



RETOUR D'EXPÉRIENCE SUR UN ESSAI D'INTER-COMPARAISON DES MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE DES SOLS

Sophie FAVEREAUX, BRGM et Maxime ANTIER, RAMBOLL

07 novembre 2019



Rappel des objectifs du GT échantillonnage

- Faire un point sur les normes et pratiques actuelles d'échantillonnage sur les sols (2017)
- Réaliser un essai d'inter-comparaison des méthodes d'échantillonnage des sols (2018)
- Créer un tutoriel sur les méthodes d'échantillonnage des sols (2019)
- Proposer un guide de bonnes pratiques (état de l'art, protocoles, recommandations, ...) (2020)
 - Améliorer les pratiques d'échantillonnage et limiter les impacts sur les résultats

Représentants du GT :

- *Donneurs d'ordre privés et publics (EDF, TOTAL, Grand-Paris Aménagement), organisations professionnelles (UCIE et UPDS), bureau d'étude (ENVISOL), MTES, ADEME, INERIS, BRGM*

Présentation de l'essai d'inter-comparaison

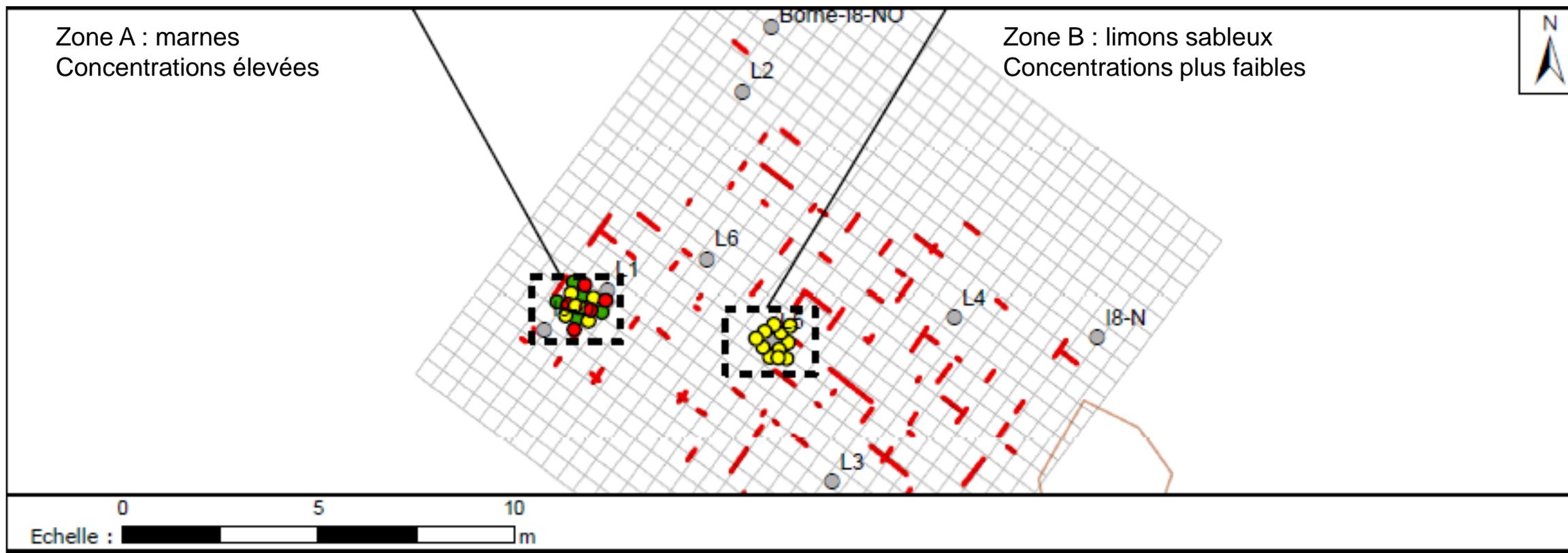
- Objectifs de l'essai d'inter-comparaison
- Description du site et des zones échantillonnées
- Programme d'investigations et d'échantillonnage
- Elaboration des protocoles d'échantillonnage



Objectifs de l'essai d'inter-comparaison

- Définir un protocole d'échantillonnage adapté à chaque technique/chaque méthode.
- Mettre en œuvre des techniques de forage couplées à différentes méthodes d'échantillonnage.
- Préciser les limites des techniques / les difficultés rencontrées sur le terrain (avantages/inconvénients).
- Etudier la variabilité des données et évaluer les écarts entre les techniques et les méthodes :
 - *Identifier les techniques et méthodes d'échantillonnage qui semblent les plus adaptées à la recherche de composés organiques (volatils et non volatils).*

Description du site et des zones échantillonnées



- > Un ancien site industriel avec pollution mixte organique (hydrocarbures et solvants chlorés)
- > Un diagnostic préalable (septembre 2018) :
 - Pour repérer les éventuels gros blocs béton ferrailés à l'aide d'un géoradar ;
 - Pour identifier les types de sols, les types de polluants et les gammes de concentrations ;
 - Pour préparer l'essai et localiser les zones à échantillonner.

Principes de l'essai d'inter-comparaison (15-18 octobre 2018)

Comparaison des techniques et des méthodes

- 3 techniques de forage couramment utilisées en France
 - ✓ Diamètres de forage spécifiques à l'essai
- 4 méthodes d'échantillonnage (pratiques françaises et étrangères)
 - ✓ Grand cylindre adapté pour l'essai
- Protocoles d'échantillonnage imposés
 - ✓ Précautions pour limiter les pertes de composés
- Un superviseur présent en permanence (Brgm)
- Un atelier de forage (Agri-Environnement)
- **Un préleveur expérimenté** (Ramboll)
- **Un laboratoire d'analyse accrédité** (Eurofins)

Tests complémentaires :

- Mesures des COV avec un PID : 3 protocoles testés (sous gaine, sur gouge et en sac avec sol résiduel issu de la tarière) ;
- Suivi de l'exposition du préleveur (méthanol et COV) : mesures sur site, prélèvement d'air et analyses en laboratoire ;
- Influence de la température et de la durée de stockage : échantillons prélevés en triple et stockés dans différentes conditions.

