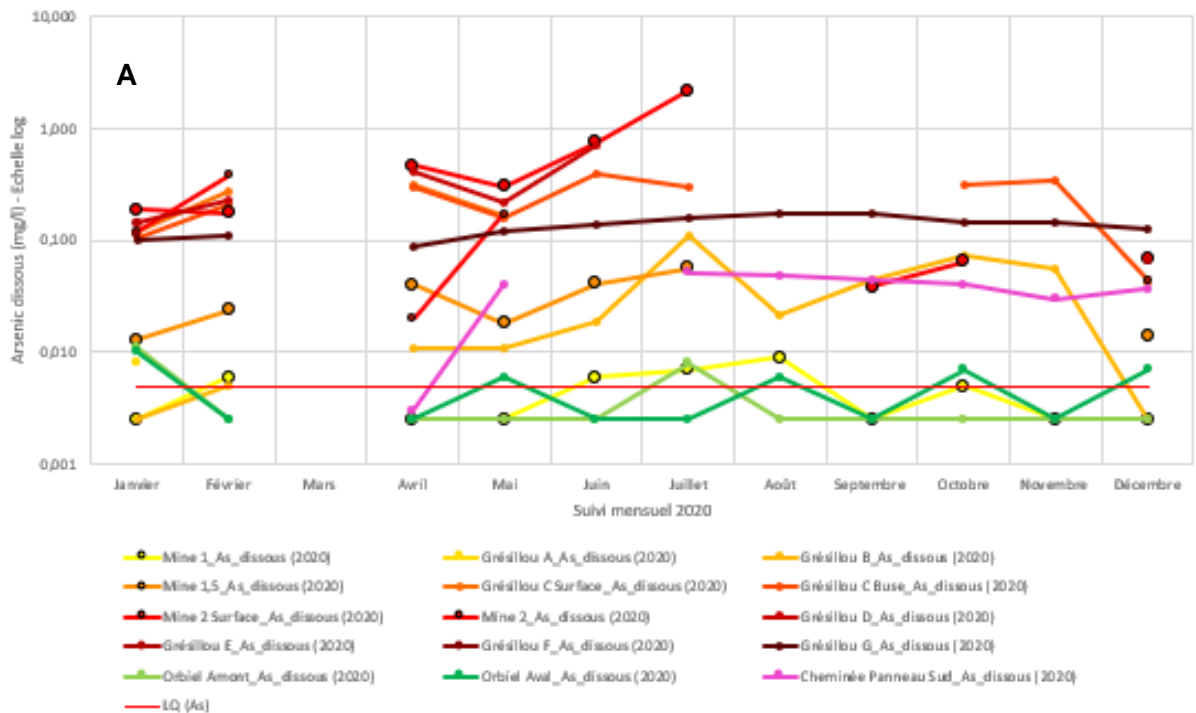


Figure 124 : (A) Concentrations en arsenic dissous et (B) concentrations moyennes dans les eaux superficielles du Grésillou, de l'Orbiel et au niveau de la Cheminée Panneau Sud.



Les résultats présentés ci-avant indiquent :

- une augmentation des concentrations en arsenic entre Mine 1 et Mine 2, la concentration moyenne entre les stations Mine 1 et Mine 1,5 étant multipliée par 7 et par 16 entre les stations Mine 1,5 et Mine 2 ;
- les évolutions de concentration en arsenic sur les stations Grésillou B et Grésillou C Buse suivent globalement les évolutions de concentrations de la station Mine 2. L'apport en arsenic est donc graduel dans les eaux de ruissellement dès la station Grésillou B en aval des versants de Nartau ;
- une perte de l'impact en arsenic semble se produire aux mois de septembre et octobre. La concentration en arsenic de la station Mine 2 est inférieure à celles des stations Grésillou B et C, localisées plus en amont ;
- une augmentation de la concentration en arsenic est observée entre la mesure du mois d'avril et du mois de mai pour les eaux de la Cheminée Panneau Sud et la station Mine 2 Surface ;
- les concentrations en arsenic de la station Grésillou G et de la Cheminée Panneau Sud sont relativement stables au cours de l'année 2020. Ces concentrations sont indépendantes des variations de concentration en arsenic retrouvées en amont entre les stations Mine 1 et Mine 2 ;
- les concentrations en arsenic de l'Orbiel varient faiblement entre l'amont et l'aval de la confluence avec le Grésillou et semblent également indépendantes des concentrations retrouvées aux abords des sources primaires de pollution.

La proportion d'arsenic dissous est majoritaire dans les eaux superficielles. L'arsenic particulaire représente de 0% à 25% de l'arsenic total sur les différentes stations. Une proportion d'arsenic particulaire relativement plus importante est observée au niveau des stations Mine 1, Grésillou B et Grésillou C surface en comparaison avec les autres stations d'analyses. Ce résultat est à relativiser avec l'incertitude analytique de laboratoire qui peut atteindre jusqu'à 50% de la valeur de concentration en arsenic indiquée.

Concentrations en sulfates

La Figure 125 présente l'évolution des concentrations en sulfates au niveau des stations d'analyses des eaux superficielles du Grésillou, de l'Orbiel en amont et aval de la confluence avec le Grésillou et au niveau de la Cheminée Panneau Sud (eau souterraine) au cours des campagnes de suivi mensuel en 2020.

(A) Une échelle logarithmique est utilisée pour la visualisation des concentrations en sulfates.

(B) Ces résultats concernent l'évolution des concentrations moyennes ayant pu être mesurées au cours de l'année 2020 en sulfates. L'écart-type indiqué présente la répartition des valeurs mesurées (valeur maximale et minimale). Le nombre de valeurs disponibles est spécifique à chaque station investiguée en fonction de l'état (présence d'eau ou station asséchée).



Sur chaque station investiguée, lorsque les conditions de prélèvement le permettaient, les résultats indiquent :

- des concentrations en sulfates en moyenne de 13,5 mg/l pour les mois de janvier et février à l'exception des stations Grésillou F et Grésillou G qui présentent des concentrations en sulfates respectives de 346 et 504 mg/l ;
- les concentrations en sulfates augmentent entre les stations Mine 1 et Mine 2 avec des écarts respectifs de 2,99 mg/l au mois de janvier, 4,5 mg/l au mois de février, 3,8 mg/l au mois de mai, 10,8 mg/l au mois de juin et 25,5 mg/l au mois de juillet ;
- pour les stations de mesures situées entre Mine 1 et Grésillou D (source primaire de pollution), une augmentation est également observée entre les mois de mai à juillet avec des moyennes de concentration en sulfates de 12,8 mg/l au mois de mai, 19,5 mg/l au moins de juin et 32,1 mg/l au mois de juillet ;
- la concentration en sulfates de la station Mine 2 (6,2 mg/l et 8,2 mg/l) aux mois de septembre et octobre est inférieure aux valeurs mesurées sur les stations en amont : Grésillou B, Grésillou C et Mine 1 ;
- en partie amont du Grésillou au niveau des sources primaires de pollution, la concentration en sulfates la plus forte est mesurée en août au niveau de la station Grésillou B (179 mg/l) pour diminuer en fin d'année ;
- les valeurs de concentrations en sulfates au niveau de la station Orbiel amont est légèrement inférieure à la concentration en sulfates de la station Orbiel aval. Ces deux stations présentent des évolutions de concentrations identiques sur l'année 2020 avec des écarts de concentrations en sulfates inférieurs à 8 mg/l.
- les valeurs de concentrations en sulfates varient entre 380 mg/l et 472 mg/l au niveau de la Cheminée Panneau Sud (eau souterraine) ;
- les variations de concentrations en sulfates au niveau de la station Grésillou G varient fortement entre 346 mg/l (janvier 2020) et 1190 mg/l (novembre 2020).

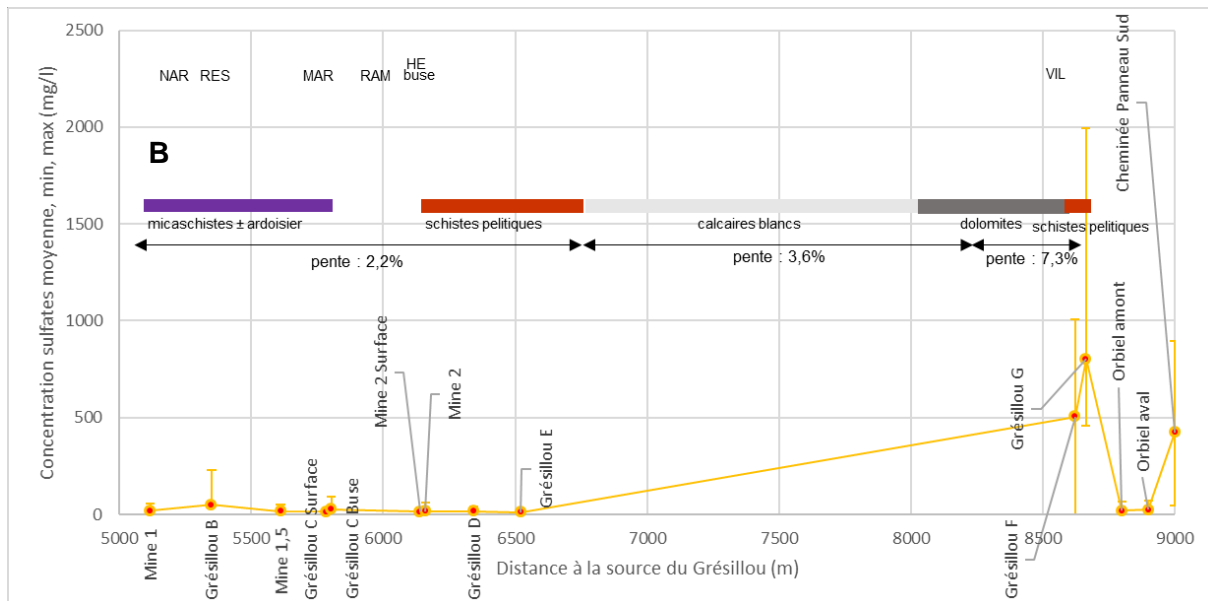
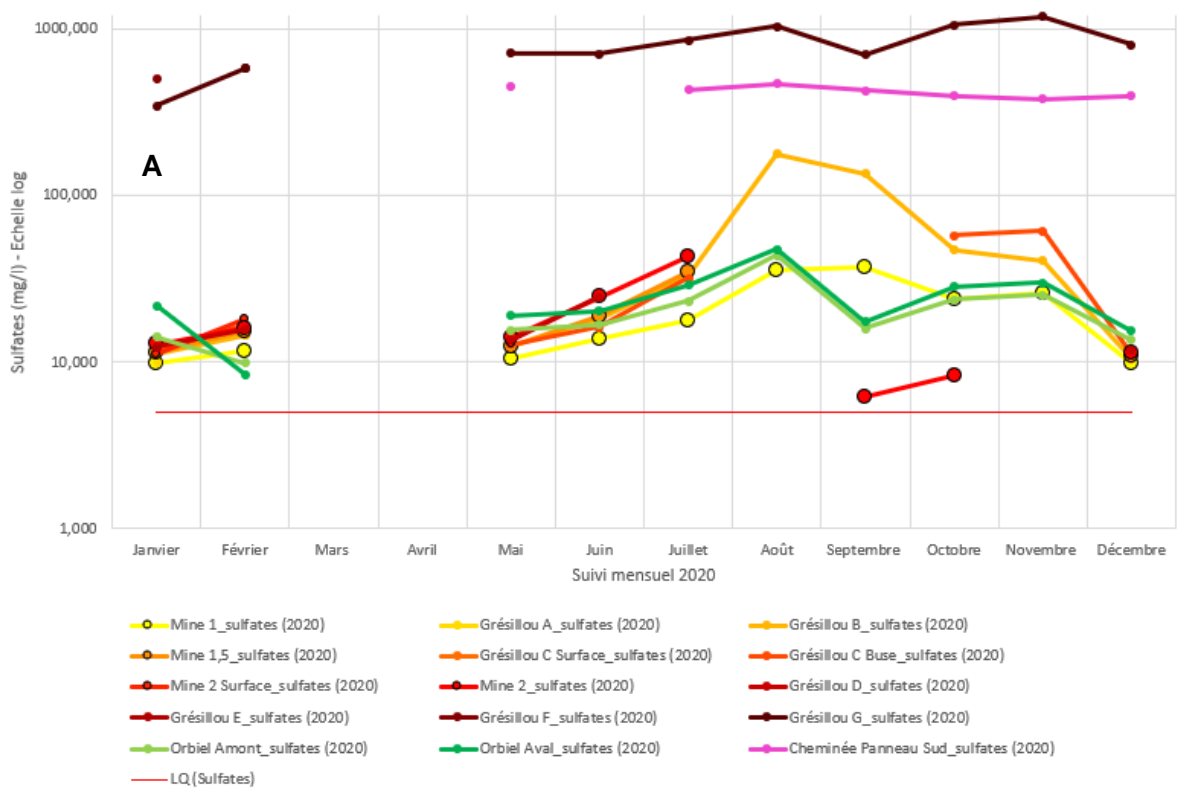


Figure 125 : (A) Concentrations en sulfates et (B) concentrations moyennes dans les eaux superficielles du Grésillou, de l'Orbiel et au niveau de la Cheminée Panneau Sud.



Les résultats présentés ci-avant indiquent :

- une augmentation progressive de la concentration en sulfates entre Mine 1 et Grésillou D ;
- une minéralisation en sulfates bien plus prononcée en Grésillou G, à l'instar de la conductivité, comme panneau sud, traduisant une origine des eaux en provenance de la mine ;
- les évolutions des concentrations en sulfates sont saisonnières avec une augmentation de la concentration en période estivale lors de régime de basses eaux ;
- les concentrations en sulfates de l'Orbiel varient faiblement entre l'amont et l'aval de la confluence avec le Grésillou et semblent également indépendantes des concentrations retrouvées aux abords des sources primaires de pollution.

Diagrammes de Schoeller et Piper

La Figure 126 présente les diagrammes de Schoeller permettant une comparaison des concentrations par espèces chimiques pour les eaux prélevées.

La présente Figure 127 les diagrammes de Piper indiquant les faciès des eaux échantillonnées pour chaque campagne mensuelle réalisée.

Les profils des éléments majeurs indiquent une même signature pour les stations Grésillou F, Grésillou G et panneaux sud avec des fortes concentrations en sulfates, calcium et magnésium par rapport aux autres stations investiguées. La signature chimique de ces deux stations indique un faciès sulfaté-calcique.

Les stations Orbiel amont et aval présentent également les mêmes profils en éléments majeurs lors de l'année 2020.

La station Orbiel aval est moins concentrée en sulfates, calcium et magnésium que la station Orbiel amont pour ce mois estival. La concentration en hydrogénocarbonates de la station Orbiel amont est proche de celle retrouvée au niveau de la Cheminée Panneau Sud en novembre. Le faciès des eaux échantillonnées au niveau des stations de l'Orbiel tout comme l'eau du Puits Panneau Sud est un faciès bicarbonaté-calcique.

Concernant les stations le long du Grésillou aux abords des sources primaires de pollution, les profils des diagrammes de Schoeller indiquent des eaux similaires entre les stations Mine 1 et Grésillou D aux mois de janvier et février. Une concentration plus forte en hydrogénocarbonates est observée aux mois de mai sur la station Grésillou C surface (seule valeur d'hydrogénocarbonate mesurée sur les échantillons d'eau).

La station Grésillou B présente des concentrations en sulfates et calcium supérieures à celles de la station Mine 1 aux mois d'août et septembre.

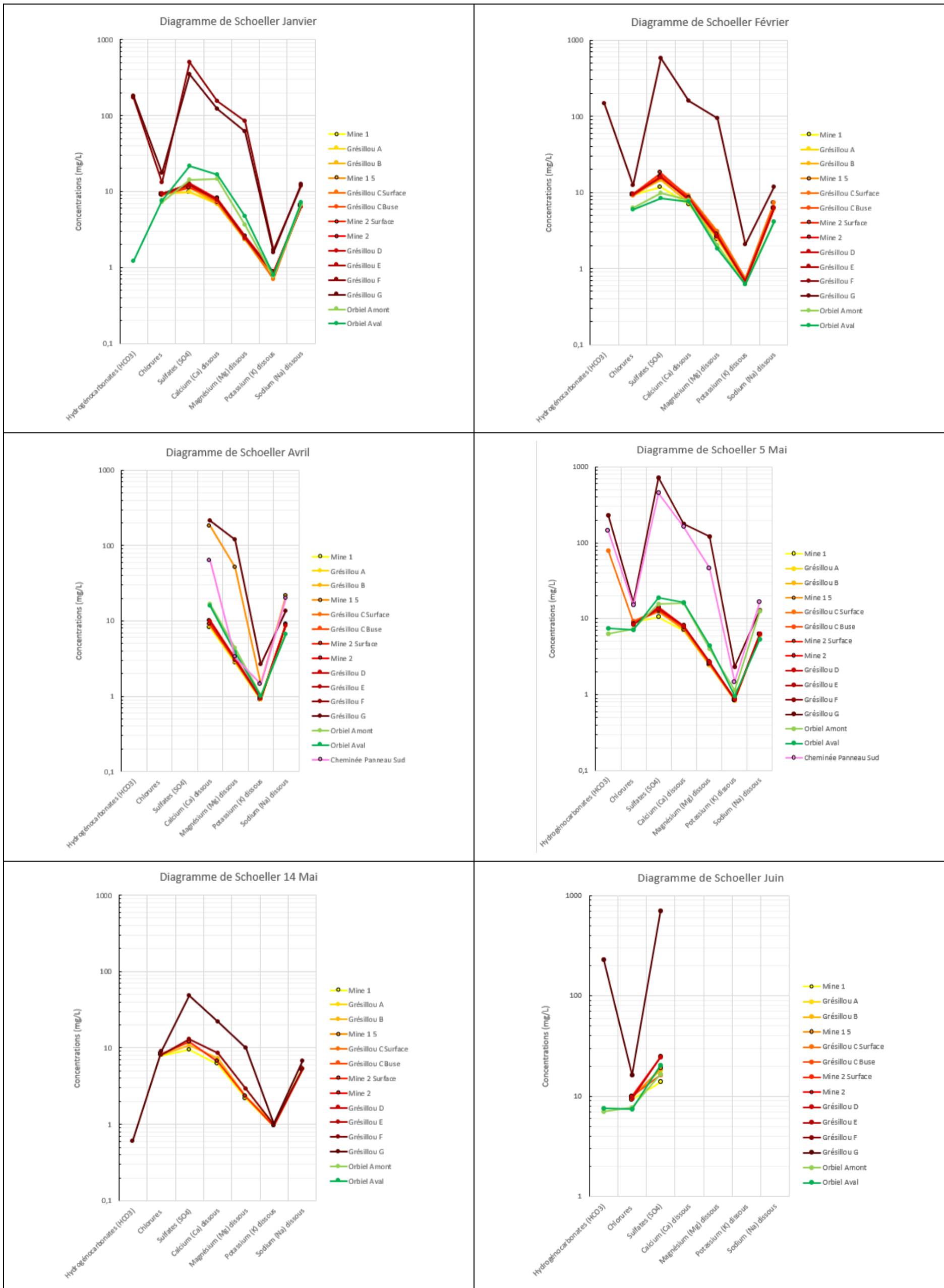
Au mois de septembre, les eaux de la station Mine 2 sont enrichies en potassium et présentent des concentrations en hydrogénocarbonates, chlorures, sulfates magnésium et sodium plus faibles par rapport au profil des stations Mine 1 et Grésillou B. Ce profil est également retrouvé au mois d'octobre pour la station Mine 2.

Les profils de stations Grésillou B et Grésillou C Buse sont similaires aux mois d'octobre et novembre et enrichis en sulfates et calcium par rapport à la station Mine 1. Au mois de novembre, la station Mine 1 présente une faible concentration en hydrogénocarbonates par rapport aux stations de l'Orbiel et de la Cheminée Puit Panneau Sud.



Pour les stations du Grésillou, la station Mine 1 présente un faciès des eaux échantillonnées bicarbonaté-calcique principalement observé aux mois de juillet à novembre.

Les faciès rencontrés au niveau des stations Mine 1 vers Grésillou D semblent évoluer entre le faciès bicarbonaté-calcique et le faciès sulfaté-calcique. Les eaux de la Cheminée Panneau Sud sont principalement sulfaté-calcique comme les stations Grésillou F et G.



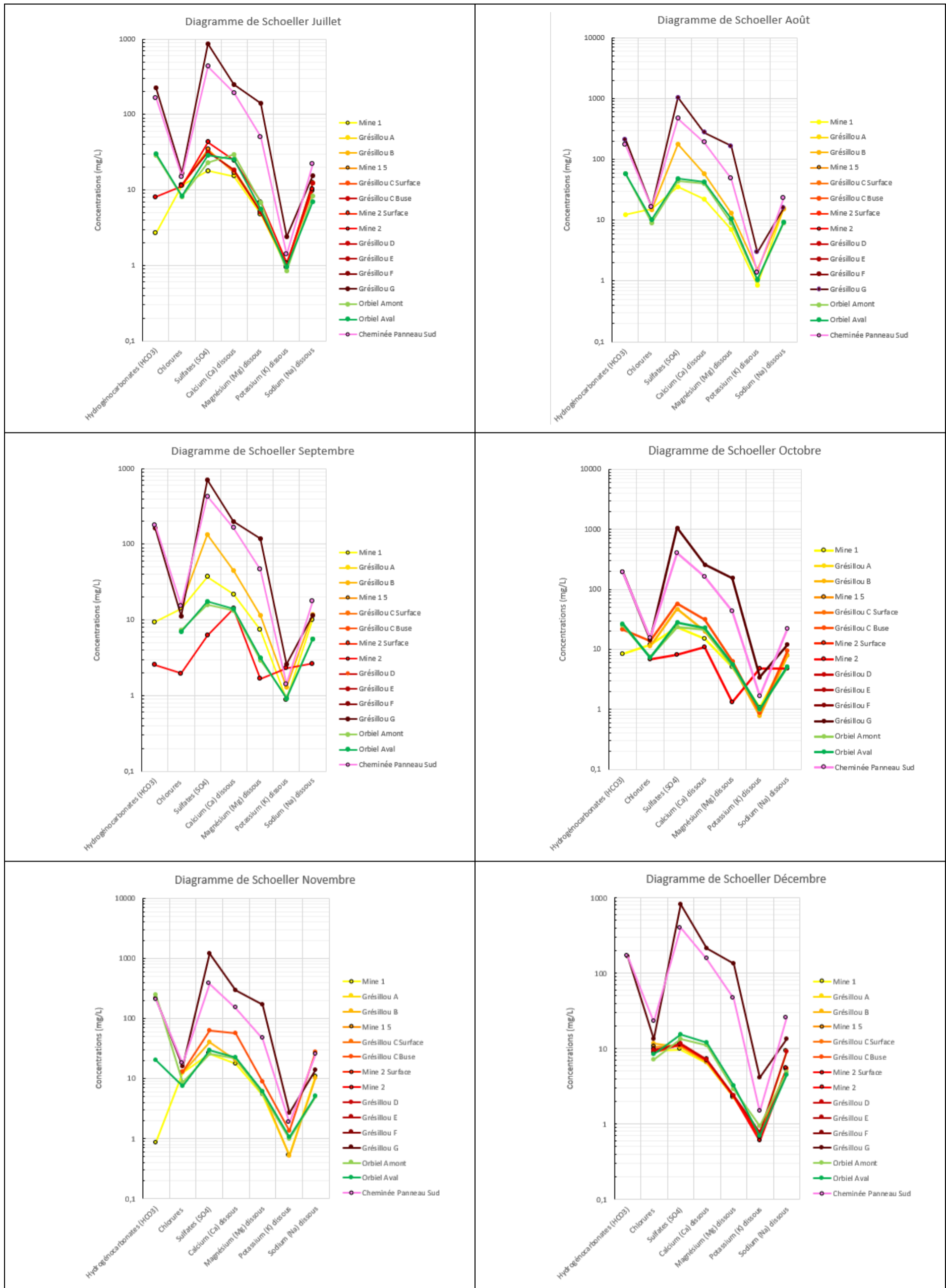


Figure 126 : Diagrammes de Schoeller pour l'année 2020 permettant une comparaison des concentrations par espèces chimiques pour les eaux échantillonnées du Grésillou, de l'Orbiel et au niveau de la Cheminée Panneau Sud

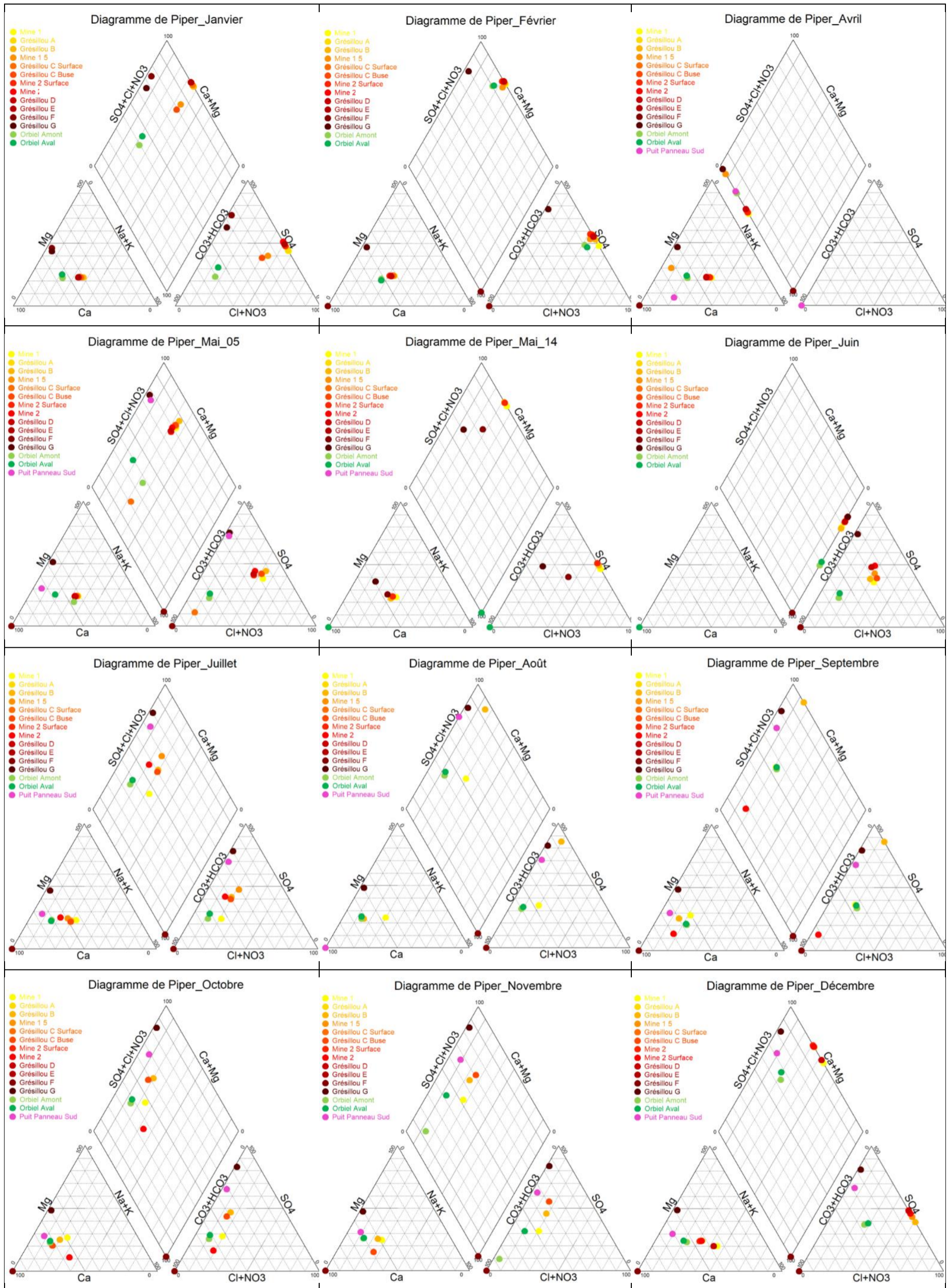


Figure 127 : Diagrammes de Piper pour l'année 2020 montrant les faciès échantillonnés pour les eaux échantillonnées du Grésillou, de l'Orbiel et au niveau de la Cheminée Panneau Sud



Les diagrammes de Shoeller et Piper suggèrent différentes origines des eaux le long du Grésillou de l'Orbiel et de la Cheminée Panneau Sud et des variations de faciès des eaux échantillonnées selon la période de prélèvement au cours de l'année 2020.

La nature chimique des eaux de Mine 1 station en amont des sources de pollution se rapproche du faciès bicarbonaté-calcique des stations de l'Orbiel amont et aval.

Les eaux des stations Grésillou F et G présentent des faciès sulfaté-calciques du fait de la présence importante de sulfates en lien avec l'oxydation importante des sulfures. Les eaux de Grésillou F et G proviennent d'eaux ayant transité en souterrain (zone noyée) tout comme celles de la Cheminée Panneau Sud.

Les stations situées entre Mine 1 et Grésillou D présentent des variations de composition chimique. Un faciès sulfaté est observé de janvier à mai et un faciès plus proche du bicarbonaté calcique est observé au mois de juillet jusqu'en novembre.

Les stations Grésillou B, Grésillou C Buse et Mine 2 restent sur des faciès plus sulfatés entre juillet et octobre. Ces stations reflètent l'apport d'éléments issus des sources primaires de pollution enrichies en sulfates (oxydation de sulfures). La station Mine 2 présente un profil bicarbonaté calcique pour les mois de septembre et octobre.

En période sèche, les eaux de ruissellement échantillonnées ont une composante souterraine plus forte que lors des mois plus pluvieux. Les eaux de ruissellement entre les stations Mine 1 et Grésillou D sont enrichies en éléments polluants issus des sources primaires de pollution. Une composante en eau souterraine enrichie en carbonates est observée pour les mois secs illustrant un niveau bas de la zone noyée et des résurgences dans le Grésillou. La résurgence observée en Grésillou G provient de la zone ennoyée de la mine en souterrain via le ruisseau de la Villanière.

8.9.6.3 Comparaison des données Minélis et Envisol

Une comparaison des mesures réalisées par Minélis et Envisol pour les années 2010 à 2020 est proposée ci-dessous.

Débits (Minélis)

Les débits du Grésillou sont mesurés mensuellement depuis janvier 2013 par la société Minélis en 2 stations de surveillance mine 1 et mine 2, situé en amont de Nartau et Ramèle, respectivement. Le suivi des débits moyens avec les maximums et minimums est présenté ci-dessous. Les stations Mine 1 et Mine 2 sont localisées sur la Figure 20.

