

ADEME



Agence de l'Environnement
et de la Maîtrise de l'Energie



Année 2021 – 2022

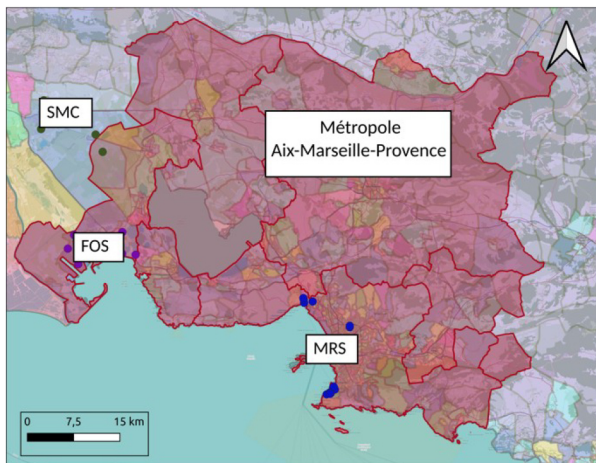
Mention : Biodiversité, Écologie et Évolution (BEE)

Finalité : Écotechnologie et bioremédiation

Mémoire de Stage de Master 2

Évaluation de l'exposition atmosphérique des territoires de la Métropole Aix-Marseille-Provence par biosurveillance lichénique

Présenté par DALQUIER Caroline



Responsable de stage : Annabelle Austruy

Structures d'accueil : Institut Écociroyen pour la Connaissance des Pollutions et Laboratoire
de Chimie de l'Environnement

Responsable pédagogique : Isabelle Laffont-Schwob



Le présent rapport est publié sous licence CC-BY-ND

Les données, les interprétations et les images présentes dans ce rapport sont la propriété de l'Institut Écociroyen pour la Connaissance des Pollutions, libres d'accès et d'utilisation à condition de citer les références du rapport et d'indiquer la source des données, photos, et graphiques ("Institut Écociroyen pour la Connaissance des Pollutions").

Il ne sera pas apporté de modifications à la version originale du rapport à des fins de diffusion. L'Institut Écociroyen pour la Connaissance des Pollutions ne pourra être tenu responsable de toute interprétation réalisée par un tiers et qui n'est pas explicitement détaillée dans ce rapport.

Pour citer ce rapport :

Caroline Dalquier. EVALVIE : Évaluation de l'exposition atmosphérique des territoires de la Métropole Aix-Marseille-Provence par biosurveillance lichénique - Rapport de stage. Institut Écociroyen pour la Connaissance des Pollutions, 2022.

Remerciements

Je souhaite remercier les personnes suivantes pour le bon déroulement de ce stage de deuxième année de Master 2.

Je remercie Isabelle Laffont-Schwob (Laboratoire Population Environnement Développement d'Aix-Marseille Université) de m'avoir soutenue dans mes choix et de ces conseils avisés et fort d'enseignement depuis la licence 3 SVT Biodiversité et Écologie. Cela m'a permis d'avoir d'avantage confiance en moi sur la fin de mon cursus universitaire.

Je remercie également Pascale Prudent (Laboratoire Chimie Environnement d'Aix-Marseille Université) de m'avoir accueillie le temps d'une session de manipulation en laboratoire (sur des airs de jazz à la radio), de m'avoir formée sur ces manipulations et de m'avoir prodiguée de bons conseils.

Je tiens à exprimer tout particulièrement ma reconnaissance à Annabelle Austruy de l'Institut Ecocitoyen pour la Connaissance de la Pollution pour son encadrement, ses conseils, de m'avoir formée sur la bioindication lichénique ainsi que sur la bioaccumulation lichénique. Je la remercie également pour le temps qu'elle m'a accordée, malgré son emploi du temps chargé, et de la patience qu'elle a pu avoir à mon égard le temps que je prenne mes marques à l'Institut.

Merci à Philippe Chamaret de m'avoir permise d'effectuer ce stage et merci aux membres d'équipe de l'Institut de m'avoir accueillie, conseillée et encadrée dans un certain sens. Merci aussi de m'avoir permise d'assister au copil Pomoterri, durant lequel j'ai pu faire la connaissance et échanger avec Laeticia D'Amato.

Ce stage a été financé par l'ITEM et dans le cadre de l'AAP IMPACT 2021 de l'Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME) durant le projet EVALVIE, intitulé « Évaluation de la vulnérabilité environnementale et sanitaire d'un territoire en lien avec l'activité anthropique et la diversité des milieux » porté par l'Institut Ecocitoyen pour la Connaissance de la Pollution, Fos-sur-Mer.

Merci à M'Bemba d'avoir été mon co-voiturage durant le stage et avec qu'il y avait une bonne ambiance sur le trajet.

Merci à Nadira Taïeb pour m'avoir motivée et conseillée sur le parcours auquel je me voue. Merci pour ces mots justes et sa confiance.

Merci à Adrien de Bisschop, mes amis et à ma famille pour leur soutien si réconfortant et leur conseil.

Table des matières

1. INTRODUCTION.....	1
2. MATÉRIEL ET MÉTHODES.....	4
2.1. SITES D'ÉTUDES.....	4
2.2. BIOSURVEILLANCE LICHÉNIQUE.....	7
2.2.1 – <i>Relevé de bioindication lichénique</i>	7
2.2.2 – <i>Mesure de bioaccumulation lichénique</i>	8
2.2.2.a – Choix de l'espèce <i>Xanthoria parietina</i> (L.).....	8
2.2.2.b. – Échantillonnage des thalles de <i>Xanthoria parietina</i>	8
2.2.2.c – Pré-traitements des thalles de <i>Xanthoria parietina</i>	8
2.2.2.d – Détermination des teneurs en métaux dans les échantillons de <i>Xanthoria parietina</i>	9
2.2.2.e – Détermination des teneurs en HAPs dans les échantillons de <i>Xanthoria parietina</i>	10
2.3. CALCULS DES INDICES ÉCOLOGIQUES ET ANALYSES STATISTIQUES.....	11
2.3.1 – <i>Indices écologiques</i>	11
2.3.2 – <i>Traitements statistiques</i>	12
3. RÉSULTATS.....	12
3.1. BIOACCUMULATION LICHÉNIQUE.....	12
3.1.1 – <i>Concentrations en métaux</i>	12
3.1.2 – <i>Concentrations en HAPs</i>	15
3.2. BIOINDICATION LICHÉNIQUE.....	17
4. DISCUSSIONS.....	20
4.1. CARACTÉRISATION DE L'EXPOSITION ATMOSPHÉRIQUE.....	20
4.2. CRÉATION D'INDICATEURS ENVIRONNEMENTAUX.....	23
5. CONCLUSIONS.....	25
BIBLIOGRAPHIE.....	26
LISTES DES ANNEXES.....	29
RÉSUMÉS.....	42

Index des Figures

- Figure 1** : Carte des IRIS de Fos-sur-Mer, Marseille et Saint-Martin-de-Crau sélectionnés avec le nom des IRIS et les points d'échantillonnage.....7
- Figure 2** : Teneurs en mg.kg^{-1} MS des éléments majeurs (A) et des éléments traces (B) relevées dans les thalles de *X. parietina* (test de Wilcoxon ; $n=6$; $p < 0,05$). Chaque teneur est représentée par un boxplot montrant la médiane, les 1er et 3ème quartiles, les valeurs minimales et maximales.....15
- Figure 3** : Teneurs moyennes de As, Cd, Fe, Pb et Zn relevées dans les thalles de *X. parietina*, en mg.kg^{-1} MS et définies par IRIS des communes étudiées. La couleur des histogrammes est fonction du type d'habitat décrit sur l'IRIS.....16
- Figure 4** : Teneurs en HAP totaux des thalles de *X. parietina*, en $\mu\text{g.kg}^{-1}$ MS, moyennées par communes (A ; test de Wilcoxon ; $n = 6$; $p < 0,05$) et par IRIS. En A, les boxplots représentent les médianes, les 1er et 3ème quartiles, les valeurs minimales et maximales. En B, la couleur des histogrammes est fonction de l'habitat décrits sur l'IRIS.....18
- Figure 5** : Histogramme de la richesse spécifique et de l'abondance lichénique, de l'indice de Shannon, de l'IPA et de la VDL de chaque station classée par IRIS et communes.....22
- Figure 6** : Analyse en composantes principales (ACP) de la diversité lichénique (IPA et VDL) et la bioaccumulation de *X. parietina* aux polluants (HAP totaux, Fe, Cd, As et Pb) en relation avec les différents IRIS étudiés ($n = 6$). Les ellipses en couleur correspondent aux communes étudiées.....25

Index des Tableaux

- Tableau 1** : Récapitulatif des caractéristiques des IRIS étudiés. Le code employé est obtenu par l'abréviation du nom des communes et du numéro des IRIS sélectionnés.....7
- Tableau 2** : Liste des espèces lichéniques avec leurs fréquences par station, leurs fréquences totales et moyennées ainsi que le nombre de stations où ces espèces ont été retrouvées. La variable "To" renseigne l'indice de toxitolérance de chaque espèce (1 = faible ; 3 = élevé). Les couleurs des espèces indiquent le type de lichens.....19
- Tableau 3** : Récapitulatif des indices de mesures d'exposition (IPI, HAP totaux) et de mesures d'impacts (IPA) des IRIS étudiées.....26

1. Introduction

Aujourd'hui, la vulnérabilité des territoires est une notion intégrée à la gestion du risque et notamment face aux risques environnementaux et sanitaires consécutifs à l'intensification des activités anthropiques et l'urbanisation croissante des territoires. C'est pourquoi, les futurs aménagements du territoire et les projets d'urbanisme sont dans l'obligation de respecter les directives imposées par la Stratégie Nationale pour la Biodiversité (2004), par la loi Grenelle 2 (Loi n°2010-788 du 12/07/2010) et par plusieurs réglementations et législations du Code de l'Environnement. Ainsi, tout projet d'aménagement quelle que soit sa nature, doit considérer et respecter les milieux naturels et la biodiversité s'y trouvant. Cependant, il est parfois difficile d'estimer la vulnérabilité par manque d'indices ou de données permettant d'avoir une gestion appropriée de ces milieux sujets à un aménagement.

Pour répondre à ce manque de connaissance, le projet EVALVIE, porté par l'Institut Ecocitoyen pour la Connaissance des Pollutions (IECP) et regroupant un consortium de partenaires universitaires (LPED, LCE, CEREGE, DYNAFOR), a débuté en septembre 2021 pour une durée de trois ans avec le soutien financier de l'Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (ADEME). Ce projet a pour but d'évaluer la vulnérabilité environnementale et sanitaire des territoires en prenant en compte l'écologie des milieux, l'état environnemental, l'urbanisation et l'activité anthropique. Ainsi, ce travail permettra d'identifier un gradient de pressions anthropiques et de faire ressortir les zones les plus extrêmes, les plus critiques au regard de leur intérêt patrimonial, urbanistique et environnemental.

EVALVIE propose ainsi de définir une méthodologie pour construire un indice intégratif de vulnérabilité environnementale et sanitaire des milieux reproductible et applicable sur tous types de territoire en combinant les trois principaux enjeux (socio-économiques, environnementaux et écologiques). Il s'agit de construire une base de données des indicateurs multi-enjeux (environnementaux, écologiques, démographiques et socio-économiques), obtenus par l'analyse d'écosystèmes présentant des types de milieux et d'expositions environnementales contrastés. Une attention sera portée sur la prise en compte de la résilience des milieux, notion qui sera intégrée à l'analyse et à l'élaboration de l'indicateur intégratif de vulnérabilité.

La métropole Aix-Marseille-Provence (MAMP) (Fos-sur-Mer et Marseille) et la commune de Saint-Martin-de-Crau ont été choisies comme territoires d'étude pour l'élaboration de l'indice de vulnérabilité du fait de leur contraste paysagé et leurs activités passées et présentes (Atlas des paysages des Bouches-du-Rhône, 2022 ; Corinne Land Cover, 2012). Ces communes

présentent autant de paysages naturels, urbains qu'industriels auxquels s'ajoutent d'importants axes routiers et maritimes. Fos-sur-Mer, abritant un complexe industrialo-portuaire, est une zone urbaine sous influence industrielle actuelle (Austruy et al., 2019 ; Daumalin, 2020), Marseille est une zone urbaine et péri-urbaine influencée par un passif industriel (Daumalin et Laffont-Schwob, 2016) et Saint-Martin-de-Crau est une commune rurale et agricole (Dutoit et al., 2011). Ce travail d'analyse s'effectue à l'échelle des unités de territoires appelées IRIS (Ilots regroupés pour l'information statistique). Ces unités ont été développées par l'Institut national de la statistique et des études économiques (INSEE) dans le but d'avoir une diffusion homogène du recensement national. L'IRIS prend en compte les critères géographiques et démographiques du territoire et considère les communes supérieures à 5000 habitants. Il existe trois types d'IRIS (INSEE, 2016). On retrouve (i) les IRIS d'habitats qui regroupent entre 1 800 et 5 000 habitants et sont homogènes quant au type d'habitat, (ii) les IRIS d'activités regroupant plus de 1 000 salariés et comptant deux fois plus d'emplois salariés que d'habitants et (iii) les IRIS divers correspondant à de grandes zones spécifiques peu habitées. L'étude de ces unités territoriales permettra de mieux visualiser les variations spatiales des résultats obtenus.

De manière générale, le projet EVALVIE permettra d'évaluer, à l'échelle des unités d'IRIS, les trois types d'enjeux : écologique, socio-économique et environnemental afin d'élaborer l'indice de vulnérabilité environnementale et sanitaire. Le volet auquel se rattache le présent mémoire est celui de l'approche environnementale. L'exposition environnementale est évaluée dans les compartiments aériens et terrestres à partir de mesures de biosurveillance lichénique et de pollution diffuse des sols. Seule la partie traitant de la biosurveillance atmosphérique par les lichens est exposée dans ce rapport.

De manière générale, la biosurveillance est une méthode d'observations et de mesures d'un organisme donné ou d'une communauté d'organismes indiquant, indirectement, l'état du milieu environnant (Van Haluwyn et al., 2008). Elle comporte différents outils de diagnostics comme la biointégration, la bioindication, les biomarqueurs et la bioaccumulation, pouvant être appliqués par voie passive ou active. Cette notion indique l'utilisation d'organismes directement prélevés dans leur milieu (Agnan, 2013) ou la réalisation de transplantations d'échantillons dans le milieu (Paoli et al., 2015).

En ce qui concerne la biosurveillance atmosphérique, il s'agit d'une méthode de plus en plus appliquée ces dernières années dans le cadre des évaluations de la qualité de l'air (Van Haluwyn et al., 2008 ; Cuny et al., 2011 ; Ratier et al., 2018 ; Austruy et al., 2019). Cette méthode utilise des organismes sensibles aux polluants (lichens, mousses, tabac...) et elle

permet une approche globale en prenant en compte l'ensemble des contaminants du milieu et complète ainsi les mesures physico-chimiques atmosphériques réglementaires. Ainsi, ces observations ont permis d'établir indirectement, au cours du temps, les effets potentiels de la pollution sur l'environnement et la santé. En effet depuis 1978, l'emploi de végétaux sensibles à la pollution a permis notamment de surveiller la qualité de l'air (Swieboda et Kalemba, 1978), avec entre autres l'utilisation des lichens en bioindication et en bioaccumulation (Nimis et al., 2002 ; Agnan, 2013 ; Augusto et al., 2013 ; Dron et al., 2016 ; Ratier et al., 2018 ; Dron et al., 2021).

Issus d'une symbiose entre un champignon et une algue ou cyanobactérie, les lichens ont une anatomie et une physiologie particulière. Leur structure végétative en forme de thalle se développe sur un substrat donnant alors une surface d'échange assez importante avec l'atmosphère. Cette surface n'est pourvue d'aucune cuticule, de stomate ou de vaisseau conducteur et est composée de tissu mucilagineux contenant beaucoup de pores. De plus, ce sont des organismes pérennes qui maintiennent une morphologie constante dans le temps du fait de leur croissance lente et d'une activité biologique permanente. Ils ne présentent pas de système racinaire et se nourrissent exclusivement des particules atmosphériques par absorption passive (Van Haluwyn et al., 2009 ; Dobson, 2011 ; Tiévant, 2011). En 1866, Nylander fut le premier à faire le lien entre la diversité en lichens d'un lieu et la qualité de l'air, après des observations effectuées au jardin du Luxembourg à Paris (Nylander, 1866). Ces observations ont permis, au cours du temps, d'identifier les lichens comme de bons candidats pour la biosurveillance atmosphérique (Agnan, 2013 ; Ratier et al., 2018 ; Dron et al., 2021). Du fait de leurs caractéristiques, ils sont considérés comme des bioaccumulateurs et des bioindicateurs d'impact (Van Haluwyn, 2008 ; Dron et al., 2016 ; Ratier et al., 2018). En cas de pollutions fortes de l'atmosphère, leur diversité et abondance diminuent (Agnan, 2013). La mesure des teneurs en polluants, par bioaccumulation lichénique, est permise par l'absorption passive des particules de l'atmosphère par les lichens. La bioaccumulation lichénique permet une intégration des polluants sur plusieurs mois (3 à 6 mois). Il est à noter que l'absorption des polluants est différente selon l'espèce de lichen (surface des thalles différentes et spécifiques à l'espèce) (Ratier et al., 2018). Ces organismes sont ainsi fréquemment utilisés en biosurveillance atmosphérique et sont l'objet d'une méthode normalisée au niveau européen à travers la norme EN 16413 (AFNOR-CEN, 2012). De nombreux travaux ont été menés ces dernières années par l'IECP en biosurveillance lichénique sur le territoire de la MAMP permettant d'évaluer les variations temporelles et spatiales de l'exposition atmosphérique (Dron et al., 2016 ; Ratier et al., 2018 ; Dron et al.,

2021).