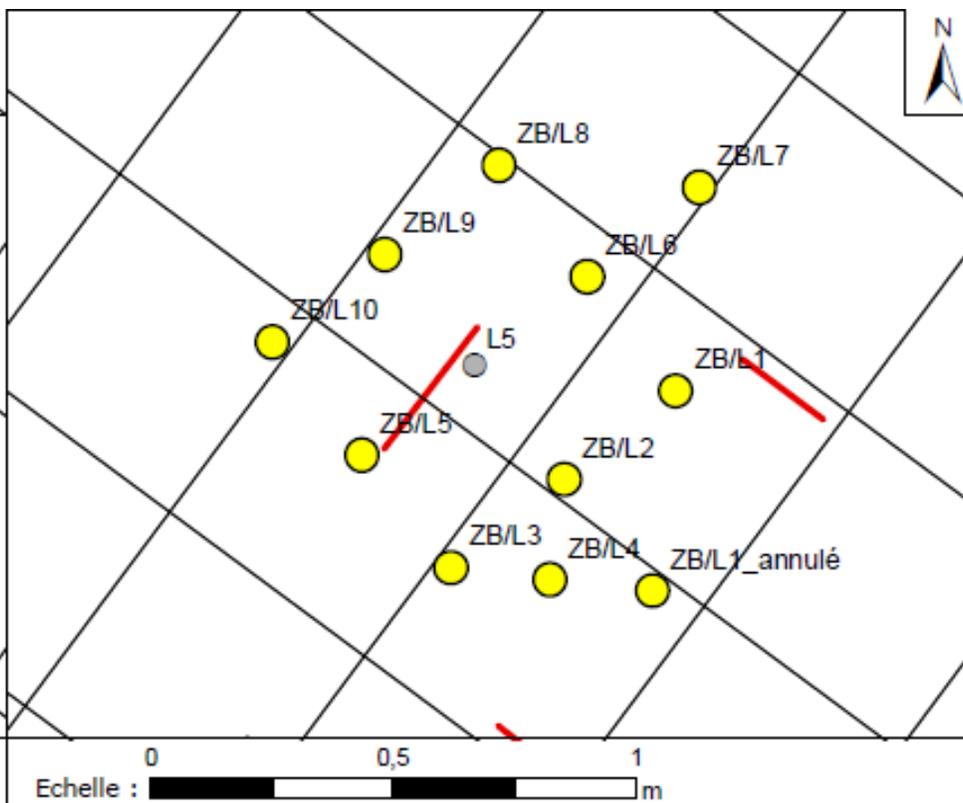
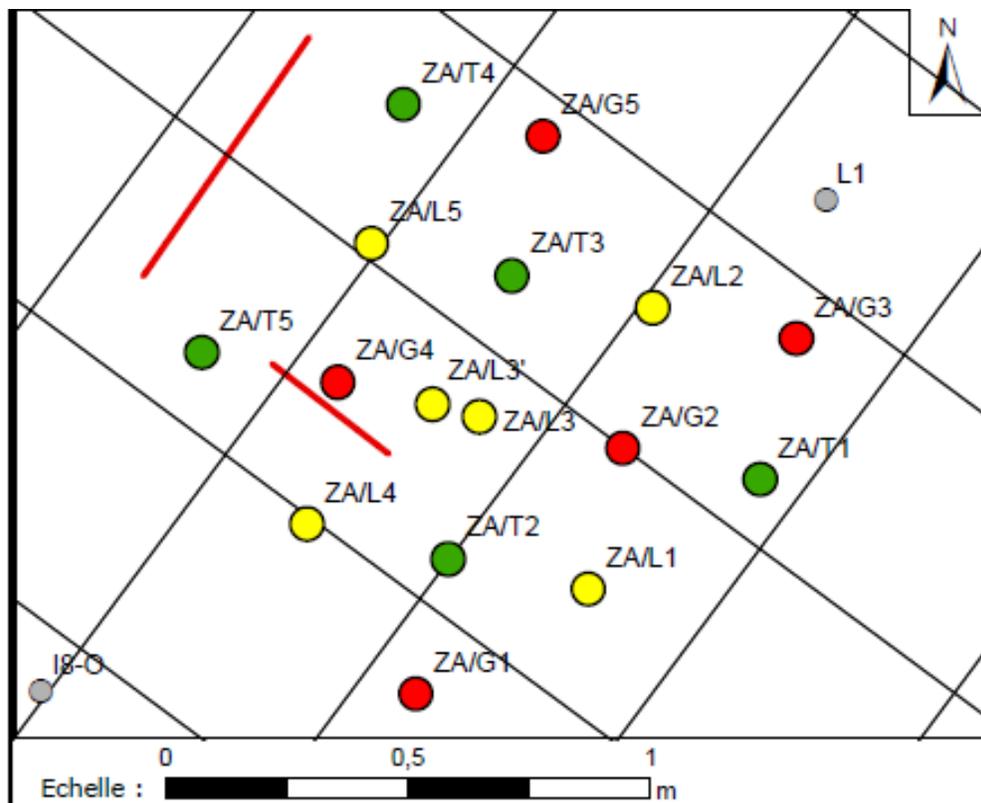


- Sources de variabilité uniquement liées aux techniques de forage et méthodes d'échantillonnage

Stratégie d'investigations : réalisation des sondages

Zone A : marnes et concentrations élevées
(prof. : 1,5-2,5 m)

Zone B : limon sableux et concentrations plus faibles
(prof. : 0,25-0,75 m)



- > Techniques de forage alternées sur une surface d'investigations réduite au maximum : 15 sondages
 - Carottier sous gaine (5) / Gouge (5) / Tarière (5)

- > 10 sondages au carottier sous gaine sur une surface d'investigations réduite au maximum

Programme d'échantillonnage et d'analyses

Programme d'échantillonnage

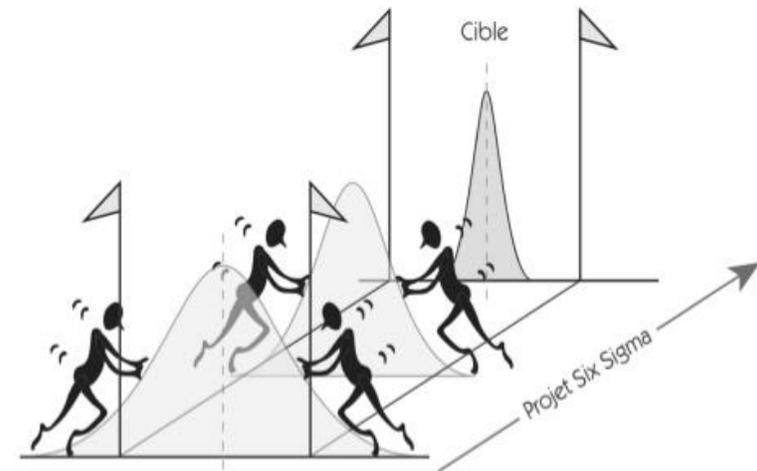
- > 280 échantillons de sol prélevés et analysés (20 échantillons par technique et par méthode)
- > + 8 blancs de terrain pour le kit méthanol
- > + 40 échantillons pour le test « influence de la T° et la durée de stockage »

Programme d'analyses (méthodes d'analyses conformes aux recommandations du GT laboratoires « matrice sol »)

- > Hydrocarbures (C₅-C₄₀) (aromatiques/aliphatiques)
- > BTEX (Benzène, Toluène, Ethylbenzène, Xylènes), Naphtalène
- > Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAP)
- > Composés Organiques Halogénés Volatils (COHV)

Organisation de l'essai et échanges avec le laboratoire :

- > Logistique (flaconnage, expédition des échantillons)
- > Préparation de l'échantillon (sous-échantillonnage)
- > Méthodes d'analyses, Limites de Quantification (LQ)
- > Recommandations (échantillonnage)
- > Exploitation des résultats (cohérence, incertitudes,...)