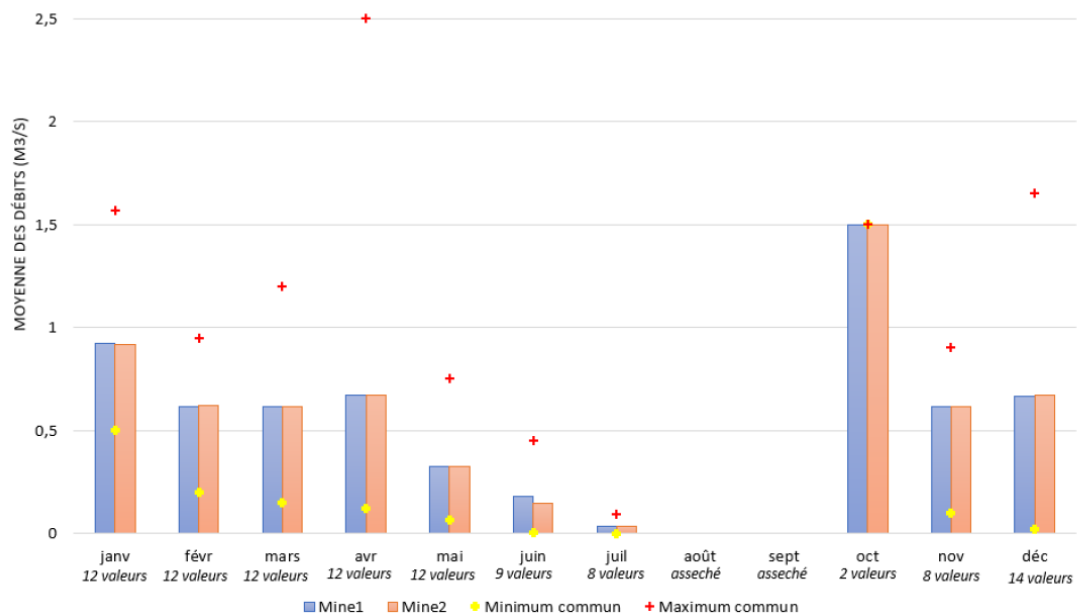


Figure 128. Débit du Grésillou en Mine 1 et 2 mesuré par Minélis de janvier 2013 à 2020.

Ces données montrent que :

- le cours d'eau est asséché en Mine 1 et 2 (aval de Ramèle) de façon permanente en août et septembre et fréquemment en juin et juillet ;
- il existe une forte variabilité des débits pendant les mois pluvieux (octobre à avril) confirmant le caractère très responsif à la pluviométrie du Grésillou.

Débits – concentrations (Minélis et ENVISOL)

Les campagnes mensuelles pour l'année 2020 réalisées par Minélis et Envisol sont réalisées de manière indépendante pour chaque mois. Les valeurs présentent donc deux valeurs correspondant à deux mesures durant le mois considéré.

Les calculs de débit réalisés par Envisol en 2020 sont plus faibles que les valeurs moyennes de Minélis mesurées entre 2020 et 2019. Les valeurs mesurées par Envisol représentent un état de basses eaux pour l'année 2020.

Concernant les concentrations en arsenic total et dissous, les valeurs de concentration en arsenic mesurées en Mine 1 par Envisol sont pour l'année 2020 légèrement inférieures aux concentrations mesurées entre 2010 et 2019 par Minélis. Les valeurs de concentration en arsenic mesurées en Mine 1 par Minélis sont pour l'année 2020 suivent la tendance des années précédentes à l'exception des mois de mai et juin où la concentration en arsenic total et dissous est légèrement plus haute que celles mesurées les années précédentes.

Les concentrations retrouvées en Mine 1,5 suivent l'évolution des concentrations mesurées par Minélis entre 2010 et 2019 à l'exception des valeurs mesurées en décembre 2020 par Minélis et Envisol. La concentration en arsenic total et dissous y est plus basse que pour les années précédentes.

Les concentrations mesurées en Mine 2 suivent l'évolution des concentrations des années précédentes à l'exception des mois de septembre, octobre et décembre où la concentration en arsenic total et dissous est plus faible que les années précédentes. La pluviométrie de ces derniers mois est régulière pour l'année 2020 (cf. Figure 114). Il est possible que l'effet de dilution de la pollution soit intervenu en cette fin d'année sur ces stations.

Les concentrations les plus fortes sont mesurées en période estivale en régime de basses eaux (cf. Figure 129).

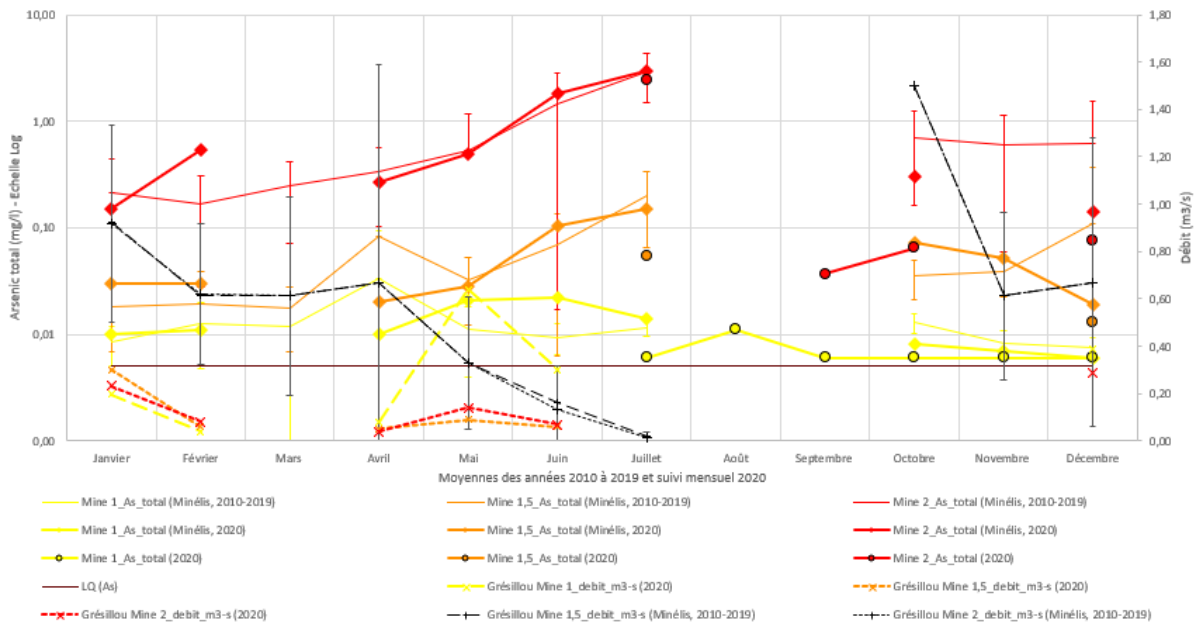


Figure 129 : Moyennes mensuelles des débits et concentrations en arsenic total au droit des stations Mine 1, Mine 1,5, Mine 2 sur la période 2010-2019 (données Minélias) et comparaison avec les données mensuelles recueillies en 2020 par Environnement Québec et Minélias au droit de ces mêmes stations. Les écarts-types sont également précisés.

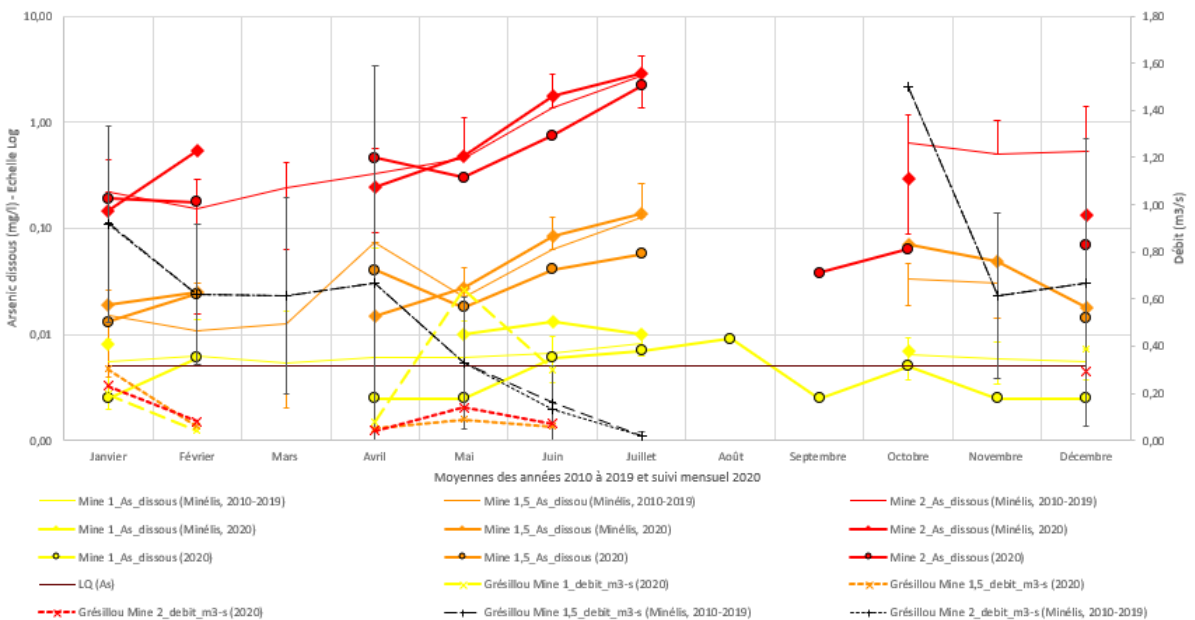


Figure 130 : Moyennes mensuelles des débits et concentrations en arsenic dissous au droit des stations Mine 1, Mine 1,5, Mine 2 sur la période 2010-2019 (données Minélias) et comparaison avec les données mensuelles recueillies en 2020 par Environnement Québec et Minélias au droit de ces mêmes stations. Les écarts-types sont également précisés.



Les résultats révèlent des concentrations en arsenic total, en aval des verses, tributaires des saisons, avec les concentrations les plus importantes observées lorsque les débits sont les plus faibles, d'avril à juillet (phase d'assèchement du Grésillou). Les concentrations observées en amont du secteur de Nartau semblent relativement homogènes, liées au bruit de fond au sein des eaux superficielles en amont du secteur d'étude.

Globalement, les concentrations mesurées dans le temps révèlent qu'elles sont 2 fois plus élevées en Mine 1.5 qu'en Mine 1, et 10 fois plus élevées en Mine 2 qu'en Mine 1.5.

L'arsenic observé est majoritairement représenté par de l'arsenic sous forme dissoute (entre 80 à 90 %) en situation chronique.

pH

Les valeurs de pH mesurées au droit des stations Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2 sont plus faibles en 2020 en comparaison des mesures réalisées de 2010 à 2019. Les eaux sont relativement plus acides. La station Mine 1 présente des valeurs hautes de pH pour les mois de janvier et novembre reflétant un apport d'élément neutralisant pour ces deux mois (cf. Figure 131).

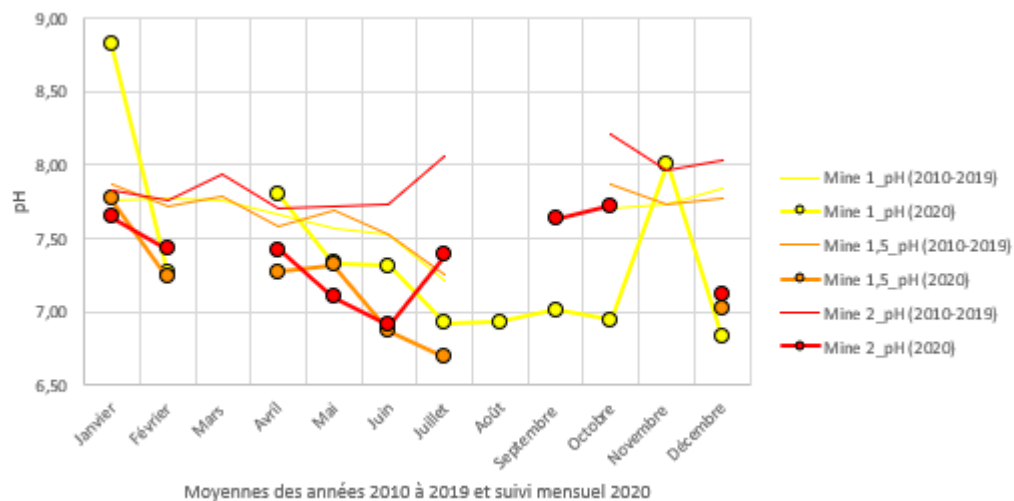


Figure 131 : Moyennes mensuelles des pH au droit des stations Mine 1, Mine 1,5, Mine 2 sur la période 2010-2019 (données Minélis) et comparaison avec les données mensuelles recueillies en 2020 par Envisol au droit de ces mêmes stations



Conductivités

Les valeurs de conductivités retrouvées en 2020 au niveau des stations Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2 suivent les tendances des années précédentes pour les mois de janvier à juillet. Les valeurs de conductivité varient entre 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ et 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Ces valeurs de conductivités semblent augmenter en période de basses eaux (supérieures à 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$) pour diminuer en fin d'année. En 2020, les valeurs de conductivités pour les stations Mine 1,5 et Mine 1 de références sont inférieures aux données acquises les années précédentes avec des conductivités autour de 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (cf. Figure 132).

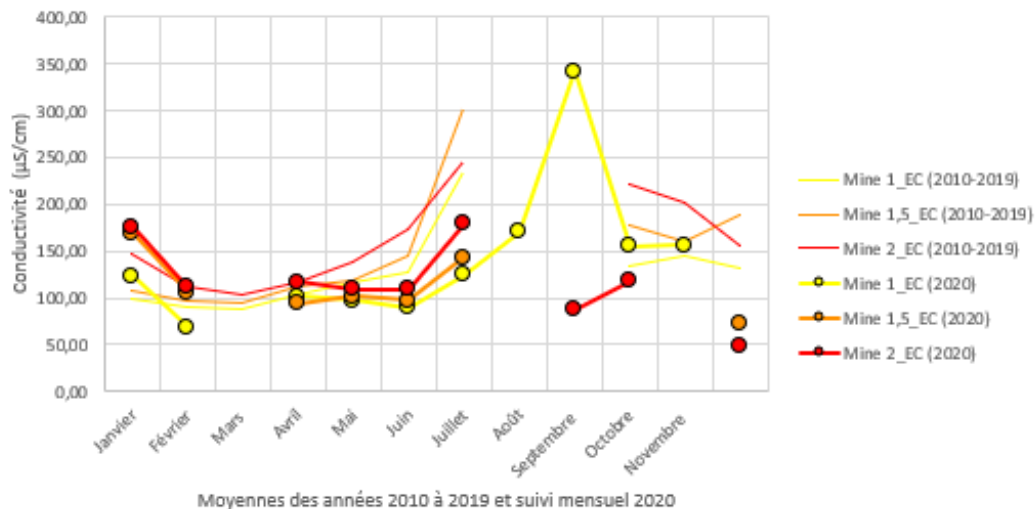


Figure 132 : Moyennes mensuelles des valeurs de conductivité au droit des stations Mine 1, Mine 1,5, Mine 2 sur la période 2010-2019 (données Minélis) et comparaison avec les données mensuelles recueillies en 2020 par Envisol au droit de ces mêmes stations

Potentiel RedOx

Les potentiels rédox sont positifs pour l'année 2020 au niveau des stations Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2 et ne suivent pas les évolutions des années précédentes au cours de la saison estivale. Les valeurs de potentiel redox mesurées par Minélis diminuent en période de basses eaux vers un milieu plus réducteur. Les valeurs mesurées par Envisol en saison estivale en 2020 indiquent la présence d'une substance oxydante dans les eaux superficielles (cf. Figure 133).

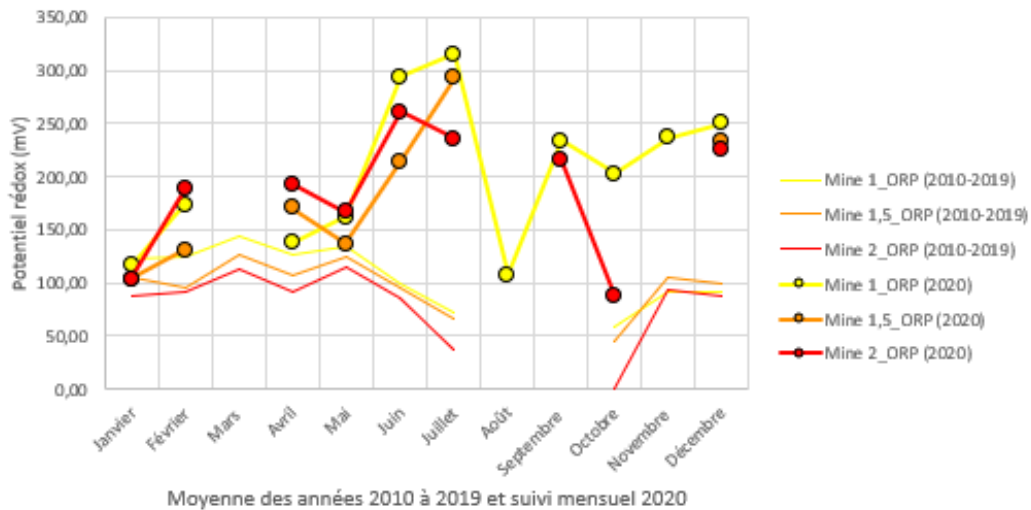


Figure 133 : Moyennes mensuelles des potentiels redox au droit des stations Mine 1, Mine 1,5, Mine 2 sur la période 2010-2019 (données Minélias) et comparaison avec les données mensuelles recueillies en 2020 par Envisol au droit de ces mêmes stations

Sulfates

Les concentrations en sulfates suivent les tendances des années précédentes avec une augmentation des concentrations lors de la période estivale. Les valeurs de concentrations en sulfates aux mois de septembre et octobre au niveau de Mine 2 (7,23 mg/l) sont inférieures à celles de la stations Mine 1 (30,4 mg/l) (cf. Figure 134).

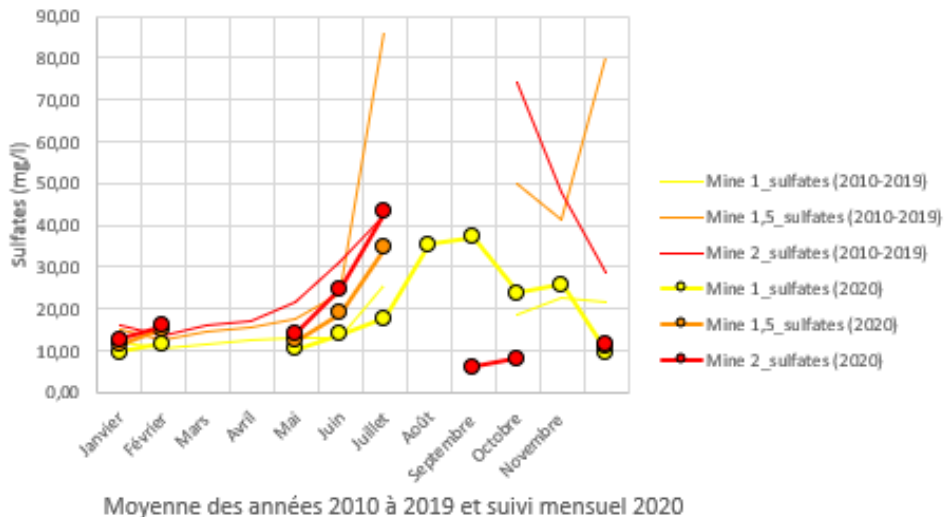


Figure 134 : Moyennes mensuelles de la concentration en sulfates au droit des stations Mine 1, Mine 1,5, Mine 2 sur la période 2010-2019 (données Minélias) et comparaison avec les données mensuelles recueillies en 2020 par Envisol au droit de ces mêmes stations



8.9.7 *Éléments hydrogéologiques et schémas conceptuels*

8.9.7.1 *Rappel du contexte régional*

De manière générale, l'aquifère principal de la région est constitué par les calcaires cambriens du Minervois. Ces derniers sont fortement plissés et faillés avec des indices de karstification prononcés.

L'exploitation de la MCO a permis de mettre en évidence la présence d'eau souterraine ayant nécessité la mise en œuvre jusqu'en 2004 de pompages jusqu'à 600 m³/h afin de stabiliser le niveau d'eau à 160 m NGF. Suite à l'arrêt du pompage, le niveau d'eau est remonté et oscille entre 240 et 280 m NGF.

A l'exception de ce niveau de base, dont l'écoulement global se ferait en direction de l'Orbiel, il n'existe pas d'autre aquifère au sein des formations en présence. En effet, les capacités aquifères du socle schisteux sont faibles voire inexistantes. Cependant, les pendages et la fracturation à la fois au sein des schistes grès et calcaires favorisent les circulations souterraines. Ceci se traduit le long du Grésillou par de nombreuses pertes et une absence de nappe d'accompagnement.

La fracturation/fissuration des formations au niveau régional associées aux pendages et à une intense karstification des calcaires cambriens met en évidence des relations complexes entre les différentes unités à potentiel aquifère très variable. De plus, l'activité minière, à travers la réalisation de galeries au sein de formations supposées imperméables a favorisé les connexions hydrauliques.

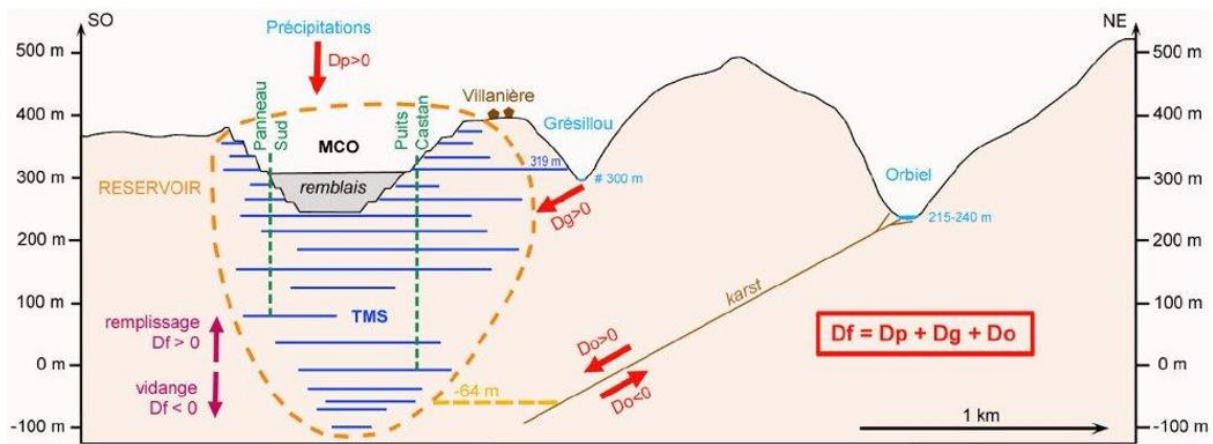
8.9.7.2 *Contexte local*

Le réservoir minier

Le réservoir minier a fait l'objet de nombreuses études visant à appréhender les connexions hydrauliques entre la mine (potentielle source de pollution), l'Orbiel et le Grésillou notamment :

- la connexion entre le fond de la mine à -64 mNGF et l'Orbiel entre 215 et 240 m NGF au travers d'un drain karstique ;
- la connexion entre le Grésillou et le réservoir minier au travers de la perte constatée à la cote +295 m dans le Grésillou ;
- la connexion par débordement potentiel des eaux du réservoir minier à la cote de + 319 m NGF au travers de la Galerie Marguerite située au niveau de l'avant verse de Ramèle.

La Figure 138 présente le modèle des échanges entre la mine et son environnement et met en évidence les connexions hydrauliques observées.



1] **Représentation schématique du modèle des échanges hydrauliques entre la mine et son environnement**

Coupe de principe de direction approximative SO-NE, avec projection des puits et des galeries.
MCO : Mine à Ciel Ouvert
TMS : Travaux Miniers Souterrains
Dp : Débit des précipitations (apport)
Dg : Débit du Grésillou (apport)
Df : Débit d'échange final
Do : Débit de l'Orbiel (apport >0, vidange <0)

Figure 135. Modèle des échanges entre la mine et son environnement (Minélias, 2006)

Les études d'ennoyage permettant d'anticiper un éventuel débordement des eaux de la mine dans le Grésillou aux cotes + 295 m NGF (perte du Grésillou) et + 319 m NGF (avant verse de Ramèle) font les conclusions suivantes :

- pour les moyennes eaux, la cote devrait se stabiliser autour de + 280 m NGF pour un débit d'exhaure de l'ordre de 60 m³/h ;
- pour les hautes eaux, la cote de +310 m NGF devrait être dépassée et le niveau de la galerie Marguerite à + 319 m NGF devrait servir d'exutoire vers le Grésillou avec un débit de l'ordre de 124 m³/h, le débit des eaux souterraines représentant 149 m³/h.

Concernant le suivi des eaux souterraines, il existe actuellement un seul point d'accès aux eaux souterraines nommé « cheminée panneau sud », situé sur la Figure 3. Ce dernier permet de suivre le niveau la qualité des eaux du réservoir minier depuis 2010 (suivi par Minélias). Les données historiques permettent de suivre le niveau d'eau depuis 2004. Le niveau moyen du réservoir minier s'établit à environ 261 m NGF.

Il est important de préciser que lors de la crue exceptionnelle d'octobre 2018, la cote de 278,18 m NGF a été atteinte. Cette cote maximale est inférieure à celle de la connexion hydraulique entre le Grésillou et la mine (+ 295 m NGF). Par conséquent, le Grésillou n'agit actuellement pas comme un drain du réservoir minier.

Une prévision de la qualité des eaux a alors été établie, avec des concentrations entre 500 µg/l et 560 µg/l sur le Grésillou (35 à 80 µg/l pour l'Orbiel en aval du Grésillou) en période de moyennes eaux, ces concentrations attendues étant plus faibles en périodes de hautes et basses eaux.

Synthèse

Les éléments hydrogéologiques mentionnés ci-après reprennent l'ensemble des observations réalisées lors des missions de terrain au cours de l'année 2020 et début 2021 ainsi que le rapport de télé-inspection de la zone busée du Grésillou (Accès Réseau, 2019).



L'ensemble de ces observations a été repositionné sur la coupe géologique simplifiée du Grésillou (Figure 136) et sur la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

En lien avec les mesures de débits présentées ci-avant :

- des résurgences de faible intensité (suintement) sont observées en amont de la station Mine 1 et jusque Grésillou C soit en amont de Nartau et proche de l'ancienne zone de résidus de four.
- un suintement est observé à proximité de la plateforme Marty ;
- des suintements sont observés en Mine 2, Grésillou D et E en aval de Ramèle (non observé pendant l'étude) ;
- une résurgence (suintement) est également observée à la confluence du ruisseau de la Villanière et du Grésillou entre les stations Grésillou F et Grésillou G. Cette résurgence se situe juste en rive droite du Grésillou à quelques mètres de la station Grésillou G et alimente la station Grésillou G.

Des pertes hydrauliques partielles non proportionnelles au débit sont présentes en partie amont, aux abords des sources de pollution primaires (entre partie amont et aval de la zone busée). La perte totale des écoulements de surface du Grésillou est observée au mois de juillet 2020 en aval de la station Mine 2, soit en aval de la verse de Ramèle correspondant à la perte mise en évidence par traçage à la cote +295 mNGF, connexion Grésillou vers le réservoir minier. Une perte totale est également présente en amont des stations Grésillou F et G et observée en février 2021, aucune mesure n'a été réalisée au niveau des stations à cette date (en dehors de la période d'investigations de l'année 2020).

A noter que les pertes totales sont en corrélation avec des zones de décrochement.

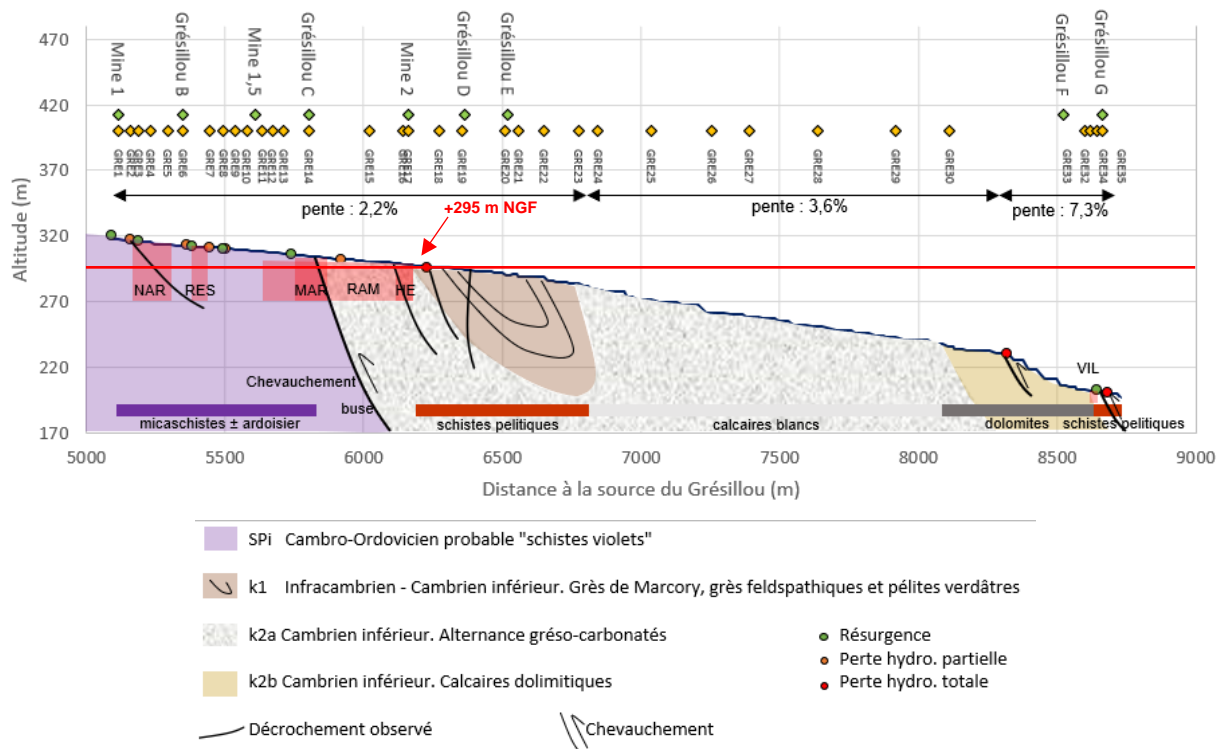


Figure 136. Coupe géologique simplifiée le long du Grésillou et localisation des observations hydrogéologiques

8.9.7.3 Schémas conceptuels

Le fonctionnement hydrogéologique proposé reprend les éléments antérieurs, notamment l'étude d'envoyage d'ANTEA 2003, les schémas hydrogéologiques proposés par SRK 1998 et Minélis 2006 et en complément des éléments apportés par la présente étude.