Intégré au projet EVALVIE, ce travail permettra de caractériser l'exposome atmosphérique au niveau territorial en lien avec la diversité des milieux et habitats et permettra également de définir les descripteurs atmosphériques environnementaux. Ces données environnementales collectées seront utilisées pour (i) évaluer l'exposition atmosphérique des territoires d'études et leur impact environnemental, (ii) valider l'utilisation de cette méthode de biosurveillance à l'échelle de l'IRIS, (iii) mettre en lien ces mesures avec l'activité anthropique actuelle des territoires d'études et (iv) évaluer la pertinence et la robustesse de l'emploi de ces méthodes de biosurveillance atmosphérique dans l'élaboration d'un indice de vulnérabilité environnementale et sanitaire.

2. Matériel et méthodes

2.1. Sites d'études

Trois communes du département des Bouches-du-Rhône ont été sélectionnées présentant des environnements et des activités anthropiques bien distinctes. Afin d'élaborer une méthode pour définir un indice de vulnérabilité environnementale et sanitaire du territoire, Saint-Martin-de-Crau (SMC), Fos-sur-Mer (FOS) et Marseille (MRS) ont été choisies (Figure 1).

Plusieurs zones préservées (Annexe 1), comme des réserves naturelles nationales (Coussouls de Crau), parc régional (Camargue) ou national (Parc National des Calanques), zones Natura 2000, terrains appartenant au Conservatoire du Littoral ou encore des sites classés, attestent de la présence de milieux remarquables (zones humides, pelouses steppiques, guarrigues, etc.) ainsi qu'une importante diversité en faune et flore dont de nombreuses espèces sont protégées. Également, des zones de fortes activités industrielles, portuaires et urbaines (notamment pour FOS et MRS) sont présentes sur le territoire. En effet, historiquement, le sud de MRS (Calanques) a accueilli des usines de production de soude, soufre, acide sulfurique et acide tartrique (Montredon à Callelongue) ainsi que des usines de traitement du plomb argentifère (Montredon, Les Goudes et Escalette) et des fours à chaux (Saména) au début du XIX^{ème} jusqu'au début XXI^{ème} siècle (Daumalin et Laffont-Schwob, 2016 ; Heckenroth et al., 2017). Au nord de MRS l'activité industrielle passée était orientée sur la métallurgie et comptée de nombreux établissements de tuilerie/briqueterie. De plus, le littoral présente plusieurs infrastructures de réparation navale, croisière/passagers, stockage de conteneurs ou stockage de marchandises solides et liquides.

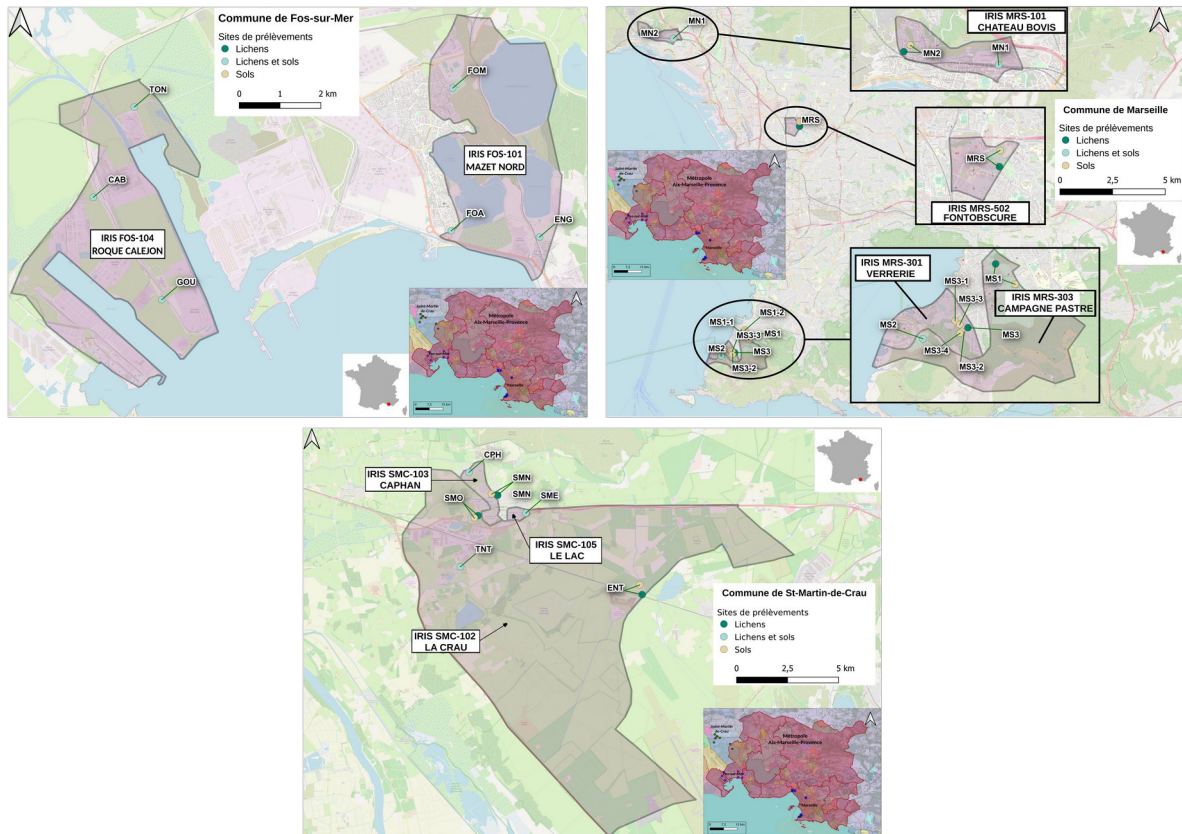


Figure 1. Carte des IRIS de Fos-sur-Mer, Marseille et Saint-Martin-de-Crau sélectionnés avec le nom des IRIS et les points d'échantillonnage.

La commune de FOS est caractérisée par une forte activité industrielle et urbaine. En effet, le Grand port maritime de Marseille-Fos (GPMM) est la plus grande zone industrialo-portuaire d'Europe du Sud. Il regroupe le golfe de Fos (ZIP de Fos) à l'ouest, industrialisé à partir de 1966, et le bassin est avec la zone portuaire de Marseille (Annexe 2). La ZIP de Fos regroupe des usines chimiques, pétrochimiques, gazières et sidérurgiques ainsi que des espaces de stockages, de traitements de déchets et des terminaux portuaires accueillant de grands navires transporteurs. Dans ces sites industriels, près de 12 sites sont jugés à « seuil élevé » SEVESO. Quant à la commune de SMC, la principale activité anthropique est l'agriculture et en particulier l'élevage ovin (Dutoit et al., 2011). La majorité des parcelles est utilisée pour le pâturage comme prairies (permanente et temporaire), estives et des landes (Annexe 3). En moindre proportions, on retrouve des parcelles de productions de céréales, d'olives ou de fruit à coque, ainsi que des vergers et maraichers.

Une base de données (BDD) regroupant l'ensemble des activités anthropiques des territoires d'étude a été réalisée dans le cadre de ce stage mais non exploitée dans ce rapport. Néanmoins, cette BDD, inspirée du travail de D'Amato (2020), a permis de décrire le passif industriel (1800 à 2000) de MRS et FOS, dominé par les industries métallurgiques et

chimiques à MRS, ainsi que pétrochimiques à FOS avec de nombreux terminaux (minéraliers, pétroliers, conteneurs ou méthaniers) entraînant un trafic maritime dense sur le bassin ouest. Pour SMC, une zone d'activités industrielles (chimie, explosif) et logistiques (stockage et transports) s'est implantée ces dernières années. La construction de cette BDD est présentée en Annexe 4.

Le plan d'échantillonnage a été défini à partir des unités d'IRIS sélectionnées. La sélection de ces IRIS a notamment été guidée par le type d'habitat afin d'avoir une diversité d'habitats suffisante pour développer l'indice de vulnérabilité et représentative des différents milieux rencontrés dans les Bouches-du-Rhône. Au sein des IRIS, le nombre et le choix des sites d'études ont été définis à partir de la superficie de chaque IRIS et de leur variabilité spatiale (Tableau 1). Ainsi, en fonction de la surface de ces IRIS, les points de prélèvement sont placés de la manière suivante :

- un point de prélèvement lorsque la surface de l'IRIS est inférieure à 1 km² ;
- deux points de prélèvement lorsque la surface est comprise entre 1 et 5 km² ;
- trois points de prélèvement lorsque la surface de l'IRIS est supérieure à 5 km².

Chaque IRIS est caractérisé par son type d'environnement (agricole, urbain ou industriel).

Tableau 1. Récapitulatif des caractéristiques des IRIS étudiés. Le code employé est obtenu par l'abréviation du nom des communes et du numéro des IRIS sélectionnés.

Code	N° IRIS	Villes (INSEE)	Types	Surface (km ²)	Nombre de sites
FOS-104	104	Fos-sur-Mer (13039)	Industriel	17,7	3 (CAB, GOU, TON)
FOS-101	101	Fos-sur-Mer (13039)	Urbain-industriel	15,0	3 (ENG, FOA, FOM)
MRS-101	101	Marseille (13216)	Urbain	1,1	2 (MN1, MN2)
MRS-502	502	Marseille (13214)	Urbain	0,5	1 (MRS)
MRS-303	303	Marseille (13208)	Urbain	2,3	2 (MS1, MS2)
MRS-301	301	Marseille (13208)	Urbain	0,7	1 (MS3)
SMC-102	102	St-Martin-de-Crau (13097)	Agricole	146,1	3 (ENT, SMO, TNT)
SMC-103	103	St-Martin-de-Crau (13097)	Urbain-agricole	2,4	2 (CPH, SMN)
SMC-105	105	St-Martin-de-Crau (13097)	Urbain	0,6	1 (SME)

Source : Géoportail, INSEE

2.2. Biosurveillance lichénique

2.2.1 – Relevé de bioindication lichénique

Le relevé de biodiversité lichénique est effectué selon la norme européenne EN 16413 consistant à effectuer un relevé de la flore lichénique (identification d'espèces, fréquence d'apparition) permettant alors de calculer plusieurs indices pour évaluer la qualité de l'air

(Nimis et al., 2002 ; Agnan, 2013).

Ce relevé a été réalisé sur 10 arbres feuillus de différentes espèces localisés sur les différents sites définis dans chaque IRIS. Tous les arbres choisis présentaient un tronc de circonférence supérieure à 50 cm et une inclinaison maximale de 20 °. Les relevés ont été effectués sur les quatre faces de chaque arbre à l'aide d'une grille d'observations composée de cinq mailles (10x10 cm) superposées verticalement et positionnée à un mètre de hauteur minimum afin d'éviter les perturbations des poussières émanant du sol. Les coefficients d'abondance mesurés via cette grille fluctuent entre un score de 0 (absence de l'espèce dans les mailles de la grille) et 5 (présence de l'espèce dans toutes les mailles de la grille). Ils sont relevés sur chaque face de chacun des 10 arbres échantillonnés de la placette, avec une abondance maximale de 200 (5 mailles * 4 faces * 10 arbres). À chaque arbre échantillonné, les coefficients de chaque espèce sont inscrits sur une fiche de terrain comportant également le nom des placettes, les coordonnées de chaque arbre, le nom d'espèces d'arbres échantillonnés ainsi que des observations complémentaires (conditions météorologiques, orientations, etc.) (Annexe 5). Pour une placette donnée, l'échantillonnage et l'identification sur le terrain a été effectuée sur une demi-journée.

Dans le cas où l'identification n'était pas possible sur le terrain, les espèces lichéniques ont été récoltées avec un couteau et mis dans des sacs plastiques. Au laboratoire, ils ont été observés à la loupe binoculaire (grossissement x5 à x40) et au microscope (grossissement x50 à x400) afin de caractériser la nature et l'organisation des structures reproductrices nécessaires à la détermination des espèces. En complément, des tests chimiques ont été utilisés pour l'identification des espèces provoquant des réactions colorées en fonction des pigments et acides contenus dans les lichens. Les solutions utilisées sont (i) la solution d'hypochlorite de sodium, (ii) la solution d'hydroxyde de potassium et (iii) la solution de paraphénylène-diamine (C₆H₄(NH₂)₂). Leur obtention est décrite en Annexe 5. La détermination des espèces lichéniques via l'observation des traits morphologiques et l'utilisation de tests chimiques a été réalisée à partir des clés de détermination et guides de références (Van Haluwyn et al., 2009 ; Dobson, 2011 ; Tiévant, 2011).

À partir des coefficients d'abondance, la fréquence (f_i) de chaque espèce lichénique sur la placette est calculée à partir du nombre de mailles X où ils ont été identifiés, parmi un total de 200 mailles observées (5 mailles * 10 arbres * 4 faces) (Eq.1).

$$f_i = \frac{X}{200} \quad \text{Eq.1}$$

2.2.2 – Mesure de bioaccumulation lichénique

*2.2.2.a – Choix de l'espèce *Xanthoria parietina* (L.)*

X. parietina a été choisie car elle est très répandue et représentée en région méditerranéenne. En plus de sa forte représentativité sur le territoire et dans le monde, l'espèce possède un thalle très étendu foliacé jaune-orange vif facilement reconnaissable (Annexe 5). Tolérante à la pollution azotée, elle est héliophile, nitrophile et peut être à la fois corticole et saxicole (respectivement arbres et roches ; Dobson, 2011 ; Tiévant, 2011). L'ensemble de ces caractères fait de *X. parietina* l'une des espèces de lichens les plus étudiées pour les mesures de bioaccumulation des polluants atmosphériques (Van Haluwyn et al., 2009 ; Augusto et al., 2013 ; Ratier et al., 2018). Dans ce projet, des mesures de bioaccumulation des teneurs en métaux et en Hydrocarbure aromatiques polycycliques (HAP) complètent les relevées de biodiversité lichénique.

*2.2.2.b. – Échantillonnage des thalles de *Xanthoria parietina**

À chaque station, les thalles de *X. parietina* ont été récoltés sur des troncs d'arbres feuillus des différentes essences rencontrées sur la placette. La récolte a été effectuée à un mètre de haut afin d'éviter les interférences des poussières émanant du sol sur les teneurs en polluants (Ratier et al. 2018). L'échantillonnage des quatre faces des troncs permettront d'avoir une meilleure représentativité de la qualité de l'air globale des sites étudiés. Les lichens ont été prélevés à l'aide d'un couteau en céramique et de gants de protection en nitrile évitant toutes altérations potentielles des échantillons. Entre chaque utilisation, le couteau était lavé à l'eau ultra pure. Les échantillons, de 10 à 20 g, ont été acheminés au laboratoire de préparation de l'IECP dans des flacons étiquetés en polyéthylène haute densité (HDPE) où ils ont été conservés au réfrigérateur à 4 °C dès leur arrivée, dans l'attente de leur pré-traitement (maximum 24 h après leur prélèvement).

*2.2.2.c – Pré-traitements des thalles de *Xanthoria parietina**

En laboratoire, les échantillons de lichens ont été triés avec du matériel non métallique lavé à l'eau ultra pure (pince en plastique ESD et couteau en céramique). Les poussières, débris végétaux, espèces de lichens non souhaitées et morceaux d'écorce des échantillons ont été retirés. Pour chaque site, les échantillons, triés à l'état frais, ont été pesés puis congelés à -30 °C pendant 24 h, ensuite ils ont été lyophilisés à -55 °C sous 0,035 mbar jusqu'à une perte de poids inférieure à 5 % en 24 h. La lyophilisation a été choisie de préférence par rapport au séchage en étuve car il y avait moins de risque de perte de composés organiques volatils (HAP

et pesticides). Les échantillons ainsi triés et lyophilisés ont été broyés à l'aide d'un broyeur à billes (capsules et billes en zirconium) pendant 1min30 à une fréquence de 25 Hz (Retsch MM400). Le broyage a permis d'obtenir une poudre homogène et assez fine sans que les échantillons ne surchauffent du fait des frottements des billes entre elles et ne soient contaminés par des apports extérieurs. Les capsules et les billes ont été lavées entre chaque échantillon avec un protocole de nettoyage précis. Les échantillons broyés et lyophilisés ont été conservés dans des flacons (PPCO - 8 à 15 mL), étiquetés et placés dans un congélateur à -30 °C dans l'attente de la réalisation des analyses chimiques.

2.2.2.d – Détermination des teneurs en métaux dans les échantillons de *Xanthoria parietina*

Les teneurs en métaux dans les lichens ont été dosées après minéralisation des échantillons et à partir de techniques de spectrométrie de masse (ICP-MS). Ces analyses ont été effectuées au Laboratoire Chimie de l'Environnement (LCE) de Aix-Marseille-Université.