Moyens mis en œuvre

Objectif : obtention d'échantillons de sol de qualité identique

- **Présentation des techniques de forage et des méthodes d'échantillonnage**
- **Limiter la variabilité liée à la dispersion horizontale des polluants**
- **Limiter la variabilité liée à la dispersion verticale des polluants**
- **Limiter la variabilité liée aux autres variables (nettoyage, conditionnement, expédition)**



Moyens mis en œuvre : réalisation des forages

3 techniques de forage : Tarière pleine, Carottier à fenêtres (Gouge) et Carottier sous gaine (Liner)



Tarière pleine (T)



Carottier à fenêtres ou gouge (G)

Moyens mis en œuvre : réalisation des forages

3 techniques de forage : Tarière pleine, Carottier à fenêtres (Gouge) et Carottier sous gaine (Liner)



Carottier métallique (à gauche) et gaine PEHD ou liner (L)



Liner ouvert (non prélevé)

Moyens mis en œuvre : réalisation des échantillons

4 méthodes d'échantillonnage : Flacon, Kit Méthanol, Petit Cylindre et Grand Cylindre



Flacon (F) en verre

Moyens mis en œuvre : réalisation des échantillons

4 méthodes d'échantillonnage : Flacon, Kit Méthanol, Petit Cylindre et Grand Cylindre



Kit méthanol (M) : prélèvement à la seringue



Kit méthanol (M) : transfert des sols dans le flacon contenant du méthanol.

Moyens mis en œuvre : réalisation des échantillons

4 méthodes d'échantillonnage : Flacon, Kit Méthanol, Petit Cylindre et Grand Cylindre



Prélèvement au petit cylindre (CP)

Moyens mis en œuvre : réalisation des échantillons

4 méthodes d'échantillonnage : Flacon, Kit Méthanol, Petit Cylindre et Grand Cylindre



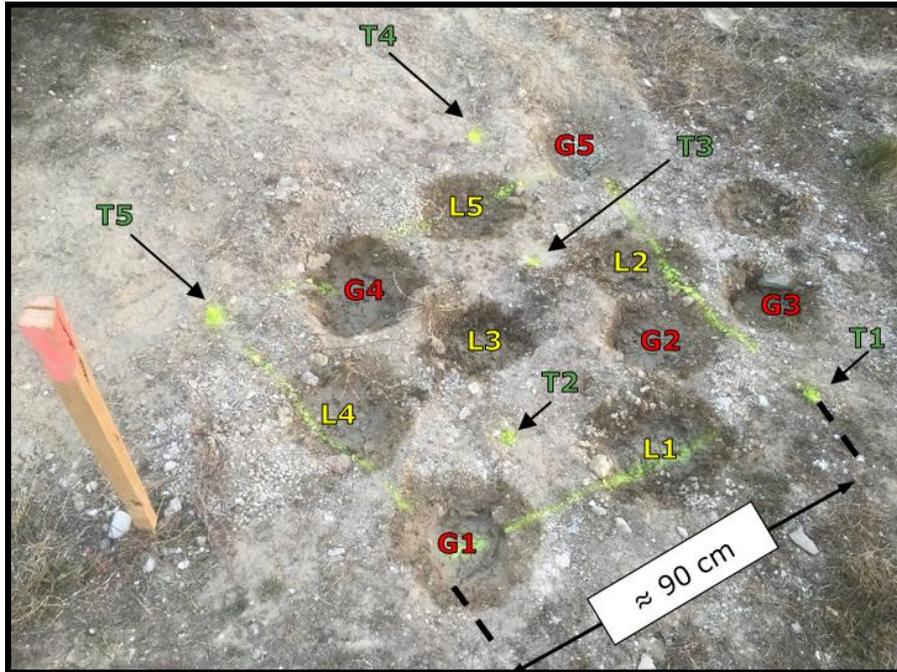
Grand cylindre (CG) : utilisation du porte cylindre



Grand cylindre (CG) : mise en place des bouchons

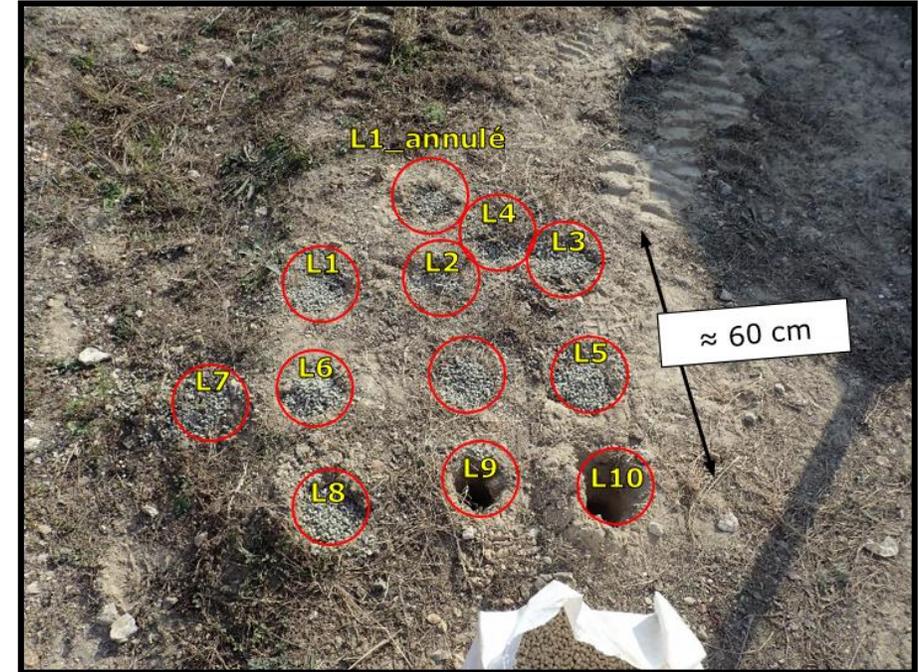
Moyens mis en œuvre : implantation des sondages

Objectif : limiter la variabilité liée à la dispersion horizontale des polluants



Zone A :

- 3 techniques de forage
- Prélèvements : entre 1,5 et 2,5 m
- Lithologie : marnes
- Fortes concentrations en COHV, HC C₅-C₁₀ et HC C₁₀-C₄₀