Les figures ci-dessous présentent les schémas conceptuels au droit de Ramèle et Nartau. La cartographie en figure 141, replace les observations de terrain et les hypothèses du fonctionnement hydrogéologique du secteur.

Au regard des éléments disponibles, le fonctionnement hydrogéologique repose sur les éléments suivants :

- aucune nappe d'accompagnement n'a été identifiée pour **le Grésillou** ;
- **le Grésillou** reçoit l'eau des verses, sources potentielles de pollution, par ruissellement et écoulement de sub-surface sur sa partie amont ;
- le **Grésillou** se trouverait en position de drainage des eaux du réservoir minier sur sa partie amont (en aval direct de Ramèle) uniquement dans le cas où les eaux de la mine atteindraient la cote +319 m NGF. Cette cote n'a jamais été atteinte depuis la fermeture de l'exploitation. Les niveaux d'eaux souterraines se stabilisent à la cote 260 m NGF au niveau du point d'accès au réservoir minier (cheminée panneau sud). Un éventuel blocage des conduits karstiques, dû par exemple aux précipitations des carbonates ou



colmatage, pourrait entraîner une remontée du niveau de la mine et le Grésillou passerait alors en situation de drainage ;

- le **Grésillou** présente des pertes successives en aval (de la zone busée ; Mine 2) vers une zone noyée de la mine dont les directions d'écoulement sont principalement régies par le toit des schistes à pendage sud ;
- Le **Grésillou** rejoint rarement en surface l'Orbiel au niveau du village de Lastours en période de basses eaux. Il atteint l'Orbiel en période de pluie significative et de crue.
- au niveau du **site de Nartau**, il existe probablement un partage entre le ruissellement et les écoulements de sub-surface. Aucune galerie ne débouche directement dans les matériaux de la verse de Nartaumais celles à proximité peuvent recouper les écoulements de sub-surface et ainsi favoriser une circulation des eaux au travers de l'encaissant fracturé.
- au niveau de la **verse de Ramèle**, la part d'infiltration est plus importante que pour le site de Nartau. Des écoulements souterrains de sub-surface se font vers le Grésillou tout comme les écoulements plus profonds via les galeries souterraines (galerie Marguerite notamment). La part des eaux transitant via les galeries souterraines reste inconnue. Il existe également des circulations dans l'encaissant rejoignant la mine via le réseau de fractures/fissures ;
- **les eaux du réservoir minier** sont vraisemblablement alimentée par les eaux infiltrés, qui chargent en métaux et métalloïdes, au droit des anciennes exploitations et les résurgences de ces eaux seraient visibles en amont de la confluence du Grésillou et de l'Orbiel. Cela est en cohérence avec le profil sulfaté-calcique des eaux de Grésillou G (après résurgence) comme cheminée panneau sud.

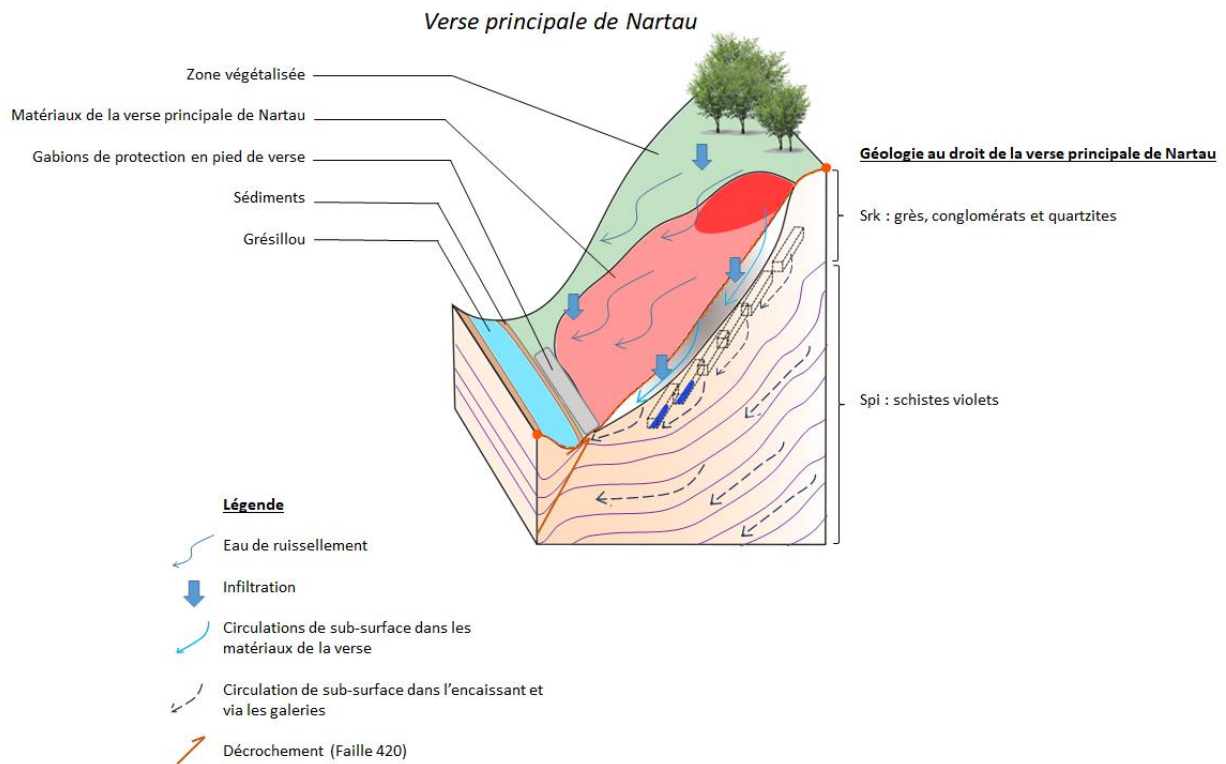


Figure 137. Schéma hydrogéologique verse de Nartau

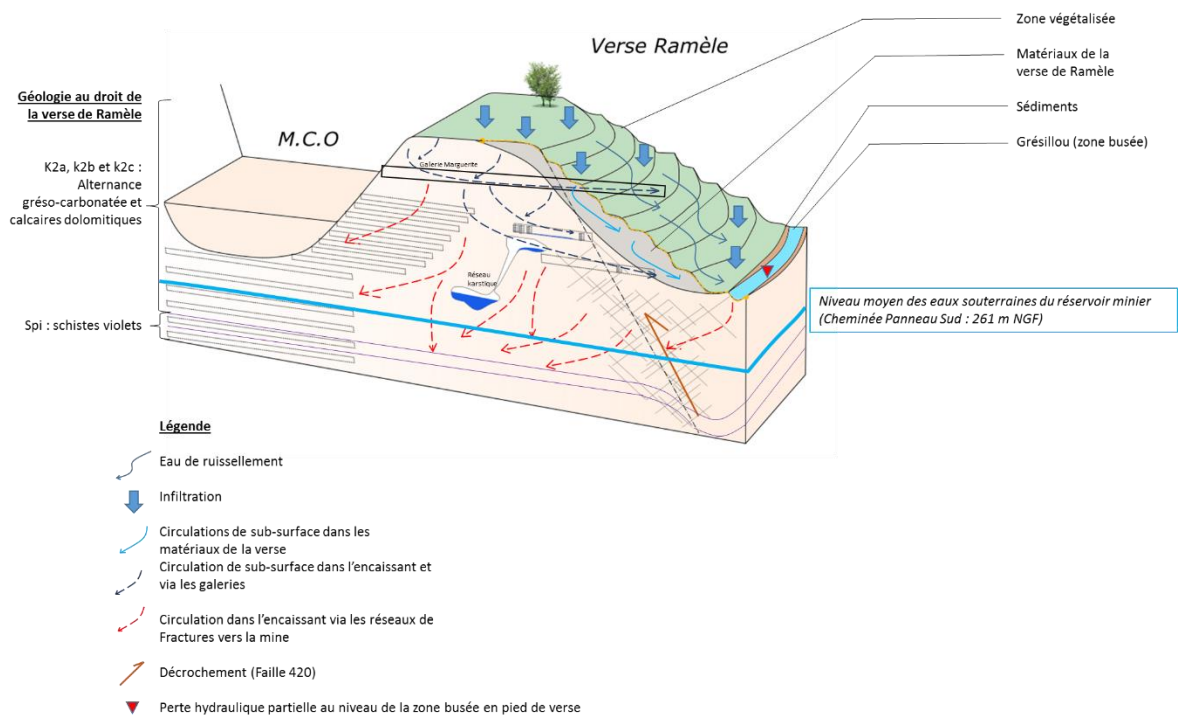
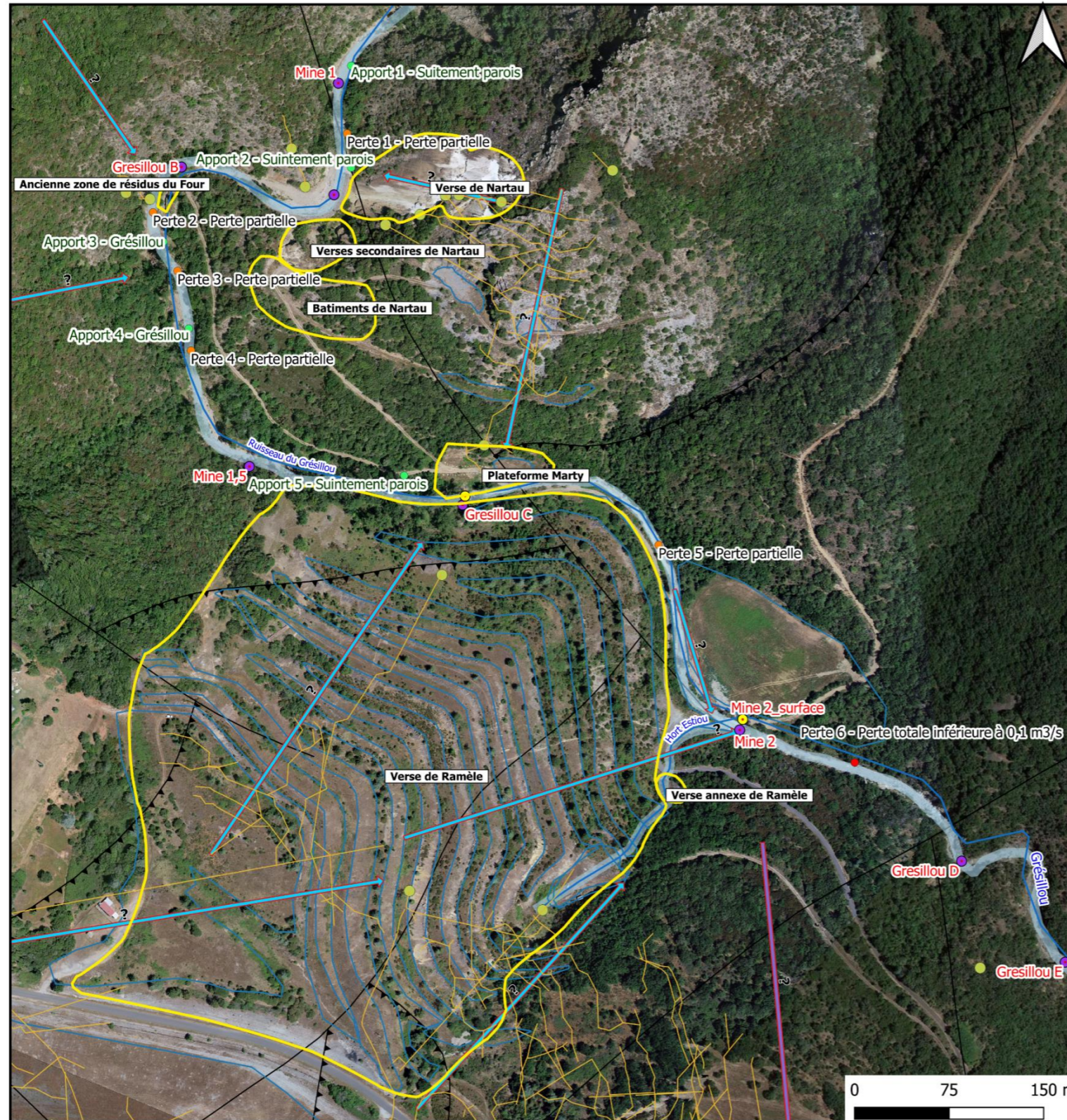
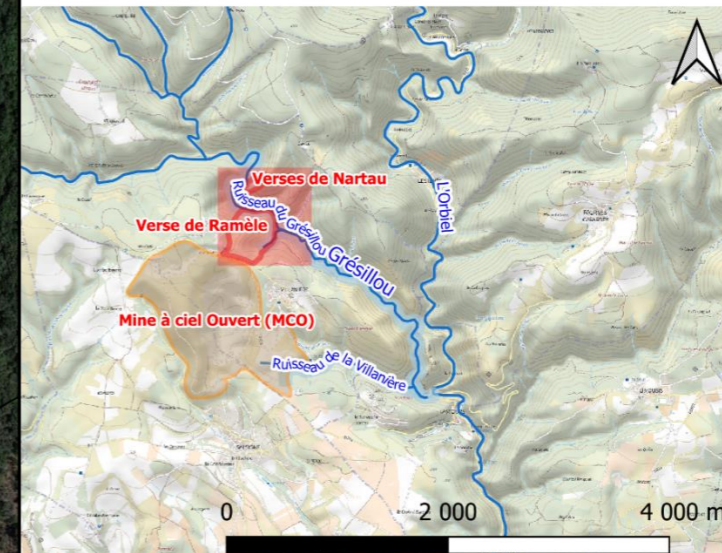


Figure 138. Schéma hydrogéologique verse de Ramèle



Légende :

- | | |
|---|---|
| Investigations | Observations hydrogéologiques |
| ■ Zones d'intérêt | ● Perte hydraulique partielle |
| ■ Zone étude Grésillou | ● Perte hydraulique totale |
| Station de suivi des eaux superficielles (ENVISOL, 2020) | ● Résurgence |
| ● eaux superficielles et sédiments (MES) | — Réseau hydrographique du bassin versant du Grésillou |
| ● eaux surface | Site d'étude - Installations |
| Hydrogéologie | — Galeries souterraines |
| ■ Zone d'infiltration des eaux de surface | ● Ouvrage débouchant au jour (ODJ) |
| Ecoulement souterrain supposé | Structures géologiques (Carte géologique Carcassonne 1:50 000 ème) |
| → Ecoulement de sub-surface | — Faille observée |
| → Ecoulements souterrains profonds | ▲ Chevauchement varisque de la Montagne noire et du Minervois, observé |



Dernière modification : 05/01/22

Version : b

Client : BRGM

Site : Mine de Nartau et Verse de Ramèle (Secteur de Salsigne)

Titre : Cartographie hydrogéologique

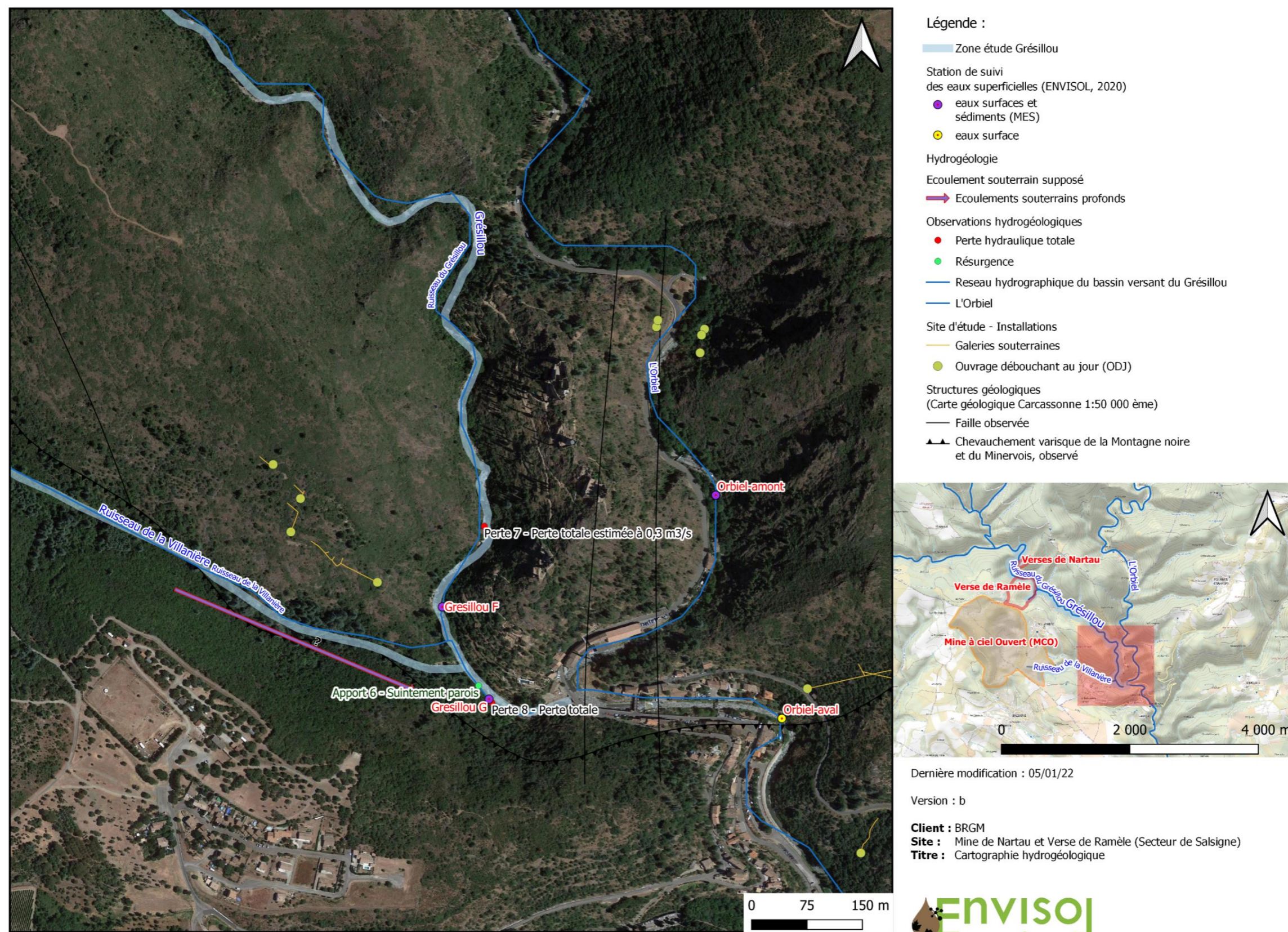


Figure 139. Localisation des pertes et résurgences observées au cours des investigations de terrain et cartographie hydrogéologique



9 ESTIMATIONS SEMI-QUANTITATIVES DES FLUX EN ARSENIC

Le flux d'Arsenic des sources primaires et secondaires vers les eaux superficielles a été évalué qualitativement et/ou quantitativement. La quantification du flux d'Arsenic dissous vers le Grésillou se base sur des valeurs mesurées de débits et de concentrations en As dans les eaux superficielles du Grésillou. Ces mesures réelles n'ont été prises qu'en un nombre restreint de points ne permettant pas une quantification des flux individuels pour chaque zone source. Servant d'outil d'aide à la décision, la contribution de chaque source au flux mesuré a été appréhendée en prenant en compte les essais de lixiviation et la surface de chaque zone source. Ces données ont pour but de hiérarchiser les sources primaires afin de ne retenir que celles représentant des sources primaires significatives vis-à-vis de leur contribution au flux et donc au transfert.

Par ailleurs, le flux d'arsenic potentiellement induit par les vents a été réalisée via l'analyse des données de l'étude menée par Evadiès. Dans le cadre d'une démarche d'Interprétation de l'Etat des Milieux, l'INERIS a repris ces données afin d'évaluer les risques sanitaires via l'inhalation de poussières. Il est à noter que seules les conclusions de cette évaluation sont disponibles à ce stade.

9.1 Estimation des flux d'arsenic dans le Grésillou

Les flux de transfert d'As dans le Grésillou ont été estimés à partir des données de débits et de concentrations en arsenic dans le Grésillou collectées par Minelis (depuis 2010) et Envisol pour plus de représentativité. Les stations suivies depuis 2010, Mine 1, 1,5, 2, ont donc été utilisées. Il est à noter que dans les données de Minélias, un seul point de mesure du débit est appliqué pour Mine 1 et 1,5.

- La station de mesure Mine 1 située en amont des versées permet de rendre compte du flux d'arsenic entrant dans le secteur d'étude ;
- La station de mesure Mine 1,5 située en aval des versées de Nartau, des bâtiments de Nartau et de la zone de résidus de four permet de rendre compte du flux apporté par tout ce secteur dit de Nartau ;
- La station de mesure Mine 2 située en aval des versées de Ramèle et de la plateforme Marty permet de rendre compte du flux apporté par tous les secteurs amonts.

D'après les données précédemment interprétées, il semble exister un flux d'arsenic depuis les secteurs étudiés vers le Grésillou à l'origine de la hausse des concentrations en arsenic mesurée dans les eaux du Grésillou au niveau de Mine 1,5 puis de Mine 2 lors des différentes campagnes d'investigations.

Ce flux d'arsenic, principalement dissous, ne rejoint l'Orbiel en aval du Grésillou que quand celui-ci présente un écoulement continu jusqu'à l'Orbiel, ce qui se produit pour une certaine intensité de débit et qui a pu être mesuré lors d'une campagne de prélèvements.

Un flux particulaire d'arsenic majoritaire est susceptible de transiter vers l'aval via les phénomènes d'érosion et de transport de sédiments lors d'évènement pluvieux exceptionnels tels que la crue de 2018. Ce phénomène n'a pu être mesuré lors des différentes investigations mais il est supposé de par les observations faites sur le déplacement vers l'aval des fortes concentrations en arsenic dans les sédiments.

Il a donc été proposé d'évaluer les flux de transfert d'As dans le Grésillou en fonction des évènements pluvieux selon 3 cas :



- **Flux chronique** : correspondant au fonctionnement hydrogéologique majoritairement rencontré lors de l'année. Grésillou G n'est pas en eau, donc aucun flux du Grésillou vers l'Orbiel n'est observé. Un flux dissous et particulaire des zones sources vers le Grésillou a été estimé pour le secteur où le Grésillou s'écoule (en amont des pertes).
- **Flux pluie significative** : correspondant à la mise en eau au niveau de Grésillou G et donc à l'existence d'un transfert vers l'Orbiel. Un flux dissous et particulaire des zones sources vers le Grésillou a été estimé.
- **Flux événement exceptionnel** : correspondant à des événements de crue comme observés en 2018 et 2020, impliquant un charriage de matériaux des zones sources exposées et une remobilisation des sédiments et paléo-sédiments impactés vers l'Orbiel.

Les flux ont été nommés comme suit :

- Flux 1 : flux au droit de la station mine 1, faisant référence au bruit de fond entrant dans la zone d'étude ;
- Flux 1,5 : flux au droit de la station mine 1,5, intégrant la contribution des zones sources versées de Nartau, bâtiments de Nartau, zone de résidus de four et paléo-sédiments ;
- Flux 2 : flux au droit de la station mine 2, intégrant la contribution des zones sources Ramèle et plateforme de Marty ;
- Flux Orbiel : flux au droit de Grésillou F juste en amont de l'Orbiel et avant la résurgence observée en Grésillou G qui peut apporter des eaux de la mine, représentatif du transfert du Grésillou vers l'Orbiel.
- Flux Grésillou G : flux au droit de Grésillou G (après la résurgence), intégrant le flux provenant de la zone d'étude et potentiellement un flux provenant de la mine via la résurgence.

9.1.1 Flux chronique d'As

La quantification du flux dissous et particulaire d'As des zones sources primaires vers le Grésillou est basée sur de nombreuses hypothèses fortes et simplificatrices :

- D'après les chroniques de suivi, il est observé un écoulement au droit du point Grésillou G lorsque le débit déterminé à mine 1 est supérieur à $1,15 \text{ m}^3/\text{s}$. De ce fait, les situations prises en compte pour l'estimation du flux chronique sont celles correspondant à un débit inférieur à $1,15 \text{ m}^3/\text{s}$ en mine 1. L'objectif est de conserver les données représentatives des flux chroniques, sans mise en eau de Grésillou G ;
- D'après le suivi réalisé sur la station Mine 2, celle-ci a été en eau en moyenne 210 jours par an. Le flux chronique serait donc existant uniquement lors des jours en eau. Le flux calculé en g/j a donc été multiplié par 210 jours ;
- Les flux ont été calculés par soustraction du flux amont (mine 1) pour le flux 1,5 et (mine 1,5) pour le flux 2 afin d'évaluer l'apport de chaque zone ;
- Pour chaque date de suivi sélectionnée, le débit mesuré a été multiplié par la concentration en As total ou dissous pour calculer le flux en As total et dissous, respectivement. Pour les concentrations inférieures à la limite de quantification, une valeur de LQ divisée par deux a été adoptée. Le flux particulaire est calculé en soustrayant le flux d'As dissous au total ;
- Une moyenne a été calculée et convertie en kg/an pour approcher un flux annuel ;

- Les valeurs de flux aberrantes (négative, égal à 0) ont été écartées dans une approche conservative du calcul des flux.

Les flux calculés sont présentés dans la Figure 68. En situation chronique, le flux 1,5 du secteur de Nartau ne représente que 6 % du flux 2 du secteur de Ramèle. La fraction particulaire est très minoritaire. Elle est toutefois plus marquée pour la zone Nartau (24% du flux total) que pour la zone Ramèle (seulement 3% du flux total). Lors des situations chroniques, il n'y a pas de flux vers l'Orbiel. Le Grésillou présente peu d'eau en général ce qui entraîne des concentrations plus élevées en As en période d'étiage, comme observé lors des campagnes de suivi (3.3.3). Ces eaux quittent le Grésillou via les pertes observées en aval de Ramèle, supposées rejoindre les eaux de la mine.

En situation chronique, les résultats d'analyses des eaux superficielles de l'Orbiel, en amont et en aval de la confluence avec le Grésillou, confirment ces hypothèses car l'As n'est pas quantifié.

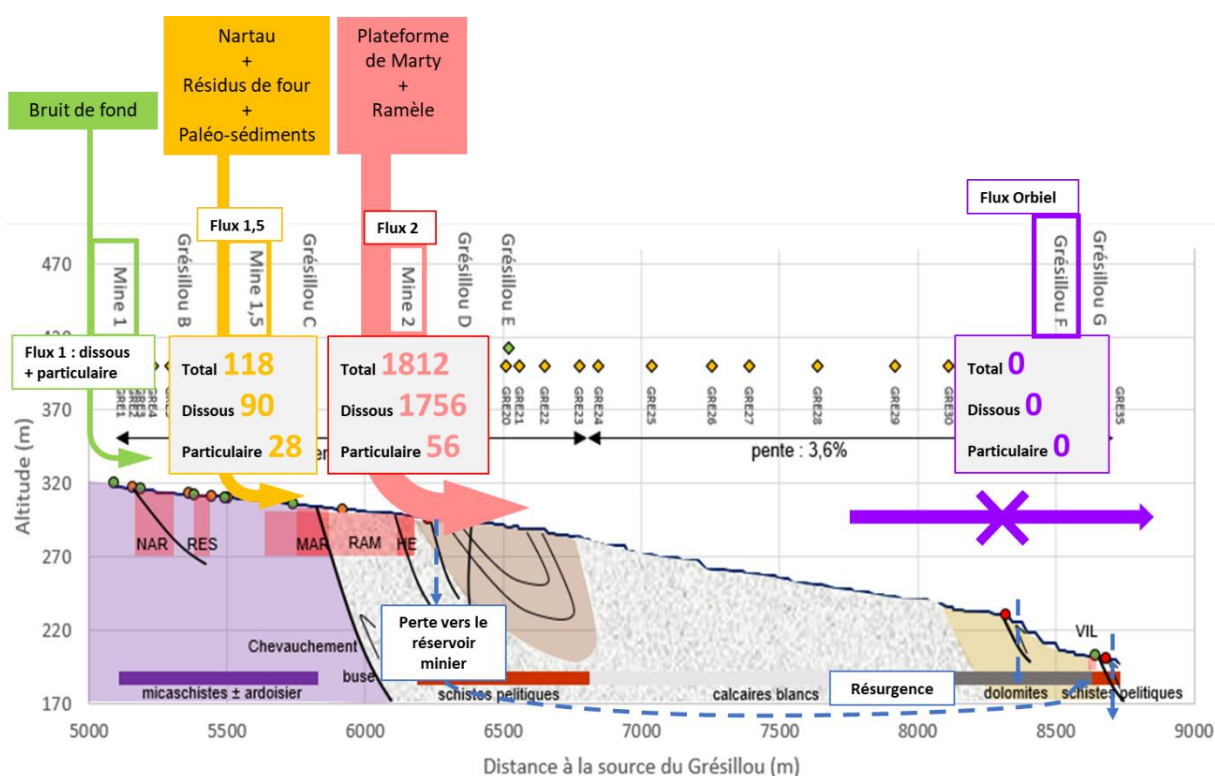


Figure 140. Quantification des flux d'As en chronique en kg/an.

9.1.2 Flux d'As pluie significative

La quantification du flux dissous et particulaire d'As des zones sources primaire vers le Grésillou est basée sur de nombreuses hypothèses fortes et simplificatrices :

- Les calculs ont été réalisés à partir du jeu de données des préleveurs automatiques pour l'évènement pluvieux du 30 janvier au 2 février 2021. On rappelle que 97 mm d'eau était tombé en 4 jours et que le débit en Mine 1 a bien été supérieur à 1,15 m³/s au cours de cet évènement ;



- D'après le suivi des pluies mensuelles de Minélias depuis 2010, une pluie significative supérieure à 97 mm par mois a été observé 22 fois en 9 ans soit entre 2 et 3 fois par an. Pour établir un flux annuel, il a été pris en compte une occurrence de 3 événements pluvieux significatifs annuels ;
- D'après le suivi de post crue 2020, le Grésillou G a été en eau 8 jours après l'évènement pluvieux. Il a été pris en hypothèse un Grésillou G en débit pendant 10 jours lors d'un événement pluvieux significatif, soit 30 jours par an si on considère une occurrence de 3 fois par an. Il est à noter que le nombre de jours en chronique additionné aux évènements significatifs est inférieur à 365 jours (nombre de jour de pluie).
- Pour calculer le flux Orbiel et Grésillou G, les données au droit de Grésillou F et G sont uniquement disponibles pour la date du 14 mai 2020 après la crue, seule fois où un débit du Grésillou F et G a été observé vers l'Orbiel.
- Les flux ont été calculés par soustraction du flux amont pour le flux 1,5 et flux 2 pour évaluer l'apport de chaque zone. Pour le flux Orbiel et Grésillou G, seul le bruit de fond a été retranché.
- Pour chaque date de suivi sélectionnée, le débit mesuré a été multiplié par la concentration en As total ou dissous pour calculer le flux As total et dissous, respectivement. Le flux particulaire est calculé en soustrayant le flux d'As dissous au total.