La minéralisation des échantillons (0,3 à 0,5 g) par digestion acide a été réalisée avec 6,5 mL de HNO₃ concentré (69 %) et 3 mL de HCl concentré (37 %). Chaque préparation a été introduite dans des réacteurs en téflon placés sur un carrousel du four micro-onde. Elle a été effectuée avec le programme suivant : 15 min pour atteindre 110 °C avec maintien de la température pendant cinq minutes, puis augmentation de la température jusqu'à 150 °C pendant huit minutes avec un palier de 10 minutes, ensuite augmentation de la température jusqu'à 180 °C en 5 min et maintien de cette température pendant 20 min et enfin diminution de la température progressivement jusqu'au refroidissement. Les préparations sont ensuite récupérées dans des tubes de 50 mL dans lesquels une dilution est faite avec un ajout d'eau ultra pure jusqu'au trait de jauge. Après homogénéisation, les solutions ont été filtrées à l'aide de filtres seringues de maille de 0,45 µm en acétate de cellulose. 15 mL de chaque échantillon ont été conservés dans l'attente des analyses par ICP-MS.

Le principe de celle-ci est qu'à l'aide d'un gaz vecteur (argon Ar), l'échantillon liquide va être injecté en aérosol dans la chambre de pulvérisation de l'appareil. L'aérosol passe alors dans la chambre à plasma pour que les particules se désolidarisent en molécules puis en atomes avant d'être ionisées. Ensuite la spectrométrie de masse analyse les ions obtenus par le traitement au plasma et donne la composition chimique de l'échantillon analysé (Tillard, 2016).

Pour chaque session de minéralisation et d'analyse ICP-MS, des standards (REF-MET Lichen et STDCRM Ray Grass) et des blancs ont été utilisés afin d'éviter toutes erreurs d'analyses.

2.2.2.e – Détermination des teneurs en HAPs dans les échantillons de *Xanthoria parietina*

Les HAP sont des composés organiques neutres, apolaires et constitués d'au moins deux cycles aromatiques. Au sens strict, ils ne contiennent que des atomes de carbone et d'hydrogène. Actuellement, environ 130 HAP ont été identifiés et 16 sont retenus comme prioritaires par l'agence environnementale américaine (United States - Environmental Protection Agency ; US-EPA) en raison de leur potentiel toxicité. Ces 16 HAP sont les plus fréquemment recherchés et analysés dans les études de risque pour l'environnement (Annexe 6 ; Rollin et al., 2005 ; Girard et al., 2011).

Les origines des HAP sont diverses et peuvent être regroupées en trois catégories :

- HAP pyrolytiques : formation issue de la combustion incomplète de matière organique pouvant être d'origine naturelle (feux de forêts ou éruptions volcaniques) (Eva et al., 2000) ou anthropique avec des émissions issues de l'utilisation de combustibles solides (bois, tourbe, charbon), de carburants automobiles et de certains procédés industriels (domaines de la fonte, métallurgie, production d'énergie, industries chimiques, production de coke, produits chlorés, pâte à papier, incinération des produits ménagers) (Brignon et Soleille, 2006).
- HAP pétrogéniques : formation à partir de produits pétroliers ou de leurs dérivés, avec des émissions localisées chroniques (activité portuaire, raffinerie, lessivage des infrastructures routières) ou accidentelles (marée noire) (Brignon et Soleille, 2006).
- HAP diagénétiques : formation par biosynthèse de la matière organique par les êtres vivants (Krauss, 2005).

Parmi les 16 HAP classés prioritaires par l'US-EPA, six ont été identifiés par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) comme dangereux et toxiques. Il s'agit du fluoranthène (Fla), du benzo(a)pyrène (BaP), du benzo(b)fluoranthène (BbF), du benzo(k)fluoranthène (BkF), du benzo(ghi)pérylène (Bpe) et du indénol(1,2,3-cd)pyrène (Ipy) (Annexe 6 ; WHO, 2004).

L'analyse des HAP s'est concentrée sur les 16 congénères HAP considérés comme prioritaires par l'US-EPA (Annexe 6). Ces analyses ont été effectuées au Laboratoire d'Analyses Chimiques de la Faculté de Pharmacie de la Timone à Marseille. La méthode employée pour ces analyses est basée sur celle décrite par Sarrazin et al. (2006).

Les échantillons broyés et lyophilisés ont été pesés (0,5 g) et ont subi une extraction à l'acétone au sein d'une cuve à ultrasons. De l'eau ultra pure a été ajoutée afin d'obtenir un mélange acétone/eau à 40 % en termes de volumes. Ces extraits ont été purifiés à l'aide d'une cartouche C-18 d'un gramme. Ainsi, les HAP ont été retenus et les impuretés ont été

dissociées des extraits. Les HAP ont ensuite été élués par de l'acétone et du méthanol. Les extraits ainsi purifiés sont analysés par chromatographie en phase gazeuse couplée à une spectrométrie de masse (GC/MS). Les analyses étaient réalisées avec le mode SIM, c'est-à-dire que les ions spécifiques de chaque composé ont été utilisés pour les quantifier. L'étalonnage de l'appareil a été réalisé pour chacun des 16 composés à l'aide d'une solution dite "mix" standard à 200 µg/mL, diluée à différentes concentrations avec de l'hexane. Les étalons et les blancs étaient régulièrement analysés, ainsi que l'analyse d'échantillons de référence (mollusque marin, IAEA-451) et d'ajouts dosés, afin de s'assurer de la qualité et de la robustesse des résultats obtenus. Chaque échantillon a été analysé plusieurs fois dans le but de réduire l'incertitude autour de la mesure des composés ciblés. Enfin l'identification, l'intégration des pics de chromatographie et la détermination des concentrations des échantillons ont été calculés suivant la courbe d'étalonnage.

2.3. Calculs des indices écologiques et analyses statistiques

2.3.1 – Indices écologiques

Pour chaque placette de relevé, les données de bioindication lichénique ont été traitées par le calcul d'indices de pollution comme l'Indice de Pureté Atmosphérique (IPA). Cet indice a été formulé par Leblanc et Sloover (1970) et est déterminé par l'Eq. 2.

$$IPA = \frac{1}{10} \sum_{i=1}^n (Q_i \times F_i) \quad \text{Eq.2}$$

Où i : espèce lichénique ; n : nombre total d'espèce dans une station ; Q_i : indice écologique de l'espèce i ; F_i : coefficient d'abondance de l'espèce i (de 1 rare à 5 abondante) ;

L'indice écologique d'une espèce (Q_i) est déterminé empiriquement à partir du nombre d'espèces accompagnantes sur tous les sites étudiés divisé par le nombre total de sites.

Prenant en compte la valeur écologique de chaque espèce et leur abondance, cet indice renseigne sur le niveau de pollution de l'air pouvant être très faible ($IPA > 100$) à très élevé ($IPA < 20$). Il met l'accent sur la nature et la sensibilité des espèces présentes.

D'autres indices écologiques sont calculés tels que la richesse spécifique (nombre d'espèces), l'abondance (somme des fréquences de chaque espèce), l'Indice de Shannon-Wiener (H') et la Valeur de diversité lichénique (EN 16413, 2012 ; VDL).

L'Indice de Shannon-Wiener permet de mesurer la biodiversité lichénique de chaque site étudié. Il présente une forte sensibilité vis-à-vis des fréquences des espèces rares.

La VDL met l'accent plus spécifiquement sur l'abondance lichénique de chaque site (Asta et

al., 2002). Elle correspond à la moyenne de la somme des coefficients d'abondance de chaque espèce lichénique mesurée sur chaque arbre.

2.3.2 – Traitements statistiques

Les traitements de données statistiques ont été réalisés à l'aide du logiciel R (©R Core Team, 2020). Les résultats des analyses chimiques des échantillons associés aux communes seront comparés par paire à l'aide d'un test statistique non paramétrique de Wilcoxon-Mann-Whitney (ou test de U de Mann-Whitney) en fonction des teneurs en métaux et HAP. Ce test statistique permet de comparer avec robustesse les différences entre les communes.

Les coefficients de corrélation de Spearman sont calculés également afin d'identifier les liens et d'éventuelles redondances statistiques au sein des données collectées appliqués aux teneurs en HAP et métaux. Ces coefficients sont donnés avec un intervalle de confiance $\alpha = 0,95$.

Enfin, les échantillons seront analysés par Analyse en composantes principales (ACP). Cette analyse est utilisée pour décrire les relations entre p ($p > 2$) variables quantitatives (indices écologiques calculés, teneurs en métaux et HAP) simultanément observées sur n individus (sites en fonction du type d'habitat et de leur localisation).

3. Résultats

3.1. Bioaccumulation lichénique

3.1.1 – Concentrations en métaux

Les teneurs en éléments majeurs et traces relevées dans les thalles de *X. parietina* prélevés sur les communes FOS, MRS et SMC sont présentées dans la Figure 2.

Pour les éléments majeurs (Figure 2A), les concentrations en Fe relevées sur les sites de FOS sont significativement supérieures à celles enregistrées sur MRS et SMC ($n = 6$, $p = 0,006$). La même tendance est observée pour Al et Ca sans différence significative. Les teneurs en éléments traces relevées dans les thalles de *X. parietina* prélevés sur les communes FOS, MRS et SMC sont présentées dans la Figure 2B.

Pour les éléments traces, les teneurs relevées sur les sites de FOS sont significativement supérieures à celles relevées à SMC et MRS excepté pour Cu, Ni et Sb mais aussi As et Zn à MRS. Pour de nombreux éléments, les concentrations mesurées à MRS sont supérieures à celles relevées à SMC exceptées pour Al, Fe, Cr, Mn, Mo, Ti et V et des différences significatives sont relevées entre ces deux communes pour Mn et Pb ($n = 6$, $p < 0,05$).

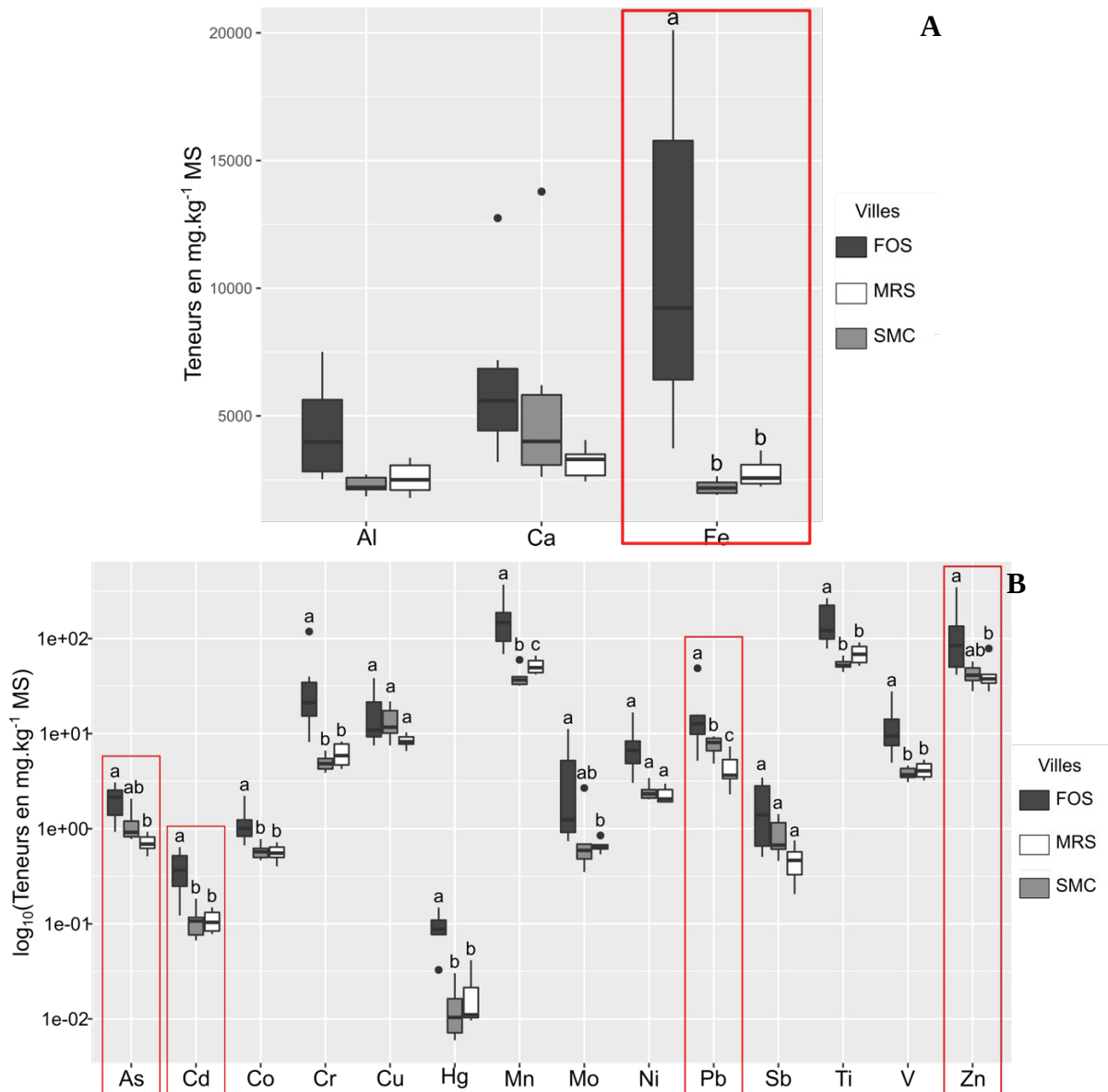


Figure 2. Teneurs en mg.kg^{-1} MS des éléments majeurs (A) et des éléments traces (B) relevées dans les thalles de *X. parietina* (test de Wilcoxon ; $n=6$; $p < 0,05$). Chaque teneur est représentée par un boxplot montrant la médiane, les 1^{er} et 3^{ème} quartiles, les valeurs minimales et maximales

Une analyse plus fine a été réalisée à l'échelle de l'IRIS (Figure 3) pour les éléments encadrés en rouge de la Figure 2. Ces éléments ont été sélectionnés pour leur importance dans les émissions anthropiques et leurs fortes variations observées entre les sites. Différents environnements ont été définis pour chaque IRIS en fonction de l'activité anthropique de ces territoires.

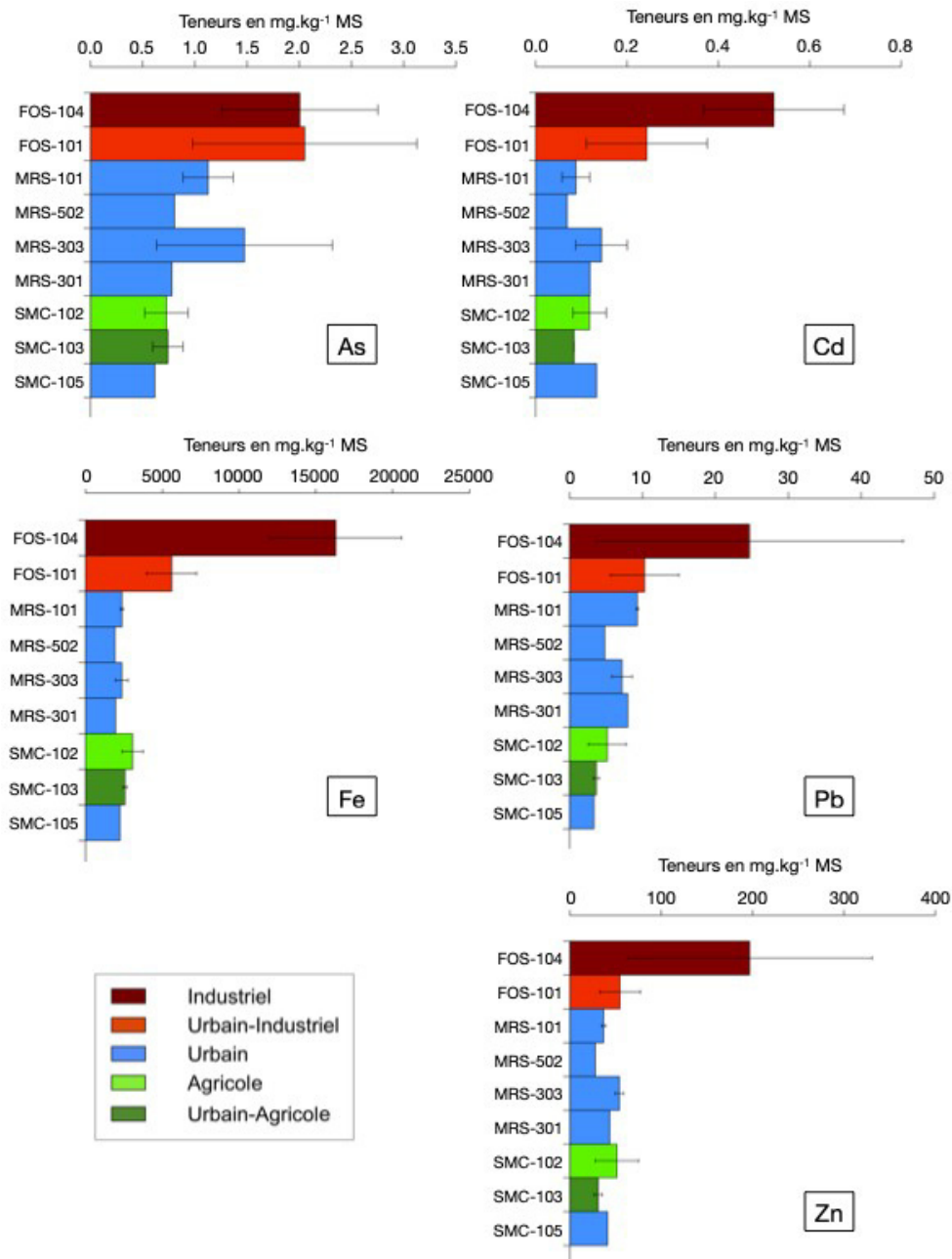


Figure 3. Teneurs moyennes de As, Cd, Fe, Pb et Zn relevées dans les thalles de *X. parietina*, en mg.kg⁻¹ MS et définies par IRIS des communes étudiées. La couleur des histogrammes est fonction du type d'habitat décrit sur l'IRIS ($n=3$ pour SMC-102, FOS-104 et FOS-101 ; $n = 2$ pour SMC-103, MRS-303 et MRS-101 ; $n = 1$ pour SMC-105, MRS-301 et MRS-502).