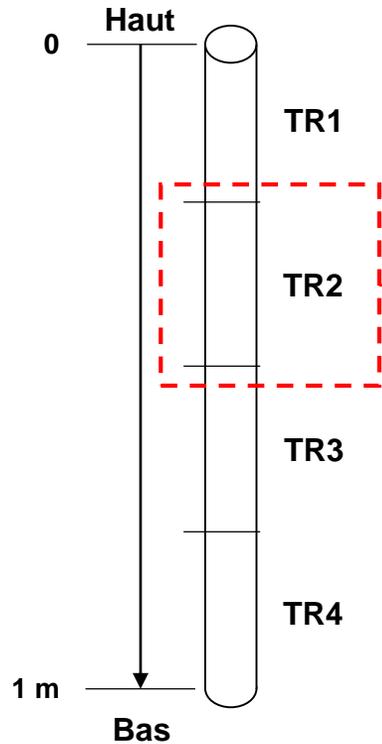


Zone B :

- 1 technique de forage
- Prélèvements : entre 0,25 et 0,75 m
- Lithologie : limons sableux
- Zone de concentrations moins élevées

Moyens mis en œuvre : échantillonnage de tronçons de sol

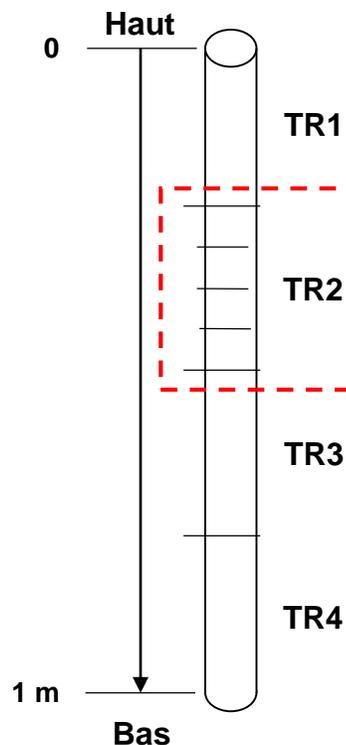
Objectif : limiter la variabilité liée à la dispersion verticale des polluants



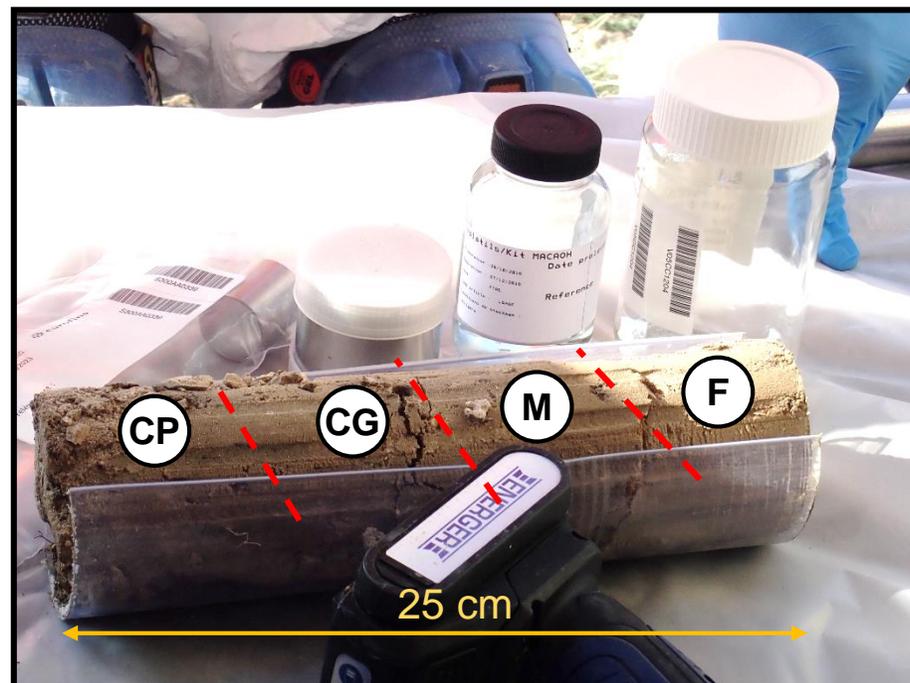
TR = tronçon de sol

Moyens mis en œuvre : échantillonnage de tronçons de sol

Objectif : limiter la variabilité liée à la dispersion verticale des polluants



TR = tronçon de sol



Les 4 méthodes d'échantillonnages sont réalisées sur chaque tronçon.

Les emplacements de ces méthodes changent en fonction du tronçon.

Pour la tarière, seulement 2 méthodes ont été utilisées : le flacon et le kit méthanol

Moyens mis en œuvre

Objectif : limiter la variabilité liée aux autres paramètres

- 1 seul préleveur formé à la mise en œuvre des protocoles imposés pour chaque méthode sur l'ensemble de l'essai
- Nettoyage du matériel de forage et de prélèvements
- Conservation et transport des échantillons :
 - Utilisation de pains de glace congelés, changés régulièrement dans les glacières
 - Utilisation de trackers de température (1 par envoi)
 - Départ des échantillons tous les jours (80 à 120 éch. / jour)
- 1 seul laboratoire en charge des analyses





Présentation de quelques résultats

- **Composition de la pollution et gammes de concentrations**
- **Distribution des concentrations avec indicateurs statistiques**
- **Comparaison de méthode à méthode (estimation des ratios de concentrations)**

Composition de la pollution et gammes de concentrations

Paramètres	Zone A : sol marneux et concentrations élevées			Zone B : limon sableux et concentrations plus faibles		
	Min.	Max.	Moy. (200 éch.)	Min.	Max.	Moy. (80 éch.)
Somme des BTEX (maj. Xylènes)	<LQ	20	4	<LQ	1,3	-
Trichloroéthylène	2	347	78	<LQ	47	5
Tétrachloroéthylène	11	12 900	1250	0,09	92	18
Hydrocarbures C5-C10 (maj aliphatiques C8-C10)	1,5	2 740	127	<LQ	215	8
Hydrocarbures C10-C40 (maj aliphatiques C21-C40)	73	6 740	1250	29	1 200	400