Les flux calculés sont présentés dans la Figure 69. Lors d'une pluie significative, la proportion de la contribution Nartau augmente et représente 25% du flux de Ramèle. La fraction particulaire reste minoritaire par rapport au flux dissous et plus importante pour la zone Nartau que pour la zone Ramèle (15 % et 8% du flux total, respectivement). Nartau semble plus réactif probablement dû à sa géométrie pentue favorisant le ruissellement et la mise en contact directement de l'eau de pluie avec les matériaux de surface. On peut supposer un temps de transfert des eaux plus long sur Ramèle par leur infiltration et leur circulation en sub-surface, intégrant ainsi les flux chroniques.

Lors d'une pluie significative, le flux vers l'Orbiel est existant et rejoint le Grésillou. Après la zone Ramèle, la comparaison entre le flux 2 et Grésillou F et Grésillou G indique un enrichissement en As dissous, potentiellement dû au lessivage des sédiments impactés en aval de Ramèle.

Une augmentation de l'As particulaire n'a été observé qu'en Grésillou G concluant à une remobilisation des sédiments en aval d'une zone d'accumulation (GRE29).

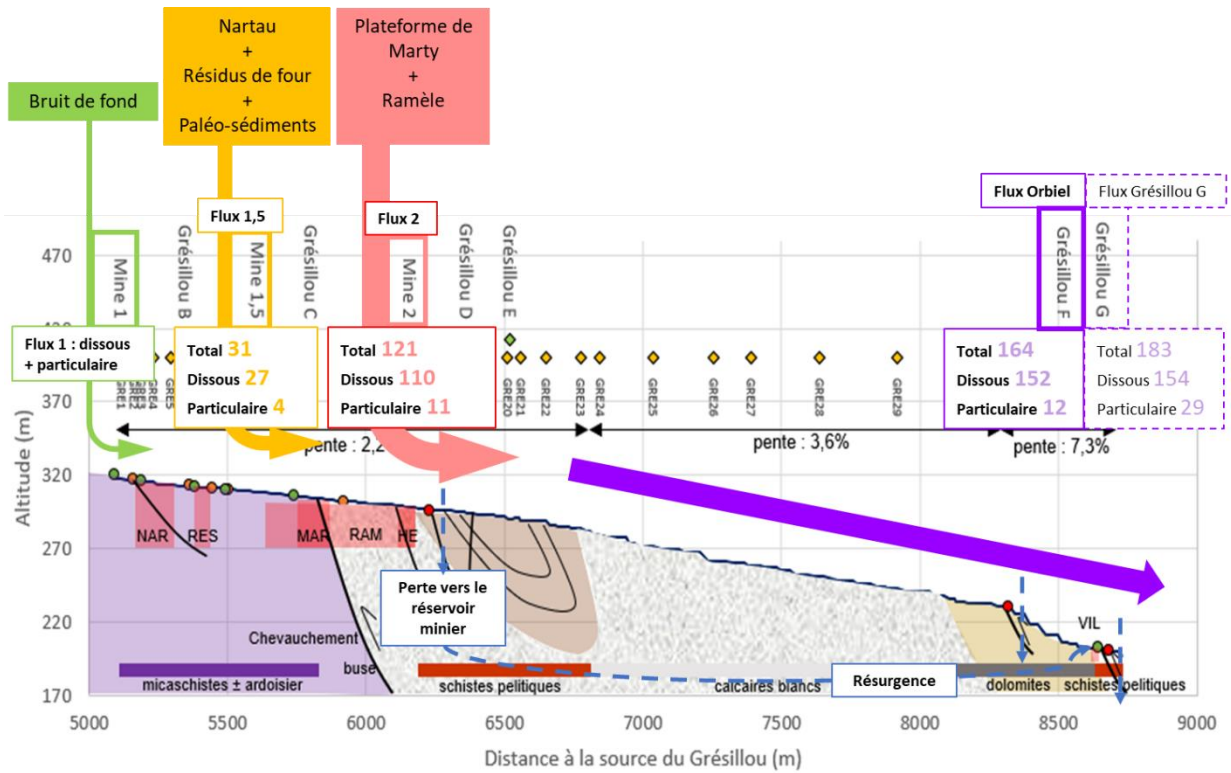


Figure 141. Quantification des flux d'As en pluies significatives en kg/an.



Afin d'évaluer l'impact de ce flux sur la qualité des eaux de l'Orbiel, la concentration théorique additionnelle apportée en arsenic dans l'Orbiel via ce flux a été approchée en se basant sur les hypothèses suivantes comme suit :

- A partir du suivi des pluies mensuelles de Minélias depuis 2010, les débits de l'Orbiel, au droit de la station Lastours 0 (en amont de la confluence avec Grésillou), ont été récupérés lors des mois où la pluie significative a été supérieure à 97 mm. En moyenne, le débit a été de 6,25 m³/s ;
- Sur la base des données du 14 mai 2020 après la crue, le flux d'As total en sortie de Grésillou G a été mesuré à 0,07 g/s ;
- La concentration additionnelle en arsenic a été obtenue en multipliant le débit de l'Orbiel par le flux sortant de la vallée du Grésillou, en Grésillou G ;

Ainsi, ayant posé ces hypothèses, lors d'un évènement pluvieux significatif, le flux d'As total provenant de la vallée du Grésillou entrainerait **une augmentation de concentration dans les eaux de l'Orbiel de l'ordre de grandeur de 11 µg/l en As total**. On rappelle que ce flux serait présent uniquement lors d'évènements pluvieux significatifs estimés à 30 jours par an. Ce calcul théorique permet de mettre en perspective un impact par de l'As total issu de la vallée du Grésillou à la fois limité dans le temps mais également dans l'intensité, la concentration additionnelle associée attendue étant de l'ordre du seuil de potabilité.

9.1.3 Flux d'As évènement exceptionnel

Par rapport à un flux de pluie significative, il est fait comme hypothèse que le flux particulière représentera la part la plus importante d'augmentation par le charriage des zones exposées à l'évènement. En effet, il n'y a pas de raison particulière pour que le flux dissous augmente davantage lors de ce type d'évènement par rapport à un évènement pluvieux significatif. L'analyse s'est donc focalisée sur une appréciation qualitative du flux particulière réalisée en fonction des secteurs d'étude (Tableau 14).

Deux critères ont été pris en compte :

- Le risque d'être exposé à une crue et donc de subir du charriage,
- Les concentrations et la mobilité des phases arséniées sur les zones exposées.



Tableau 98. Evaluation qualitative du flux particulaire des zones sources primaires et secondaires

Evènements aigus	Verses de Nartau	Bâtiments de Nartau	Zone de résidus de four	Plateforme de Marty	Verse de Ramèle	Verse annexe de Ramèle	Sédiments	Paléo-sédiments
Arrachage lors d'une crue	+ Gabions de protection en pied de verse	- Non accessible par le Grésillou	+++ Masse emportée lors de précédentes crues (2018)	+++ Masse emportée lors de précédentes crues (2018, 2020)	+++ Pied verse érodé par le Grésillou	- Non accessible par le Grésillou	+++ Sédiments emportés par le Grésillou	+++ Masse emportée lors de précédentes crues
Concentration en As des matériaux exposés	++ Maximum en pied de verse 36 256 mg/kg	++ Maximum 28 828 mg/kg	++ Maximum 14 000 mg/kg	+++ Maximum au niveau de la zone mise à nue par la crue 2020 72 000 mg/kg	++ Maximum en pied de verse 18 000 mg/kg	++ Maximum en pied de verse 27 000 mg/kg	+ Moyenne de 9 500 mg/kg pour le Grésillou	+ Maximum de 2 861 mg/kg
Scoring	3	2	5	6	5	2	4	4

Ce tableau met en évidence une appréciation du flux particulaire plus élevée pour la verse de Ramèle, la plateforme de Marty et la zone de résidus de four dans les conditions actuelles. Ces zones présentent des zones de fortes concentrations en As, sensibles à l'arrachage lors de crue. Il est à noter ensuite la contribution des sédiments et paléo-sédiments en cohérence avec les suivis des concentrations dans sédiments le long du Grésillou qui ont montré une remobilisation des sédiments impactés vers l'aval de Ramèle probablement après la crue de 2018.

Malgré sa forte pente, la verse de Nartau présente une surface relativement stable à l'érosion grâce à la présence de ferricrête et ses pieds protégés par des Gabions dans les conditions actuelles. Les flux appréciés sont présentés dans la Figure 72.

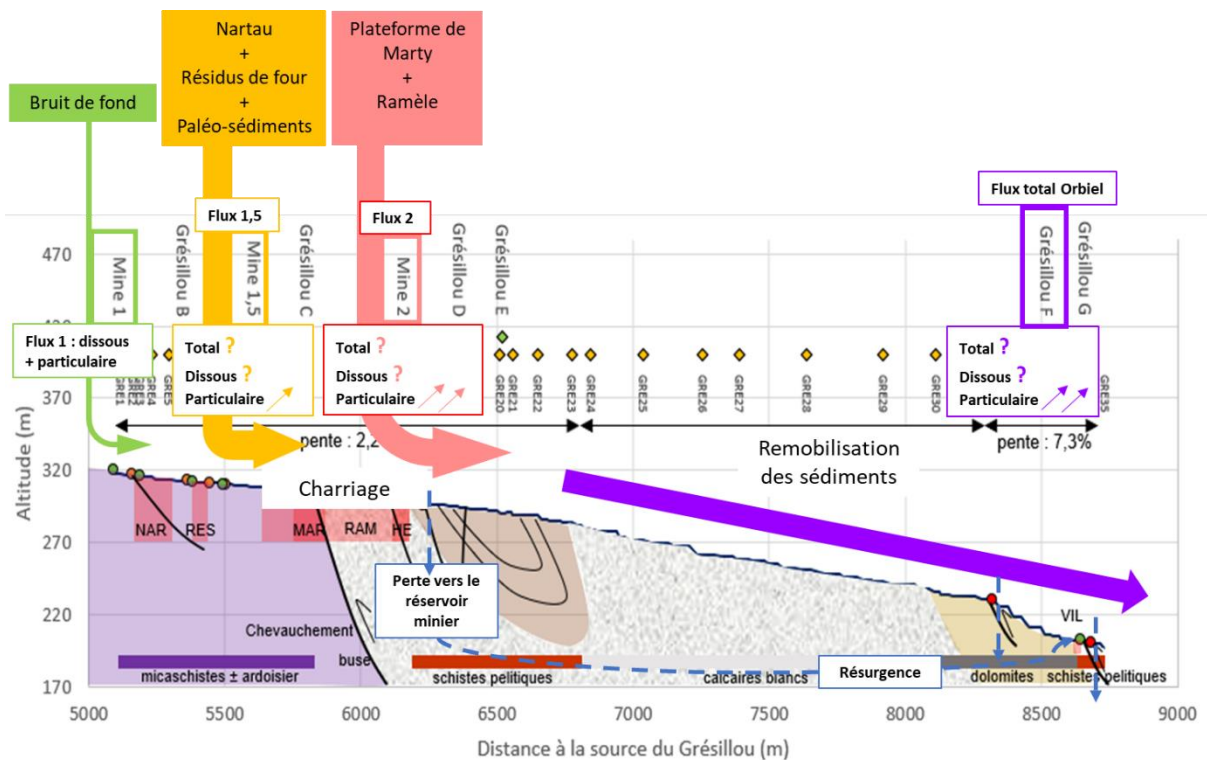


Figure 142. Qualification des flux d'As en évènement exceptionnel.

9.2 Répartition des flux par secteur d'étude

Afin de hiérarchiser les apports par secteur d'étude, un potentiel de relargage de l'As dissous potentiellement lixiviable a été calculé pour chaque secteur impacté en prenant en compte leur surface et les essais de lixiviation. Ce potentiel est basé sur de nombreuses hypothèses fortes et simplificatrices (Figure 71) :

- le potentiel de relargage est obtenu en multipliant la concentration en As en mg/kg sur éluât par une surface concernée,
- les essais de lixiviation L/S=10 ont été convertis en L/S=100 en divisant par 10 les concentrations en mg/l obtenues sur éluat. Cette hypothèse considère que la lixiviation des éléments est contrôlée par leur masse disponible plutôt que leur solubilité ce qui a été observé pour certains échantillons. Cette étape a été réalisée pour homogénéiser le jeu de données.
- pour chaque zone source, plusieurs essais de lixiviation ont été réalisés. Soit un seul résultat de lixiviation a été appliqué à une surface considérée homogène (observation macroscopiques et/ou géochimiques communes) soit plusieurs résultats ont été moyennés pour être appliqués à une surface homogène. La Figure 74 représente les zones homogènes prises en compte.
- pour une zone source, il existe plusieurs surfaces homogènes avec des potentiels relargages différents, elles ont été sommées pour fournir un potentiel de relargage par zone source,
- le calcul n'a pu être réalisé que pour les zones sources où des essais de lixiviation ont été réalisés.

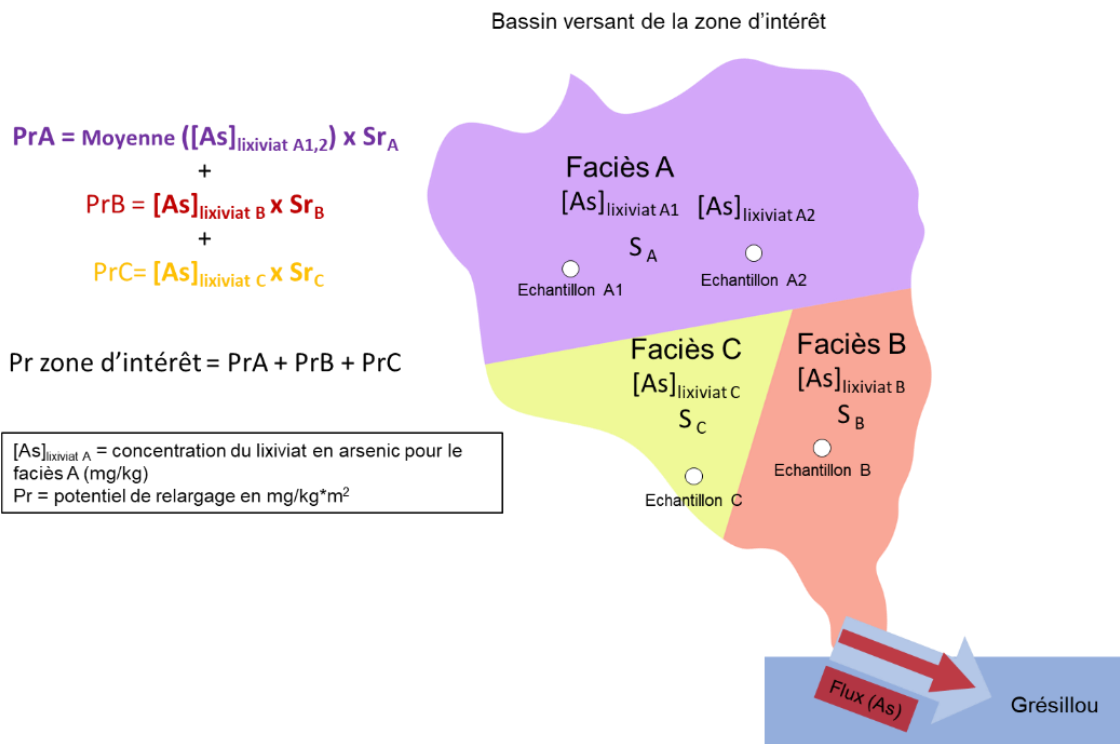


Figure 143. Schéma explicatif de l'estimation du potentiel de relargage des zones sources



Client : BRGM
Site : Mine de Nartau et Verse de Ramèle (Secteur de Salsigne)
Titre : Delimitation de faciès

Dernière modification : 23/11/21

Version : a



- Légende :**
- Délimitation surfacique
 - Zone source primaire
- Verse Ramèle**
- Arsenic (pXRF)**
- 716 - 1500
 - 1500 - 3000
 - 3000 - 5000
 - 5000 - 7500
 - 7500 - 10000
 - 10000 - 20000
 - 20000 - 40000
 - 150000 - 218034
 - impact ICF 2007
- Plateforme Marty**
- Plateforme Marty ancienne étude (Minéris)
- Arsenic (pXRF)**
- 23 - 30
 - 30 - 40
 - 40 - 100
 - 100 - 500
 - 500 - 1000
 - 1000 - 3000
 - 3000 - 6000
 - 6000 - 15000
 - 15000 - 40000
 - 40000 - 72555



Cliant : BRGM
Site : Mine de Nartau et Verse de Ramèle (Secteur de Salsigne)
Titre : Délimitation de faciès

Dernière modification : 23/11/21

Version : a

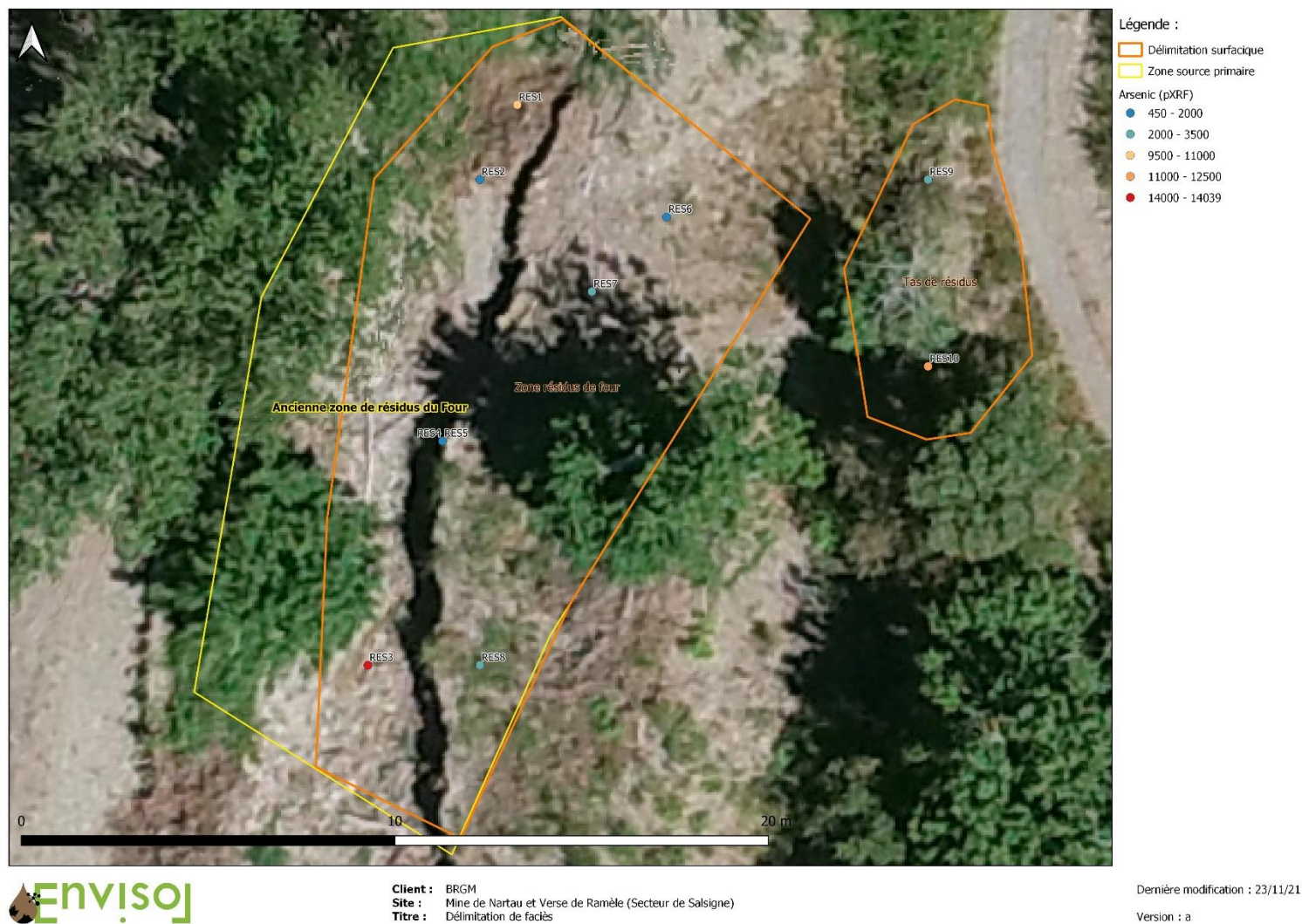


Figure 144. Surfaces considérées comme homogènes pour le calcul du potentiel de relargage



Le tableau 12 ci-dessous présente les résultats. Par ordre décroissant, l'estimatif du potentiel de relargage par lixiviation classe les zones sources comme suit : verse de Ramèle, verse de Nartau, plateforme de Marty et zone de résidus de four.

Au droit de Ramèle, on note que la zone d'impact cheminée, impactée par de l'anhydride arsénieux, montre la concentration sur éluât la plus élevée (même si la surface est minime) et donc un potentiel de relargage élevé. La quantité d'anhydride arsénieux est importante dans le calcul de flux mais reste incertaine à ce stade. Une augmentation de la zone d'anhydride arsénieux de 1 m² à 5 m² augmenterait le flux d'un facteur 1,7.

Ces comparaisons qualitatives du flux d'As dissous entre les zones sources primaires sont en cohérence avec les investigations terrain (suivi des eaux du Grésillou, suivi des eaux lors d'événement pluvieux significatifs) qui montrent les augmentations de concentration en As les plus importantes entre les stations Mine 1,5 et 2 et donc potentiellement une contribution importante des zones secteurs d'études suivant : plateforme Marty et verse Ramèle, au flux d'arsenic dans le Grésillou.

La proportion de chaque potentiel de relargage a été calculée en prenant en compte la zone entière contribuant aux flux de Mine 1,5 et Mine 2. Nartau semble contribuer à 98,8 % au flux dissous de Mine 1,5 et Ramèle à 99 % au flux dissous de Mine 2. Ces calculs de proportion se basent sur une hypothèse forte qui est que les zones caractérisées en surface constituent entièrement le flux de Mine 1,5 et Mine 2. Dans le cas de la verse de Ramèle, cette hypothèse place la contribution de l'impact cheminée à 64% du flux de Mine 2. Ce flux est très probablement majoré vis-à-vis des incertitudes restantes sur la caractérisation globale de Ramèle et les potentiels impacts qui peuvent exister en profondeur.

Il est à noter que la contribution de la verse secondaire (6%) reste relativement faible par rapport à la verse principale.



Tableau 99. Calcul du potentiel de relargage (mg/kg*m²) par zone source.

Sources primaires	Zones ciblées	Echantillons	[As] éluat (mg/kg ; L/S=10)*	[As] éluat (mg/kg ; L/S=10) par zone homogène	Surface (m ²)	Potentiel de relargage mg/kg x m ²	Potentiel de relargage mg/kg x m ² par zone source primaire	% Total par zone mine 1,5 mine 2	% Total flux vallée
Nartau	Verses secondaires	NAR21-22-24-25	4	4	96	384,0	2003,5	5,9%	1,2%
Nartau		NAR36	19	19	81	1539,0			
Nartau		NAR34	0,7	0,7	115	80,5			
Nartau	Verse principale	NAR11-12-14-15	14	9,93	3201	31796,6	31796,6	92,9%	19,0%
Nartau		NAR16-17-20	10						
Nartau		NAR1-2-3-7-8	5,8						
Nartau		NAR26-29	64	41,5	1838	76277,0			
Nartau		NAR27-30	19						
Zone de résidus de four	Zone de résidus de four	RES 3	9,4	9,4	33	310,2	408,4	1,2%	0,2%
Zone de résidus de four		RES1-4-6-8	0,61	0,61	161	98,2			

Sources primaires	Zones ciblées	Echantillons	[As] éluat (mg/kg ; L/S=10)*	[As] éluat (mg/kg ; L/S=10) par zone homogène	Surface (m ²)	Potentiel de relargage mg/kg x m ²	Potentiel de relargage mg/kg x m ² par zone source primaire	% Total par zone mine 1,5 mine 2	% Total flux vallée
Marty	Résidus sous couverture	PFM1	0,6	0,6	8	4,8	6709,1	0,2%	0,1%
Marty		PFM2	48	48	6	288,0			
Marty		MAR12	4,6	2,95	2175	6416,3			
Marty		MAR13	1,3						
Marty	Résidus surface (tas + muret)	MAR2-3	9,9	5,55	17	94,4	2191,1	0,1%	0,0%
Marty		MAR4-5	1,2						
Marty		MAR6-7-8-9-10-11-28	1,4	4,35	482	2096,7			
Marty		MAR6-7-8-9-10-11-28	7,3						
Ramèle	Impact cheminée	MAR14-15-18-19-20-21-22-24-25-26-27	2070000	2070000	1	2070000,0	2322280,0	64,4%	51,3%
		RAM4-5	140	140	1802	252280,0			
Ramèle	Pied de verse	PAL5	354	1482	611	905502,0	905502,0	25,1%	20,0%
		PAL3-4	2610						
Ramèle	Impact corps de verse	RAM6-7-10	0,14	0,14	4701	658,1	658,1	0,02%	0,0%
Ramèle	Reste de la verse	RA16-18-19	1,7	1,7	215 237	365902,9	365902,9	10,2%	8,1%



9.3 Flux de poussière : étude Evadiès et INERIS

Après l'étude, dans les chapitres précédents, des flux d'arsenic transférés par les eaux sous forme particulaire et dissoute, ce chapitre évalue les flux d'arsenic potentiellement transférés par les vents via l'analyse des données de l'étude menée par Evadiès. Dans le cadre d'une démarche d'Interprétation de l'Etat des Milieux, l'INERIS a repris ces données afin d'évaluer les risques sanitaires via l'inhalation de poussières. Il est à noter que seules les conclusions de cette évaluation sont disponibles à ce stade.

En 2020 et 2021, la société EVADIES a réalisé :

- le suivi des poussières sédimentables totales (mesures des retombées atmosphériques). Les données obtenues ont permis d'évaluer les flux de transfert via l'envol de poussière à proximité directe des sources potentielles émettrices de poussières de l'ancien district minier et industriel de Salsigne. Seules les données concernant notre secteur d'étude seront résumées ici ;
- des mesures de poussières dans l'air ambiant sur différentes communes de la vallée de l'Orbiel. Les données obtenues ont permis d'actualiser l'évaluation des risques sanitaires liés à l'inhalation des particules métalliques par l'INERIS.

9.3.1 Mesures des retombées atmosphériques

La quantification des dépôts atmosphériques a été réalisée sur les différentes sources potentielles d'émissions de poussières (Figure 75) : les anciens sites miniers et industriels de Villardonnell, Malabau, Nartau, La Caunette, Mine à Ciel Ouvert de Salsigne, site industriel de la Combe du Saut (y compris site de Montredon et de l'Artus).

4 points de prélèvement ont été placés sur le secteur l'étude : NAR-04 (en ligne de crête de la verse de Nartau), NAR-03 (en pied de verse de Ramèle, en fond de vallée du Grésillou), NAR-02 (zone des bâtiments de Nartau, NAR-01 (sur la verse de Nartau).

Deux campagnes ont été menées, à l'aide de collecteurs de précipitation selon la norme NFX 43-014, en été puis en hiver 2020 sur des périodes de 27 et 29 jours. La mesure de poussières sédimentables et l'analyse des métaux (dont l'As) ont alors été réalisées.

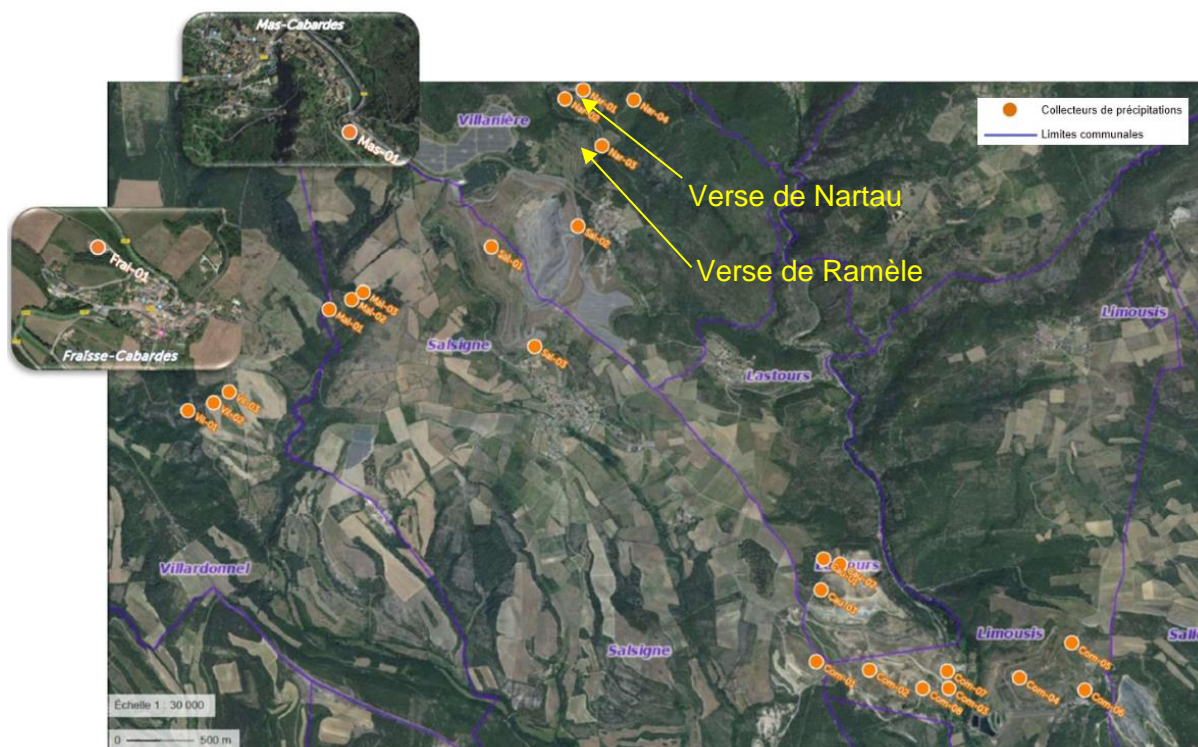


Figure 145. Localisation des sites de mesure de la qualité de l'air par EVADIES (source : Rapport 7020 v3.0 EVADIES)

En hiver et en été, ce sont les points situés à proximité immédiate de la verse de Nartau : Nar-02 (23 -29,5 $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{j}$) et au droit de la verse de Nartau : Nar-01 (231,1 – 213,8 $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{j}$) qui ont révélé les teneurs en As les plus élevées et supérieures à la valeur indicatrice (réglementation Allemande et Suisse) de 4 $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{j}$. Les teneurs décroissent rapidement puisqu'à quelques centaines de mètres les points Nar-03 (2,4 – 4,6 $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{j}$) et Nar-04 (0,4 – 0,8 $\mu\text{g}/\text{m}^2/\text{j}$) présentent des teneurs en-dessous ou proche de la valeur indicatrice. Ainsi, au regard d'un empoussièrément équivalent sur les quatre stations autour de Nartau (compris entre 50 et 22 $\text{mg}/\text{m}^2/\text{j}$), c'est la diminution de la charge en arsenic qui explique des dépôts d'arsenic très localisés et circonscrits à quelques centaines de mètres autour de la verse.