À FOS, deux IRIS ont été étudiés, un industriel dans la ZIP de Fos-sur-Mer (FOS-104) et un dans le cœur de commune considérée comme urbain-industriel par sa proximité avec la zone industrielle (FOS-101). D'importantes différences sont observées pour Cd, Fe, Pb ou Zn entre les IRIS, avec des teneurs plus élevées dans la zone industrielle. Au contraire, les teneurs moyennes en As sont homogènes entre FOS-104 et FOS-101 (2,0 et 2,1 mg.kg⁻¹) mais largement supérieures à celles relevées dans les IRIS de SMC et, dans une moindre mesure,

dans ceux de MRS (en moyenne respectivement 0,69 et 0,92 mg.kg⁻¹). Il est à noter que pour Cd, Fe, Zn et dans une moindre mesure Pb, des teneurs largement plus élevées ont été relevées sur FOS-104, de contexte industriel, par rapport aux autres IRIS étudiés.

À MRS, quatre IRIS sous contexte urbain ont été sélectionnés, un IRIS situé dans le 16^{ème} arrondissement (MRS-101) ainsi que deux IRIS dans le 8^{ème} arrondissement (MRS-301 et MRS-303) présentent un lourd passé industriel, MRS-502 est situé dans une zone fortement urbanisée. Pour As, Cd et Zn, MRS-101 présente les plus fortes teneurs (respectivement 1,42, 0,15 et 50,65 mg.kg⁻¹) et d'importantes variations intra-sites sont observées pour As. Pour ces éléments, la distribution des teneurs est homogène sur MRS-502, MRS-303 et MRS-301 (respectivement pour As 0,88, 1,06 et 0,96 mg.kg⁻¹ ; pour Cd 0,10, 0,07 et 0,11 mg.kg⁻¹ et pour Zn 51,0, 31,7 et 38,7 mg.kg⁻¹). Pour Fe et Pb, la distribution des teneurs est relativement homogène pour l'ensemble des IRIS, une variation intra-site est relevée sur MRS-303 pour Pb. À noter, des teneurs plus élevées pour ces deux éléments ont été relevées sur MRS-301, qui inclue une importante friche industrielle non réhabilitée.

Enfin, SMC comporte des IRIS ayant des habitats de types agricole (102), urbain-agricole (103) et urbain (105). Les teneurs moyennes en As sont distribuées de manière homogène entre les différents IRIS (respectivement 0,73, 0,74 et 0,62 mg.kg⁻¹ pour SMC-102, SMC-103 et SMC-105) et présentent des variations intra-sites modérées. Pour Cd, les teneurs relevées sont proches de celles enregistrées sur MRS, SMC-102 et SMC-105 présentent les plus importantes teneurs moyennes (0,12 et 0,13 mg.kg⁻¹) alors que SMC-103 présente une teneur moyenne de 0,08 mg.kg⁻¹. Pour Fe et Zn, les teneurs relevées dans les IRIS de SMC sont relativement homogènes et comparables aux niveaux mesurés à MRS. Les teneurs en Pb mesurées dans les IRIS de SMC sont les plus faibles enregistrées sur l'ensemble des sites d'étude avec des teneurs comparables entre les différents IRIS (5,18, 3,66 et 3,37 mg.kg⁻¹ respectivement pour SMC-102 et SMC-105).

3.1.2 – Concentrations en HAPs

Les teneurs en HAP totaux relevées dans les thalles de *X. parietina* prélevés dans les différents IRIS des communes de FOS, MRS et SMC sont présentées dans la Figure 4.

Les sites de FOS présentent également les teneurs moyennes les plus élevées par rapport à MRS et SMC (respectivement 1625,4, 600,7 et 809,6 µg.kg⁻¹). Néanmoins FOS n'est pas significativement différent de MRS et SMC (Figure 4A) du fait notamment des fortes variations intra-sites relevées à FOS. En revanche MRS est significativement différent de SMC (p = 0,0013) et présente des teneurs moyennes plus faibles que SMC.

À l'échelle des IRIS (Figure 4B), l'IRIS industriel 104 de FOS (n = 3) présente les teneurs moyennes et les variations intra-sites les plus élevées (2564,4 $\mu\text{g.kg}^{-1}$) parmi tous les IRIS. FOS-101 (contexte urbain-industriel, n = 3) montre des teneurs et des variations intra-sites plus faibles (686,3 $\mu\text{g.kg}^{-1}$) et comparables à celles observées sur les IRIS de SMC et MRS.

À MRS, les quatre IRIS, situées dans un contexte urbain, présentent des teneurs moyennes homogènes et des variations intra-sites faibles. Cependant, MRS-101 enregistre les concentrations les plus élevées (681,8 $\mu\text{g.kg}^{-1}$) de MRS. Il est à noter que les teneurs relevées sur MRS-301, situé dans le massif des Calanques et intégrant l'ancien site industriel Legré-Mante, sont les plus faibles.

Enfin, à SMC, SMC-103, en contexte urbain-agricole, présente les teneurs moyennes et les variations intra-sites les plus élevées (909,2 $\mu\text{g.kg}^{-1}$), SMC-102 (contexte agricole) et SMC-105 (contexte urbain), présentent des teneurs moyennes et des variations intra-sites plus faibles (respectivement 799,1 et 641,6 $\mu\text{g.kg}^{-1}$).

La mesure des teneurs moyennes des 16 congénères HAP dans les thalles de *X. parietina* a permis d'obtenir le profil des congénères HAP présenté en Annexe 7. La répartition des HAP renseigne sur l'origine de la source d'émissions ainsi que la nature de cette source. Les profils des HAP relevés dans les échantillons de lichens prélevés dans les différentes communes montrent une dominance des HAP à quatre cycles, notamment FlA et Pyr.

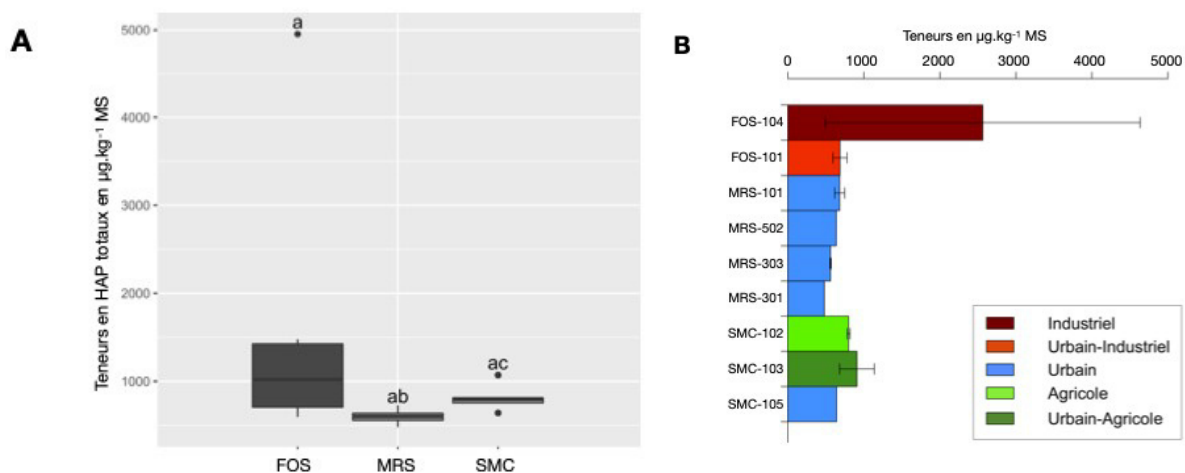


Figure 4. Teneurs en HAP totaux des thalles de *X. parietina*, en $\mu\text{g.kg}^{-1}$ MS, moyennées par communes (A ; test de Wilcoxon ; n = 6 ; p < 0,05) et par IRIS (B ; n=3 pour SMC-102, FOS-104 et FOS-101 ; n = 2 pour SMC-103, MRS-303 et MRS-101 ; n = 1 pour SMC-105, MRS-301 et MRS-502). En A, les boîtes à moustaches représentent les médianes, les 1^{er} et 3^{ème} quartiles, les valeurs minimales et maximales. En B, la couleur des histogrammes est fonction de l'habitat décrits sur l'IRIS.

En effet, FlA est le principal HAP rejeté quel que soit le secteur d'activité anthropique (INERIS, 2015). Alors que SMC et MRS présentent une plus grande proportion de HAP légers (deux à trois cycles) par rapport aux sites de FOS, de nombreux congénères lourds enregistrent des proportions plus importantes à FOS (Bpe, BaP ou BkF). Il est à noter les fortes variations intra-sites sur FOS. De même, des variations intra-sites importantes sont relevées pour certains congénères sur l'ensemble des communes, c'est le cas notamment de Phe, Pyr ou Ace. Au niveau des IRIS, c'est MRS-502, situé en zone fortement urbanisée à MRS, qui présente et rassemble les taux moyens les plus élevés pour les HAP à 2 et 3 cycles (Nap : 7,62 % ; Ace : 2,93 % ; Acy : 3,90 % ; Flu : 2,23 % ; Ant : 5,30 % ; Phe : 12,64 %) ainsi que pour le DBA (5,63 %) (Annexe 7).

3.2. Bioindication lichénique

La liste des espèces de lichens avec leurs fréquences par station, totales et moyennées sur l'ensemble des stations ainsi que le nombre de stations où ces espèces ont été retrouvées est détaillée dans le Tableau 2.

L'espèce la plus observée sur les stations est *X. parietina* avec une fréquence de 0,72, elle est observée sur l'ensemble des stations. Cette espèce à thalle foliacé est nitrophile, héliophile et toxitolérante. Sa forte abondance sur l'ensemble des stations justifie son choix dans les mesures de bioaccumulation lichénique. Les espèces à thalle foliacé *Hyperphyscia adglutinata* et *Physcia adscendens* sont retrouvées également sur l'ensemble des stations avec des fréquences moyennes moindres que *X. parietina* (respectivement 0,65 et 0,54). Ces espèces sont tolérantes à la pollution de l'air et rencontrées en abondance dans les zones urbanisées. Peuvent être aussi citées les taxons *Phaeophyscia orbicularis*, *Candelaria concolor*, *Lecanora chlorotera* ou *Lecidella elaeochroma* régulièrement relevées sur de nombreuses placettes (10 au total) mais à des fréquences plus faibles.

Il est à noter que le nombre d'espèces à thalle crustacé est plus grand que celui des espèces à thalle foliacé et des espèces à thalle fruticuleux dans l'ensemble des stations, exceptés les sites SME (SMC-105) et SMO (SMC-102). Ce type de lichen présente pour la majorité des espèces, une grande facilité à tolérer la pollution atmosphérique de son milieu. Quelques espèces à thalles fruticuleux ont été relevées sur les différentes communes. *Ramalina farinacea* a été retrouvée sur FOS-101 et MRS-101. *Teloschiste chrysophthalmus* a également été identifié sur FOS-101 mais aussi sur SMC-103 et SMC-105. *Evernia prunastri* a été relevée sur SMC-102. Relativement sensibles à la pollution atmosphérique, leurs présences indiquent des zones plus faiblement exposées.

Tableau 2. Liste des espèces lichéniques avec leurs fréquences par station, leurs fréquences totales et moyennées ainsi que le nombre de stations où ces espèces ont été retrouvées. La variable "To" renseigne l'indice de toxicité de chaque espèce (1 = faible ; 3 = élevé). Les couleurs des espèces indiquent le type de lichens (crustacé = violet ; foliacé = bleu ; fruticuleux = vert).

Villes IRIS Sites	Fos-sur-Mer				Saint-Martin-de-Crau				Marseille				Fréquence totale	Fréquence moyenne	Nombre de stations		
	FOS-104 TON CAB		FOS-101 FOM FOA		SMC-103 CPH SMN		SMC-105 SME SMO		MRS-303 MS1 MRS		MRS-502 MN2 MN1						
<i>Acrocordia gemmata</i>	0,095												0,095	0,008	1		
<i>Amandinea punctata</i>	0,025	0,155	0,080		0,195						0,305		0,760	0,063	5		
<i>Anisomeridium bifforme</i>	0,660				0,045	0,115	0,160							0,980	0,082	4	
<i>Arthonia punctiformis</i>			0,050		0,245	0,275	0,015			0,145			0,170	0,900	0,075	6	
<i>Arthonia radiata</i>					0,030			0,135			0,200			0,365	0,030	3	
<i>Arthopyrenia punctiformis</i>							0,020			0,115	0,045	0,010		0,190	0,016	4	
<i>Buellia griseovirens</i>							0,070					0,175			0,245	0,020	2
<i>Caloplaca cerina</i>											0,080			0,080	0,007	1	
<i>Caloplaca ferruginea</i>	0,095	0,015		0,125				0,025	0,330			0,010	0,600	0,050	6		
<i>Caloplaca luteoalba</i>	0,065		0,260		0,220	0,070	0,275	0,050	0,265	0,235	0,060		1,500	0,125	9		
<i>Candelaria concolor</i>	0,065		0,205		0,260	0,375	0,380	0,155	0,080	0,340	0,020	0,175	2,055	0,171	10		
<i>Candelariella vitellina</i>									0,070					0,070	0,006	1	
<i>Chrysothrix candelaris</i>			0,140	0,010							0,025 0,020		0,195	0,016	4		
<i>Cliostomum griffithii</i>	0,035			0,020										0,055	0,005	2	
<i>Diploicia canescens</i>	0,135	0,010 0,005								0,010	0,020		0,180	0,015	5		
<i>Evernia prunastri</i>							0,005								0,005	0,000	1
<i>Flavoparmelia caperata</i>	0,010	0,090		0,045		0,015	0,040	0,005			0,020		0,225	0,019	7		
<i>Flavoparmelia soredians</i>					0,025										0,025	0,002	1
<i>Graphis elegans</i>					0,145										0,145	0,012	1
<i>Graphis scripta</i>			0,135		0,045						0,040		0,220	0,018	3		
<i>Hyperphyscia adglutinata</i>	0,765	0,285	0,965	0,285	0,970	0,930	0,625	0,970	0,515	0,290	0,230	0,940	7,770	0,648	12		
<i>Lecania naegelii</i>					0,200			0,010			0,015		0,225	0,019	3		
<i>Lecanora allophana</i>							0,035							0,035	0,003	1	
<i>Lecanora carpinea</i>	0,035	0,020			0,025		0,030			0,080		0,035		0,225	0,019	6	
<i>Lecanora chlorotera</i>	0,055		0,065		0,035	0,030	0,045	0,015	0,015	0,035	0,185	0,030	0,510	0,043	10		
<i>Lecanora conizacoïdes</i>							0,015								0,015	0,001	1
<i>Lecanora expallens</i>											0,120		0,120	0,010	1		
<i>Lecanora hagenii</i>			0,040		0,010			0,140		0,035				0,225	0,019	4	
<i>Lecanora horiza</i>			0,005						0,015			0,020		0,040	0,003	3	
<i>Lecidella elaeochroma</i>	0,035	0,025	0,305		0,060	0,205	0,090	0,095	0,020	0,250	0,160		1,245	0,104	10		
<i>Lepraria incana</i>	0,010		0,240								0,135	0,070	0,455	0,038	4		
<i>Opegrapha atra</i>	0,115								0,035				0,150	0,013	2		
<i>Opegrapha pulicaris</i>					0,125		0,155		0,025					0,305	0,025	3	
<i>Opegrapha lichenoides</i>			0,105		0,040	0,020		0,050				0,250	0,415	0,035	4		
<i>Parmelia laevigata</i>													0,050	0,004	1		
<i>Parmotrema perlatum</i>											0,005		0,005	0,000	1		
<i>Pertusaria amara</i>											0,010		0,010	0,001	1		
<i>Pertusaria pertusa</i>					0,070		0,020		0,050	0,075 0,005		0,220	0,018	5			
<i>Phaeophyscia orbicularis</i>			0,185	0,195	0,360	0,740	0,900	0,415	0,315	0,580	0,170	0,415	4,275	0,356	10		
<i>Physcia adscendens</i>	0,500	0,305	0,885	0,420	0,875	0,750	0,355	0,740	0,280	0,595	0,120	0,695	6,520	0,543	12		
<i>Physcia aipolia</i>	0,130				0,155		0,235		0,090					0,610	0,051	4	
<i>Physcia biziana</i>	0,210	0,010 0,290		0,030	0,050				0,125	0,280	0,055	0,160	1,210	0,101	9		
<i>Physcia tenella</i>							0,020			0,255					0,275	0,023	2
<i>Physconia grisea</i>	0,055	0,040		0,035	0,055		0,040	0,045		0,045				0,315	0,026	7	
<i>Pleurosticta acetabulum</i>							0,005								0,005	0,000	1
<i>Porina aenea</i>			0,175	0,415	0,090									0,680	0,057	3	
<i>Punctelia borrieri</i>	0,020			0,035		0,015	0,015							0,085	0,007	4	
<i>Punctelia subrudecta</i>			0,015		0,005		0,005								0,025	0,002	3
<i>Pyrenula macrospora</i>									0,025					0,025	0,002	1	
<i>Ramalina farinacea</i>			0,025								0,010		0,035	0,003	2		
<i>Rinodina pyrina</i>							0,060							0,060	0,005	1	
<i>Teloschiste chrysophthalmus</i>			0,005		0,005		0,010								0,020	0,002	3
<i>Xanthoria candelaria</i>					0,020	0,370	0,170	0,180	0,005	0,030	0,005		0,780	0,065	7		
<i>Xanthoria parietina</i>	0,945	0,625	0,570	0,770	0,920	0,840	0,530	0,895	0,680	0,530	0,705	0,595	8,605	0,717	12		
Nombre d'espèces																	
Sites	15	12	18	15	25	16	25	22	23	15	16	27					
IRIS	13,5		16,5		20,5		25,0		22,0		23,0		15,0		21,5		
Villes	15,0				22,0				20,3								