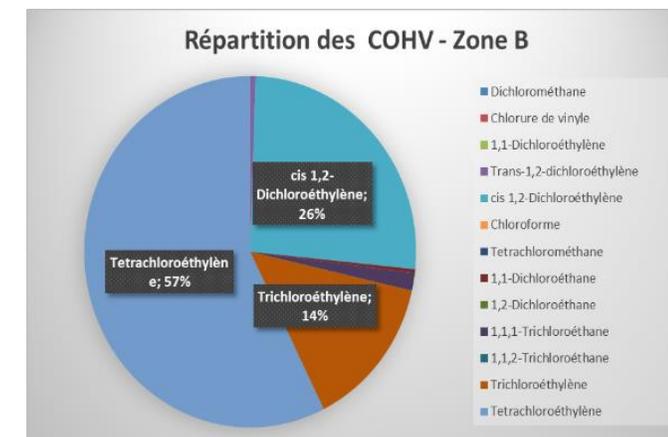
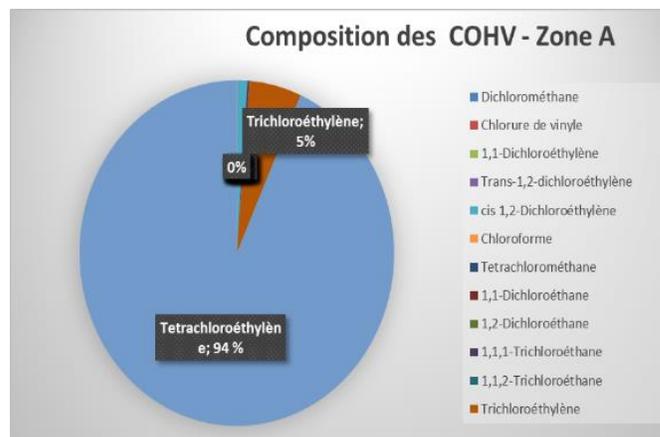
Concentrations en mg/kg-MS

Pollution de même nature dans les deux zones :

- Solvants chlorés et hydrocarbures

Répartition différente des COHV :

- Zone A : 94% de PCE, 5% de TCE
- Zone B : 54% de PCE, 26% de DCE et 14% de TCE



Analyse statistique des résultats

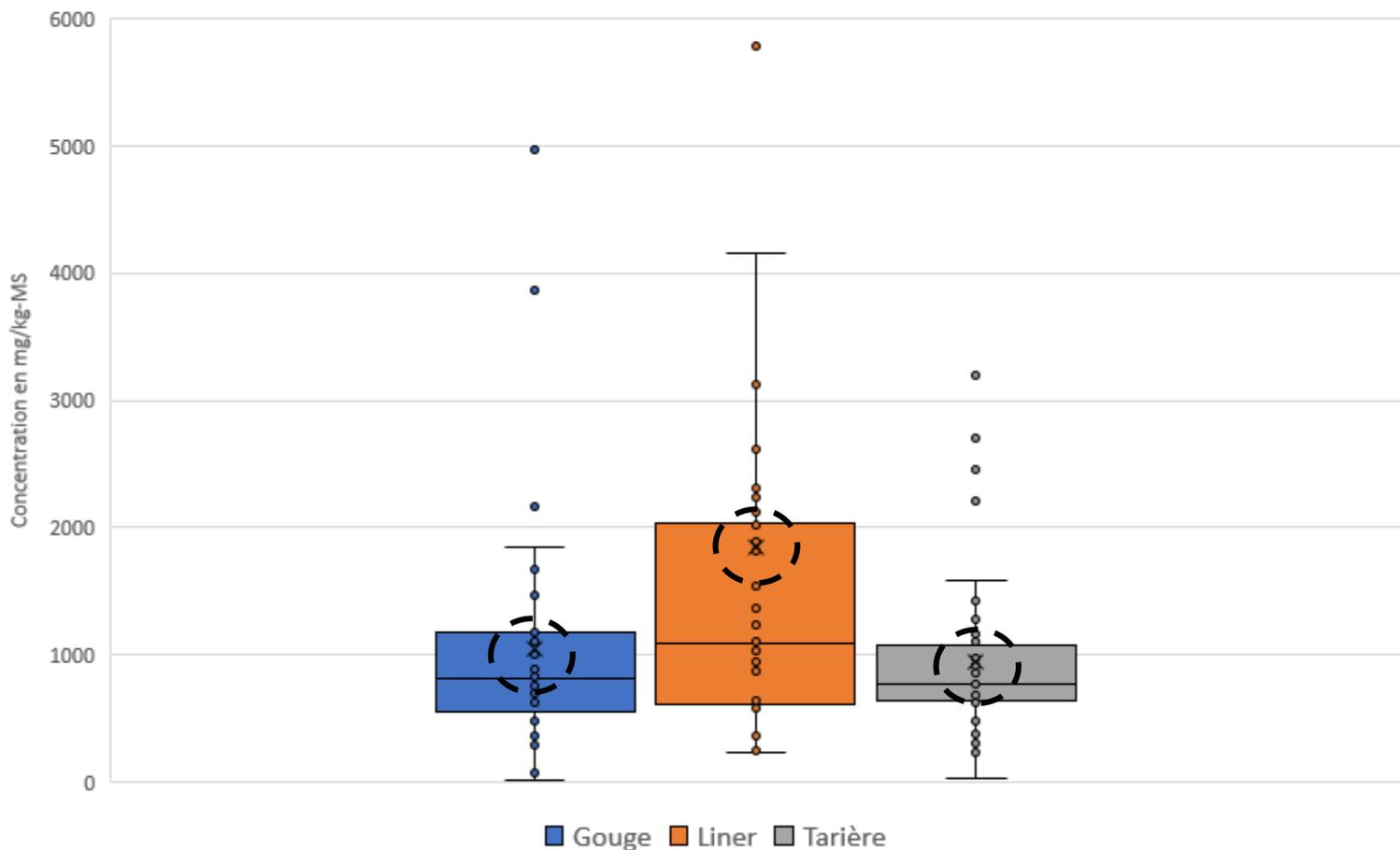
> Comparaison des techniques de forage en zone A

Méthodologie retenue :

- **Distribution des concentrations (boîtes à moustaches, paramètres statistiques, ...)**
- Paramètres conservés : BTEX (zone A), TCE et PCE (zones A et B), Hydrocarbures C₅-C₁₀ et C₁₀-C₄₀
- Exploitation des valeurs communes aux 3 techniques de forage : flacon et méthanol
- 20 valeurs exploitées pour chaque technique et chaque paramètre
- Les valeurs extrêmes ont été conservées

Comparaison des techniques de forage – Résultats du PCE en Zone A

Répartition des concentrations mesurées par technique de forage
(zone A - sol marneux - Tétrachloroéthylène)



	Gouge	Liner	Tarière
Nombre de valeurs :	40	40	40
médiane :	815	1 090	770
moyenne :	1 041	1 847	943
écart-type :	933	2 418	663
1er quartile :	603	617	643
3ème quartile :	1 173	2 023	1 010
intervalle interquartile :	570	1 406	367

Constats :

Médianes du même ordre de grandeur pour les 3 techniques.

Moyenne plus élevée pour le carottier sous gaine (détection de fortes valeurs).

Résultats proches pour la gouge et la tarière.

Plus de dispersion des données avec le carottier sous gaine. Variabilité des concentrations moins visible avec les autres techniques de forage.