Le suivi des retombées atmosphériques montre donc que le transfert d'As via l'envol de poussière existe au droit de la verse de Nartau, de manière très localisée c'est à dire à moins de quelques centaines de mètres de la verse. Ces poussières peuvent ponctuellement être en contact avec les cibles recensées ponctuellement sur le site (voir chapitre 3.4). Néanmoins, les poussières ne sont donc pas transportées hors du bassin versant du Grésillou vers les cibles hors du secteur d'étude. Certaines poussières peuvent être lessivées par les pluies et rejoindre le Grésillou expliquant la présence d'un flux particulière dans le Grésillou.

9.3.2 Mesures de poussières dans l'air ambiant

La quantification des poussières dans l'air ambiant a été réalisée au droit de 16 stations (dont 8 déjà étudié par l'INERIS en 2006) (Figure 76). La station 15 « Le Cammazou » est la plus proche de Nartau située à environ 500 m de la verse Nartau, sous vents SO et NE.

Trois campagnes ont été menées en été, en automne et en hiver 2020, basées sur des prélèvements de PM10 (poussières fines de diamètre inférieur à 10 µm de l'anglais Particule Matter) par préleveurs séquentiels (fréquence hebdomadaire), des prélèvements de TSP (Particules Totales en Suspension), PM10 et PM2.5 par micro-préleveurs (fréquence bimensuelle) sur Lastours, Villanière, Cammazou uniquement et un suivi en continu des concentrations en PM10 dans l'air ambiant par micro-capteurs lors de la première campagne estivale uniquement, sur Ilhes-Cabardès, Villanière et Limousis. La mesure des TSP, des poussières fines PM10, des poussières fines PM2.5 (particules dont le diamètre est inférieur à 2,5 µm) et l'analyse des métaux (dont l'As) ont été réalisées.

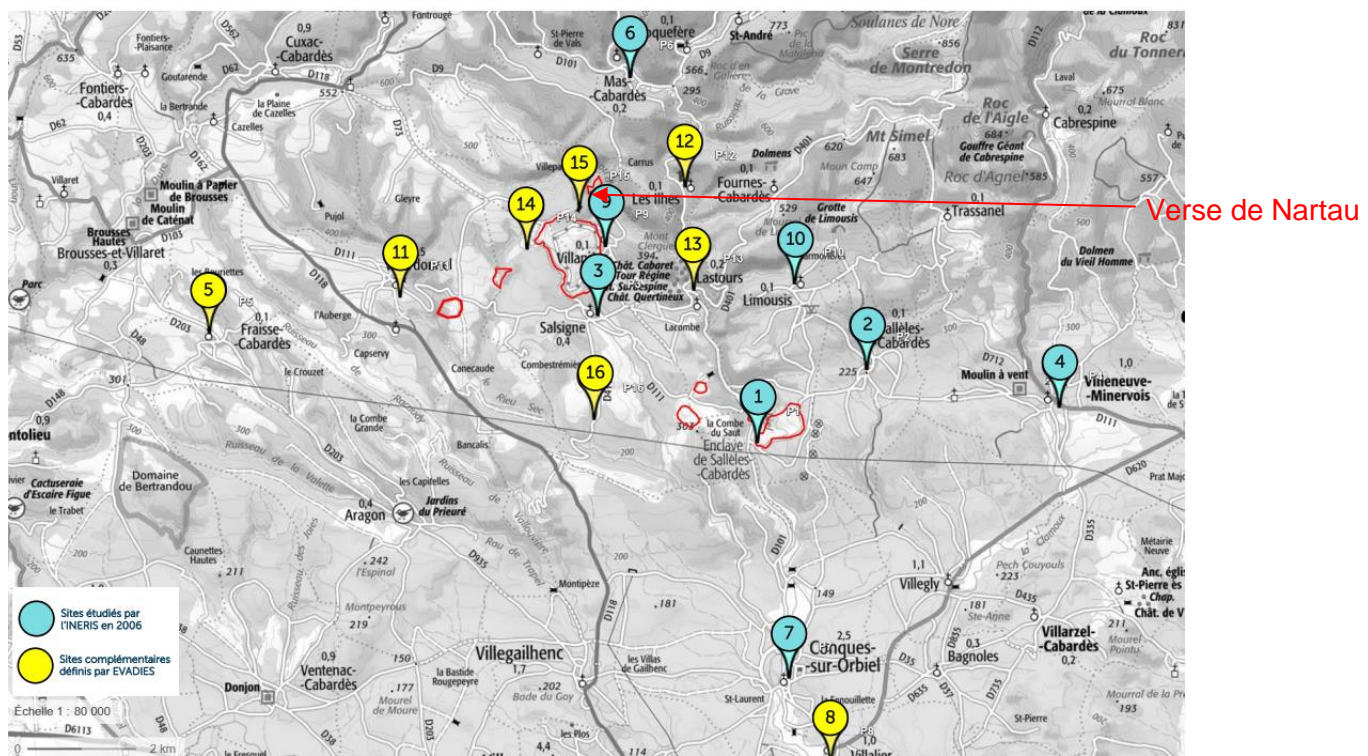


Figure 146. Localisation des sites de mesure de la qualité de l'air par EVADIES (source : Rapport 0321 EVADIES)

Les trois types de prélèvement mettent en évidence un faible taux d'empoussièremement de la zone de d'étude. Les concentrations en PM10 peuvent être considérées comme faibles eu égard aux critères nationaux de la qualité de l'air qui définissent un objectif de qualité fixé à 30 µg/m³ en moyenne annuelle (moyenne de 8 µg/m³ pour Cammazou, la plus proche de Nartau). Les concentrations en PM2.5 sont également inférieures à l'objectif de qualité fixé 10 µg/m³ en moyenne annuelle (moyenne de 6 µg/m³ pour Cammazou, la plus proche de Nartau).

Les concentrations moyennes en As dans les PM10 sur les différentes stations varient de 0,19 ng/m³ à 1,01 ng/m³ (0,26 ng/m³ pour Cammazou, la plus proche de Nartau), en dessous de la valeur réglementaire dans l'air ambiant (6 ng/m³ valeurs cibles en moyenne). Les concentrations en As observées dans les TSP, PM10 et PM2.5 sont du même ordre de grandeur.



Les mesures journalières confirment les résultats et montrent des concentrations en PM10 inférieures aux critères nationaux de la qualité de l'air et ne traduisent pas d'anomalie sur les trois stations de mesures instrumentées dont la plus proche de Nartau, la station Villanière, positionnée à environ 1,5 km au SE sous les vents dominants Ouest.

9.3.3 Etude de risque INERIS (En cours de finalisation)

Sur la base des mesures réalisées par EVADIES, précédemment décrites, l'INERIS a réalisé une actualisation de l'évaluation des risques sanitaires liés à l'inhalation des poussières dans la vallée de l'Orbiel.

Ces résultats confirment l'occurrence de risques sanitaires acceptables pour les adultes et les enfants résidents, concernés par une exposition par inhalation de poussières. L'interprétation de l'Etat des Milieux (IEM) réalisée par l'INERIS montre par ailleurs que la qualité de l'air de la vallée est conforme à la réglementation concernant les métaux analysés et est compatible avec les usages d'habitation pour l'ensemble des résidents concernés.

10 HIERARCHISATION DES ZONES D'INTERET PRIMAIRES

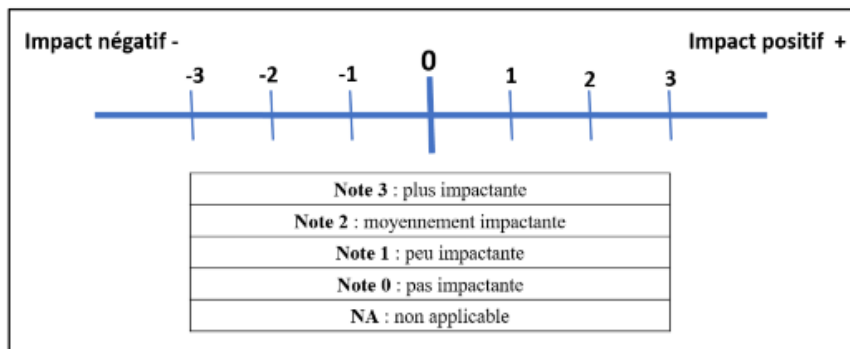
6 zones d'intérêts primaires ont été mises en évidence dans cette étude : verses de Nartau, bâtiments de Nartau, zone de résidus de four, plateforme Marty, verse de Ramèle et la verse annexe de Ramèle.

Ces zones d'intérêt se distinguent de part leurs secteurs et leurs caractéristiques lithologiques, minéralogies, géochimiques et hydrogéologiques. L'étude s'est attachée à appréhender de manière semi-quantitative les potentiels flux de polluants de ces sources primaires vers les sources secondaires (eaux superficielles du Grésillou, sédiments, paléo-sédiments) puis les cibles. Pour cela, il a été réalisé au sein des zones d'intérêt, une cartographie des impacts en polluants et l'identification des faciès d'un point de vue minéralogique, granulochimique et mobilité des éléments.

Afin de hiérarchiser les zones d'intérêts primaires en fonction de leur potentiel impact (flux), elles ont été comparées et scorées selon plusieurs critères. Les critères sont expliqués dans le tableau ci-dessous. Ce scoring de hiérarchisation constitue un outil d'aide à la décision permettant de hiérarchiser les sources devant être étudiées au sein du plan de gestion.

Le scoring a été réalisé de la manière suivante :

- une note entre -3 et 3 est attribuée selon l'impact de la zone d'intérêt vis à vis de ce critère, le 0 constituant une note neutre :



- une pondération majorante de 6 a été attribuée aux critères « caractérisation des transferts et flux », prépondérants dans l'évaluation de l'impact des zones d'intérêt.

Tableau 100. Critères de hiérarchisation des zones d'intérêt primaires

Critères	Explications
Caractérisation des zones d'intérêts primaires	
Concentrations	Identification des concentrations en As rencontrés sur la zone sur la base des mesures réalisées en surface. Comparaison des concentrations maximales rencontrées sur le site.
Volume	Volume concerné estimé par les zones sources. Les volumes sont basés sur les surfaces impactées observées, définies sous SIG. A ce stade de l'étude, les profondeurs impactées sont hypothétiques.
Polluants/toxicité/mobilité	Identification des phases minéralogiques et de la spéciation des polluants. Impact sur la toxicité et la mobilité des polluants.
Stabilité	Données disponibles sur la stabilité (pente, présence de galerie, zone d'érosion etc..).
Mesures de gestion en place	Mesures de gestion déjà engagées sur la zone
Contribution au flux de l'Orbiel	Basée sur l'estimation des flux vers l'Orbiel et la contribution estimée de chaque zone.



Tableau 101. Tableau de scoring pour la hiérarchisation des zones d'intérêt

		Concentration	Justificatif	Volume	Justificatif	Polluants/toxicité/mobilité	Justificatif	Stabilité	Justificatif	Mesures de gestion en place	Justificatif	Contribution au flux d'Orbiel	Justificatif	
Pondération		1	Hypothèse globale: l'ensemble des mesures a été réalisée en surface, aucune caractérisation en profondeur n'a été réalisée	1	Les volumes ont été estimés à partir d'hypothèses.	1		1		1		6	On rappelle que les flux sont calculés à partir d'hypothèses très fortes et simplificatrices. Ils sont réalisés dans un but qualitatif pour hiérarchiser les zones d'intérêt primaires et appréhender les effets de mesures de gestion sur le flux vers l'Orbiel	Somme pondérée
Nartau	Verse principale Verses secondaires	-3	Teneurs élevées en As (med=26573 mg/kg, max = 301228 mg/kg)	-2	Volume important estimé à 11 900 m3 (verse principale : 7300 m2 X 1,3 m verse secondaire : 1900 m2 x 1,3 m)	-1	Majoritairement présence de scorodite (arsenic V) stable et moins toxique	-1	Réseaux de drainage via les galeries Risque de Ravinement localisé Stabilisation dans le temps	3	Protection du pied de verse fait en gabion	-1	Contribution au flux vers l'Orbiel de 20% à l'échelle de la vallée en période de pluie significative	-10
	Bâtiments de Nartau	-2	Teneurs élevées en As (med=6648 mg/kg, max = 25828 mg/kg)	0	Non estimée	-1	Présence de scorodite, sulfures oxydés (arsenic V) stable et moins toxique	0	Situé en haut de BV donc faible impluvium, bcp de végétation entre la source et Grésillou.	3	Protection du pied de verse fait en gabion	0	Contribution au flux vers l'Orbiel non estimée, jugée non significative	0
Zone de résidus de four		-1	Teneurs élevées en As (med=2745 mg/kg, max = 14039 mg/kg)	-1	Volume restant en zone inondable de 300 m3 (240 m2 x 1,25 m)	-1	Présence de scorodite et sulfures oxydés (arsenic V) stable et moins toxique	-3	Situé dans le lit majeur du Grésillou	1	Zone en partie excavée et déplacée sur la plateforme de Marty mais les teneurs résiduelles élevées	-0,5	Contribution au flux vers l'Orbiel de 0,2% à l'échelle de la vallée en période de pluie significative Contribution au flux vers l'Orbiel supposée élevée lors des événements exceptionnels (crues)	-8
Plateforme de Marty		-2	Teneurs élevées en As (med=1646 mg/kg, max = 72555 mg/kg)	-1	Volume estimé à 4000 m3 (2000 m2 x 2 m)	-1	Présence de sulfates, sulfures et scorodite (arsenic V) stable et moins toxique	-3	En partie submergé par le Grésillou lors de forte crue entraînant un charriage des matériaux, situé à l'exutoire dans grand BV	1	Recouvrement avec des matériaux non impactés sur une partie de la zone	-0,5	Contribution au flux vers l'Orbiel de 0,1% à l'échelle de la vallée en période de pluie significative Contribution au flux vers l'Orbiel supposée lors des événements exceptionnels (crues)	-9
Ramèle	Verse de Ramèle	-3	Teneurs élevées en As (med=1919 mg/kg, max = 472158 mg/kg) et Pb (med=45 mg/kg, max = 19257 mg/kg), incertitude sur la potentielle hétérogénéité au sein de la verse et sur l'ancienne usine de Villanière non investiguée	-3	Volume de l'ensemble de la verse estimé à 5 320 000 m3 (162 000 m2 X 32 m en moyenne)	-3	46 % d'anhydride arsénieux (arsenic III) fortement mobilisable et fortement toxique. Rencontré au droit de la zone d'impact cheminée et ponctuellement sur le corps de verse.	-1	Réseaux de drainage via les galeries Effondrement localisé en 2018	0	Aucune mesures de gestion	-3	Contribution au flux vers l'Orbiel de 80% à l'échelle de la vallée en pluie significative Contribution au flux vers l'Orbiel supposée lors des événements exceptionnels (crues) car pied de verse accessible	-28
	Verse annexe de Ramèle	-2	Teneurs élevées en As (med=8951 mg/kg, max = 27478 mg/kg)	0	Volume estimé à 150 m3 (100 m2 x 1,5 m)	-2	roches minéralisées riches en sulfures oxydés/sulfates	0	Faible impluvium Présence de végétation	0	Aucune mesures de gestion	0	Contribution au flux vers l'Orbiel non estimée, jugée non significative	-4



Le tableau de scoring met en évidence :

- une hiérarchisation des zones d'intérêt classées du plus impactant au moins impactant comme suit : verse principale de Ramèle, Nartau, plateforme de Marty et la zone de résidus de four ;
- la verse annexe de Ramèle et les bâtiments de Nartau avec une notation proche de 0 sont jugés peu significatives au vu des enjeux en terme de flux et des caractéristiques des autres zones d'intérêt ;
- les points discriminants pour la verse principale de Ramèle sont : la présence d'As fortement mobilisable et toxique, un volume significativement plus importante par rapport aux autres zones d'intérêt et sa contribution au flux en direction de l'Orbiel (en période de pluie significative) de 80%.

L'étude a également mis en évidence des stocks d'arsenic potentiellement non négligeables dans les sédiments et paléo-sédiments (sources secondaires) et facilement remobilisables dans le Grésillou constituant la voie de transfert principale vers l'aval.

Au total, 5 sources primaires et secondaires les plus significatives ont été retenues pour l'étude technico économique, à savoir : la verse principale de Ramèle, la verse principale et verses secondaires de Nartau, plateforme Marty, la zone de résidus de four et les sédiments/paléo-sédiments du Grésillou.

Cette hiérarchisation constitue un outil d'aide à la décision pour l'établissement de l'étude technico-économique.

11 ELABORATION DU SCHEMA CONCEPTUEL (SITUATION ACTUELLE)

Le schéma conceptuel a été mis à jour avec les résultats et leur interprétation des investigations réalisées dans cette présente étude.

On rappelle que les sources de pollution, milieux de transfert et cibles sont présentés pour l'usage actuel dans les paragraphes ci-dessous.

11.1 Sources

Les sources de pollution potentielles caractérisées lors des investigations, sont présentées dans le tableau en pages suivantes.

Tableau 102. Listing des 7 zones sources potentielles

Secteurs de Nartau	Caractéristiques principales
Verse principale et verses secondaires de Nartau	Concentration maximale en As de 301 g/kg Volume important estimé à 11 900 m ³ Solubilité As limitée



	<p>Verse globalement stable avec ravinements qui ont déjà emporté quelques dizaines de tonnes</p> <p>Contribution au flux vers l'Orbiel de 20% à l'échelle de la vallée en période de pluie significative</p>
Bâtiments de Nartau	<p>Concentrations maximales en As de 25 g/kg</p> <p>Présence de zone d'écoulements préférentiels au niveau de la piste d'accès menant aux verses de Nartau</p> <p>Contribution au flux vers l'Orbiel non estimée, jugée non significative</p>
Zone de résidus de four	<p>Concentration maximale en As de 14 g/kg</p> <p>Volume restant en zone inondable de 300 m³</p> <p>Solubilité As limitée</p> <p>Zone située dans le lit mineur du Grésillou, impactée durant la crue d'octobre 2018</p> <p>Contribution au flux vers l'Orbiel de 0,2% à l'échelle de la vallée en période de pluie significative</p>
Plateforme Marty	<p>Concentration maximale en As de 72 g/kg</p> <p>Volume estimé (selon hypothèse) à 4000 m³</p> <p>Solubilité As limitée</p> <p>Plateforme située en bordure de Grésillou, impactée durant la crue d'octobre 2018</p> <p>Contribution au flux vers l'Orbiel de 0,1% à l'échelle de la vallée en période de pluie significative</p>
Secteur de Ramèle	
Verse de Ramèle	<p>Concentration maximale en As de 472 g/kg (la plus élevée de la vallée)</p> <p>Volume de l'ensemble de la verse estimé à 5 320 000 m³</p> <p>Présence d'As fortement mobilisable</p> <p>Verse globalement stable dont la répartition des matériaux pollués semble être hétérogène</p> <p>Présence de circulations des eaux de ruissèlement, d'eaux de sub-surface et souterraines vers le Grésillou</p> <p>Contribution au flux vers l'Orbiel de 80% à l'échelle de la vallée en pluie significative</p>
Verse annexe de Ramèle	<p>Concentration maximale en As de 27 g/kg</p> <p>Volume estimé à 150 m³</p> <p>Contribution au flux vers l'Orbiel non estimée, jugée non significative</p>
Secteur de la vallée du Grésillou	



Sédiments et paléo-sédiments du Grésillou	Concentration maximale de 3 g/kg Masse remobilisable non estimée et en constante évolution selon les évènements de crue du cours d'eau Contribution au flux vers l'Orbiel supposée lors des évènements exceptionnels (crues)
---	--

11.2 Voies de transfert

Les voies de transfert (matérialisées par des flèches dans le schéma conceptuel) représentent les voies de migration des substances dans les différents milieux considérés (transfert potentiel par envol de poussières, transfert via un dégazage des sols et/ou des eaux souterraines...).

A ce stade de l'étude, les voies de transfert retenues sont :

- Transfert de composés via les eaux de ruissellement et/ou d'infiltration vers les eaux de surface du ruisseau du Grésillou ;

Les études de caractérisation des sources ont mis en évidence l'existence de transferts d'arsenic vers les eaux du Grésillou puis jusqu'à l'aval du secteur d'étude (Orbiel) notamment par l'estimation des flux d'arsenic. Il a ainsi été estimé un flux d'arsenic des sources vers le Grésillou existant sur une majorité de l'année, environ 240 jours, dont une période d'écoulement du Grésillou jusqu'à l'Orbiel de 30 jours, et qui est sec le reste de l'année.

Le flux est principalement dissous pendant les périodes d'écoulement chroniques (absence de pluie et pluies faibles) et pendant les périodes d'écoulement lors de pluies significatives (pluies ≥ 100 mm en 3 à 4 jours). Des phénomènes d'écoulements de sub-surface au sein des versants, à l'origine de suintements vers le Grésillou, expliquent probablement une partie de ce flux dissous régulier. Ce flux est largement porté par Ramèle qui représente 80% du flux d'As vers l'aval du secteur d'étude, suivi par Nartau représentant 20%.

Lors d'évènements climatiques exceptionnels de type crue, des flux particuliers supérieurs à ceux de la situation chronique ont été supposés, par l'observation de zones charriées lors des crues de 2018 et 2020 et au travers de la présence de sédiments impactés dans le lit du Grésillou qui ont été identifiés jusqu'à l'aval du secteur d'étude au niveau de la confluence avec l'Orbiel attestant ainsi d'un transit vers l'aval d'un flux particulière significatif. Le pied de versant de Ramèle, la zone de résidus de four et la plateforme Marty sont les zones les plus exposées au charriage.

- Transfert de composés via l'envol de poussières issues de surfaces non recouvertes (Verse de Nartau).

Cette voie de transfert potentielle apparaît toutefois mineure compte tenu des résultats obtenus dans le cadre de l'étude poussières. Un envol de poussières existe au droit de la verse de Nartau, mais de manière très localisée, c'est à dire à moins de quelques centaines de mètres de la verse. Ces poussières peuvent être en contact avec les cibles recensées ponctuellement sur le site.

- Transfert de composés vers le gibier.

Cette voie de transfert potentielle théorique existe du fait de l'accès aux sources par le gibier.



Les voies de transfert non retenus sont :

- « Transfert de composés présents dans les sols vers les végétaux cultivés pour l'alimentation humaine » en raison de l'absence de jardins potagers et de surfaces agricoles cultivées au niveau de la vallée de Grésillou.
- « Transfert potentiel de composés des sols vers les eaux souterraines » : Le transfert des composés des sols vers les eaux souterraines est possible soit par infiltration notamment au niveau de la verse de Ramèle soit via les pertes du Grésillou. Toutefois, les écoulements de sub-surface peuvent rejoindre le Grésillou et sont ainsi considérés dans les transferts depuis la verse de Ramèle vers le Grésillou. Ils peuvent également rejoindre le réservoir de la mine et la problématique des flux souterrains se confond alors avec celle du secteur de la mine n'appartenant plus au bassin versant du Grésillou, objet de la présente étude ;

« Transfert via le dégazage de composés volatils depuis les sols et/ou les eaux souterraines » en l'absence de substances volatiles.

11.3 Cibles

Les cibles potentielles (adultes et plus ponctuellement enfants) au niveau de la vallée du Grésillou (secteur d'étude) sont constituées des travailleurs ponctuels, du garde forestier et de chasseurs,

Les secteurs de Ramèle et Nartau sont interdits d'accès par panneautage. Néanmoins, des promeneurs et des pêcheurs peuvent être ponctuellement rencontrés.

11.4 Voies d'exposition retenues

Le tableau ci-dessous présente les voies d'exposition retenues ou non à ce stade des investigations. La détermination des voies d'exposition prédominantes permet d'orienter le choix de mesures de gestion dans un objectif de réduction des flux d'As vers les enjeux et de formuler des recommandations pour d'éventuelles phases ultérieures.

Voies d'exposition potentielle pour les adultes et les enfants	Commentaires	Retenue oui/non
Ingestion de sols de surface	<u>Au droit du secteur d'étude</u> : les secteurs de Ramèle et Nartau sont interdits d'accès par arrêtés municipaux des 19 juin 2019 et 13 février 2020 (panneautage). Concernant les cibles autorisées (suivi des verses) les modalités de prévention (port de masque, lavage des main) permettent d'écarter cette voie d'exposition.	Non
Inhalation de poussières	Voie d'exposition très localisée : à moins de quelques centaines de mètres de la verse de Nartau et interdiction d'accès à la zone. Protection des travailleurs susceptibles d'intervenir sur place.	Non
Ingestion de gibier issu de la chasse	Chasse autorisée mais voie non retenue car en cours de gestion (conventions)	Non
Ingestion indirecte de végétaux aériens	<u>Au droit du secteur d'étude</u> : absence de cultures potagères ou fruitières au droit de la zone d'étude.	Non



et/ou racinaires autoproduits		
Inhalation de composés volatils issus du sol ou des eaux souterraines dans l'air ambiant	Absence de composés volatils	Non
Contact cutané avec les sols de surface	<u>Au droit du secteur d'étude</u> : les secteurs de Ramèle et Nartau sont interdits d'accès par arrêtés municipaux des 19 juin 2019 et 13 février 2020 (panneautage). Concernant les cibles autorisées (suivi des vers) les modalités de prévention (port de tenue de travail) permettent d'écartier cette voie d'exposition.	Non

L'analyse du recensement des voies de transfert puis d'exposition conduit à mettre en avant la voie de transfert via les eaux du Grésillou en direction de l'aval (Orbiel). En effet, l'ensemble des voies d'exposition potentielles ont été écartées pour la vallée du Grésillou au regard des études menées (poussières), des restrictions d'usages existantes (contact et ingestion de sols, pêche) et de conventions à venir (chasse). La gestion spécifique de la voie de transfert (réduction des flux) permettra ainsi une réduction des impacts en aval (vallée de l'Orbiel).

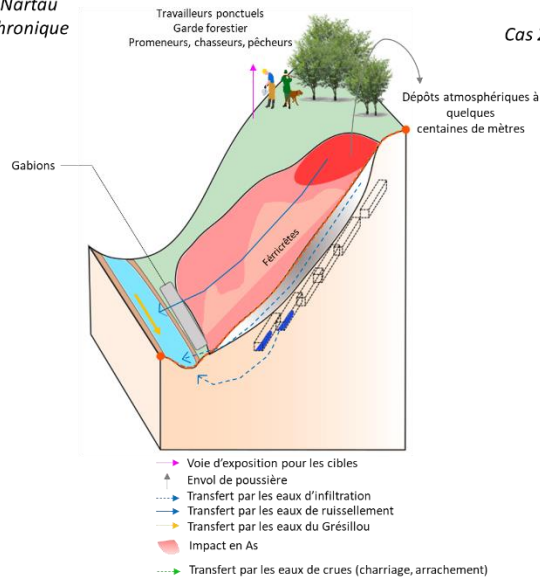
11.5 Application à chaque zone source retenue

Des schémas conceptuels ont été établis pour les zones sources primaires retenues : Ramèle, Nartau, plateforme Marty et zone de résidus de four (Figures 77, 78, 79 et 80). Les schémas conceptuels à l'échelle de la vallée sont abordés dans le chapitre suivant.

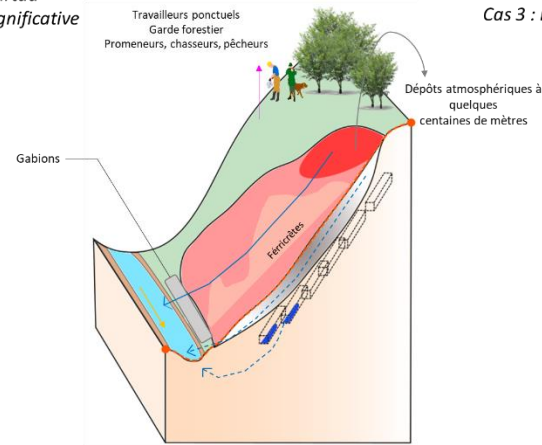
Ces schémas conceptuels sont de types SVC (Sources / Vecteurs / Cibles) et permettent de visualiser le fonctionnement de chaque zone source lors des périodes des 3 flux différenciés présentés *supra*.



Site de Nartau
Cas 1 : Chronique



Site de Nartau
Cas 2 : Pluie significative



Site de Nartau
Cas 3 : Evènement exceptionnel

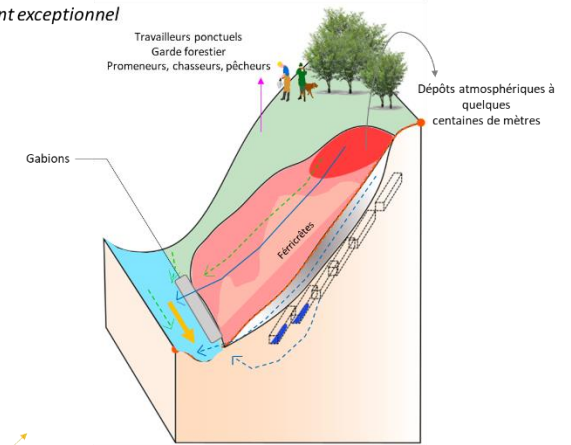
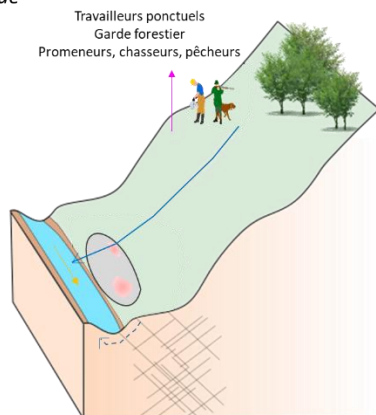


Figure 147. Schémas conceptuels de la verse de Nartau (ENVISOL)

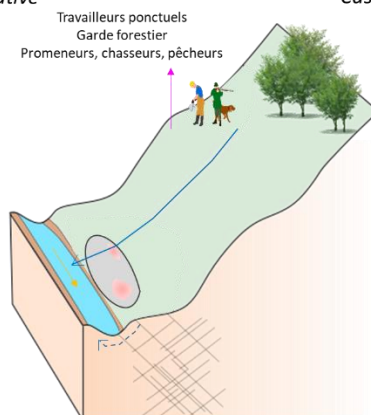
Ces schémas conceptuels mettent en avant un transfert par ruissellement et via les eaux d'infiltrations de subsurface en direction des eaux du Grésillou. La proportion de l'As particulaire est minoritaire mais est supposée augmenter lors d'évènements météorologiques exceptionnels (hypothèse non quantifiée). La présence des Gabions en pied de verse permet d'éviter tout phénomène de charriage lors d'épisodes de crue. La seconde voie de transfert concerne l'envol de poussières, la verse n'étant pas recouverte. Cette voie est peu significative et limitée à quelques centaines de mètres au regard des conclusions des études réalisées. Enfin, il est à noter qu'au regard de la topographie de la verse principale, celle-ci est difficilement accessible aux promeneurs.