Les espèces lichéniques rencontrées sur ces trois communes sont représentées en majorité par quatre cortèges lichéniques : *Xanthorion parietinae* (*Xanthoria* sp., *C. concolor*, *Physcia* sp., *Caloplaca* sp., *T. chrysophthalmus*), *Hyperphyscietum adglutinatae* (*H. adglutinata*, *P. adscendens*, *Caloplaca* sp.), *Lecanorion carpineae* (*Lecanora* sp., *L. elaeochroma*, *Caloplaca* sp.) et *Amandineum punctatae* (*A. punctata*, *L. elaeochroma*). Excepté *Xanthorion parietinae*, ce sont des associations pionnières répandues en région méditerranéenne notamment en milieu forestier sec et aéré et dans les écotones (clairières, lisières, bordures de voies). Les groupements *Amandineum punctatae* et *Lecanorion carpineae*, dominés par les thalles crustacés de teinte grisâtre et jaunâtre, sont des cortèges toxitolérants (caractère plus marqué pour *Amandineum punctatae*), thermophiles et assez nettement héliophiles et xérophiles. Ce sont deux groupements communs dans les massifs des Bouches-du-Rhône et dans le couloir rhodanien. Alors que *Amandineum punctatae* est présent seulement sur certains sites de FOS (CAB, TON et FOA), les plus proches des zones d'émissions de la ZIP de Fos, *Lecanorion carpineae* est présent dans tous les sites. Le groupement *Hyperphyscietum adglutinatae* succède aux associations précédentes lors du vieillissement du phorophyte et de l'altération croissante de l'écorce. Outre certaines espèces crustacées rémanentes des groupements plus anciens (*L. elaeochroma* ou *Caloplaca* sp.), il se caractérise par l'abondance d'espèces foliacées de petites tailles (*H. adglutinanta*, *P. adscendens*). Il est cependant considéré comme un peuplement pionnier et présente un caractère thermophile et héminitrophile. Il se rencontre dans des milieux éclairés souvent en bordure de massif boisé. On le retrouve sur l'ensemble des sites étudiés. *Xanthorion parietinae* est un cortège non-pionnier rencontré principalement sur arbres isolés. Il est nitrophile, subneutrophile (pH compris entre 5 et 7) et toxitolérants. Bien que non halophile, ce groupement est favorisé par l'imprégnation de sel. Il est présent sur toutes les stations exceptées FOA et TON à FOS où seuls des peuplements pionniers dominés par les crustacés sont présents.

Globalement, 54 espèces sont dénombrées sur l'ensemble des stations. En regroupant l'ensemble des stations par commune, 32 espèces ont été relevées sur la commune de FOS avec 19 espèces à thalle crustacé, 11 à thalle foliacé et 2 espèces de fruticuleux. À MRS, 39 espèces ont été identifiées dont 26 espèces à thalle crustacé, 12 espèces à thalle foliacé et une espèce à thalle fruticuleux. Enfin, SMC présente un total de 41 espèces dont 23 de crustacés, 16 de foliacés et 2 de fruticuleux. Dans le détail, la biodiversité lichénique (Figure 5) varie en moyenne de 12 à 18 espèces par station pour FOS (15 espèces en moyenne), de 15 à 26 espèces pour MRS (une moyenne de 20 espèces) et de 16 à 25 pour SMC (22 espèces en moyenne). Ainsi, une plus forte diversité est rencontrée sur la commune de SMC et dans une

moindre mesure de MRS. FOS présente également une abondance, un indice de Shannon, un IPA et une VDL moyens plus faibles (respectivement 3,12, 2,09, 67,36 et 61,95) que MRS (respectivement 3,40, 2,43, 88,79 et 68,08) et SMC (respectivement 4,85, 2,38, 97,99 et 91,65). Les plus faibles abondances, indice de Shannon, IPA et VDL sont mesurés sur un site de FOS, situé au cœur de la zone industrielle (CAB, respectivement 2,4, 1,95, 54,21, 48), synonyme d'une qualité de l'air dégradée. L'abondance et la VDL les plus élevées sont mesurées au nord de SMC (SMN, respectivement 5,05 et 101), mettant en avant une bonne qualité de l'air sur ce secteur. L'IPA le plus élevé est mesuré sur le site CPH (111,11) et l'Indice de Shannon le plus élevé est retrouvé dans le sud de MRS (MS1, 2,57). Ces données mettent en avant que la commune de FOS, ayant un habitat majoritairement de type industriel, présente les plus faibles indices écologiques comparés à ceux de MRS (habitat urbain) et de SMC (habitat agricole), confirmant une pollution de l'air relativement élevée sur ce secteur.

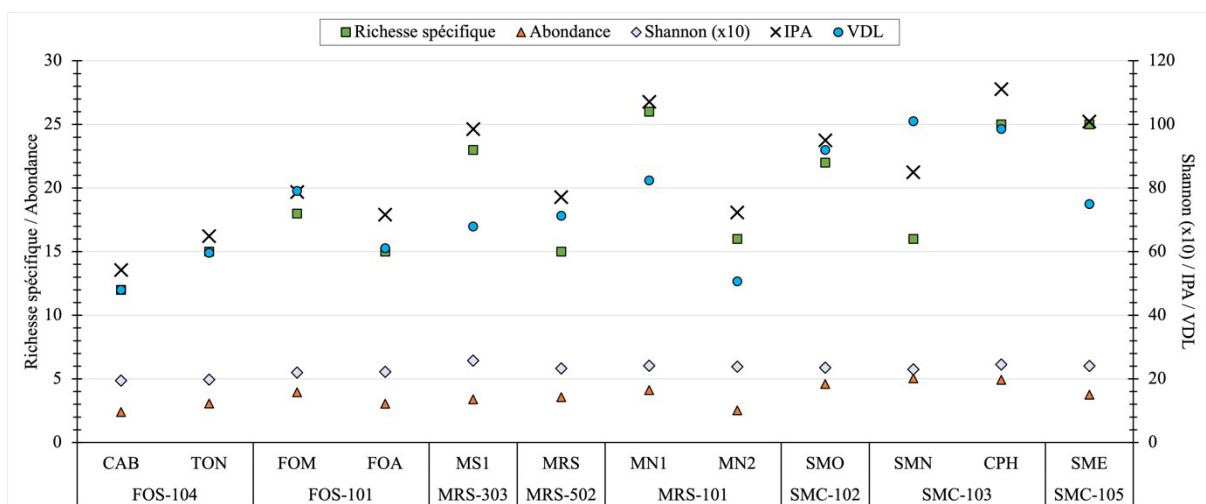


Figure 5. Histogramme de la richesse spécifique lichénique, de l'abondance lichénique, de l'indice de Shannon, l'IPA et de la VDL de chaque station classée par IRIS et communes. L'ordonné à gauche donne les valeurs de biodiversité, d'abondance et l'ordonnée à droite donne les valeurs de l'IPA, de la VDL et de l'indice de Shannon (*10)

4. Discussions

4.1. Caractérisation de l'exposition atmosphérique

Afin de vérifier la robustesse de l'emploi des méthodes de bioindication et de bioaccumulation lichénique dans l'évaluation des expositions atmosphériques et leurs impacts à une échelle fine en lien avec les émissions anthropiques des territoires d'études, des tests de corrélation de Spearman (Annexe 8) et une ACP (Figure 6) ont été réalisés.

Les corrélations ont permis d'identifier les potentielles dépendances statistiques entre les variables mesurées par les méthodes de bioindication et de bioaccumulation lichénique. Les groupes fonctionnels lichéniques ont montré leur potentiel comme indicateur de la qualité de l'air comme déjà mis en avant dans les travaux de Llop et al. (2011). Les résultats de cette étude ont montré l'influence des activités anthropiques sur les teneurs des polluants bioaccumulés dans les thalles de *X. parietina*. La tendance générale des activités des trois communes (industriel pour FOS, urbain pour MRS et agricole pour SMC) a montré des différences dans les teneurs en métaux et HAP ainsi que sur les indices écologiques lichéniques. En effet, des teneurs en HAP et en métaux significativement plus élevées ont été relevées à FOS par rapport à MRS et SMC mettant en évidence l'impact des émissions industrielles de la ZIP de Fos sur les niveaux de ces polluants atmosphériques. A FOS, les niveaux relevés sont ainsi dans la gamme haute des concentrations enregistrées depuis plus de 10 ans en bioimprégnation lichénique sur le territoire métropolitain par l'IECP (Ratier et al., 2018 ; Dron et al., 2021). Les communes de MRS et SMC, respectivement de contexte urbain et agricole associé à un trafic dense avec des axes autoroutiers importants les contournant, montrent des niveaux proches et comparables aux concentrations moyennes relevées sur le territoire métropolitain lors des campagnes de bioimprégnation lichénique menées par l'IECP (Ratier et al., 2018 ; Dron et al., 2021).

Mis à part Ca et Hg, tous les métaux présentent des corrélations positives entre eux ($R > 0,75$; $p < 0,05$). Les corrélations entre les métaux et les HAP_{tot} a montré une corrélation majoritairement positive. Cela suggère des sources d'émissions communes entre ces polluants, principalement d'origine anthropique.

Entre les métaux et les indices écologiques, les coefficients de corrélation de Spearman sont remarquables pour IPA, VDL, la diversité et l'abondance. IPA est corrélé négativement et significativement ($R < -0,5$, $p < 0,05$) à As, Co, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb, Sb et Zn. Il en est de même pour la diversité exceptée pour Cr et Zn. Quant à la VDL et l'abondance, elles sont corrélées négativement ($R < -0,75$, $p < 0,05$) à As, Ca, Co, Cu, Ni, Pb et Zn. Ces résultats

confirment une plus forte influence de la diversité lichénique dans le calcul de l'IPA alors que la VDL est principalement rattachée aux mesures d'abondance. De plus, la diversité semble présenter une plus forte sensibilité que les mesures d'abondance lichénique. Ce phénomène s'explique par le développement important d'espèces résistantes dans les zones plus polluées (*A. punctata*, *D. canescens* ou *L. incana*), qui profitent de la libération des niches écologiques des espèces les plus sensibles (*Flavoparmelia sp.*, *Punctelia sp.*, ...) (Gombert et al., 2004 ; Cristofolini et al., 2008 ; Coste, 2011). Il est à noter que Cu, Sb, Co, Pb, Ni et As sont significativement corrélés à l'ensemble des indices écologiques définis. Au contraire, Al, Cd, Fe, Mn, Mo, Ti et V ne présentent aucune corrélation avec ces différentes variables. Pour Cd, les faibles teneurs relevées dans les lichens limitent la puissance de ces analyses statistiques. Ces résultats pourraient traduire un impact des métaux sur l'abondance et la richesse spécifique lichénique. Les plus fortes corrélations observées pour l'IPA semblent indiquer que cet indice serait le plus sensible pour évaluer la qualité de l'air.

En ce qui concerne les HAP, aucune corrélation significative n'est observée entre les indices écologiques et les HAPtot. Cependant, malgré l'absence de corrélations significatives, l'IPA, la VDL et l'abondance ont tendance à diminuer lorsque les teneurs en HAP augmentent. Ces résultats semblent indiquer que la richesse spécifique lichénique serait peu impactée par les HAP. Mais une forte exposition en HAP pourrait limiter la croissance des lichens et donc limiter leur abondance sur les placettes. Les faibles corrélations observées peuvent aussi être la conséquence des faibles contrastes observés entre les différentes placettes pour les teneurs en HAP, excepté FOS-104, contrairement aux différences significatives enregistrées pour les métaux. Ces faibles différences relevées pour les HAP reflètent des sources d'émissions communes entre les territoires, et plus particulièrement du trafic et des émissions domestiques, considérées comme les principales sources d'émission pour ces polluants (El Haddad et al., 2009 ; CITEPA, 2020). Néanmoins, les teneurs de ces polluants sont dépendantes de la capacité d'assimilation des lichens (en particulier *X. parietina*) mais aussi de la fraction biodisponible de ces derniers (Augusto et al., 2013).

La Figure 6 montre une analyse en composantes principales (ACP) effectuée sur les concentrations moyennes de certains métaux (As, Cd, Fe, Pb et Zn) et HAP totaux dans les lichens et sur les indices écologiques mesurés pour les différents sites. Le choix de As, Cd, Fe, Pb et Zn s'est basé sur leurs différences significatives marquées de leurs teneurs entre les communes et les IRIS étudiées.

Le choix des HAP totaux permet de regrouper tous les HAP congénères car ces derniers ont montré de multiples corrélations avec les métaux ainsi, mais dans une moindre mesure,

qu'avec les indices écologiques. Quant à ces derniers, le choix a été de sélectionner l'IPA et la VDL car tous deux sont représentatifs de la richesse de la communauté lichénique en lien avec la qualité de l'air (Van Haluwyn et al., 2011) et caractérisent plus spécifiquement la richesse spécifique et l'abondance lichénique respectivement.

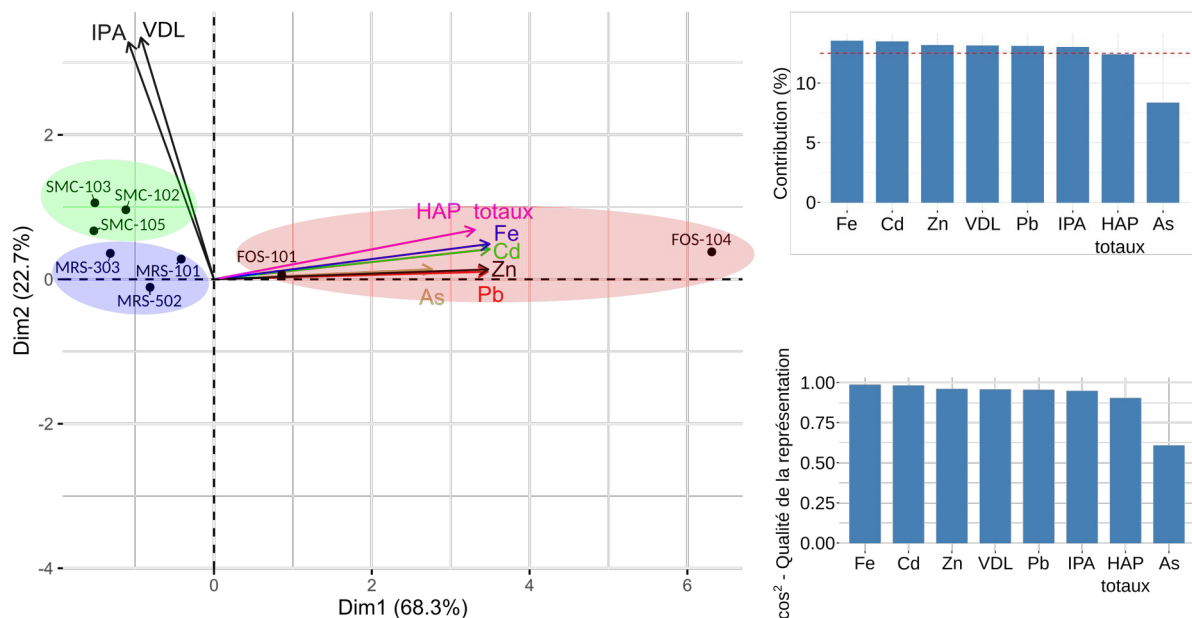


Figure 6. Analyse en composantes principales (ACP) de la diversité lichénique (IPA et VDL) et la bioaccumulation de *X. parietina* aux polluants (HAP totaux, Fe, Cd, As et Pb) en relation avec les différents IRIS étudiés. Les ellipses en couleur correspondent aux communes étudiées (rouge : FOS ; bleu : MRS ; vert : SMC).