Comparaison des techniques de forage (Zone A : sol marneux, concentrations élevées)

Dans le contexte de l'essai et pour l'ensemble des composés recherchés :

- ⇒ **Les 3 techniques de forage** apportent une réponse (présence d'une source de pollution).
- ⇒ **Le carottier sous gaine** permet une **caractérisation plus fine** de la source de pollution. Cette technique donne accès aux fortes valeurs et à la variabilité des données. Elle permet d'identifier un profil de concentrations sur l'horizon échantillonné.
- ⇒ **La tarière pleine** montre un effet **d'homogénéisation** des sols qui conduit à **moyenner les concentrations** (notamment pour les volatils). Elle donne de meilleurs résultats pour les hydrocarbures C_{10} - C_{40} (non volatils).
- ⇒ Le **carottier à gouge** donne des résultats relativement proches de la tarière pour certains composés volatils (COHV et BTEX). Elle permet une meilleure caractérisation **des hydrocarbures C_5 - C_{10} et C_{10} - C_{40}** .

Analyse statistique des résultats

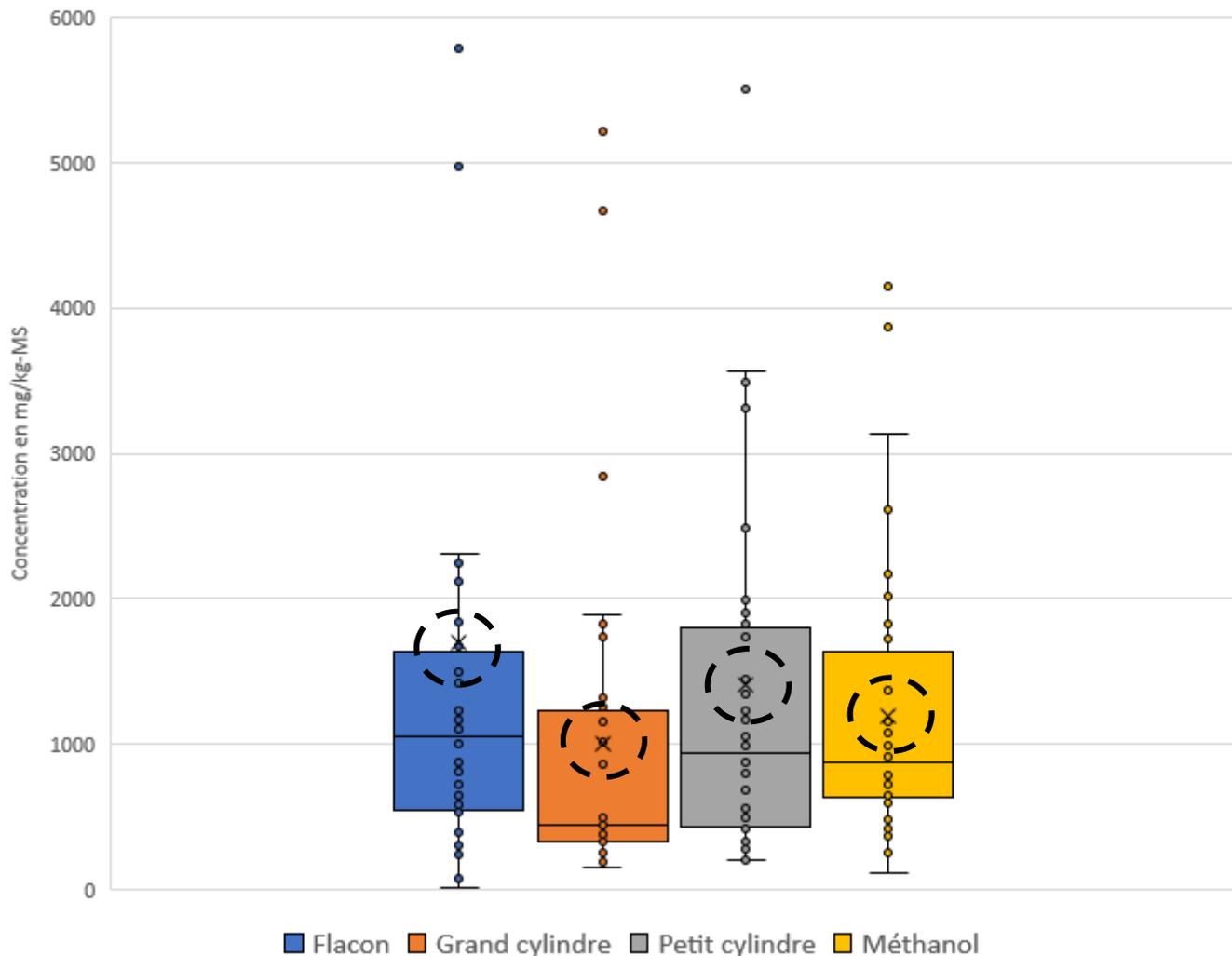
> Comparaison des méthodes d'échantillonnage - Zones A et B

Méthodologie retenue :

- Distribution des concentrations (boîtes à moustaches, paramètres statistiques)
- Comparaison de méthode à méthode et estimation des ratios de concentrations
- Paramètres conservés : BTEX (zone A), TCE et PCE (zones A et B), Hydrocarbures C₅-C₁₀ et C₁₀-C₄₀
- Exploitation des valeurs communes aux 4 méthodes d'échantillonnage : carottiers sous gaine et à gouge
- 20 valeurs exploitées pour chaque méthode et chaque paramètre
- Les valeurs extrêmes ont été conservées

Comparaison des méthodes d'échantillonnage – Résultats du PCE en Zone A

Répartition des concentrations mesurées par méthode d'échantillonnage
(Zone A – Marne - Tétrachloroéthylène)



	Flacon	Grand cylindre	Petit cylindre	Méthanol
Nombre de concentrations : (avec flacon et méthanol)	40	40	40	40
médiane :	1 048	441	942	871
moyenne :	1 699	996	1 411	1 188
écart-type :	2 460	1 148	1 506	931
1er quartile :	569	341	437	644
3ème quartile :	1 573	1 205	1 760	1 458
intervalle interquartile :	1 004	864	1 323	814