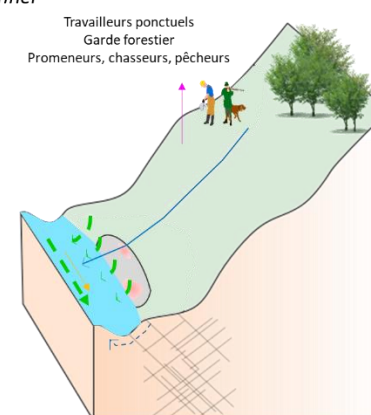
Zone de résidus de four
Cas 1 : Chronique



Zone de résidus de four
Cas 2 : Pluie significative



Zone de résidus de four
Cas 3 : Evènement exceptionnel



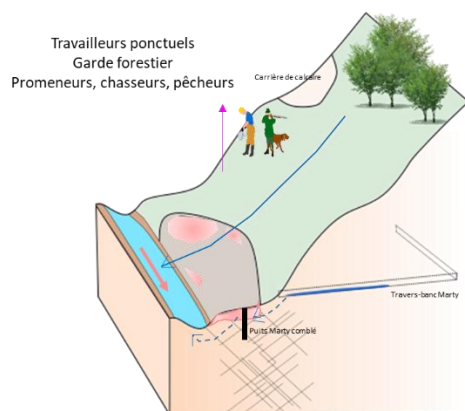
- Voie d'exposition pour les cibles
- Transfert par les eaux d'infiltration
- Transfert par les eaux de ruissellement
- Transfert par les eaux du Grésillou
- Impact en As
- Transfert par les eaux de crues (charriage, arrachement)

Figure 148. Schéma conceptuel de la zone de résidus de four (ENVISOL)

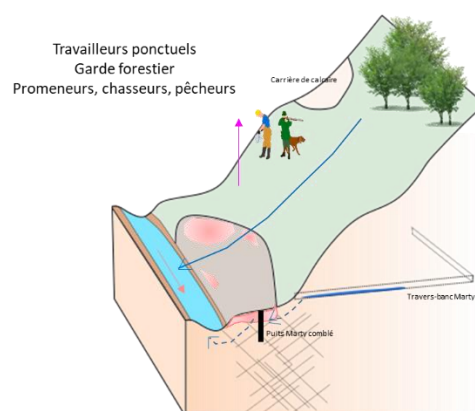
Ces schémas conceptuels mettent en avant un transfert par ruissellement et via les eaux d'infiltrations de subsurface en direction des eaux du Grésillou et par charriage lors d'évènements de crue. Toutefois, il est à rappeler que le volume de résidus est faible (estimé à 300 m³) et la contribution estimée de cette zone, au flux du secteur Nartau, serait faible (1,2%). Les proportions d'As dissous et particulaire sont donc les mêmes que pour la verse de Nartau en dehors de périodes associées à des événements exceptionnels (crues) durant lesquelles des résidus sont emportés par les eaux du Grésillou.



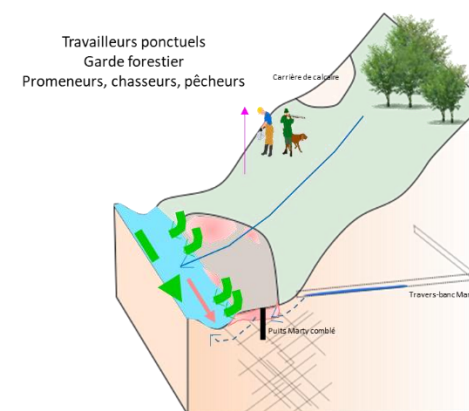
Plateforme Marty
Cas 1 : Chronique



Plateforme Marty
Cas 2 : Pluie significative



Plateforme Marty
Cas 3 : Evènement exceptionnel



- > Voie d'exposition pour les cibles
- > Transfert par les eaux d'infiltration
- > Transfert par les eaux de ruissellement
- > Transfert par les eaux du Grésillou
- Impact en As identifié en surface
- > Transfert par les eaux de crues (charriage, arrachement)

Figure 149. Schéma conceptuel de la Plateforme Marty (ENVISOL)

Ces schémas conceptuels mettent en avant un transfert par ruissellement et via les eaux d'infiltrations de subsurface ainsi qu'au sein de la galerie Travers-banc Marty en direction des eaux du Grésillou. La contribution estimée de cette zone, au flux du secteur Ramèle, serait faible (0,3%). La proportion de l'As particulaire est minoritaire mais tend à augmenter lors d'épisodes pluvieux et plus fortement lors d'évènements météorologiques exceptionnels en raison de la situation en zone inondable de la partie basse de la plateforme (hypothèse non quantifiée).

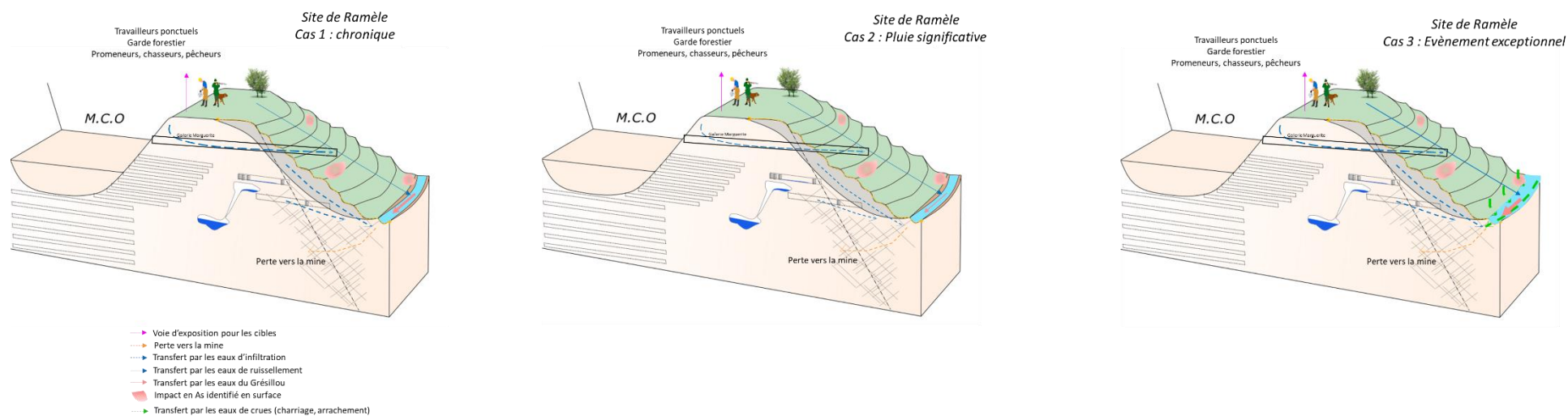


Figure 150. Schéma conceptuel de la verse de Ramèle (ENVISOL)

Ces schémas conceptuels mettent en avant un transfert par ruissellement et via les eaux d'infiltrations de subsurface et les galeries en direction des eaux du Grésillou ainsi qu'en direction du réservoir minier. La proportion de l'As particulière est minoritaire mais tend à augmenter lors d'épisodes pluvieux et plus fortement lors d'évènements météorologiques exceptionnels en raison de la situation en zone inondable de la partie basse de la verse (hypothèse non quantifiée).



L'ensemble des informations collectées relatives à l'historique et au contexte environnemental (modèle de fonctionnement hydrogéologique notamment) ainsi que les données issues des investigations passées et acquises lors de la présente étude ont permis de caractériser les zones sources et d'appréhender, sous forme de flux d'As quantifiées ou qualifiées, les transferts vers le Grésillou. Une hiérarchisation des zones sources a alors été réalisée afin de cibler et proportionner les mesures de gestion dans l'atteinte de l'objectif visé, à savoir une diminution du flux d'As vers le Grésillou.

A l'issue de cette étude, il persiste des incertitudes et des imprécisions notamment sur le dimensionnement des zones sources. L'appréciation des volumes associés à chaque zone source sera basée sur des hypothèses réalistes et basées sur les informations disponibles. Dans le cadre de la tâche 4, des investigations complémentaires seront proposées afin lever les éléments de faisabilité et diminuer les incertitudes dans un objectif de consolidation des mesures proposées.



ANNEXES

Annexe 1. Rapport des protocoles d'investigations d'ENVISOL

Annexe 2. Modalités d'utilisation du spectromètre portable de fluorescence X (pXRF)

Annexe 3. Bordereaux d'analyses laboratoire

Annexe 4. Cartographie du Grésillou et de ses sédiments



Annexe 1. Rapport des protocoles d'investigations d'ENVISOL

Notre Solution

Procédure
Echantillonnage des sédiments
et des eaux de surface
Mesures de débits



ENVISOL
Conseil & Ingénierie

Sites et Sols Pollués

Référence : P52_PJ_V2
Date : 28/01/2020

www.envisol.fr



FICHE ADMINISTRATIVE





Siège social

2-4 rue Hector Berlioz
38 110 LA TOUR DU PIN
Tel : 04 74 83 62 16
Fax : 04 74 33 97 83
SIRET : 512 308 321 00052



L'équipe rédactrice :

Rédacteur	Chef de projet
Pauline JURCZAK Mail : p.jurczak@envisol.fr Tel : 04 74 83 62 16	Emmanuelle Devaux Mail : @envisol.fr Tel : 04 74 83 62 16
	



Référentiels :



SITES ET SOLS POLLUÉS **SITES ET SOLS POLLUÉS**
NF X 31-620-2 **NF X 31-620-3**
ÉTUDES, ASSISTANCE **INGÉNIERIE DES TRAVAUX**
ET CONTRÔLE **DE RÉHABILITATION**

Certification de service des prestataires
dans le domaine des sites et sols
pollués – Domaines A et B - www.lne.fr

MASE
RHÔNE-ALPES

Ce document et ses annexes sont la propriété d'ENVISOL. Il ne peut être utilisé, reproduit ou communiqué même partiellement sans son autorisation.



SOMMAIRE

1	PLAN D'INVESTIGATIONS	4
2	PRELEVEMENTS DE SEDIMENTS	6
2.1	STRATEGIE D'ECHANTILLONNAGE	6
2.2	PRELEVEMENT DE SEDIMENTS	6
3	PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS D'EAU.....	8
3.1	STRATEGIES D'ECHANTILLONNAGE.....	8
3.2	PRELEVEMENT D'EAUX DE SURFACE	8
4	MESURES IN-SITU DES DEBITS	11
4.1	METHODOLOGIE DE JAUGEAGE	11
4.2	METHODOLOGIE DE LA MESURE DE DEBITS.....	12



1 PLAN D'INVESTIGATIONS

Les localisations d'échantillonnage sont illustrées en Figure 1.

La campagne de Janvier 2020 inclut :

- Echantillonnage eaux de surface (14 points),
- Echantillonnage sédiments (14 points),
- Mesure de débits au niveau des points d'échantillonnage (dans la mesure du possible).

Le programme d'analyses proposé est le suivant :

Paramètres	
Eaux superficielles	<p><u>Physico-Chimie</u> : Ph, conductivité, Redox, O2 dissous</p> <p><u>Éléments traces métalliques (totaux et dissous)</u> : Al, As, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb, Sn, W, Zn, Fe, Au, Ag .</p> <p><u>Cations majeurs</u> : Ca,Mg,Na,K</p> <p><u>Anions majeurs</u> : So4,Cl,HCO3,CO3, NH4, NO2, NO3, SCN, PO4</p> <p>Cyanures libres et totaux</p> <p>COD, matière en suspension</p> <p><u>Paramètres industriels</u> : HC, HAP, BTEX, COHV, PCB, dioxines/furanes</p>
Sédiments	<p><u>Éléments traces métalliques</u> : Al, As, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb, Sn, W, Zn, Fe, Au, Ag</p> <p>Stotal, SO4, CO3</p> <p>Cyanures libres et totaux</p> <p><u>Paramètres industriels</u> : HC, HAP, BTEX, COHV, PCB, dioxines/furanes</p> <p><u>Cations majeurs</u> : Ca,Mg,Na,K</p>

Remarque : le plan d'échantillonnage et le programme d'analyse est voué à évoluer et être ajusté. La présente procédure fera dès lors l'objet d'une nouvelle version pour proposition au BRGM.

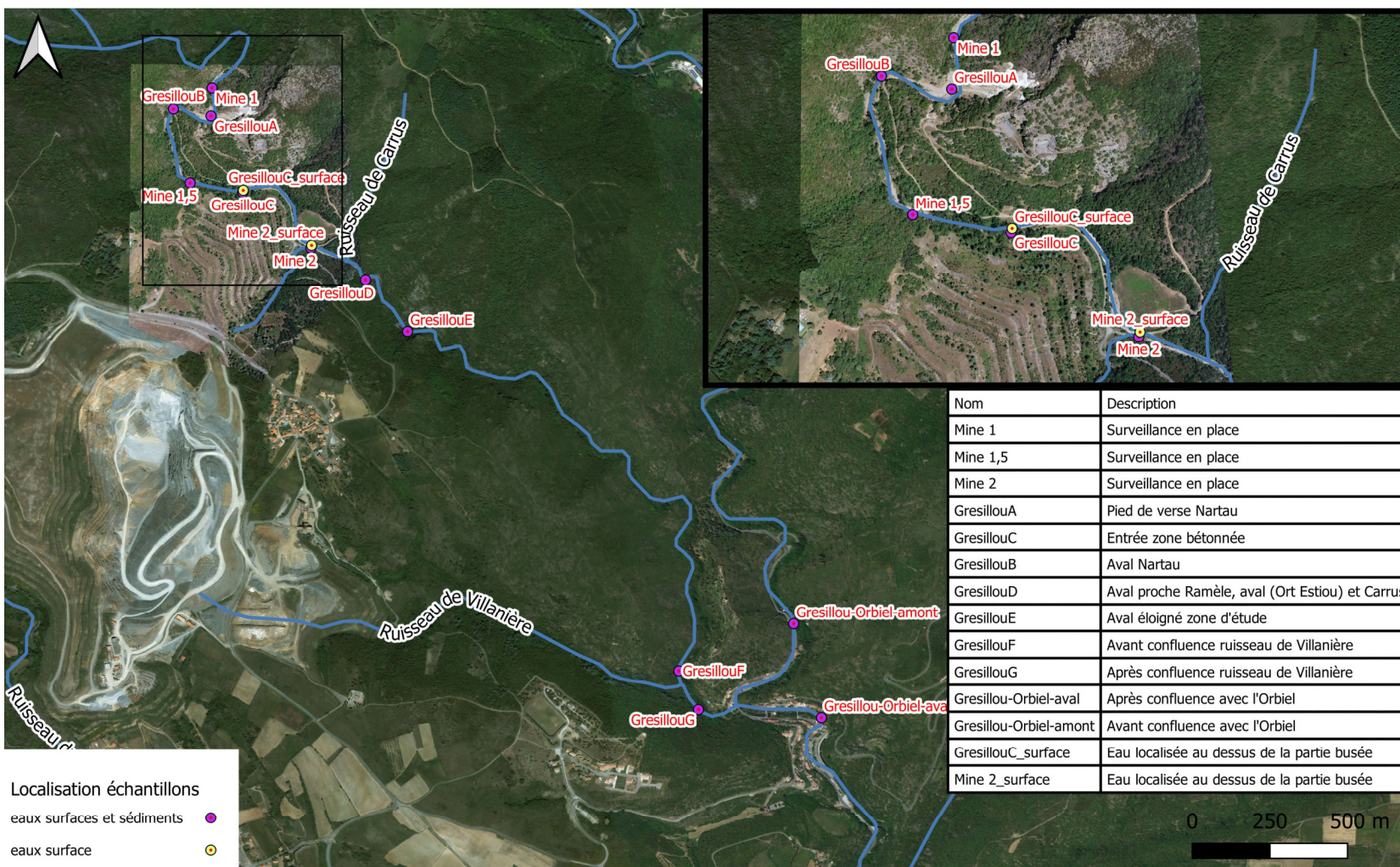


Figure 1 : Plan de localisation des échantillons (campagne de Janvier 2020)



2 PRELEVEMENTS DE SEDIMENTS

Pour la réalisation de prélèvements de sédiments, Envisol s'appuie sur les recommandations des textes officiels et guides donnés ci-dessous :

- norme ISO 5667-12 Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 12: Recommandations concernant l'échantillonnage des sédiments dans les rivières, les lacs et les estuaires
- norme ISO 5667-15 Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 15: Lignes directrices pour la conservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments
- norme AFNOR T90-512 (ISO 5667-2 ou NF EN 25667-2) « Qualité de l'eau. Échantillonnage. Partie 2 : Guide général sur les techniques d'échantillonnage » (12/1993) ;
- norme AFNOR T90-513 (NF EN ISO 5667-3) « Qualité de l'eau. Échantillonnage. Partie 3 : Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons » (02/1996) ;

2.1 Stratégie d'échantillonnage

Les sédiments ont la propriété d'intégrer et de concentrer certains éléments tels que les métaux.

En fonction des objectifs de l'étude, la stratégie suivante est adoptée :

- prélèvement d'un échantillon représentatif de la qualité d'un cours d'eau à un temps donné en complément d'échantillonnage d'eaux de surface sur la même section de cours d'eau.

Nos investigations se concentreront sur des sédiments fins (inférieures à 2 mm), les plus à même de fixer les éléments. De plus, les sédiments devront être fraîchement déposés donc en bord de berge, et dans les zones de sinuosité dans les concavités où se déposent préférentiellement les sédiments.

Les prélèvements auront lieu au point exact défini par ENVISOL, avec accord préalable du client. Si le point d'échantillonnage devait être modifié pour des raisons d'accessibilité notamment, l'opérateur cherchera alors un autre point représentatif des conditions du moment et le justifiera précisément sur les fiches terrain.

2.2 Prélèvement de sédiments

La méthode de prélèvement sera le prélèvement manuel à l'aide d'une pelle en inox.

Hygiène et sécurité	L'opérateur devra porter des gants nitriles. Les gants seront changés entre chaque point d'échantillonnage pour limiter les contaminations croisées. L'opérateur portera également un gilet de sauvetage et sera accompagné. Dans le cas d'un travailleur isolé, une procédure de communication sera mise en place par ENVISOL et validée au préalable en concertation avec le BRGM.
Observations de terrain	L'opérateur observera et notera sur une fiche de terrain les conditions qui caractérisent le cours d'eau et son environnement au moment du prélèvement. + les caractéristiques de l'échantillon (odeur, couleur, ...). Il décrira également le débit relatif du cours d'eau et la météo des dernières 48h, notamment les événements pluvieux et leur intensité.



Mis en œuvre de l'échantillonnage	<p>L'opérateur se placera en aval de son point d'échantillonnage et fera attention à ne pas perturber le milieu à échantillonner préalablement à l'échantillonnage.</p> <p>Il rincera 3 fois l'outil de prélèvement avec l'eau du ruisseau à proximité du point d'échantillonnage. En l'absence de ruisseau, le rinçage aura lieu avec de l'eau claire.</p> <p>Seule la couche superficielle des sédiments sera prélevée (2 à 5 cm) et on veillera à limiter le lessivage des sédiments prélevés lors de la remontée de la pelle.</p> <p>Les différentes pelletées seront correctement homogénéisées dans un récipient non contaminant vis-à-vis des polluants recherchés.</p> <p>Une quantité de matériaux suffisante sera prélevée pour pouvoir effectuer l'ensemble des analyses prévues. Dans le cas d'une insuffisance de matériaux, Envisol soumettra au BRGM les analyses souhaitées d'être engagées prioritairement (à savoir les traceurs miniers en premier approche).</p>
Conditionnement et envoi de l'échantillon	<p>Le préleveur utilisera obligatoirement les flacons appropriés aux analyses fournis par le laboratoire COFRAC chargé des analyses (ici Eurofins).</p> <p>Le repérage des flacons sera fait à l'aide soit d'une étiquette stable et ineffaçable sur laquelle seront portés les éléments permettant d'identifier facilement l'échantillon, soit d'une étiquette codée.</p> <p>Pendant le transport, l'échantillon sera stocké dans un dispositif de refroidissement pouvant maintenir une température comprise entre 2 et 8°C.</p> <p>Dans le cas de campagnes de prélèvement se déroulant sur plusieurs journées, les glacières sont déposées chaque jour sur ou à proximité du site (à l'usine de traitement de la Combe du Saut dans ce cas). Après prélèvement des échantillons, les glacières sont ensuite acheminées au laboratoire sous 48 heures.</p> <p>Pour chaque envoi au laboratoire, un bon de commande signé du pilote d'étude et indiquant le type de paramètres à analyser, est impérativement joint au colis.</p>



3 PRELEVEMENT D'ÉCHANTILLONS D'EAU

Pour la réalisation de prélèvements d'eaux superficielles, Envisol s'appuie sur les recommandations des textes officiels et guides donnés ci-dessous :

- norme AFNOR T90-511 (ISO 5667-1 ou NF EN 25667-1) « Qualité de l'eau. Echantillonnage. Partie 1 : Guide général pour l'établissement des programmes d'échantillonnage » (12/1993) ;
- norme AFNOR T90-512 (ISO 5667-2 ou NF EN 25667-2) « Qualité de l'eau. Echantillonnage. Partie 2 : Guide général sur les techniques d'échantillonnage » (12/1993) ;
- norme AFNOR T90-513 (NF EN ISO 5667-3) « Qualité de l'eau. Echantillonnage. Partie 3 : Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons » (02/1996) ;
- norme ISO 5667-14 « Water quality – Sampling - Partie 14 : Guidance on quality assurance of environmental water sampling and handling » (09/1998).

3.1 Stratégies d'échantillonnage

En fonction des objectifs de l'étude, l'une des deux stratégies suivantes est adoptée :

- prélèvement d'un échantillon représentatif de la qualité d'un cours d'eau à un moment donné
- prélèvement d'un échantillon moyen représentatif de la qualité d'un cours d'eau pendant une période plus ou moins longue d'observation.

3.2 Prélèvement d'eaux de surface

Les prélèvements auront lieu au point exact défini par ENVISOL, avec accord préalable du client. Si le point d'échantillonnage devait être modifié pour des raisons d'accessibilité notamment, l'opérateur cherchera alors un autre point représentatif des conditions du moment et le justifiera précisément sur les fiches terrain.

Hygiène et sécurité	L'opérateur devra porter des gants nitriles. Les gants seront changés entre chaque point d'échantillonnage pour limiter les contaminations croisées. L'opérateur portera également un gilet de sauvetage et sera accompagné. Dans le cas d'un travailleur isolé, une procédure de communication sera mise en place par ENVISOL. Cf sédiment
Observations de terrain	L'opérateur observera et notera sur une fiche de terrain les conditions qui caractérisent le cours d'eau et son environnement au moment du prélèvement. Comme pour les sédiments + paramètres physico chimiques (pH, conductivité, ...) Il décrira également le débit relatif du cours d'eau et la météo des dernières 48h, notamment les événements pluvieux et leur intensité.
Mis en œuvre de l'échantillonnage	Dans le cas où un seul échantillon est jugé représentatif, le prélèvement est effectué en plongeant le récipient dans le cours d'eau via une perche de prélèvement si nécessaire.



	<p>Dans le cas contraire (courant ou stratification importante), une série d'échantillons sera prélevée transversalement et/ou en profondeur à l'aide d'un préleveur à messageur.</p> <p>Le prélèvement sera réalisé dans les flacons préconisés par le laboratoire pour les analyses souhaitées. Les flacons devront être rincés trois fois avec l'eau à prélever, avant prélèvement, sauf dans le cas de flacons contenant un stabilisant (spécifié par le laboratoire sur le flacon). Ces flacons doivent être manipulés avec des gants jetables (stabilisateurs souvent acides).</p> <p>Le flacon sera rempli via filtration selon les préconisations du laboratoire.</p>
Type de flaconnage	La fourniture et la mise à disposition des flacons sont réalisées par le laboratoire.
Mode de préparation	Variable selon les paramètres à analyser (procédure fournie par le laboratoire d'analyses). Dans le cas d'étude, une filtration aura lieu sur place selon les directives Eurofins.
Remplissage des flacons	<p>Variable selon les paramètres à analyser (suivre les préconisations du laboratoire) :</p> <ul style="list-style-type: none"> - PT/CPG : remplissage 100% eau (aucune bulle d'air) - "head space" statique : remplissage jusqu'au col du flacon - autres analyses : remplissage à 90% (pour prévenir les risques de bris des flacons) - analyses de phase huile : sans importance <p>Dans tous les cas de figure, le remplissage des flacons sera réalisé rapidement afin de limiter les risques d'échanges liquides/air</p>
Volume prélevé	Variable selon les paramètres à analyser
Etiquetage des flacons	<p>Chaque échantillon est étiqueté à l'aide d'étiquettes spécifiques comprenant :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Nom du client et nom du site - Echantillon n° : Nom du point de prélèvement + éventuellement une seconde référence dans le cas de plusieurs prélèvements sur le puits - Date : date de prélèvement - Nom : initiales de la personne ayant prélevé <p>Il convient d'étiqueter après remplissage du flacon (et essuyage éventuel)</p>



Conditionnement et envoi de l'échantillon	<p>Les échantillons sont conservés dans une glacière réfrigérée et tous envoyés au laboratoire.</p> <p>Le transport des échantillons au laboratoire est effectué par ENVISOL ou par un transitaire spécialisé dans l'acheminement rapide des colis. Des flacons de réserve sont fournis.</p> <p>Dans le cas de campagnes de prélèvement se déroulant sur plusieurs jours, les glacières sont déposées chaque jour sur ou à proximité du site. Après prélèvement des échantillons, les glacières sont ensuite acheminées au laboratoire sous 48 heures.</p> <p>Pour chaque envoi au laboratoire, un bon de commande signé du pilote d'étude et indiquant le type de paramètres à analyser, est impérativement joint au colis.</p>
Contrôle Qualité	<p>Selon le nombre d'échantillons et les objectifs de l'étude, il pourra être effectué les contrôles suivants.</p> <p>Prélèvement de trois types de blancs :</p> <ul style="list-style-type: none">• un blanc de transport : constitué au point de départ des flacons (objectif : quantifier la contamination lors du transport et le séjour des échantillons sur site et au laboratoire) et fourni par le laboratoire ;• un blanc de terrain : constitué à l'arrivée sur site par prélèvement directe du liquide (eau ou solvant) utilisé pour le nettoyage des outils (objectif : analyser la contamination des échantillons par le liquide de rinçage) ;• un blanc de rinçage : constitué après le nettoyage des outils et avant le prélèvement de l'échantillon (objectif : analyser la contamination par les outils de prélèvement). <p>En complément de ces blancs, des échantillons doublés seront prélevés avec pour objectif de définir la précision de la mesure intégrant les différentes incertitudes de la chaîne de mesure allant du prélèvement au résultat d'analyse. Le nombre d'échantillons doublés sera établi avec le client.</p> <p>Un jeu de blanc de transport, de terrain et de rinçage sélectionné aléatoirement sera analysé, les autres blancs étant conservés et analysés en cas de doute sur les résultats. Les échantillons doublés seront systématiquement analysés.</p> <p>Dans tous les cas :</p> <p>Le nettoyage des outils pollués par des hydrocarbures (hydrocarbures pétroliers et dérivés halogénés) est réalisé à l'aide d'un solvant alimentaire. Par ailleurs, un plan d'échantillonnage comprenant la chronologie de prélèvements sur les différents points sera établi. La philosophie générale est d'adopter de manière systématique le même ordre de prélèvements des points historiquement les moins contaminés vers les plus impactés.</p>



	<p>Egalement, les eaux superficielles seront prélevées avant les sédiments pour éviter la mise en suspension des sédiments dans les échantillons d'eaux.</p> <p>Enfin, différentes procédures seront mises en œuvre lors du prélèvement :</p> <ul style="list-style-type: none">- le récipient est rincé plusieurs fois avec l'eau à analyser avant de prélever,- le matériel de prélèvement est soigneusement nettoyé avant chaque campagne de prélèvement,- les analyseurs de terrain sont réglés avant chaque analyse,- le port de gants jetables est imposé durant les phases de manipulation des flacons.
--	---

4 MESURES IN-SITU DES DEBITS

Pour la réalisation des mesures in situ de débits, Envisol s'appuie sur les recommandations des textes officiels et guides et notamment le Guide Technique (Agence de l'eau, Novembre 2006)

4.1 Méthodologie de jaugeage

La précision du jaugeage dépendra en grande partie de la qualité de la section de mesure choisie qui comportera autant que possible des filets d'eau parallèles sans tourbillons ni remous. Les emplacements des sections de jaugeage seront sélectionnés sur des sections les plus rectilignes que possibles et dans lesquels les limites de la section mouillée seront sensiblement parallèles. Ces sections seront à proximité des échantillons d'eau de surface et de sédiments. *(Une fois la première campagne faite, les sections seront clairement identifiées sur un plan et sur le terrain à l'aide d'un repère visuel).*

L'emplacement de la section de mesure sera le plus éloigné possible de tout coude ou obstacle (naturel ou artificiel), qui engendrerait des perturbations hydrauliques. La section sera disposée perpendiculairement à l'écoulement. Si on constate que des contre-courants se produisent en divers endroits, on s'abstiendra de procéder à des relevés dans cette section. Néanmoins, s'il n'est pas possible de réaliser la mesure dans une autre section, on évaluera aussi précisément que possible l'importance de ces contre-courants.

La profondeur de l'eau devra être suffisante pour que l'immersion de l'appareil de mesure soit complète.



Le jaugeage consistera à :

- Mesurer les vitesses d'écoulement sur plusieurs verticales de la section transversale. Le nombre et la position des verticales seront fonction de l'hétérogénéité de la section (hauteur d'eau et vitesses d'écoulement). On rapprochera les verticales aux endroits où la variation des vitesses est grande, ainsi qu'au droit des discontinuités importantes de la profondeur totale.
- Les verticales seront serrées près des berges. Le nombre de verticales sera si possible supérieur ou égal à 5.
- Pour approcher la vitesse moyenne V_m , le nombre de points de mesure sur chaque verticale sera compris entre 1 et 3 en fonction du diamètre de l'hélice et de la hauteur d'eau. Les vitesses seront mesurées à des distances du fond égales à 0,2; 0,4 et 0,8 fois la profondeur totale au niveau de la verticale. Si une seule mesure est réalisée au vue de la hauteur d'eau disponible, l'hélice sera placer à 0.6 fois la profondeur totale.