Les deux premiers axes de cette ACP expliquent 91 % de la variance. L'axe 1 (68,3 % de la variance) et l'axe 2 (22,7 % de la variance) sont influencés par les variables de bioaccumulation en métaux et HAP et les indices écologiques. Les métaux présentent des valeurs positives sur l'axe 1 contrairement aux indices écologiques qui présentent des valeurs négatives. Sur l'axe 2, l'ensemble des variables possèdent des valeurs positives. Cette analyse montre une distribution des données en fonction des deux axes. En effet, le positionnement des IRIS de FOS se distingue des autres IRIS avec une valeur positive sur l'axe 1, mettant en évidence leur exposition à des teneurs plus élevées en HAP et métaux. A noter, une différence importante est mesurée entre les deux IRIS de FOS sur cet axe, caractérisant là encore les différences d'exposition entre l'IRIS de type urbain (FOS-101) et l'IRIS de type industriel (FOS-104). Au contraire les IRIS de SMC, comme ceux de MRS, ont une valeur négative et relativement sur l'axe 1. Sur l'axe 2, les IRIS de SMC possèdent les plus fortes valeurs des trois communes confirmant une richesse spécifique en lichen plus importante et

donc une meilleure qualité de l'air. Les IRIS de FOS et MRS ont des valeurs relativement proches sur l'axe 2 et inférieures à celles enregistrées à SMC. Ces résultats mettent ainsi en avant la pertinence des mesures de biosurveillance lichénique pour évaluer l'exposition atmosphérique des territoires à l'échelle de l'IRIS. Cette complémentarité et la pertinence de ces méthodes ont été également observées dans de nombreux travaux (Augusto et al., 2013 ; Ratier et al., 2018).

4.2. Création d'indicateurs environnementaux

Pour définir l'exposition atmosphérique des territoires, des indicateurs ont été sélectionnés à partir des mesures de biosurveillance lichénique.

Concernant la bioindication lichénique, considérée comme un bioindicateur d'impact, l'IPA, définit comme un indice de qualité de l'air (Gombert et al., 2004 ; Van Haluwyn et al., 2011 ; Dron et al., 2016), est représentatif de la diversité et de l'abondance de la communauté lichénique, considérée comme bioindicateur d'effet. Il a donc été sélectionné sur la base de nos résultats comme descripteurs environnementaux.

Pour les mesures de bioaccumulation, définissant plus spécifiquement l'exposition atmosphérique, les indicateurs se basent sur des indices définis à partir des teneurs en métaux et HAP relevées dans les lichens. Pour les HAP, la variable choisie est la teneur en HAP totaux. Pour les métaux, la méthode s'est basée sur la création d'un indice de pollution intégré (IPI), inspirée des travaux de Wu et al. (2014) et Liu et al. (2016) sur les sols, adaptés aux mesures de bioaccumulation lichénique (Annexe 9). L'IPI s'obtient par la somme des indices de pollution (PI) de chaque métal, le tout divisé par le nombre total de métaux analysés dans les thalles de *X. parietina*. PI est le résultat du rapport entre les teneurs mesurées dans les lichens et les teneurs dites naturelles relevées dans les thalles de *X. parietina*, décrits dans les travaux de Agnan et al. (2015) et considéré comme le bruit de fond lichénique (Annexe 9). A l'échelle des IRIS, les valeurs PI fluctuent entre 0,27 (PICd MRS303, indiquant aucun enrichissement) et 14,25 (PICr FOS-104, enrichissement extrême). Sur l'ensemble des IRIS, c'est l'IRIS FOS-104 qui montre les PI les plus élevés pour tous les métaux. Par ailleurs, sur FOS, les métaux Cr et Fe présente les PI les plus élevés, peuvent aussi être cités Pb, Sb, V et Zn. A MRS, Sb présente les PI les plus élevés sur l'ensemble des IRIS, alors qu'à SMC, c'est Fe qui enregistre les plus fortes valeurs. L'ensemble de ces PI permet de définir un IPI pour chaque IRIS reflétant l'exposition atmosphérique en métaux (Tableau 3). Les IPI mettent ainsi en avant une exposition élevée en métaux sur FOS-104 (IPI=4,8) et modérée sur FOS-101 (IPI=2,0) alors que de faibles expositions sont enregistrées pour les IRIS de MRS et SMC

(respectivement IPI de 1,14 et 0,97 en moyenne sur chaque ville). Cet indice sera utilisé comme descripteur environnemental, au même titre que les teneurs totales en HAP et l'IPA, ce dernier permettant de définir un indicateur d'impact.

Le Tableau 3 présente les indices d'exposition et d'impacts des communes et des IRIS sélectionnés. Il permet de visualiser l'exposition atmosphérique, la nature et les niveaux des polluants (IPI métaux et HAPtot) ainsi que d'apprécier l'impact de cette pollution sur le milieu (IPA).

Tableau 3. Récapitulatif des indices de mesures d'exposition (IPI, HAP totaux) et de mesures d'impacts (IPA) des IRIS étudiées (n = 3 pour SMC-102, FOS-104 et FOS-101 ; n = 2 pour SMC-103, MRS-303 et MRS-101 ; n = 1 pour SMC-105, MRS-301 et MRS-502)

Villes	IPI métaux	HAP totaux ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	IPA
FOS	3,41	1625,35	62,93
MRS	1,14	601,17	84,67
SMC	0,97	783,30	93,51
IRIS	IPI métaux	HAP totaux ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	IPA
FOS-104	4,77	2564,37	57,15
FOS-101	2,04	686,33	68,72
MRS-101	1,11	637,28	70,50
MRS-502	0,92	517,84	93,80
MRS-303	1,20	567,81	-
MRS-301	1,33	681,76	89,70
SMC-102	1,09	799,13	91,47
SMC-103	0,92	909,18	88,16
SMC-105	0,90	641,58	100,90

IPI < 2 : pollution faible ; $2 \leq$ IPI < 3 : pollution modérée ; $3 \leq$ IPI < 5 : pollution forte ; IPI > 5 : pollution extrême

À noter que les indices environnementaux (exposition et impact) suivent la même tendance et concordent avec le type de milieu et le niveau d'anthropisation des milieux décrits sur les IRIS étudiés. En effet, la commune de FOS, localisée dans un milieu urbain – industriel,

présente un IPA faible à moyen caractérisant une pollution de l'air modérée, consécutifs aux teneurs en polluants dans l'air relativement élevées pour les métaux et supérieures à la moyenne métropolitaine pour les HAP (Ratier et al., 2018 ; Reuillard et Austruy, 2020). A contrario, SMC (milieu urbain – agricole) a un IPA caractéristique d'une atmosphère faiblement polluée, comme souligné par l'IPI et les teneurs en HAP totaux relativement faibles. En ce qui concerne MRS, l'exposition atmosphérique est proche de celle relevée à SMC, avec un IPI légèrement supérieur à celui enregistré sur les IRIS de SMC. L'IPA est relativement faible et semble indiquer une qualité de l'air médiocre à modérée.

Ces résultats sont en accord avec les travaux menés sur le pourtour du golfe de Fos et de l'étang de Berre (Sylvestre et al., 2017 ; Ratier et al., 2018 ; Austruy et al., 2021 ; Dron et al., 2021) indiquant des niveaux de pollutions de l'air et des impacts environnementaux plus élevés sur les territoires industriels par rapport aux milieux urbains ou agricoles.

5. Conclusions

Le travail présenté ici a permis d'élaborer les premières étapes vers la construction d'un indice de vulnérabilité des territoires, sur le plan environnemental, avec l'emploi de méthode de biosurveillance atmosphérique, tel que la bioindication et la bioaccumulation lichénique. Les résultats obtenus sur les différentes communes et IRIS étudiés ont permis de mettre en évidence l'impact des activités anthropiques en fonction des secteurs d'activités (agricole, urbain, industriel). L'analyse des données collectées confirme la pertinence de l'emploi de telles méthodes pour évaluer les variations spatiales des multi-expositions atmosphériques à l'échelle des unités d'IRIS et ses effets sur l'environnement en croisant les niveaux de bioaccumulation lichénique aux relevés de biodiversité lichénique. A partir de ces mesures de biosurveillance atmosphérique, des descripteurs environnementaux ont été décrits (IPI, HAP totaux, IPA) et seront complétés par la caractérisation et les niveaux de pollution diffuse des sols. *In fine*, ces descripteurs environnementaux seront intégrés afin de définir l'indice de vulnérabilité environnementale et sanitaire des territoires. Leur cartographie permettra par ailleurs, de visualiser précisément ces différents indicateurs, en lien avec l'anthropisation des territoires et la diversité des habitats.

Bibliographie

- Agnan, Y. (2013). Bioaccumulation et bioindication par les lichens de la pollution atmosphérique actuelle et passée en métaux et en azote en France: sources, mécanismes et facteurs d'influence (Doctoral dissertation).
- Agnan, Y., Séjalon-Delmas, N., Claustres, A., & Probst, A. (2015). Investigation of spatial and temporal metal atmospheric deposition in France through lichen and moss bioaccumulation over one century. *Science of the Total Environment*, 529, 285-296. Asta et al., 2002
- Les espaces protégés / Atlas du 21e s. (Édition Spéciale Bouches-du-Rhône) Nathan (AFDEC) <http://www.afdec-cartographie.fr/index.php?2008/05/19/4-atlas-thematique> [dernier accès 20 août à 12 : 09]
- Augusto, S., Máguas, C., & Branquinho, C. (2013). Guidelines for biomonitoring persistent organic pollutants (POPs), using lichens and aquatic mosses—a review. *Environmental pollution*, 180, 330-338.
- Austruy, A., Yung, L., Ambrosi, J. P., Girardclos, O., Keller, C., Angeletti, B., Chalot, M., 2019. Evaluation of historical atmospheric pollution in an industrial area by dendrochemical approaches. *Chemosphere*, 220, 116-126.
- Austruy, A., Roulier, M., Angeletti, B., Dron, J., Dauphin, C. E., Ambrosi, J. P., ... & Chamaret, P. (2021). Concentrations and transportation of metal and organochlorine pollutants in vegetables and risk assessment of human exposure in rural, urban and industrial environments (Bouches-du-Rhône, France). *Environmental Science and Pollution Research*, 28(45), 64253-64267.
- Blasco, M., Domeño, C., & Nerín, C. (2008). Lichens biomonitoring as feasible methodology to assess air pollution in natural ecosystems: Combined study of quantitative PAHs analyses and lichen biodiversity in the Pyrenees Mountains. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 391(3), 759-771.
- Brignon, J. M., & Soleille, S. (2006). Données Technico-économiques sur les Substances Chimiques en France HAP. INERIS. France.
- CITEPA, 2020. Rapport SECTEN : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques. <https://www.citepa.org/fr/2020-hap/> Consulté le 12/04/2020.
- Corinne Land Cover, 2012
- Coste, C., (2011). Écologie et fonctionnement des communautés lichéniques saxicoles-hydrophiles. Biodiversité et Ecologie. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2011. Français. Tel-00745808.
- Cristofolini, F., Giordani, P., Gottardini, E., Modenesi, P., (2008). The response of epiphytic lichens to air pollution and subsets of ecological predictors: A case study from the Italian Prealps. *Environ. Pollut.*, 151, 308-317.
- Cuny, D., Galsomiès, L., Garrec, J. P., & Van Haluwyn, C. (2011). Réflexions sur les perspectives d'avenir pour la biosurveillance végétale et fongique de la qualité de l'air. *Pollution Atmosphérique*, 85.
- D'Amato, L. (2020) Comment abonder de façon intégrative dans le temps et dans l'espace des pollutions industrielles dans les Bouches-du-Rhône et leurs effets sur l'environnement et la santé humaine ?. Mémoire de Master 2, Aix-Marseille Université, Marseille
- Dauphin, C.E., Dron, J., 2020. Biosurveillance atmosphérique des pourtours du Golfe de Fos et de l'Étang de Berre : Campagne 2017 (programme LICHENS). Institut Écocitoyen pour la Connaissance des Pollutions, 77 p.
- Daumalin, X., Laffont-Schwob, I., Barthélemy, C., Desrousseaux, M., Heckenroth, A., Masotti, V., ... & Raveux, O. (2016). Les calanques industrielles de Marseille et leurs pollutions—Une histoire au présent. *Ref²C*.

- Daumalin, X. (2020). La création du Secrétariat permanent pour les problèmes de pollutions industrielles Fos/étang de Berre. *Tournant environnemental ou optimisation d'une ambition industrielle (1971-1985)?*. *Rives méditerranéennes*, (61), 69-102.
- Dobson, F. S. (2011). *Lichens: An illustrated Guide to the British and Irish Species*.
- Dron, J., Austruy, A., Agnan, Y., Ratier, A., & Chamaret, P. (2016). Utilisation de la biosurveillance lichénique sur la zone industrialo-portuaire de Fos-sur-Mer: retour sur trois ans de suivi à l'échelle d'un territoire intercommunal. 2268-3798.
- Dron, J., Ratier, A., Austruy, A., Revenko, G., Chaspoul, F., & Wafo, E. (2021). Effects of meteorological conditions and topography on the bioaccumulation of PAHs and metal elements by native lichen (*Xanthoria parietina*). *Journal of environmental sciences*, 109, 193-205.
- Dutoit, T., Buisson, E., Fadda, S., Henry, F., Coiffait-Gombault, C., & Jaunatre, R. (2011). Dix années de recherche dans une pseudo-steppe méditerranéenne: impacts des changements d'usage et restauration écologique. *Science et changements planétaires/Sécheresse*, 22(2), 75-85.
- AFNOR-CEN : Biosurveillance à l'aide de lichens - Évaluation de la diversité des lichens épiphytes, norme NF EN 16413, 2012.
- El Haddad, I., Marchand, N., Dron, J., Temime-Roussel, B., Quivet, E., Wortham, H., Gille, G., 2009. Comprehensive primary particulate organic characterization of vehicular exhaust emissions in France. *Atmospheric Environment*, 43(39), 6190-6198.
- Eva, L. G., & des Risques Chroniques, D. (2000). *Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques dans l'air ambiant (HAP)*.
- Girard, M. C., Walter, C., Rémy, J. C., Berthelin, J., & Morel, J. L. (2011). *Sols et environnement-2e édition-Cours, exercices et études de cas-Livre+ compléments en ligne: Cours, exercices corrigés et études de cas*. Dunod.
- Gombert, S., Asta, J., & Seaward, M. R. D. (2004). Assessment of lichen diversity by index of atmospheric purity (IAP), index of human impact (IHI) and other environmental factors in an urban area (Grenoble, southeast France). *Science of the total environment*, 324(1-3), 183-199.
- Heckenroth, A., Rabier, J., Monsara, P., Pecheux, L. L. M., Prudent, P., Sastre-Conde, M. I., & Laffont-Schwob, I. (2017). Mise en place d'une approche intégrée pour la restauration écologique des milieux pollués du Parc national des Calanques. *Naturae*, 9, 1-14.
- INSEE – Institut national de la statistique et des études économiques – Métadonnées – Définitions - IRIS (2016). URL <https://www.insee.fr/fr/metadonnees/definition/c1523> [dernier accès : 25/08/2022 à 14:32]
- Krauss, M., Wilcke, W., Martius, C., Bandeira, A. G., Garcia, M. V., & Amelung, W. (2005). Atmospheric versus biological sources of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in a tropical rain forest environment. *Environmental Pollution*, 135(1), 143-154.
- LeBlanc, S. F., & Sloover, J. D. (1970). Relation between industrialization and the distribution and growth of epiphytic lichens and mosses in Montreal. *Canadian Journal of Botany*, 48(8), 1485-1496.
- Liu, D., Ma, J., Sun, Y., & Li, Y. (2016). Spatial distribution of soil magnetic susceptibility and correlation with heavy metal pollution in Kaifeng City, China. *Catena*, 139, 53-60.
- Llop, E., Pinho, P., Matos, P., Pereira, M. J., & Branquinho, C. (2011). The use of lichen functional groups as indicators of air quality in a Mediterranean urban environment. *Ecological indicators*, 13(1), 215-221.
- Nimis, P. L., Scheidegger, C., & Wolseley, P. A. (2002). Monitoring with lichens—monitoring lichens. In *Monitoring with lichens—monitoring lichens* (pp. 1-4). Springer, Dordrecht.