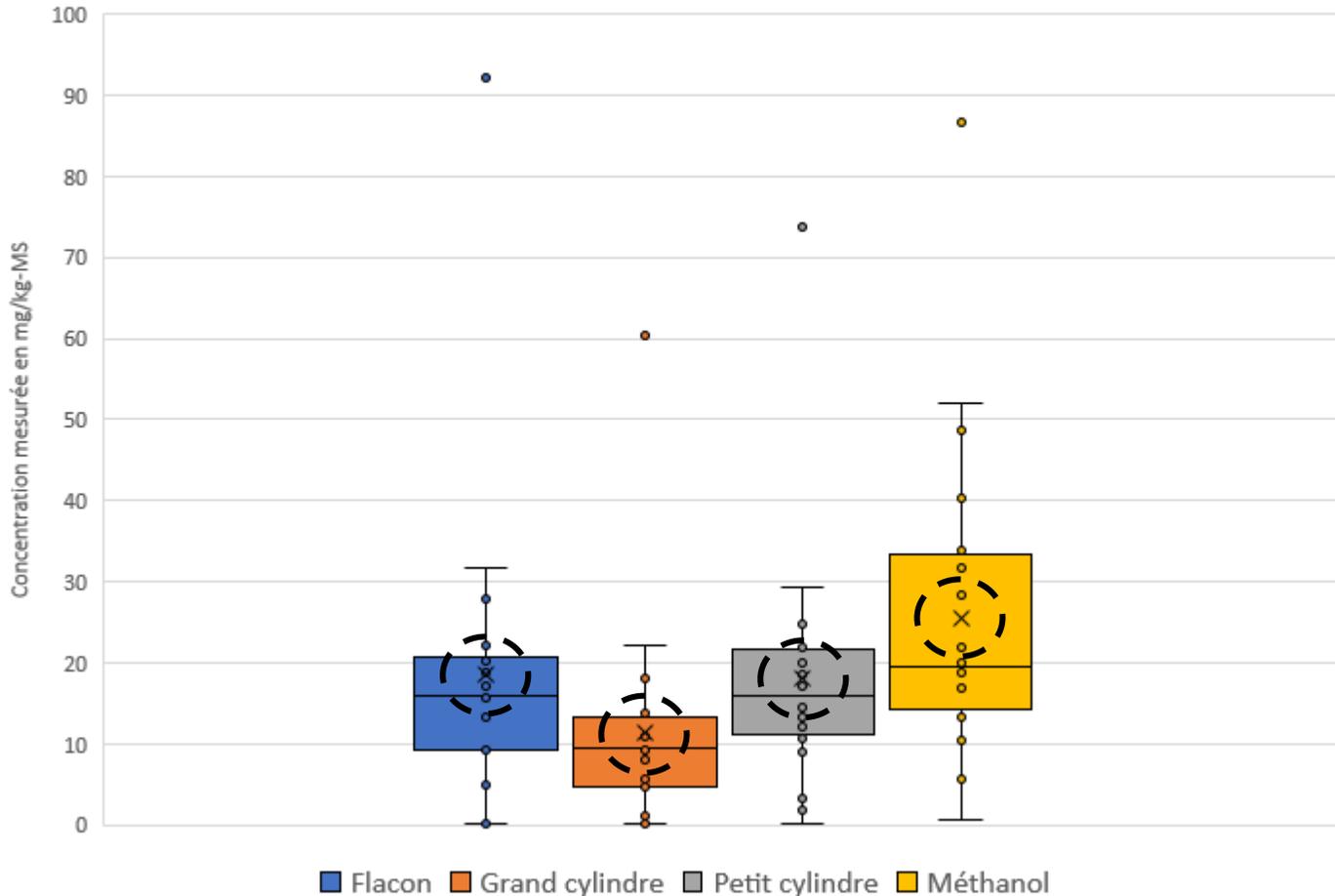
Résultats :

Médianes de même ordre de grandeur pour le flacon, le petit cylindre et le méthanol. On note une sous estimation des valeurs avec le grand cylindre.

Moyenne plus élevée avec le flacon (fortes valeurs détectées). Plus de dispersion des données avec le petit cylindre.

Comparaison des méthodes d'échantillonnage – Résultats du PCE en zone B

Répartition des concentrations mesurées par méthode d'échantillonnage
(zone B - Limon sableux - Tétrachloroéthylène)



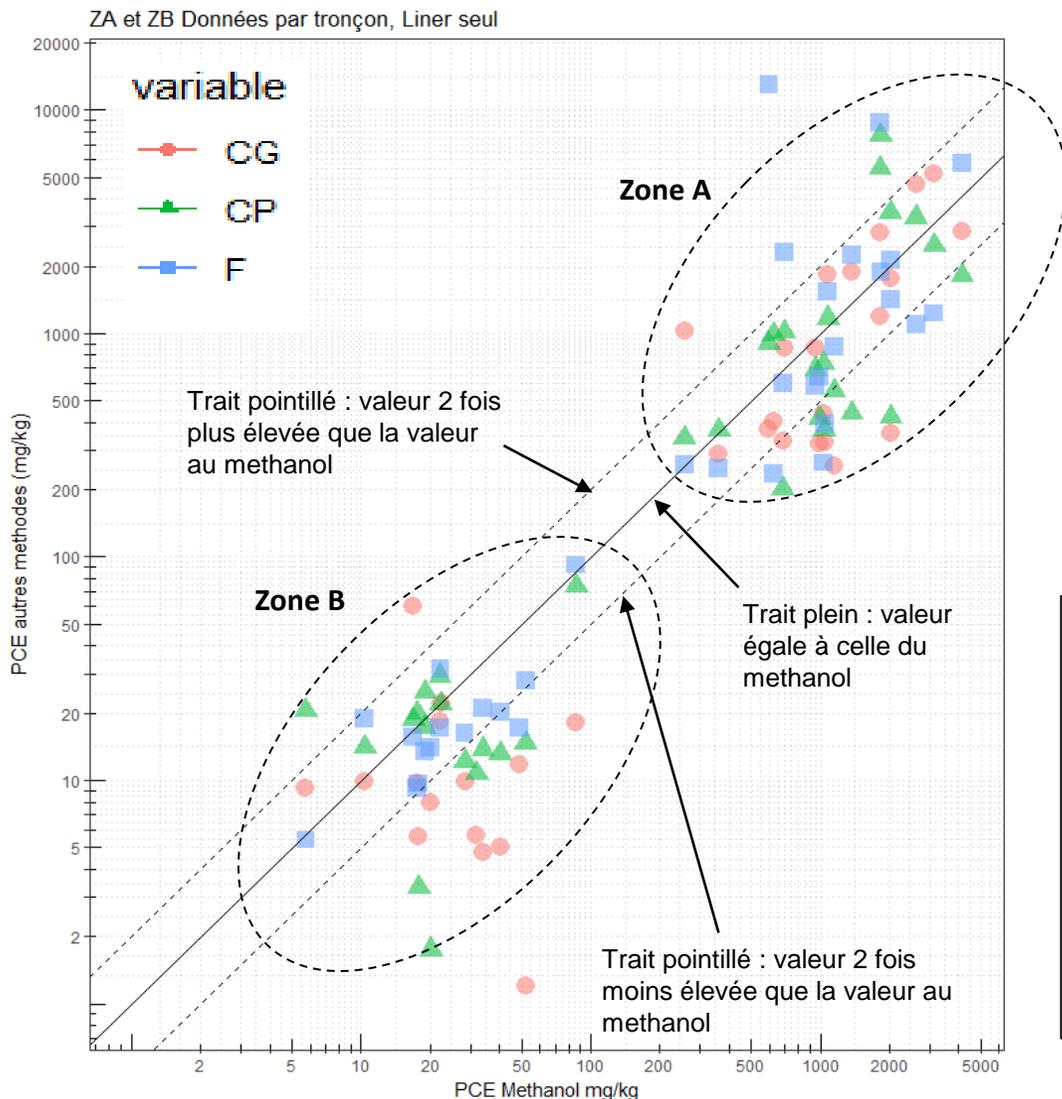
	Flacon	Grand cylindre	Petit cylindre	Méthanol
Nombre de concentrations :	20	20	20	20
médiane :	16	9,5	16	20
moyenne :	19	11,5	18	26
écart-type :	19,2	13,0	15,2	20
1er quartile :	9,6	4,9	12	16
3ème quartile :	20	12	21	32
intervalle interquartile :	11	7,3	9,1	16

Résultats :

Médianes de même ordre de grandeur pour le flacon, le petit cylindre et le méthanol. On note une sous estimation des valeurs avec le grand cylindre.