(On ajoutera les spécificités de chaque section une fois la première campagne faite, à titre d'indication. Les sections sont changeantes et l'opérateur pourra adapter sa section et le nombre de mesures effectuées).

- Relever les dimensions de la section de jaugeage en repérant la position de chaque verticale (largeur par rapport à l'une des berges) à l'aide d'un multidécimètre et en mesurant la hauteur d'eau au niveau de chaque verticale au moyen de la perche graduée. Si le fond est vaseux, une attention sera portée à l'enfoncement de la perche et à la détermination de la cote du fond.

4.2 Méthodologie de la mesure de débits

Préparation	<p>Les spécificités du micro-moulinet et de son hélice seront renseignées sur la fiche de terrain. Le choix de l'hélice sera fait en fonction des vitesses attendues.</p> <p>Une attention sera porté sur l'état du micro-moulinet avant intervention (tout axe légèrement tordu faussant les mesures)</p>
Observations	<p>L'opérateur notera les conditions qui caractérisent le cours d'eau et son environnement.</p> <p>Les fiches terrain dédiées à la mesure de débit seront renseignées</p>
Position de l'opérateur	<p>L'opérateur se positionnera en aval du micro-moulinet, jambes écartées pour ne pas influencer l'écoulement en amont, en aval et autour de l'hélice.</p> <p>Il se placera face au courant, et positionnera le micro-moulinet également face au courant.</p> <p>. L'opérateur bougera alors le moins possible afin de ne pas perturber le milieu.</p> <p>Le pied du micro-moulinet sera installé dans une zone nue (pas juste derrière un amas de caillou) et sur un socle stable.</p> <p>L'hélice sera complètement immergée dans l'eau.</p>



Précautions	Dans le cas d'eau très trouble ou de transport de végétation identifié au sein du cours d'eau, Envisol ne réalisera pas de mesures de débit (indice de cours d'eau en crue)
--------------------	---



**Protocole pour la campagne de mesures au
pXRF sur les sédiments le long du Grésillou**



SOMMAIRE

1	MATERIEL UTILISE.....	3
2	VERIFICATION DE LA CALIBRATION MATERIEL	8
3	PROTOCOLE TERRAIN	13
3.1	PREPARATION DE L'ECHANTILLON	13
3.2	PROTOCOLE DE MESURE AU XRF	14
4	SECURITE.....	15
5	STRATEGIE D'ECHANTILLONNAGE	16



1 CONTEXTE ET OBJECTIF

La campagne de mesure faisant l'objet du présent document consiste en un screening au pXRF des sédiments le long du Grésillou de Mine 1 à la confluence entre le Gésillou et l'Orbiel près de Lastours. L'objectif de la campagne de mesure est d'obtenir un état des lieux des caractéristiques chimiques des sédiments le long du Grésillou et d'en identifier l'évolution à un pas d'échantillonnage fin. Cette campagne se déroulera en contexte d'assèchement du Grésillou et les résultats de la campagne permettront par la suite d'orienter les futurs prélèvements sous eau.

2 MATERIEL UTILISE

OLYMPUS® Vanta M

Le pXRF contient un tube à anode en rhodium (Rh). Un GPS est intégré à l'appareil.

Le pXRF est doté de la méthode d'analyse GEOCHEM adapté aux matrices de type sol ou roche. Les éléments mesurés et les limites de détection classiques de l'appareil sont présentés dans le tableau ci-dessous.



Vanta VMR model GeoChem LOD	
Element	LOD (ppm)
Mg	2500
Al	350
Si	200
P	40
S	45
K	20
Ca	15
Ti	25
V	30
Cr	10
Mn	5
Fe	5
Ni	4
Cu	2
Zn	1
Zr	1
Mo	1
Ag	2
Cd	3
Sn	2
Sb	5
W	1
Au	2
Pb	2
As	1
Se	1
Rb	1
Sr	1
Y	1
Hg	1
Nb	2
Bi	2
Th	2
U	1

Le réglage du temps de mesure (noté en secondes) est optimisé et ajuster de façon à trouver un compromis entre une faible incertitude sur la mesure et un temps adapté au temps passé sur site.

Au préalable ; des tests, fonction de la matrice, seront réalisés afin de choisir un temps de mesure pour chaque faisceau respectant le compromis sus-cité.

Les temps de mesures varieront comme suit :

Faisceau 1 : Tir à 40 kV ; Min = 1s ; Max = 15 s

Faisceau 2 : Tir à 10 kV ; Min = 1s ; Max = 30 s

Faisceau 3 : Tir à 50 kV ; Min = 1s ; Max = 10 s

Le certificat de conformité et de calibration de l'appareil sont présentés ci-dessous.



CERTIFICAT DE CONFORMITE

N°6339509 A LA NORME NF C 74-100

Certificate of conformity N° 6339509

Identification de l'article : Groupe bloc radiogène de radiologie industrielle composé d'un bloc radiogène type PS571 avec un tube radiogène type XTUB-100XX (XX = 07, 09, 11, 12, 13 et 19), intégrés au système par rayons « X » modèle VANTA.
Identification of item

Références : NF C 74-100 de juin 1981 et NF C 74-100 ADD 3 de juin 1984

Fabricant : OLYMPUS NDT
Manufacturer
4 Woerd Ave
Waltham, MA 02453 USA

Fourni par : OLYMPUS FRANCE
Delivered by
Parc d'affaire Silic, 74 Rue d'Arcueil BP 90165
94533 Rungis Cedex

Demandeur du certificat : OLYMPUS FRANCE
Applicant
Parc d'affaire Silic, 74 Rue d'Arcueil BP 90165
94533 Rungis Cedex

Au vu des résultats et des remarques figurant dans le rapport d'essai n°6339509, l'article testé est déclaré conforme aux exigences du document de référence dans les limites du domaine défini dans le bulletin d'identification.

On the basis of the results and remarks contained in the test report n°6339509, the item tested is in conformity with the requirements of the above referenced document inside the limits defined in the "identification bulletin".

Osny, le 01 juillet 2016



Yann Foucher, Responsable Technique

La reproduction de ce document n'est autorisée que sous la forme de fac-similé photographique intégral. Toute reproduction partielle ou toute insertion de résultats dans un texte d'accompagnement en vue de leur diffusion doit recevoir un accord préalable et formel de Bureau Veritas. Ce document résulte d'essais effectués sur un spécimen, un échantillon ou une éprouvette. Il ne préjuge pas de la conformité de l'ensemble des produits fabriqués à l'objet essayé. Seul le texte en français peut engager la responsabilité de Bureau Veritas.

Duplication of this document is only permitted in the form an integral photographic facsimile. Any partial reproduction or any insertion of results in a text to be circulated must have a preliminary and formal approval by Bureau Veritas. The present document results from tests on a specimen, a test item or a sample of a product. The person or organisation having ordered the tests is fully responsible for conformity to the test item of any product for which he might refer to the present document when claiming conformity with given specifications. The Bureau Veritas liability applies only to the French text.

Bureau Veritas
Service Rayonnements Ionisants

10, Chaussée Jules César
BP 330
95526 CERDY PONTOISE CEDEX
<http://www.bureauveritas.fr>

Société anonyme à Directoire et Conseil de
surveillance au capital de 53 045 040 euros
RCS Nanterre B 775 890 621 02902
N°Intra. De TVA FR 69 775 890 621



OLYMPUS

Olympus Scientific Solutions America
49 Wood Ave
Waltham, MA 02453

Telephone: 781-419-3900
Fax: 781-419-3960
www.olympus-ims.com

CERTIFICATE OF CALIBRATION

Certificate number: 002-20191119-13514449

Equipment: VANTA

Serial number: 805469

Equipment description: XRF Analyzer

Calibration date (YYYY/MM/DD): 2019/11/19

Manufacturer facility: Massachusetts, Waltham

Status after calibration: Within tolerances

Calibration type: New Unit

Calibrated by:

Marc Vaccarello

Marc Vaccarello (ID# 002-108)

Verified by:

Peter Ho

Peter Ho (ID# 002-105)

This instrument was calibrated according to Olympus Scientific Solutions Americas calibration procedures. This instrument conforms to Olympus Scientific Solutions Americas Quality Assurance standards. Analyzers configured with different method are tested to meet the below criteria.

Model#
VANTA

Serial#
805469

Certificate#
002-20191119-13514449

Page 1



OLYMPUS

Olympus Scientific Solutions America
48 Wood Ave
Waltham, MA 02453

Telephone: 781-419-3900
Fax: 781-419-3990
www.olympus-ims.com

Miscellaneous

Package	Rev
INST-00121	5

Test configuration #
4.1.1.6

Temperature
Results
21.67 (°C)
71.00 (°F)

Humidity
Results (%)
30.00

Model#
VANTA

Serial#
805469

Certificate#
002-20191119-13514449

Page 2



OLYMPUS

Olympus Scientific Solutions America
48 World Ave
Watliam, MA 02453

Telephone: 781-419-3900
Fax: 781-419-3980
www.olympus-lms.com

Vanta
XRF Calibration
Results

Test status PASS

Model type: VANTA-VMR
Method used: Geochem(3-Beam)

Sample	Element	Results (%)	Tolerances	
			Min	Max
OREAS 74e	S	8.349	4.000	10.500
OREAS 74a	Ni	3.298	2.290	4.100
OREAS 74a	Cr	0.174	0.100	0.240
OREAS 74a	Cu	0.140	0.080	0.190
OREAS 98	Cu	14.725	11.000	18.800
OREAS 100a	Fe	4.838	2.500	8.000
OREAS 100a	K	3.864	2.800	5.050
OREAS 100a	Ti	0.208	0.013	0.405
OREAS 100a	U	0.014	0.004	0.025
OREAS 100a	Ce	0.051	0.010	0.120
OREAS 100a	La	0.034	0.010	0.100
OREAS 133a	S	11.502	8.300	14.000
OREAS 133a	Ca	4.217	1.800	6.500
OREAS 133a	Fe	7.873	5.400	10.400
OREAS 133a	Zn	11.295	8.370	13.000
OREAS 133a	Pb	4.585	3.700	8.000
OREAS 133a	Ba	0.101	0.040	0.180
OREAS 73a	Mg	19.014	13.200	26.000
OREAS 73a	S	2.860	1.750	5.000
OREAS 73a	Cr	0.195	0.120	0.280
OREAS 73a	Ni	1.456	1.030	1.850
OREAS 73a	Cu	0.102	0.040	0.150
GBM 398-4	K	3.126	1.900	3.900
GBM 398-4	Cr	0.190	0.100	0.270
GBM 398-4	Ni	0.384	0.250	0.570
GBM 398-4	Cu	0.432	0.200	0.570
GBM 398-4	Zn	0.567	0.410	0.620
GBM 398-4	Pb	1.079	1.040	1.350

Model#
VANTA

Serial#
805488

Certificate#
002-20101119-13514449

Page 3

3 VERIFICATION DE LA CALIBRATION MATERIEL

Dans une démarche d'assurance/de contrôle qualité (QA/QC), chaque jour, la calibration de l'appareil est vérifiée par la mesure de standards :

- **BLANC** : la pastille est composée de 99,9995% de SiO₂. Il permet de vérifier qu'aucune contamination, potentiellement présente à la surface de la fenêtre d'échantillonnage de l'appareil ne vient interférer sur la mesure ;
- **NIST 2710a** : c'est un standard de référence de sol, de concentrations élevées en éléments traces ;
- **NIST 2711a** : c'est un standard de référence de sol, de concentrations modérées en éléments traces ;



Les standards sont mesurés en triplicats une fois par chaque jour.

Les certificats des standards sont fournis ci-dessous.

SIGMA-ALDRICH

sigma-aldrich.com

Material Safety Data Sheet

Version 5.1
Revision Date 01/20/2012
Print Date 04/02/2012

1. PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION

Product name : Silica XRF Standard - >99.99%

Product Number : XRFOX44
Brand : Fluka

Supplier : Sigma-Aldrich
3050 Spruce Street
SAINT LOUIS MO 63103
USA

Telephone : +1 800-325-5832
Fax : +1 800-325-5052
Emergency Phone # (For both supplier and manufacturer) : (314) 776-6555

Preparation Information : Sigma-Aldrich Corporation
Product Safety - Americas Region
1-800-521-8956

2. HAZARDS IDENTIFICATION

Emergency Overview

OSHA Hazards

No known OSHA hazards

Not a dangerous substance or mixture according to the Globally Harmonised System (GHS).

HMIS Classification

Health hazard: 0
Flammability: 0
Physical hazards: 0

NFPA Rating

Health hazard: 0
Fire: 0
Reactivity Hazard: 0

Potential Health Effects

Inhalation May be harmful if inhaled. May cause respiratory tract irritation.
Skin May be harmful if absorbed through skin. May cause skin irritation.
Eyes May cause eye irritation.
Ingestion May be harmful if swallowed.

3. COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

Formula : SiO₂
Molecular Weight : 60.08 g/mol

Component	Concentration
Silicon dioxide	
CAS-No. 60676-86-0	-

4. FIRST AID MEASURES

Fluka - XRFOX44

Page 1 of 6



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material[®] 2710a

Montana I Soil

Highly Elevated Trace Element Concentrations

This Standard Reference Material (SRM) is intended primarily for use in the analysis of soils, sediments, or other materials of a similar matrix. One unit of SRM 2710a consists of 50 g of the dried, powdered soil, blended with lead oxide.

Certified Values: The certified concentrations for 22 elements, expressed as mass fractions [1] on a dry-mass basis, are provided in Table 1. Certified values are based on results obtained from critically evaluated independent analytical techniques. A NIST certified value is a value for which NIST has the highest confidence in its accuracy in that all known or suspected sources of bias have been investigated or taken into account [2].

Reference Values: The reference values for 13 constituents, expressed as mass fractions on a dry-mass basis, are provided in Table 2. Ten reference values are based on results obtained from a single NIST analytical method, and three are based on results from two NIST analytical methods. Reference values are non-certified values that are the best estimate of the true value; however, the values do not meet NIST criteria for certification and are provided with associated uncertainties that may not include all sources of uncertainty [2].

Information Values: The values for 13 elements are provided in Table 3 for information purposes only. These are non-certified values with no uncertainty assessed. The information values included in this certificate are based on results obtained from one NIST method.

Expiration of Certification: The certification of SRM 2710a is valid, within the measurement uncertainties specified, until **1 January 2019**, provided the SRM is handled in accordance with the instructions given in this certificate (see "Instructions for Use"). This certification is nullified if the SRM is damaged, contaminated, or otherwise modified.

Maintenance of SRM Certification: NIST will monitor this SRM over the period of its certification. If substantive technical changes occur that affect the certification before the expiration of this certificate, NIST will notify the purchaser. Registration (see attached sheet) will facilitate notification.

E.A. Mackey and R.R. Greenberg of the NIST Analytical Chemistry Division were responsible for coordination of the technical measurements leading to certification.

Statistical analyses were performed by J.H. Yen of the NIST Statistical Engineering Division.

Support aspects involved in the issuance of this SRM were coordinated through the NIST Measurement Services Division.

Stephen A. Wise, Chief
Analytical Chemistry Division

Robert L. Watters, Jr., Chief
Measurement Services Division

Gaithersburg, MD 20899
Certificate Issue Date: 7 April 2009



Table 1. Certified Values^(a) (Dry-Mass Basis) for Selected Elements in SRM 2710a

Element	Mass Fraction (%)	Element	Mass Fraction (mg/kg)
Aluminum	5.95 ± 0.05	Antimony	52.5 ± 1.6
Arsenic	0.154 ± 0.010	Barium	792 ± 36
Calcium	0.964 ± 0.045	Cadmium	12.3 ± 0.3
Copper	0.342 ± 0.005	Cobalt	5.99 ± 0.14
Iron	4.32 ± 0.08	Lanthanum	30.6 ± 1.2
Lead	0.552 ± 0.003	Mercury	9.88 ± 0.21
Magnesium	0.734 ± 0.038	Strontium	255 ± 7
Manganese	0.214 ± 0.006	Uranium	9.11 ± 0.30
Phosphorus	0.105 ± 0.004		
Potassium	2.17 ± 0.13		
Silicon	31.1 ± 0.4		
Sodium	0.894 ± 0.019		
Titanium	0.311 ± 0.007		
Zinc	0.418 ± 0.015		

^(a) Certified values for all elements except lead and mercury are the equally weighted means of results from two or three analytical methods. The uncertainty listed with each value is an expanded uncertainty about the mean. The expanded uncertainty is calculated as $U = k u_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effect of between-method and within-method components of uncertainty, following the ISO Guide [3,4]. The coverage factor (k) is determined from the Student's t -distribution corresponding to the appropriate associated degrees of freedom and approximately 95 % confidence for each analyte.

^(b) The certified values for lead and mercury are each results from a single NIST method (see Table 4) for which a complete evaluation of all sources of uncertainty has been performed. The uncertainties for the certified values for these elements represent expanded uncertainties with a coverage factor of 2, with uncertainty components combined following the ISO Guide [4].



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material® 2711a

Montana II Soil

Moderately Elevated Trace Element Concentrations

This Standard Reference Material (SRM) is intended primarily for use in the analysis of soils, sediments, or other materials of a similar matrix. One unit of SRM 2711a consists of 50 g of the dried, powdered soil.

Certified Values: The certified concentrations for 25 elements, expressed as mass fractions [1] on a dry-mass basis, are provided in Table 1. Certified values are based on results obtained from critically evaluated independent analytical techniques. A NIST certified value is a value for which NIST has the highest confidence in its accuracy in that all known or suspected sources of bias have been investigated or taken into account [2].

Reference Values: The reference values for eight constituents, expressed as mass fractions on a dry-mass basis, are provided in Table 2. The reference values are based on results obtained from a single NIST analytical method. Reference values are non-certified values that are the best estimate of the true value; however, the values do not meet NIST criteria for certification and are provided with associated uncertainties that may not include all sources of uncertainty [2].

Information Values: The values for 12 elements are provided in Table 3 for information purposes only. These are non-certified values with no uncertainty assessed. The information values included in this certificate are based on results obtained from one NIST method.

Expiration of Certification: The certification of SRM 2711a is valid, within the measurement uncertainties specified, until **1 January 2019**, provided the SRM is handled in accordance with the instructions given in this certificate (see "Instructions for Use"). This certification is nullified if the SRM is damaged, contaminated, or otherwise modified.

Maintenance of SRM Certification: NIST will monitor this SRM over the period of its certification. If substantive technical changes occur that affect the certification before the expiration of this certificate, NIST will notify the purchaser. Registration (see attached sheet) will facilitate notification.

E.A. Mackey and R.R. Greenberg of the NIST Analytical Chemistry Division were responsible for coordination of the technical measurements leading to certification.

Statistical analyses were performed by J.H. Yen of the NIST Statistical Engineering Division.

Support aspects involved in the issuance of this SRM were coordinated through the NIST Measurement Services Division.

Stephen A. Wise, Chief
Analytical Chemistry Division

Robert L. Waters, Jr., Chief
Measurement Services Division

Gaithersburg, MD 20899
Certificate Issue Date: 22 May 2009

Table 1. Certified Values¹⁴⁰ (Dry-Mass Basis) for Selected Elements in SRM 2711a

Element	Mass Fraction (%)	Element	Mass Fraction (mg/kg)
Aluminum	6.72 ± 0.06	Antimony	23.8 ± 1.4
Calcium	2.42 ± 0.06	Arsenic	107 ± 5
Iron	2.82 ± 0.04	Barium	730 ± 15
Lead	0.140 ± 0.001	Cadmium	54.1 ± 0.5
Magnesium	1.07 ± 0.06	Chromium	52.3 ± 2.9
Potassium	2.53 ± 0.10	Cobalt	9.89 ± 0.18
Silicon	31.4 ± 0.7	Copper	140 ± 2
Sodium	1.20 ± 0.01	Manganese	675 ± 18
Titanium	0.317 ± 0.008	Mercury	7.42 ± 0.18
		Nickel	21.7 ± 0.7
		Phosphorous	842 ± 11
		Samarium	5.93 ± 0.28
		Strontium	242 ± 10
		Uranium	3.01 ± 0.12
		Vanadium	80.7 ± 5.7
		Zinc	414 ± 11

¹⁴⁰ Certified values for all elements except cadmium, lead, and mercury are the equally weighted means of results from two or three analytical methods. The uncertainty listed with each value is an expanded uncertainty about the mean. The expanded uncertainty is calculated as $U = k u_c$, where u_c is intended to represent, at the level of one standard deviation, the combined effect of between-method and within-method components of uncertainty, following the ISO Guide [3,4]. A component for material heterogeneity is incorporated into the uncertainties for antimony, manganese, and zinc. The coverage factor (k) is determined from the Student's t -distribution corresponding to the appropriate associated degrees of freedom and approximately 95 % confidence for each analyte.

¹⁴¹ The certified values for cadmium, lead, and mercury are each results from a single NIST method (see Table 4) for which a complete evaluation of all sources of uncertainty has been performed. The uncertainties for the certified values for these elements represent expanded uncertainties with a coverage factor of 2, with uncertainty components combined following the ISO Guide [4].

Table 2. Reference Values¹⁴¹ (Dry-Mass Basis) for Selected Elements in SRM 2711a

Element	Mass Fraction (mg/kg)
Cesium	6.7 ± 0.2
Europium	1.1 ± 0.2
Hafnium	9.2 ± 0.2
Lanthanum	38 ± 1
Neodymium	29 ± 2
Rubidium	120 ± 3
Scandium	8.5 ± 0.1
Thorium	15 ± 1

¹⁴¹ Reference values are based on results from one analytical method at NIST (see Table 4), and the uncertainties represent the expanded uncertainties, which include the combined Type A and Type B with a coverage factor of 2, following the ISO Guide [4].

4 PROTOCOLE TERRAIN

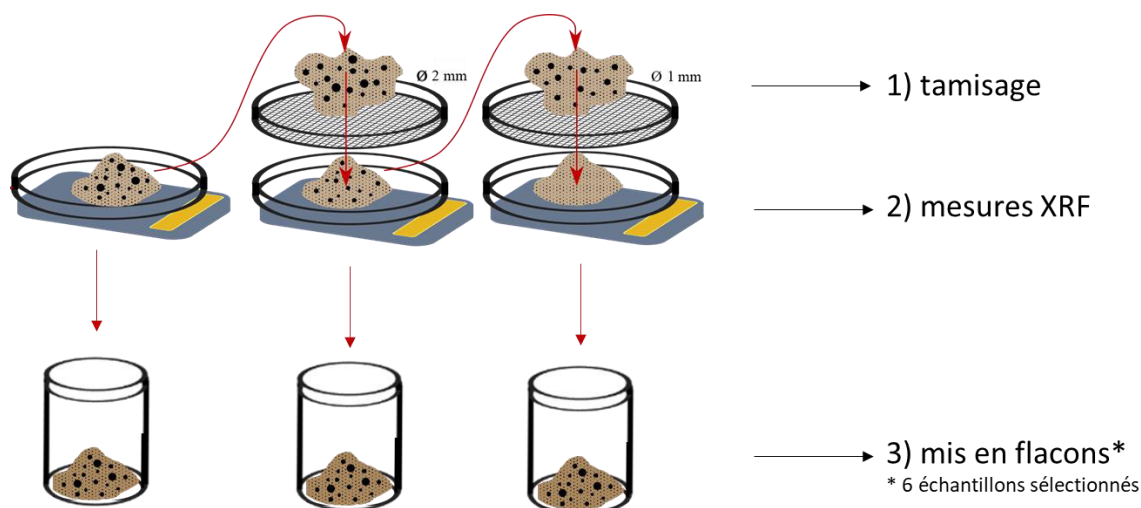
4.1 Préparation de l'échantillon

Conditions nécessaires :

- l'échantillon doit être totalement sec pour réaliser la mesure au pXRF. Aucune mesure ne sera réalisée sur un échantillon humide,
- pour des échantillons de granulométrie > 2 mm, la mesure pXRF peut varier significativement selon le positionnement de la fenêtre de mesure au droit de l'échantillon,

Protocole :

- 1) prélever l'échantillon à l'aide d'une pelle inox sur les premiers centimètres,
- 2) tamiser l'échantillon au tamis 2 mm¹. Le grossier est mis de côté dans un support PVC,
- 3) tamiser le tamisât de 2 mm au tamis 1 mm¹. Le grossier est mis de côté dans un support PVC,
- 4) tasser les sous échantillons à l'aide d'un pilon plat pour éviter les interférences liées à la présence de porosité. La surface de l'échantillon doit être également plane pour une meilleure qualité de la mesure et afin de ne pas endommager le film de la fenêtre de la tête de mesure,
- 5) réaliser une mesure XRF sur les 3 sous-échantillons,
- 6) les échantillons sélectionnés pour un envoi au laboratoire sont directement mis en sachet plastique et conservé à température ambiante,
- 7) tout le matériel est rincé à l'eau distillée puis séché avec un chiffon papier jetable.



Les supports et sachets plastiques seront utilisés pour sa praticité sur le terrain. Aucune analyse organique ne pourra être réalisée sur ces échantillons.

4.2 Protocole de mesure au pXRF

Sur l'échantillon tamisé et sec, une mesure directe est effectuée :

- 1) vérifier que la surface de l'échantillon soit bien plane. Re-tasser à l'aide du pilon si nécessaire,
- 2) sur le pistolet pXRF nommer l'échantillon comme suit : SAL 1
- 3) positionner la fenêtre à plat sur l'échantillon puis appuyer sur la gâchette du pistolet pour effectuer la mesure jusqu'à ce que la lumière rouge ne clignote plus. Il est possible de visualiser la surface du tir dans l'appareil photo du pistolet pXRF,

¹ Différentes classes granulométriques sont considérées afin de rendre compte de la fraction fine dont le potentiel de transport est plus élevé.

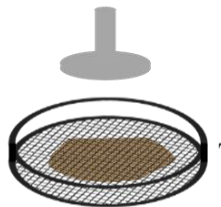


- 4) tout le matériel est rincé à l'eau distillée puis séché avec un chiffon papier jetable. En cas d'impuretés sur la fenêtre du pXRF, le film transparent sera changé.

Pour chaque mesure, le XRF enregistre, les teneurs en métaux, le spectre d'analyse, la position x,y,z du tire et la méthode d'analyse utilisée.

ATTENTION : la mesure devra être effectuée à l'endroit où l'échantillon a été prélevé pour conserver les bonnes coordonnées GPS. En cas de dysfonctionnement du GPS (zone blanche), les points seront retranscrits manuellement sur une carte aérienne.

1) tasser l'échantillon
si nécessaire



2) Mesure sur une
surface plane



5 SÉCURITÉ

Le pistolet XRF émet des **rayons X**. Ces derniers présentent un caractère nocif pour la santé et nécessitent de prendre des mesures de précaution lors de l'utilisation de l'appareil. Les dispositions suivantes seront suivies :

- **NE PAS TOUCHER** ou se placer dans le champ de la tête de détection quand le voyant clignote (indicateur de l'émission de rayons X)
- Respecter **50 cm autour du pistolet** (Cf *Etude de risques – Zonage*)
- Toujours tirer sur un échantillon au sol car les rayons peuvent traverser
- **ne jamais tirer sur un échantillon posé sur le bureau ou tenu à la main**
- A savoir : l'axe des rayons suit un axe incliné à 45°, la portée est de 3 m
- **Ne jamais diriger le pistolet en direction d'une personne**
- Le générateur XRF doit être stocké SOUS CLE et SEPARÉMENT de sa batterie.
- L'appareil est muni de plusieurs éléments de sécurité : ne JAMAIS les déconnecter/court-circuiter/supprimer.



Exemple de mauvaise utilisation de l'appareil

6 STRATEGIE D'ÉCHANTILLONNAGE

La campagne d'échantillonnage sera réalisée sur deux jours. Compte tenu, de la préparation des échantillons, 15 échantillons seront préparés par jour soit 45 mesures.

Le plan prévisionnel d'échantillonnage est présenté sur la figure ci-dessous. En cas d'observation d'anomalie, le plan d'échantillonnage pourra être revu en densifiant les mesures sur la zone suspecte.



Afin d'assurer une comparaison minimale avec les analyses laboratoires, 6 flacons de sous échantillons seront envoyés au laboratoire. Ils seront sélectionnés à partir de 2 échantillons pour avoir 2 sous-échantillons par fraction granulométrique. Il est à noter que ce jeu de donnée laboratoire ne permettra pas une calibration site spécifique du pXRF mais simplement une appréciation qualitative des écarts qui pourront être observés.



Dans le cas où une calibration de l'appareil est demandée, nous recommandons à minima 10 analyses laboratoire par fraction (i.e. 30 analyses) afin d'établir une droite de calibration convenable.

Notre Expertise

BRGM– La Villanière (11)
Mode opératoire : Préleveurs automatiques



ENVISOL
Conseil & Ingénierie

Sites et Sols Pollués

Mode opératoire : Préleveurs automatiques
BRGM
Référence du document : MO-KC-2010-1b
Version : Préliminaire
Date : 09/10/2020

www.envisol.fr



FICHE ADMINISTRATIVE DU DOSSIER



Siège social	Document établi par l'agence
2-4 rue Hector Berlioz 38 110 LA TOUR DU PIN Tel : 04 74 83 62 16 Fax : 04 74 33 97 83 SIRET : 512 308 321 00052 / APE : 7112 B	Le siège social



Suivi :

Version	Date	Suivi des modifications ou observations
Version a	01/10/2020	Non concernée
Version b	09/10/2020	Prise en compte des remarques client



L'équipe projet :

Rédacteur	Contrôleuse	Superviseuse
Kevin COIN Mail: k.coin@envisol.fr Tel: 07 61 77 06 81	Emmanuelle DEVAUX Mail : e.devoux@envisol.fr Tel : 06 64 23 79 66	Anne-Gaëlle DAZZI Mail: ag.dazzi@envisol.fr Tel: 04 74 83 62 16



Référentiels encadrant le dossier :



Certification de service des prestataires dans le domaine des sites et sols pollués – Domaines A et B - www.lne.fr

Ce document et ses annexes sont la propriété d'ENVISOL. Il ne peut être utilisé, reproduit ou communiqué même partiellement sans son autorisation.



SOMMAIRE

1	Contexte et objectifs.....	4
2	Caractéristiques des préleveurs automatiques.....	4
3	Contexte de mise en place des préleveurs automatiques.....	4
3.1	Implantation des préleveurs automatiques	4
3.2	Installation du pluviomètre.....	7
3.3	Estimation de la réponse hydraulique du Grésillou.....	7
4	Stratégie de mise en place	10
5	Programme analytique	12
6	Protocole terrain	13



1 CONTEXTE ET OBJECTIFS

Dans le cadre du suivi mensuel des eaux superficielles du Grésillou au cours d'un cycle hydrologique complet, le BRGM souhaite étudier l'évolution des concentrations en métaux au cours d'événements météorologiques. L'objectif est d'observer la réponse des concentrations en éléments particuliers et dissous, notamment l'arsenic, dans les eaux superficielles au cours d'évènements pluvieux menant ou non à une crue, et en particulier au cours de la montée des eaux, sous l'hypothèse que l'arsenic particulaire serait préférentiellement remobilisé.