- Nylander, W. (1866). Les lichens du Jardin du Luxembourg, Bulletin de la Société botanique de France, 13 : 364 - 372.
- Paoli, L., Munzi, S., Guttová, A., Senko, D., Sardella, G., Loppi, S., 2015. Lichens as suitable indicators of the biological effects of atmospheric pollutants around a municipal solid waste incinerator (S Italy). *Ecol. Indicat.* 52, 362–370. <https://doi.org/10.1016/j.ecolind.2014.12.018>.
- Ratier, A., Dron, J., Revenko, G., Austruy, A., Dauphin, C. E., Chaspoul, F., & Wafo, E. (2018). Characterization of atmospheric emission sources in lichen from metal and organic contaminant patterns. *Environmental Science and Pollution Research*, 25(9), 8364-8376.
- Rollin, C., Quiot, F., & Denys, S. (2005). Hydrocarbures aromatiques polycycliques–Acquisition des données d’entrée des modèles analytiques ou numériques de transfert dans les sols et les eaux souterraines. Guide méthodologique, Institut national de l’environnement industriel et des risques (Ineris).
- Sarrazin, L., Diana, C., Wafo, E., Pichard-Lagadec, V., Schembri, T., & Monod, J. L. (2006). Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in marine, brackish, and river sediments by HPLC, following ultrasonic extraction. *Journal of liquid chromatography & related technologies*, 29(1), 69-85.
- Swieboda, M., & Kalemba, A. (1978). The lichen *Parmelia physodes* (L.) Ach. as indicator for determination of the degree of atmospheric air pollution in the area contaminated by fluorine and sulphur dioxide emission. *Acta Societatis Botanicorum Poloniae*, 47(1-2).
- Sylvestre A, Mizzi A, Mathiot S, Masson F, Jaffrezo JL, Dron J, Mesbah B, Wortham H, Marchand N (2017) Comprehensive chemical characterization of industrial PM 2.5 from steel industry activities. *Atmos. Environ.*, 152, 180–190. <https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2016.12.032>
- Tiévant, P. (2011). Guide des lichens: 350 espèces de lichens d'Europe. Delachaux et Niestlé.
- Tillard, M. (2016). La technique ICP-MS couplage torche plasma et spectromètre de masse
- Van Haluwyn, C., Garrec, J. P., Bispo, A., Castell, J. F., & de Trautenberg, A. R. et al. (2008). Norme NF X43-903. Mai 2008. Biosurveillance de l'environnement. Détermination d'un indice biologique de lichens épiphytes (IBLE).
- Van Haluwyn, C., Asta, J., Gavériaux, JP. (2009). Guide des lichens de France : lichens des arbres, Paris, Belin, 231 p.
- Van Haluwyn, C. (2008). Méthodes normalisées ou méthodes brevetées en biosurveillance de la qualité de l'air. 2268-3798.
- WHO. (2004). Guidelines for drinking-water quality, third edition – Chemical fact Sheets. in Rollin, C., Quiot, F., Denys, S., & Bureau, J. (2005). Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques. Guide méthodologique. Acquisition des données d’entrée des modèles analytiques ou numériques de transferts dans les sols et les eaux souterraines. Ineris pour le Ministère de l’Ecologie et du Développement Durable.
- Wu, J., Teng, Y., Lu, S., Wang, Y., & Jiao, X. (2014). Evaluation of soil contamination indices in a mining area of Jiangxi, China. *PloS one*, 9(11), e112917.

Listes des Annexes

- Annexe 1.** Cartes des zones protégées et réglementées du département des Bouches-du-Rhône. (Atlas des paysages – Bouches-du-Rhône) Source : Les espaces protégés / Atlas du 21e s. (Édition Spéciale Bouches-du-Rhône) Nathan (AFDEC) <http://www.afdec-cartographie.fr/index.php?2008/05/19/4-atlas-thematique> [dernier accès 20 août à 12 : 09] © D'Amato, 2020
- Annexe 2.** Cartes des infrastructures portuaires du port de Marseille-Fos des bassins ouest et est. Source : https://www.marseille-port.fr/sites/default/files/2022-02/Brochure_Generale_2022.pdf [derniers accès : 02/08/2022 à 15 : 51]
- Annexe 3.** Carte détaillant le type d'exploitation des parcelles agricoles de Saint-Martin-de-Crau. Source : IGN 2022 – Géoportail – Registre parcellaire graphique (RPG) 2012 (dernière mise à jour du registre : janvier 2017) [dernier accès : 04/08/2022 à 11 : 21]
- Annexe 4.** Liste des critères de la base de données des activités anthropiques passées et actuelles des sites d'études
- Annexe 5.** Biosurveillance lichénique
- Annexe 6.** Liste des 16 HAPs à surveiller d'après l'agence américaine de l'environnement US-EPA et analysés dans cette étude. En vert clair les HAPs considérés comme légers, en vert médium les HAPs dit intermédiaires et en vert foncé les HAPs considérés comme lourds. Les HAPs inscrits en rouge sont particulièrement surveillés par l'OMS (WHO, 2004 ; Rollin et al. 2005 ; Girard et al. 2011).
- Annexe 7.** Profil des teneurs moyennes des congénères HAP et variations intra-sites mesurés dans les thalles de *Xanthoria parietina* de chaque commune étudiée (A ; n = 6) et profil des teneurs en HAP congénères et variations intra-sites mesurés au niveau des IRIS étudiées (B).
- Annexe 8.** Corrélations entre les teneurs en métaux et les HAP totaux (A), et entre les teneurs en métaux et HAPtot et les indices écologiques (B) des IRIS étudiées (coefficients R, n = 6 ; p < 0,05).
- Annexe 9.** Tableau présentant les teneurs du fond géochimique de certains éléments métallique en mg.kg⁻¹ (A ; Agnan et al., 2015). Formules de l'indice de pollution intégré (IPI) et de l'indice de pollution (PI) de chaque métal des IRIS étudiées (B). Tableau des valeurs PI obtenus pour les métaux dont le bruit de fond est connu et le tableau de descriptions des valeurs des PI (C). Les enrichissements associés aux valeurs des PI sont détaillés dans le tableau en dessous de celui des PI.

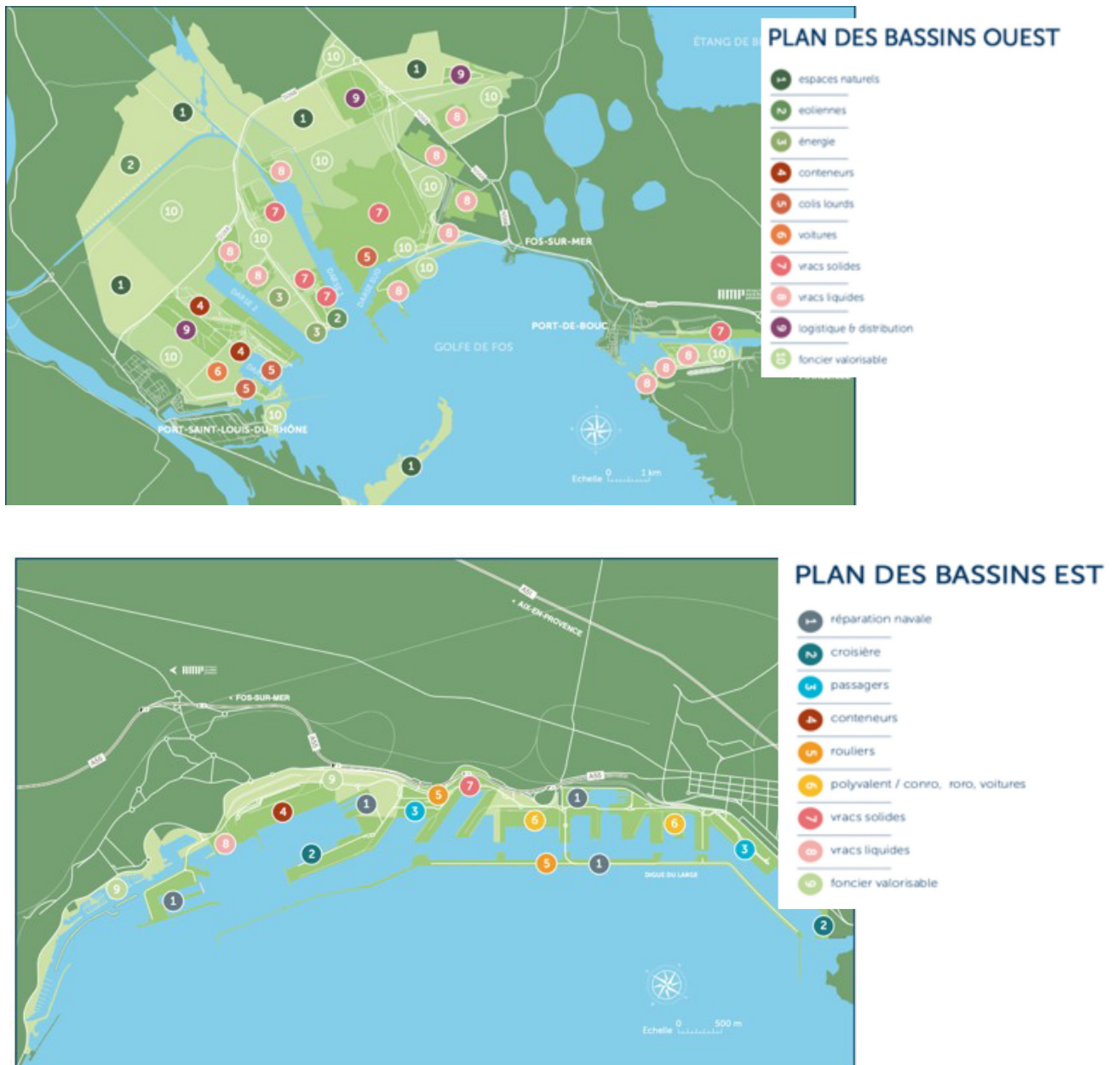
Annexe 1. Cartes des zones protégées et réglementées du département des Bouches-du-Rhône.



(Atlas des paysages – Bouches-du-Rhône) Source : Les espaces protégés / Atlas du 21e s. (Édition Spéciale Bouches-du-Rhône) Nathan (AFDEC)

<http://www.afdec-cartographie.fr/index.php?2008/05/19/4-atlas-thematique> [dernier accès 20 août à 12 : 09] © D'Amato, 2020

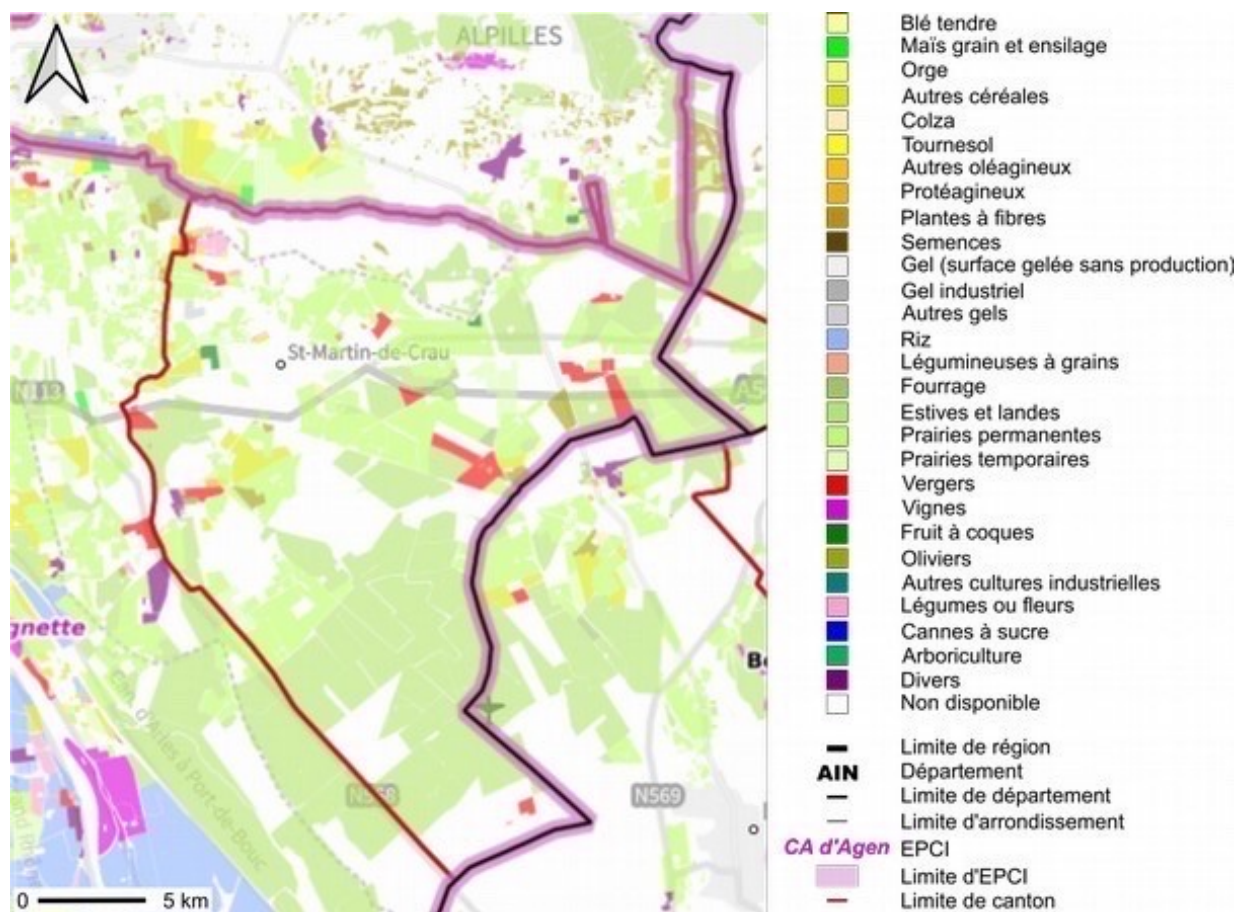
Annexe 2. Cartes des infrastructures portuaires du port de Marseille-Fos des bassins ouest et est.



Source :

https://www.marseille-port.fr/sites/default/files/2022-02/Brochure_Generale_2022.pdf
 [derniers accès : 02/08/2022 à 15 : 51]

Annexe 3. Carte détaillant le type d'exploitation des parcelles agricoles de Saint-Martin-de-Crau.



Source : IGN 2022 – Géoportail – Registre parcellaire graphique (RPG) 2012 (dernière mise à jour du registre : janvier 2017) [dernier accès : 04/08/2022 à 11 : 21]

Annexe 4. Liste des critères de la base de données des activités anthropiques passées et actuelles des sites d'études

Dans le but de mettre en lien les mesures de biosurveillance et les activités anthropiques présents sur le territoire, les critères listés ci-dessous ont permis de construire la base de données des activités anthropiques des sites d'études :

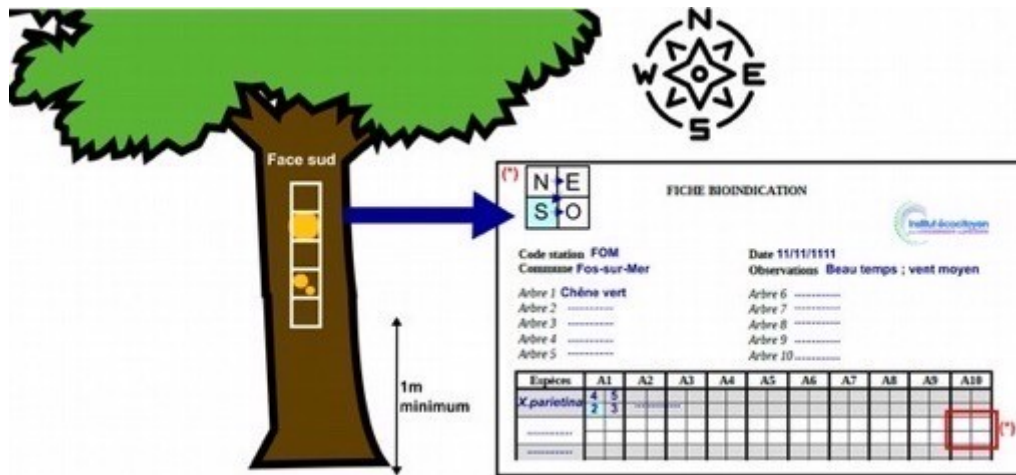
- **Caractérisation du site industriel** : commune, code INSEE, nom de l'IRIS, succession industrielle, date de début d'activités, dates de fin d'activités, situation actuelle : En activité / en arrêt d'activité / aucune donnée, reconversion du site, superficie
- **Type d'activités industrielles**
- **Descriptif des activités industrielles** : la nature de l'industrie (extraction, stockage, fabrication, collecte, etc.) et le nombre d'activités présentes sur le site
- **Géolocalisation** : longitude, latitude, plan cadastrale, section(s) cadastrale(s), parcelle(s) cadastrale(s)
- **Principales grandes familles de polluants potentiellement émis** : métaux/métalloïdes, hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), oxydes, composés organiques volatils non méthanique (COVMN), polychlorobiphényles (PCB), polybromodiphényléthers (PBDE), polychlorodibenzo-dioxines ou furanes (PCDD-F), pesticides, substances radioactives, particules ultra fines (PUF), PM 2,5, PM10, nombre de familles de polluants potentiellement émis
- **Voies de transferts** : cheminées, torchères, envol de poussières, ruissellement, rejet direct, rejet eaux usées, dépôts directs
- **Bassin de population concerné** : faible, moyen, dense
- **Types d'habitats adjacents (Corne Land Cover 2018)** : tissu urbain discontinu, forêts de conifères, végétation sclérophylle, végétation clairsemée, roches nues, nombre de types d'habitats adjacents différents

La figure ci-dessous présente le début de la base de données des activités du 8ème arrondissement de Marseille. Les critères sont en en-tête de colonne et en ligne ce sont chacune des sites industriels et d'activités présent sur les sites d'études.