Moyenne plus élevée avec le méthanol.
Plus de dispersion des données avec le méthanol.
Variabilité qui est moins visible avec les autres méthodes.

Comparaison des méthodes d'échantillonnage – Résultats du PCE (zones A et B)



Chaque méthode comparée au méthanol sur le même tronçon

Zone A (marne) - PCE - Liner			
LINER	F/M	CG/M	CP/M
1er Quartile	0,56	0,47	0,43
Médiane	0,81	0,75	0,91
3ème Quartile	1,4	1,4	1,5
Zone B (limon sableux) - PCE - Liner			
LINER	F/M	CG/M	CP/M
1er Quart	0,53	0,15	0,33
Médiane	0,66	0,33	0,88
3ème Quart	0,94	0,92	1,27

Ratio = rapport entre la concentration d'une méthode et celle du méthanol

Ratio <1 : valeur au méthanol plus élevée que la méthode considérée

Ratio >1 : valeur au méthanol moins élevée que la méthode considérée

Constats sur la comparaison des méthodes (cas du PCE et du carottier sous gaine) :

Difficile de conclure sur un ratio de concentration mais quelques tendances :

- ⇒ **Dans les sols marneux et les concentrations élevées** : Données dispersées autour des valeurs du méthanol pris comme référence. Faible écart entre les méthodes d'échantillonnage [Ratios médians : 0,75-0,91].
- ⇒ **Dans les limons sableux avec des concentrations plus faibles** : Proportion plus importante de valeurs sous-estimées comparé au méthanol. Faible écart entre méthanol et petit cylindre. Par contre, les écarts sont plus importants avec le flacon et le grand cylindre [ratios médians : 0,33 - 0,66].

Comparaison des méthodes d'échantillonnage

Dans le contexte de l'essai et pour l'ensemble des composés recherchés :

- ⇒ Le **flacon pré-rempli de méthanol** permet une caractérisation plus fine des composés volatils notamment dans les sols plus perméables et des concentrations plus faibles (zone B).
- ⇒ Le **petit cylindre** donne des résultats proches du méthanol en **zone B** [ratios médians : 0,8-1,1] pour l'ensemble des composés volatils. Résultats plus variables en zone A pour le TCE et les BTEX [ratios médians : 0,3-0,9].
- ⇒ Le **flacon** donne des résultats proches du méthanol **en zone A** [ratios médians : 0,8-1,5] pour tous les composés volatils excepté le TCE [ratios médians : 0,6-0,9]. En zone B, les écarts avec le méthanol sont plus importants [ratio médian : 0,7].
- ⇒ Le **grand cylindre** sous-estime les concentrations en COHV et BTEX en zone A et de manière plus marquée en zone B [ratios médians ZA et ZB : 0,3-0,8].
- ⇒ Le **flacon** convient bien pour l'analyse des hydrocarbures C₁₀-C₄₀. Le **grand cylindre** convient aussi mais avec une légère sous-estimation des concentrations [ratio médian : 0,8].



POUR CONCLURE

1. Recommandations
2. Perspectives
3. Communication

Quelques recommandations générales

- ⇒ Définir la méthode d'échantillonnage selon le contexte, les objectifs attendus et les caractéristiques du site (lithologie, concentration, mélange de polluants ayant des propriétés physico-chimiques différentes,...) ;
- ⇒ Adopter un protocole d'échantillonnage rigoureux et adapté aux composés recherchés ;
- ⇒ Encourager la collaboration / les échanges avec les laboratoires (traçabilité des méthodes de préparation et d'analyses) ;
- ⇒ Discuter du choix des techniques et des méthodes (limites, représentativité) et prendre en compte l'ensemble des incertitudes lors de l'interprétation des résultats ;
- ⇒ Associer la caractérisation des sols aux données disponibles sur les autres milieux (notamment les gaz du sol en présence de volatils).

Perspectives

- ⇒ Recommandations générales sur les techniques de forage et les méthodes d'échantillonnage dans un guide de bonnes pratiques, avec prise en compte des objectifs de l'étude et des contextes de terrain (polluants recherchés, lithologies, gammes de concentrations...)
 - *L'état de l'art ainsi que les résultats des essais d'inter-comparaison disponibles viendront enrichir ce guide (aboutissement du guide prévu fin 2020/début 2021).*
- ⇒ Reprise des discussions avec les laboratoires :
 - *Méthode « méthanol » (préparation des kits, ajout de traceurs, étalons internes, contrôle qualité, informations reportées sur les bordereaux d'analyses) ;*
 - *Incertitudes sur les résultats (mode de calcul et représentation des incertitudes).*
- ⇒ Sensibiliser les préleveurs (méthodes d'échantillonnage) : formations interne et/ou externe / Licence Professionnelle.
- ⇒ Projet de norme ISO « mesures et échantillonnage des composés volatils » : Echanges avec d'autres experts sur les pratiques d'échantillonnage.

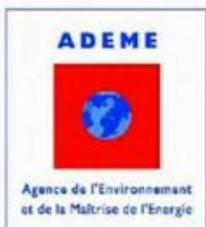
Communication des résultats

- **Deux documents publics sur l'essai collaboratif (fin 2019) :**
 - Rapport factuel des travaux et des résultats bruts ;
 - Rapport d'interprétation des résultats de l'essai.
- **Diffusion du tutoriel :**
<http://ssp-infoterre.brgm.fr/animation-prelevements-sols-composes-organiques>
 - Méthodes d'échantillonnage des sols pour la recherche de composés organiques (notamment les volatils) ;
 - Bonnes pratiques pour minimiser les pertes, obtenir un échantillonnage représentatif du milieu étudié et limiter les impacts liés à l'échantillonnage ;
 - Principales causes de perte des composés organiques.



Groupe de travail « échantillonnage » :

Merci à tous les participants !



Essai réalisé avec la collaboration de :

RAMBOLL

(PRÉLEVEUR)



(FOREUR)



(SITE)

EUROFINS : Laboratoire d'analyses
COELYS et INRS : suivi des expositions
IMAGE CLE : Tutoriel

grandparis
aménagement

Merci de votre attention