2 CARACTERISTIQUES DES PRELEVEURS AUTOMATIQUES

Le préleveur automatique HACH AS959 utilisé est un préleveur portable isotherme et multi-flacons (i.e. 24 flacons) qui permet d'échantillonner les eaux de façon automatique à partir d'un tuyau crépiné de longueur variable (ici 10 et 20 m). L'échantillonnage se fait par asservissement ou sous contrôle d'un programme établi au préalable. La contenance des flacons est de 1 litre, un espace inter-flacon est dédié à l'entreposage de pains de glaces permettant une conservation réfrigérée des échantillons.

Annexe 1. Fiche technique synthétique des préleveurs automatiques

3 CONTEXTE DE MISE EN PLACE DES PRELEVEURS AUTOMATIQUES

3.1 Implantation des préleveurs automatiques

De potentielles zones d'alimentation en arsenic sont constituées par les verses de Nartau et de Ramèle. Ainsi, trois points stratégiques sont identifiés en Mine 1 (amont des verses), Mine 1-5 (aval de la verse de Nartau et amont de Ramèle), Mine 2 (aval des verses). Ces positionnements stratégiques ont pour objectif d'illustrer les apports particuliers respectifs de chacun des secteurs Nartau et Ramèle.

A la demande du client, 3 préleveurs automatiques ont été mis en place à proximité de ces points. En raison des conditions extrêmes de montée des eaux lors d'évènement de crue, les critères d'implantation des préleveurs automatiques sont les suivants :

- Positionnement hors de portée des eaux du Grésillou et de préférence en zone ombragée ;
- Fixation et stabilisation des préleveurs à des arbres.

Le positionnement des préleveurs automatiques est illustré dans la figure en page suivante.



Figure 1. Plan de localisation des 3 préleveurs automatiques au droit de Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2.



Figure 2. Emplacements des 3 préleveurs automatiques installés au droit de Mine 1, Mine 1,5 et Mine 2.



3.2 Installation du pluviomètre

A la demande du client, 1 pluviomètre sera mis en place. La localisation du pluviomètre est présentée dans la figure ci-dessous.

Le pluviomètre installé est un Auget PL2 basculant 0,2 mm (Hydreka) interfacé avec un enregistreur octopus 4.



Figure 3. Emplacements du pluviomètre

3.3 Estimation de la réponse hydraulique du Grésillou

Le Grésillou est le ruisseau principal du bassin versant dans lequel il se trouve, celui-ci représentant une surface d'environ 12 km². Il est alimenté par 2 ruisseaux principaux dont chacun des linéaires est aussi long que celui du Grésillou (*stricto sensu*). De plus, le long de son parcours, le Grésillou est rejoint par de multiples petits ruisseaux qui s'assèchent d'autant plus régulièrement que celui-ci. Le Grésillou se jette dans l'Orbiel.

Le Grésillou est rapidement responsif aux événements pluvieux et sujet aux crues (Figure 4).

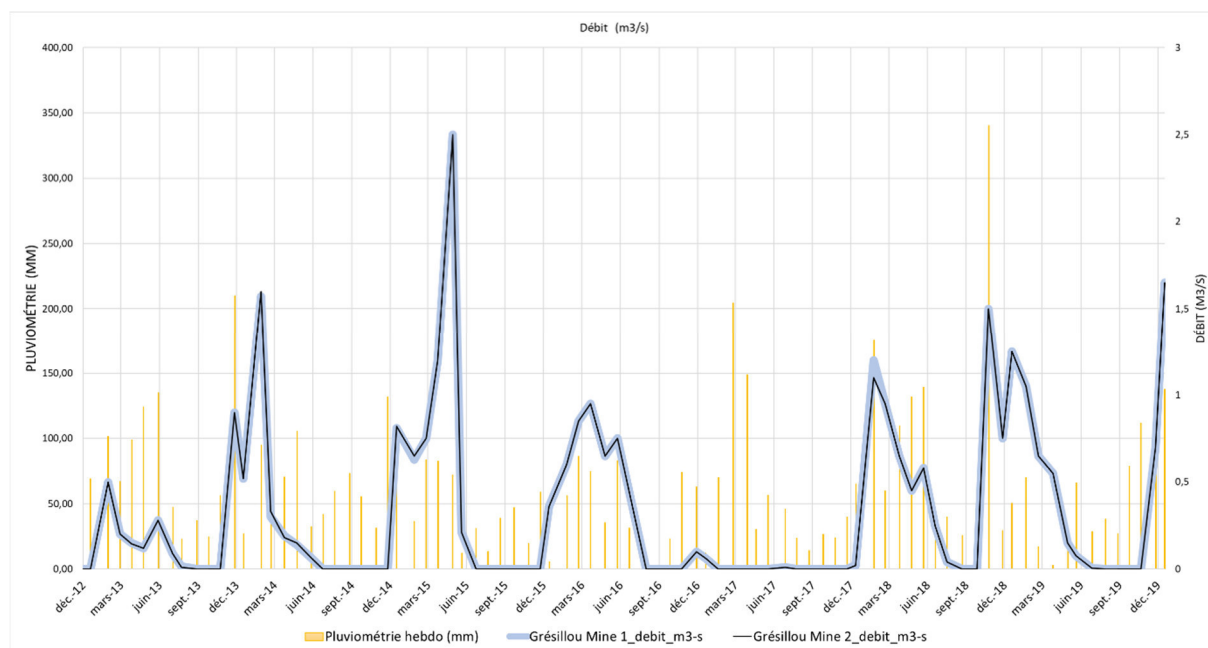


Figure 4 Evolution temporelle de la pluviométrie hebdomadaire et du débit du Grésillou.

L'occurrence de la dernière crue a été observée en mai 2020. Elle a été causée par 60 et 17 mm de précipitations au cours des 10 et 11 mai. Le début de l'augmentation du débit de l'Orbiel est observé 5h après le début des précipitations. Le point d'inflexion de l'augmentation du débit de l'Orbiel en réponse à ces précipitations, a été atteint 18h après le début des précipitations au moment où les 3/4 du cumul des précipitations de cet événement pluvieux ont été atteints. Le débit de l'Orbiel est ainsi passé de 2 m³/s avant les précipitations à plus de 35 m³/s 24h après. De plus, le débit de l'Orbiel a commencé à diminuer au plus tard 16h après l'accélération maximale du débit (point d'inflexion), pour retrouver un débit plus stable de 12-13 m³/s 35h plus tard.

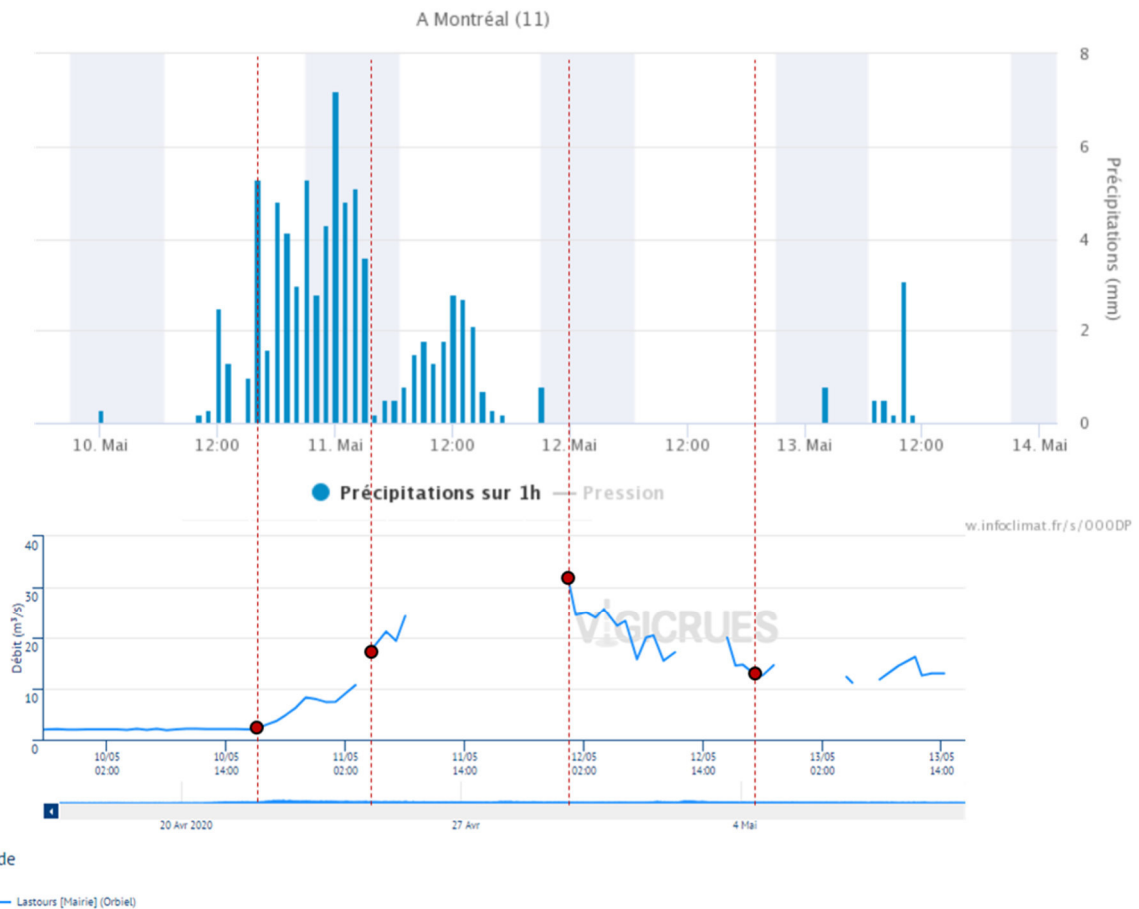


Figure 5. Pluviométrie (station Montréal) et débit de l'Orbiel observés lors de la crue du 11 mai 2020

Le Grésillou a fait l'objet d'une campagne de prélèvement le 14 mai, après la crue du 11 mai. Une forte diminution du niveau d'eau a été observée lors de la campagne en comparaison du niveau maximal atteint lors de la crue (observable à l'œil). Le niveau maximal a probablement été atteint un peu avant celui de l'Orbiel, le matin du 11 mai, soit environ un peu plus de 48h avant la campagne du 14 mai. Ceci est illustré dans la Figure 6, on estime à 1,5 à 2 m d'écart entre les deux niveaux d'eau.



Figure 6. Photos du 14 mai illustrant la baisse drastique du niveau d'eau du Grésillou suite à la crue du 11 mai 2020

Au regard de ces observations, l'estimation du comportement de l'Orbiel face à un évènement pluvieux est le suivant :

- un temps de réponse de la montée des eaux du Grésillou à environ 5h après le début des précipitations ;
- un temps de réponse de diminution du niveau d'eau à environ 35 h après le début des précipitations ;
- le temps de retour à une stabilisation est d'environ 50h après le début des précipitations.

Il est à noter qu'un événement moins important aura un temps de réponse de la montée des eaux plus lent et un temps de stabilisation plus court. Par ailleurs, il est probable que le temps de réaction du Grésillou soit plus faible.

4 STRATEGIE DE MISE EN PLACE

Seuil pluviométrique

Une pluviométrie « seuil » sera définie à partir de laquelle le déclenchement des préleveurs automatiques sera réalisé. L'objectif étant d'étudier les variations de concentration en Arsenic particulaire et dissous lors d'un évènement pluvieux menant ou non à une crue, une pluviométrie inférieure à celle de la crue de mai sera sélectionnée.

On note lors de cet événement que 23 mm de précipitations en 12h ont conduit à augmenter le débit de l'Orbiel de 2 à 8 m³/s. Ainsi, compte tenu de la plus faible superficie du bassin versant du Grésillou par rapport à celle de l'Orbiel, nous retenons le seuil pluviométrique de 30 mm par jour, pour le déclenchement des préleveurs automatiques.

Contraintes temporelles

Il est intéressant de pouvoir obtenir les variations de concentrations avant et pendant la montée des eaux. Il faut donc pouvoir programmer les préleveurs automatiques avant l'épisode pluvieux.



Afin d'anticiper les événements pluvieux une veille météo sera réalisée quotidiennement sur le site météoeduciel.fr, station de Lastours. L'incertitude quant à la fiabilité des prévisions est à prendre en compte et peut être estimée entre 12 et 24h.

Plusieurs contraintes doivent être prises en compte :

- Dans la mesure du possible, un temps de réaction de 12h à 24h (jours ouvrés) sera réalisé entre le temps d'observation d'un événement pluvieux à venir et la programmation. Aucune programmation des préleveurs automatiques ne sera réalisée samedi et dimanche ;
- Les flacons ne pourront être récupérés sur le site pendant une crue, un événement pluvieux et pendant les week-end.

Contraintes laboratoires

Les échantillons ne feront pas l'objet de filtration ou de stabilisation sur site. Les échantillons d'eau seront en condition oxygène ce qui limiterait l'évolution du ratio dissous/particulaire.

Le délai maximal d'acheminement au laboratoire est de 4 jours après le début du 1^{er} prélèvement, période après laquelle le ratio [particulaire]/[dissout] peut être dénaturé, la partie particulaire de l'échantillon commençant à être remise en solution.

Scénarios envisagés

Plusieurs scénarii ont été étudiés, en considérant un événement de 30 mm de cumul de précipitations sur 24 h, avec la prise en compte de toutes les contraintes. L'analyse de 3 scénarios prévisionnels est présentée dans la figure ci-dessous.

Une fréquence d'échantillonnage entre 2h et 3h est satisfaisante pour les événements pluvieux de 24 à 48h avec jusqu'à 24h d'incertitude sur les prédictions météorologiques.

Pour un événement pluvieux sur une plus courte période (<12h), il est nécessaire de diminuer le pas de temps et de raccourcir la période entre le lancement du programme et le début. Une fréquence d'échantillonnage de 2h sera plus adaptée pour ces événements pluvieux.

Une fréquence d'échantillonnage de 2h sera retenue.



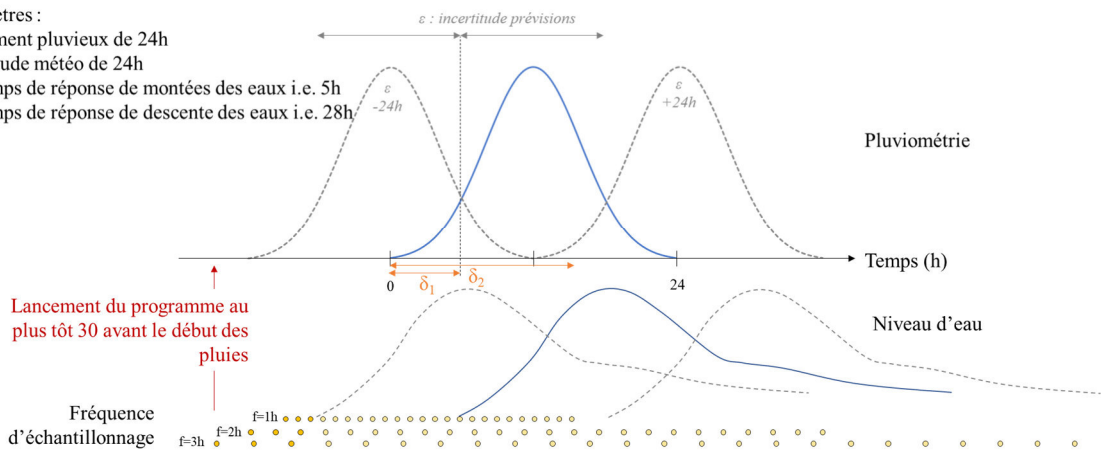
Paramètres :

Evènement pluvieux de 24h

Incertitude météo de 24h

δ_1 : temps de réponse de montées des eaux i.e. 5h

δ_2 : temps de réponse de descente des eaux i.e. 28h



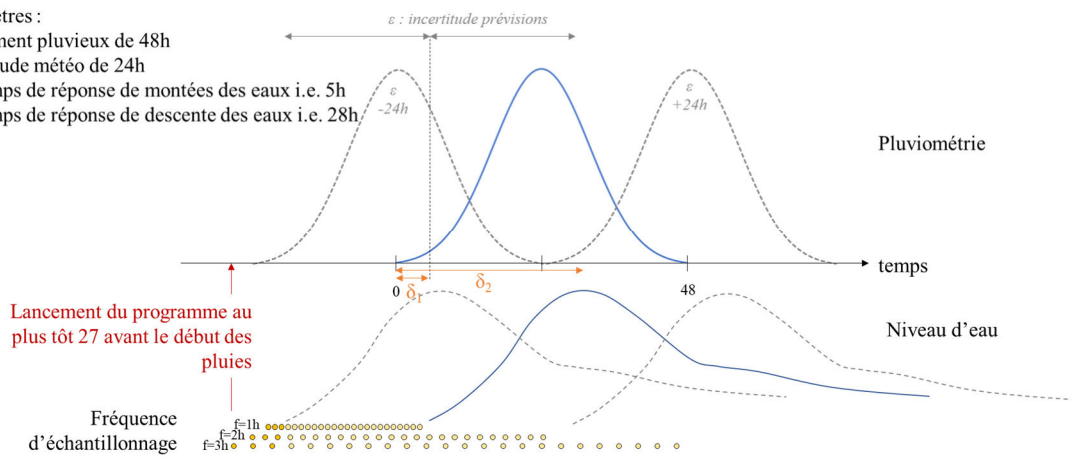
Paramètres :

Evènement pluvieux de 48h

Incertitude météo de 24h

δ_1 : temps de réponse de montées des eaux i.e. 5h

δ_2 : temps de réponse de descente des eaux i.e. 28h



Paramètres :

Evènement pluvieux de 48h

Incertitude météo de 12h

δ_1 : temps de réponse de montées des eaux i.e. 5h

δ_2 : temps de réponse de descente des eaux i.e. 28h

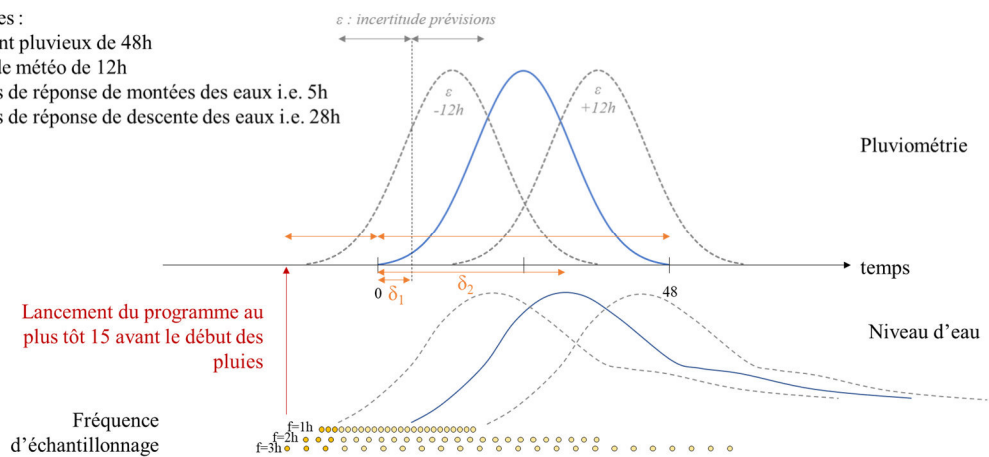


Figure 7. Scénarii considérés pour le choix de la fréquence d'échantillonnage

5 PROGRAMME ANALYTIQUE

L'échantillonnage des eaux du Grésillou permettra les analyses suivantes :



- éléments traces (métaux et métalloïdes) sous leur forme dissoute et particulaire : Aluminium (Al), Antimoine (Sb), Arsenic (As), Bismuth (Bi), Cadmium (Cd), Chrome (Cr), Cobalt (Co), Cuivre (Cu), Fer (Fe), Manganèse (Mn), Nickel (Ni), Plomb (Pb) et Zinc (Zn) ;
- cations majeurs : Calcium (Ca), magnésium (Mg), sodium (Na) et potassium (K) ;
- anions majeurs : Sulfates (SO_4^{2-}), Chlorures (Cl^-), carbonates (CO_3^{2-}) et hydrogénocarbonates (HCO_3^-).

Les flacons de 1 litre issus des préleveurs automatiques seront recueillis. Trois flacons seront préparés :

- eau filtrée avec stabilisant,
- eau filtrée sans stabilisant,
- eau non filtrée avec stabilisant.

6 PROTOCOLE TERRAIN

- 1) Veille météorologique sur météoduciel.fr, station Lastour : identification d'un évènement pluvieux égal ou supérieur à 30 mm/jour ;
- 2) Déplacement sur site et programmation des préleveurs automatiques et mise en place des flacons, 15h au plus tard avant l'évènement pluvieux ;
- 3) Prise de photos et mesure de débit au lancement du programme ;
- 4) Récupération des flacons à la fin de l'évènement pluvieux, au maximum 4 jours après le début de l'échantillonnage des préleveurs si les conditions le permettent. Les flacons seront annotés sur site (PE1-1 etc...) ;
- 5) Prise de photos et mesure de débit lors de la récupération des flacons ;
- 6) Filtration et/ou mise en flacons laboratoires avec stabilisant dans les locaux d'Envisol ;
- 7) Sélection des échantillons à analyser en fonction des données pluviométriques récoltées. Seuls les échantillons représentatifs de l'évènement pluvieux seront retenus ;
- 8) Envoi des échantillons au laboratoire pour analyses.

Notre Expertise

BRGM– La Villanière (11)
Protocole d'investigations des sources et des
voies de transferts



ENVISOL
Conseil & Ingénierie

Sites et Sols Pollués

Protocole d'investigations des sources et des transferts
BRGM
Référence du document : MO-KC-2010-2b
Version : Préliminaire
Date : 22/10/2020

www.envisol.fr



FICHE ADMINISTRATIVE DU DOSSIER



Siège social	Document établi par l'agence
2-4 rue Hector Berlioz 38 110 LA TOUR DU PIN Tel : 04 74 83 62 16 Fax : 04 74 33 97 83 SIRET : 512 308 321 00052 / APE :7112 B	Le siège social



Suivi :

Version	Date	Suivi des modifications ou observations
Version a	15/10/2020	Non concernée
Version b	22/10/2020	Modifiée suite aux remarques du Client



L'équipe projet :

Rédacteur	Contrôleuse	Superviseuse
Kevin COIN Mail: k.coin@envisol.fr Tel: 07 61 77 06 81	Emmanuelle DEVAUX Mail : e.devaux@envisol.fr Tel : 06 64 23 79 66	Anne-Gaëlle DAZZI Mail: ag.dazzi@envisol.fr Tel: 04 74 83 62 16



Référentiels encadrant le dossier :



Certification de service des prestataires
dans le domaine des sites et sols
pollués – Domaines A et B - www.lne.fr

Ce document et ses annexes sont la propriété d'ENVISOL. Il ne peut être utilisé, reproduit ou communiqué même partiellement sans son autorisation.



SOMMAIRE

1	Contexte et objectifs.....	5
2	Programme et stratégie d'investigation.....	5
2.1	Nartau	7
2.1.1	Nature des matériaux	7
2.1.2	Localisation des investigations	7
2.1.3	Prélèvements et programme analytique	8
2.1.4	Protocole d'échantillonnage	10
2.2	Bâtiments de Nartau.....	10
2.3	Résidus de four	12
2.3.1	Nature des matériaux	12
2.3.2	Localisation des investigations	12
2.3.3	Prélèvements et programme analytique	12
2.3.4	Protocole d'échantillonnage	13
2.4	Ramèle.....	15
2.4.1	Nature des matériaux	15
2.4.2	Localisation des investigations	15
2.4.3	Prélèvements et programme analytique	16
2.4.4	Protocole d'échantillonnage	16
2.5	Plateforme Marty	18
2.5.1	Localisation des investigations	19
2.5.2	Prélèvements et programme analytique	21
2.5.3	Protocole d'échantillonnage	21
2.6	Sédiments	22
2.6.1	Sédiments récents	22
2.6.2	Paléo-sédiments	24
3	Detail du Programme analytique	27
3.1	Analyses ICP-MS/AES	27
3.2	Analyses ICP-MS/AES granulochimiques.....	27
3.3	Analyses par diffractométrie des rayons X.....	27
3.4	Extraction séquentielle	28
3.5	Lixiviation étendue.....	Erreur ! Signet non défini.



3.6	Analyses pack ISDI	28
4	La mesure au pXRF	28
4.1	Matériel utilisé	28
4.2	Contrôle et assurance qualité	29
4.2.1	Incertitude instrumentale et limites de détection	29
4.3	Sécurité	29
5	Annexes	30



1 CONTEXTE ET OBJECTIFS

Dans le cadre de la tâche 2 de l'étude technico-économique des sites exclus du district de Salsigne, le BRGM souhaite caractériser les potentielles sources et les voies de transferts de l'arsenic en particulier identifiée au travers d'un schéma conceptuel établi dans le cadre de la tâche 1. L'objectif du présent document consiste en l'élaboration du protocole d'investigations : la définition du plan d'échantillonnage, des techniques de prélèvement et des analyses associées. Les données photographiques, lithologiques et géochimiques présentées dans le présent document sont extraites de la campagne terrain de septembre 2020 réalisée par ENVISOL ayant consistée en les mesures de terrain au pXRF des sédiments du Grésillou et des zones potentielles d'alimentation en arsenic (As).

2 PROGRAMME ET STRATEGIE D'INVESTIGATION

La méthodologie de prélèvement et d'analyses pour les roches et les sols est présentée ci-après.

Un screening au pXRF des échantillons tamisés à 2 mm permettra la sélection des échantillons pour les analyses laboratoire suivantes :

- spectrométrie de masse ou optique (ICP-MS/AES) précédée d'une minéralisation partielle (ICP) ou partielle et totale (ICP*),
- diffraction des rayons X (DRX),
- extraction séquentielle (Extr. Seq.),
- lixiviation étendue,
- pack ISDI.

Le critère de sélection des échantillons pour analyses laboratoire sera la représentativité de la gamme observée au pXRF, des échantillons composites pourront être formés à ce titre.

Lors du screening, des échantillons seront également sélectionnés afin d'étalonner la mesure pXRF via des analyses ICP. Les échantillons envoyés au laboratoire en vue de cet étalonnage seront systématiquement tamisés à 2 mm. Environ 20% des échantillons mesurés au pXRF seront envoyés au laboratoire. Les échantillons seront sélectionnés de façon à couvrir toute la gamme de concentrations en As. Nous estimons qu'il sera nécessaire de produire deux droites d'étalonnage, une pour les matrices de Si, une pour les matrices de Fe. A ce titre, pour chaque échantillon mesuré au pXRF lors du screening, les teneurs en As, Fe et Si seront notées afin d'orienter les choix de sélection des échantillons destinés à la calibration du pXRF.

En raison des diversités granulométrique et lithologique et afin de respecter la représentativité des échantillons, les analyses ICP, DRX, extraction séquentielle, lixiviation et ISDI seront réalisées sur les deux fractions granulométriques des matériaux des sources, à savoir la matrice fine (< 2mm) et les graves et blocs (> 2 mm).

Afin d'appréhender les transferts entre les sources, qui sont des sédiments en devenir, et les sédiments eux-mêmes, celles-ci feront l'objet d'analyses granulo-chimiques consistant en la mesure au pXRF et l'analyse ICP sur chaque fraction granulométrique. Au regard des proportions granulométriques observées sur les échantillons prélevés lors de la campagne de septembre 2020 les proportions retenues sont les suivantes :

- 0-63 µm



- 63-200 µm
- 200-2000 µm

La fraction granulométrique 0-2 mm sera déterminée pour les mêmes échantillons lors des analyses ICP-MS/AES classiques.

Les spécifications propres à chaque zone investiguée concernant les stratégies et programme d'investigation et les techniques de prélèvement, sont renseignées dans les sous-sections associées à chaque zone investiguée (§ 2.1, 2.2, 2.3, 2.4, 2.5 et 2.6).

Cette campagne de prélèvement ne pourra être réalisée qu'en conditions météorologiques favorables, i.e. en absence de pluie.

Zone investiguée		Mesure au pXRF	Eau régale (ICP) pour calibration pXRF	analyse eau régale	analyses totales (triacide) + analyses eau régale	DRX	Test percolation	Extraction	ISDI
Nartau	3 échantillon de fraction fine en pied de verse (susceptible d'être entraîné vers le Grésillou : rigole, zone d'accumulation...)	20	4		3	3		3	
	1 échantillon de bloc représentatif de la surface de pied de verse investiguée				1	1		1	
	Corps de verse accessible (pas ce qui part vers le Grésillou)	10	2						1
	1 échantillon de fraction fine de matériaux blanc en haut verse principale	5	1		1	1		1	1
	1 échantillon de bloc de matériaux blanc en haut verse principale				1	1		1	
	Granulochimie (3 échantillons * 3 coupes) sur les 3 échantillons en pied de verse			9					
batiments nartau	Echantillons sur sondages			0	0	0	0	0	0
	Sur sols superficiels / faible profondeur	10	2						
Résidus de four	2 sondages			0	0	0	0	0	0
	Sur sols superficiels / faible profondeur (fraction fine)	10	2		1	1		1	1
	Sur sols superficiels / faible profondeur (bloc)				1	1		1	
	Granulochimie (1 échantillon * 3 coupes) sur le même échantillon			3					
	TOTAL	55	11	12	8	8	0	8	3
Ramèle	Sur échantillons sondages			0			0		0
	Echantillons superficiels / faible profondeur	15		3			3		3
	Petite verse proche Hort Estiou	5	1						
	TOTAL	20	1	3	0	0	3	0	3
Marty	Résidus du muret mis à nu par la crue (fraction fine)	5	1		1	1		1	1
	Résidus mis à nu par la crue (bloc)				1	1		1	
	Sur échantillons sondages manuels si possible			2	0	0	2	0	2
	Tas de résidus (fraction fine)	5			1	1		1	1
	Tas de résidus (blocs)				1	1		1	
	Sols superficiels (matériaux de)	10		1					1
	Granulochimie sur muret (1 échantillon * 3 coupes)			3					
TOTAL	20	1	6	4	4	2	4	5	
Sédiment	paléo sédiments	15	5		3	3		3	
	Sédiments		6		6	6	6	6	
	Granulo chimie (6 échantillons + 1 paleo sédiment * 3 coupes)			21					
	TOTAL	15	11	21	9	9	6	9	0
TOTAL par type d'analyse		110	24	42	21	21	11	21	11

N.B. : Les tests de percolation sur les sédiments seront réalisés uniquement si l'extraction séquentielle ne prévoit pas d'étape visant à extraire la fraction soluble.