DONNÉES spatio-temporelles des activités industrielles dans les Calanques Sud												
Création le 24/02/2022												
Sources : SICAD3 , SICAD3 , SICAD3 , Bibliographie												
NA = aucune donnée												
AG = En activité												
AR = Arrêt d'activité												
Caractérisation du site industriel										Types d'activités industrielles		
Commune	Code Insee	Nom de l'IRIS	Succession industrielle	Date de début d'activité	Date de fin d'activité	Situation actuelle	Reconversion	Superficie	Type d'activités industrielles	En extraction, Production, ou traitement des métaux	Réparation de produits chimiques de base ou à usages industriels	Réhabilitation de savoirs, de logiciels, de produits d'entretien
COM	COD INSEE	N IRIS	SUC IND	DB AC	FN AC	STU AC	RECONV	SUP	TYP AC			
Marseille	13208	Verrerie	Société Anonyme Métallurgique de Marseille (Migron Raux)	1875	1884	AR	EC	5	METALLURGIE	1	1	0
			Logis@Marte	1888	2009	AR	EC	2,7	CHIMIQUE	0	1	0
Marseille	13208	Verrerie	Dépôts de déchets issus des activités du site (Site Anonyme Métallurgique de Marseille + Logis@Marte)	1875	2009	AR	EC	0,7	MET_STOCK	0	0	0
Marseille	13208	Verrerie	ISSQ laboratoires Albor	1982	NA	AR	OUI	NA	SAUVONNERIE	0	0	1
Marseille	13208	Verrerie	Robert MATA / Georges TURCON	1967	NA	AR	OUI	NA	CHIM_STOCK	0	0	0
Marseille	13208	Verrerie	Usine de Santona (Gaulier/Gage/Santoni)	1809	1887	AR	EC	1,7	CHIMIQUE	0	1	0
Marseille	13208	Campagne Patisserie	Tachet	1852	1988	AR	OUI	2,9	EQUARRISSAGE	0	1	0
Marseille	13208	Campagne Patisserie	Dépôts CG13 (Escalade + Santona)	1800	1924	AR	EC	NA	MET_STOCK	0	0	0

Annexe 5. Biosurveillance lichénique

Schéma de la méthode de relevé de bioindication appliquée lors des campagnes de terrain



Protocoles d'obtentions des solutions des tests chimiques pour l'identification des espèces de lichens en bioindication lichénique

Solution d'hypochlorite de sodium

La solution d'hypochlorite de sodium est obtenue par dilution à hauteur de 50 % d'eau de javel pur

Solution d'hydroxyde de potassium

La solution d'hydroxyde de potassium est obtenue par saturation de 100 mL d'eau distillée avec 110 g de pastilles d'hydroxyde de potassium (KOH)

Solution de paraphénylène-diamine

La solution de paraphénylène-diamine ($C_6H_4(NH_2)_2$) est obtenue par dilution d'un à deux cristaux dans une goutte d'éthanol anhydre dans un flacon de huit millilitres.

Photographie de *X. parietina* sur l'écorce d'un chêne vert (*Quercus ilex* L., 1753) utilisé pour les mesures de bioaccumulation lichénique (© Caroline Dalquier, 2022)

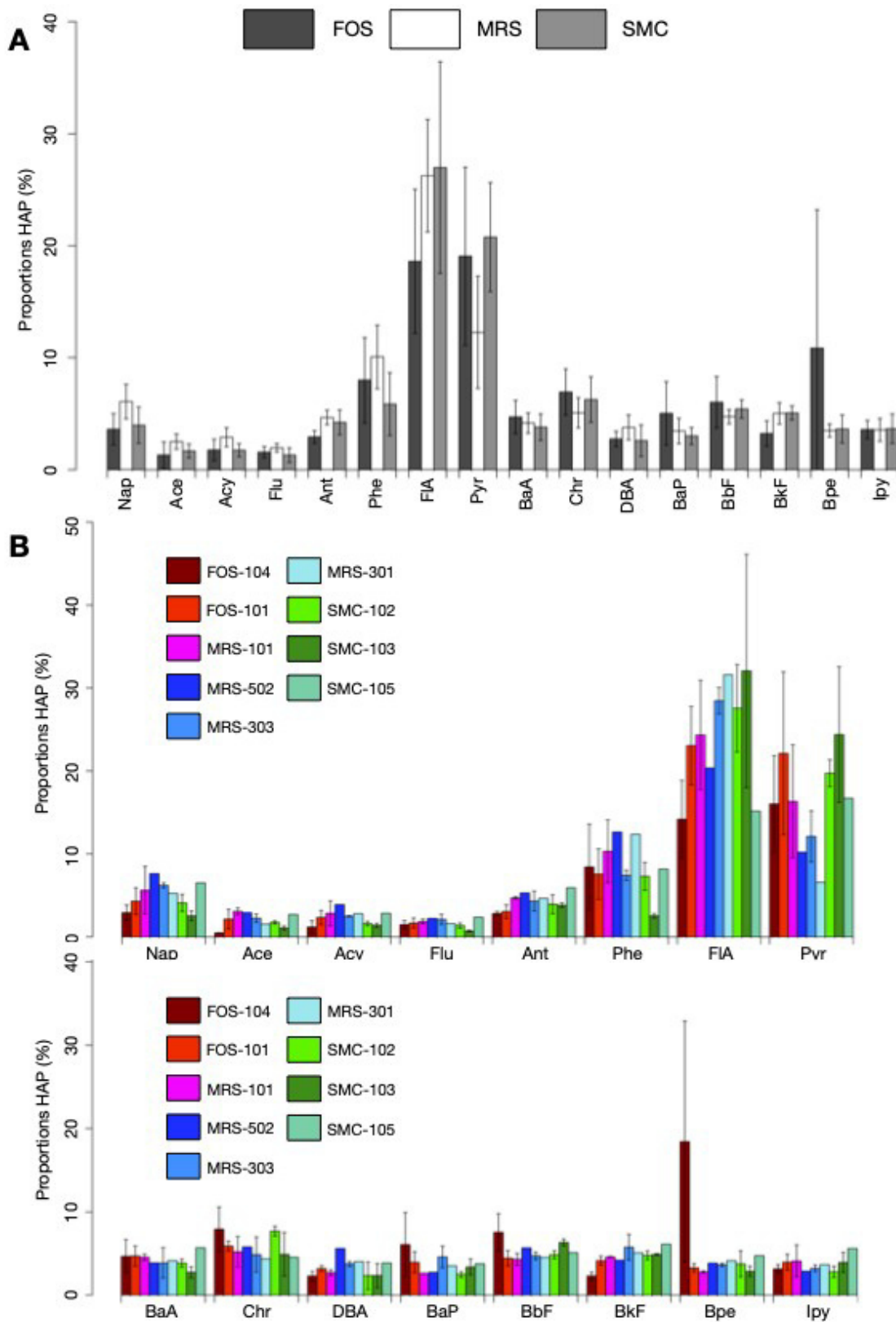


Annexe 6. Liste des 16 HAPs à surveiller d'après l'agence américaine de l'environnement US-EPA et analysés dans cette étude.

Abréviation	Nom	Nombre de cycles	Formule chimique
Nap	Naphtalène	2	C ₁₀ H ₈
Ace	Acénaphtylène	3	C ₁₂ H ₈
Acy	Acénaphène	3	C ₁₂ H ₁₀
Flu	Fluorène	3	C ₁₃ H ₁₀
Ant	Anthracène	3	C ₁₄ H ₁₀
Phe	Phenanthrène	3	C ₁₄ H ₁₀
FlA	Fluoranthrène	4	C₁₆H₁₀
Pyr	Pyrène	4	C ₁₆ H ₁₀
BaA	Benzo(a)anthracène	4	C ₁₈ H ₁₂
Chr	Chrysène	4	C ₁₈ H ₁₂
DBA	Dibenzo(ah)anthracène	5	C ₂₀ H ₁₂
BaP	Benzo(a)pyrènes	5	C₂₀H₁₂
BbF	Benzo(b)fluoranthène	5	C₂₀H₁₂
BkF	Benzo(k)fluoranthène	5	C₂₂H₁₄
Bpe	Benzo(ghi)pérylène	6	C₂₀H₁₂
Ipy	Indenol(1,2,3-cd)pyrène	6	C₂₂H₁₂

En vert clair les HAPs considérés comme légers, en vert médium les HAPs dit intermédiaires et en vert foncé les HAPs considérés comme lourds. Les HAPs inscrits en rouge sont particulièrement surveillés par l'OMS (WHO, 2004 ; Rollin et al. 2005 ; Girard et al. 2011).

Annexe 7. Profil des congénères HAP exprimés en pourcentage d'HAP totaux



(A) Profil HAP enregistré dans chaque commune (n=6) et (B) profil HAP mesuré au niveau des IRIS étudiés.

Annexe 8. Corrélations entre les teneurs en métaux et HAP totaux (A) et entre et les indices écologiques (B) (coefficients R, n = 6 ; p < 0,05).

A - Entre les teneurs en métaux et les teneurs en HAP totaux

	Al	As	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Hg	Mn	Mo	Ni	Pb	Sb	Ti	V	Zn	HAP totaux	
Al		0,55	0,22	0,53	0,77	0,90	0,30	0,93	0,58	0,80	0,77	0,78	0,68	0,23	0,83	0,98	0,57	0,70	
As			0,73	0,47	0,77	0,43	0,68	0,38	0,73	0,32	0,53	0,82	0,92	0,63	0,20	0,50	0,43	0,12	
Ca				0,60	0,53	0,30	0,72	0,12	0,45	0,27	0,50	0,68	0,60	0,70	-0,02	0,17	0,67	0,03	
Cd					0,65	0,67	0,50	0,63	0,27	0,75	0,85	0,72	0,53	0,62	0,58	0,58	0,80	0,55	
Co						0,72	0,77	0,62	0,50	0,55	0,77	0,95	0,90	0,73	0,57	0,70	0,67	0,38	
Cr							0,27	0,93	0,60	0,95	0,85	0,72	0,50	0,28	0,88	0,88	0,67	0,88	
Cu								0,10	0,30	0,12	0,52	0,78	0,78	0,87	0,03	0,22	0,57	-0,02	
Fe									0,53	0,93	0,80	0,63	0,48	0,12	0,92	0,97	0,53	0,87	
Hg										0,53	0,42	0,52	0,57	0,32	0,42	0,53	0,32	0,50	
Mn											0,83	0,58	0,35	0,20	0,88	0,83	0,65	0,93	
Mo												0,83	0,62	0,42	0,63	0,78	0,65	0,73	
Ni													0,92	0,68	0,50	0,73	0,73	0,38	
Pb														0,70	0,35	0,63	0,53	0,15	
Sb															0,20	0,17	0,70	0,00	
Ti																0,85	0,60	0,82	
V																	0,53	0,73	
Zn																		0,42	
HAP totaux																			

B – Entre les indices écologiques et les teneurs en métaux et HAPs totaux

	Al	As	Ca	Cd	Co	Cr	Cu	Fe	Hg	Mn	Mo	Ni	Pb	Sb	Ti	V	Zn	HAP totaux
IPA	-0,43	-0,50	-0,32	-0,25	-0,77	-0,48	-0,62	-0,27	-0,47	-0,27	-0,32	-0,58	-0,58	-0,72	-0,42	-0,30	-0,48	-0,20
VDL	-0,03	-0,63	-0,78	-0,37	-0,57	-0,07	-0,88	0,15	-0,33	0,05	-0,22	-0,57	-0,62	-0,92	0,12	0,07	-0,55	0,22
Richesse	-0,28	-0,53	-0,23	0,00	-0,63	-0,17	-0,63	-0,03	-0,42	0,07	-0,03	-0,47	-0,63	-0,68	-0,17	-0,15	-0,28	0,13
Abondance	-0,06	-0,63	-0,76	-0,39	-0,61	-0,09	-0,90	0,13	-0,30	0,03	-0,25	-0,59	-0,64	-0,94	0,08	0,04	-0,56	0,20

Annexe 9. Calcul de l'Indice de Pollution Intégré (IPI)

Teneurs naturelles en métaux considérées comme le bruit de fond lichénique (Agnan et al. 2015).

Éléments	BDF lichénique (mg.kg ⁻¹)	Éléments	BDF lichénique (mg.kg ⁻¹)
Al	2320,0	Mn	66,0
As	0,85	Ni	3,18
Cd	0,25	Pb	5,99
Co	0,62	Sb	0,29
Cr	4,23	Ti	130,0
Cu	9,91	V	3,94
Fe	1330,0	Zn	44,8

Formules de l'indice de pollution intégré (IPI) et de l'indice de pollution (PI) de chaque métal des IRIS étudiés

$$IPI = \frac{\sum_{i=1}^n Pi}{n} \text{ avec}$$

$$Pi = \frac{[lichen]_{ech}}{[lichen]_{fond}}$$

Où n : nombre total de métaux ; PI : Indice de pollution de chaque métal ; [lichens]_{ech} : teneur du métal (i) dans les thalles de *X. parietina* ; [lichen]_{fond} : bruit de fond lichénique mesuré chez *X. parietina* pour le métal (i)

Valeurs PI obtenus pour les métaux dont le bruit de fond est connu

Résumés

Ce travail a pour but de caractériser l'exposome au niveau territorial en lien avec la diversité des milieux et habitats et permettra également de définir les descripteurs environnementaux. Les relevés de bioindication lichénique et l'analyse des thalles de *X. parietina* ont permis de décrire et de mesurer les teneurs en métaux et HAP perçues sur les sites d'étude, ainsi que d'en déterminer les sources d'émissions.

Ainsi la commune de Fos-sur-Mer a montré des teneurs en métaux (As : 2,0 mg.kg⁻¹ ; Cd : 0,4 mg.kg⁻¹ ; Fe : 10955,3 mg.kg⁻¹ ; Pb : 17,5 mg.kg⁻¹ ; Zn : 125,9 mg.kg⁻¹) et en HAP totaux (1625,4 µg.kg⁻¹) moyennes élevées par rapport aux autres communes de Marseille (As : 1,1 mg.kg⁻¹ ; Cd : 0,1 mg.kg⁻¹ ; Fe : 2210,8 mg.kg⁻¹ ; Pb : 7,6 mg.kg⁻¹ ; Zn : 42,4 mg.kg⁻¹ ; HAP totaux : 600,7 µg.kg⁻¹) et de Saint-Martin-de-Crau (As : 0,7 mg.kg⁻¹ ; Cd : 0,1 mg.kg⁻¹ ; Fe : 2756,8 mg.kg⁻¹ ; Pb : 4,4 mg.kg⁻¹ ; Zn : 43,0 mg.kg⁻¹ ; HAP totaux : 809,6 µg.kg⁻¹). De plus, Fos-sur-Mer a également montré une biodiversité et des indices écologiques plus faible (nombre d'espèces par station : 15 ; IPA moyen : 67,4) que ceux de Marseille (nombre d'espèces par station : 20 ; IPA moyen : 88,8) et de Saint-Martin-de-Crau (nombre d'espèces par station : 22 ; IPA moyen : 98,0).

Les méthodes de biosurveillance lichénique ont permis également d'affiner les mesures à l'échelle des IRIS. Cependant, il faut envisager d'effectuer une comparaison avec les teneurs en métaux et HAP totaux du sol afin d'obtenir une caractérisation de l'exposome territorial et des descripteurs environnementaux complète.

Mots-clés : indicateurs, environnement, biosurveillance atmosphérique, vulnérabilité, lichens

Abstract

This work aims to characterize the exposome at the territorial level in relation to the diversity of environments and habitats and will also make it possible to define environmental descriptors.

Lichen bioindication surveys and analysis of *X. parietina* thalli were used to describe and measure the levels of metals and PAHs perceived at the study sites, as well as to determine the sources of emissions.

Thus the municipality of Fos-sur-Mer showed metal contents (As: 2.0 mg.kg⁻¹; Cd: 0.4 mg.kg⁻¹; Fe: 10955.3 mg.kg⁻¹; Pb: 17.5 mg.kg⁻¹; Zn: 125.9 mg.kg⁻¹) and in total PAHs (1625.4 µg.kg⁻¹) average high compared to the other municipalities of Marseille (As: 1.1 mg.kg⁻¹; Cd: 0.1 mg.kg⁻¹; Fe: 2210.8 mg.kg⁻¹; Pb: 7.6 mg.kg⁻¹; Zn: 42.4 mg.kg⁻¹; Total PAHs: 600.7 µg.kg⁻¹) and Saint-Martin-de-Crau (As: 0.7 mg.kg⁻¹; Cd: 0.1 mg.kg⁻¹; Fe: 2756.8 mg.kg⁻¹; Pb: 4.4 mg.kg⁻¹; Zn: 43.0 mg.kg⁻¹; Total PAHs: 809.6 µg.kg⁻¹). In addition, Fos-sur-Mer also showed lower biodiversity and ecological indices (number of species per plot: 15; Average IPA: 67.4) than those of Marseille (number of species per plot: 20; Average IPA: 88.8) and Saint-Martin-de-Crau (number of species per plot: 22; Average IPA: 98.0).

Lichen biomonitoring methods have also made it possible to refine measurements at the IRIS scale. However, consideration should be given to making a comparison with total metal and PAH levels in the soil in order to obtain a more accurate characterization of the territorial exposome and environmental descriptors.

Keywords: indicators, environment, atmospheric biomonitoring, vulnerability, lichens